ICS 65.120
B 46

中华人民共和国国家标准

GB 23386—××××
代替GB/T 23386-2009

饲料添加剂　维生素A棕榈酸酯(粉)

Feed additive—Vitamin A palmitate (powder form)

（报批稿）

××××-××-××发布　　××××-××-××实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会　发布

前　　言

本标准的第1章、第3章和第5章为强制性的，其余为推荐性的。

本标准按照GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准代替GB/T 23386—2009 《饲料添加剂　维生素A棕榈酸酯粉》。

本标准与GB/T 23386—2009 相比，主要技术内容差异如下：

——产品性状修改为“淡黄色至黄色流动性颗粒或粉末，无明显异味，对空气、热、光和湿敏感”；

——第3章中增加了对“产品规格”的要求；

——总砷由“3 mg/kg”修改为“2 mg/kg”；

——修改了维生素A棕榈酸酯含量测定方法；

——粒度的测定修改为按GB/T 5917.1 规定的方法执行；

——增加了资料性附录A。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

本标准起草单位：浙江新和成股份有限公司、中国饲料工业协会、浙江医药股份有限公司、浙江省兽药饲料监察所。

本标准主要起草人：杨金枢、王黎文、朱聪英、施东明、任玉琴、章祥汉、杨亚红、叶月恒、潘大永、王文锋、吕伟军、姜红军、苏俊芬。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 23386—2009。

饲料添加剂　维生素A棕榈酸酯（粉）

1　范围

本标准规定了饲料添加剂 维生素A棕榈酸酯（粉）产品的要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

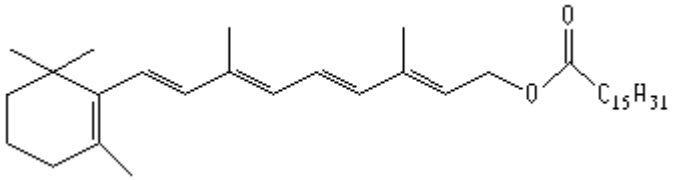
本标准适用于以化学合成的维生素A棕榈酸酯为原料，以变性淀粉等为辅料，加入适量抗氧剂，以喷雾法工艺生产的饲料添加剂 维生素A棕榈酸酯（粉）。

化学名称：3,7-二甲基-9-（2,6,6-三甲基-1-环己烯-1-基）-2,4,6,8-壬四烯-1-棕榈酸酯

分子式：$C_{36}H_{60}O_2$

相对分子量：524.86（2007 年国际相对原子质量）

化学结构式：



2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 601　　化学试剂　标准滴定溶液的制备

GB/T 603　　化学试剂　试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 5917.1　配合饲料粉碎粒度测定 两层筛筛方法

GB/T 6435　　饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定

GB/T 6682　　分析实验室用水规格和试验方法

GB 10648　　饲料标签

GB/T 14699.1　饲料采样

3　要求

3.1　外观和性状

本产品为淡黄色至黄色流动性颗粒或粉末，无明显异味，对空气、热、光和湿敏感。

3.2　产品规格

3.2.1　25 万 IU/g。

3.2.2　产品规格也可根据合同要求确定(但不能低于 25 万 IU/g)。

3.3　技术指标

技术指标应符合表1要求。

表 1　技术指标

项　目	指　标
维生素 A 棕榈酸酯含量（占标示量），%	95.0～115.0

表1　技术指标（续）

项　　目	指　　标
维生素 A 醇和维生素 A 乙酸酯总含量，%	≤1.0
粒度	100%通过孔径为0.84 mm的试验筛
	85%以上通过孔径为0.425 mm的试验筛
干燥失重，%	≤8.0
重金属（以 Pb 计），mg/kg	≤10
总砷（As），mg/kg	≤2

4　试验方法

除特殊说明外，所用试剂均为分析纯；色谱和光谱分析中所用水均符合GB/T 6682 中一级水的规定，其他实验用水符合GB/T 6682 中三级水的规定；试剂和溶液的制备应符合GB/T 601 和GB/T 603 的规定。

4.1 感官检验

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其色泽和形态。

4.2 鉴别

按维生素A棕榈酸酯含量测定（4.3）项下试验，试样溶液（4.3.4）主峰的相对保留时间应与标准溶液（4.3.5）维生素A棕榈酸酯色谱峰的保留时间一致。

4.3 维生素 A 棕榈酸酯含量测定

警告：测试过程应在避光条件下进行！

4.3.1　原理

试样用菠萝蛋白酶酶解可能存在的明胶包被物，再以异丙醇提取维生素 A 棕榈酸酯，液相色谱法测定，外标法定量。

4.3.2　试剂和溶液

4.3.2.1 菠萝蛋白酶(≥2 000 GDU/g)。

4.3.2.2 异丙醇（色谱纯）。

4.3.2.3 甲醇（色谱纯）。

4.3.2.4 维生素 A 醇对照品（含量≥3 150 000 IU/g）。

4.3.2.5 维生素 A 乙酸酯对照品（含量≥2 800 000 IU/g）。

4.3.2.6 维生素 A 棕榈酸酯对照品（含量≥1 700 000 IU/g）。

4.3.3　仪器和设备

4.3.3.1 高效液相色谱仪，带紫外检测器或二极管阵列检测器。

4.3.3.2 电热恒温干燥箱。

4.3.3.3 超声波清洗器。

4.3.3.4 分析天平：感量为 0.1 mg。

4.3.4　试样溶液制备

称取试样适量（约相当于维生素 A 棕榈酸酯 50 000 IU），精确至 0.1 mg，置于 250 mL 棕色容量瓶中，加入菠萝蛋白酶（4.3.2.1）20 mg～30 mg，水 10 mL，于 60℃～65℃水浴中超声 5 min，取出，流水冷却至室温，用异丙醇(4.3.2.2)稀释到刻度，摇匀。

4.3.5　标准溶液制备

称取维生素 A 棕榈酸酯对照品(4.3.2.6)0.05 g，精确至 0.1 mg，置于 50 mL 棕色容量瓶中，加入异丙醇(4.3.2.2)稀释至刻度，摇匀。

4.3.6　参考色谱条件

色谱柱：C_{18}柱，柱长150 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm或性能相当者；

柱温：35℃；

流动相：甲醇（4.3.2.3）；

流速：1.5 mL/min；

检测波长：325 nm；

进样量：20 μL。

4.3.7　测定步骤

分别取标准溶液（4.3.5）及试样溶液（4.3.4），经0.45 μm滤膜过滤，进样分析，记录色谱图（维生素A棕榈酸酯的液相色谱图见附录A），按外标法以峰面积计算。

4.3.8　结果计算与表示

4.3.8.1　维生素 A 棕榈酸酯含量

维生素A棕榈酸酯的含量X_1，以国际单位每克（IU/g）表示，按式（1）计算:

$$X_1 = \frac{A_2 \times m_1 \times 250 \times C_1}{A_1 \times m_2 \times 500} \quad \cdots\cdots（1）$$

式中：

A_1 ——标准溶液中维生素A棕榈酸酯的峰面积；

A_2 ——试样溶液中维生素A棕榈酸酯的峰面积；

m_1 ——维生素A棕榈酸酯对照品的质量，单位为克（g）；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

250——试样的稀释体积，单位为毫升（mL）；

500——维生素A棕榈酸酯对照品的稀释体积，单位为毫升（mL）；

C_1 ——维生素A棕榈酸酯对照品的含量，单位为国际单位每克（IU/g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留至小数点后一位。

两次平行测定结果的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的4.0%。

4.3.8.2　维生素 A 棕榈酸酯含量（以标示量计）

维生素A棕榈酸酯的含量 X_2（占标示量）以％表示，按式（2）计算：

$$X_2 = \frac{X_1}{X} \times 100 \quad \cdots\cdots（2）$$

X_1——维生素A棕榈酸酯含量 ，单位为国际单位每克（IU/g）；

X——维生素A棕榈酸酯标示量 ，单位为国际单位每克（IU/g）。

计算结果表示到小数点后一位。

4.4 维生素 A 醇和维生素 A 乙酸酯总含量测定

警告：测试过程应在避光条件下进行！

4.4.1　原理

试样中维生素 A 醇和维生素 A 乙酸酯经菠萝蛋白酶酶解后，用异丙醇提取，液相色谱法分析，外标法定量。

4.4.2　标准溶液制备

4.4.2.1　维生素 A 醇及维生素 A 乙酸酯贮备液

称取维生素A醇标准品（4.3.2.4）及维生素A乙酸酯对照品（4.3.2.5）各约0.02 g（精确至0.01 mg）于100 mL棕色容量瓶中，用异丙醇（4.3.2.2）稀释至刻度，摇匀。临用现配。

4.4.2.2　维生素 A 醇及维生素 A 乙酸酯标准溶液

吸取维生素 A 醇及维生素 A 乙酸酯贮备液各 1.00 mL 于同一 100 mL 棕色容量瓶中，用异丙醇（4.3.2.2）稀释至刻度，摇匀，即得。

4.4.3　试样溶液制备

维生素A棕榈酸酯含量测定中试样溶液（4.3.4）。

4.4.4　测定

分别取试样溶液(4.4.3)及标准溶液（4.4.2.2），过0.45μm滤膜，按参考色谱条件（4.3.6）进样分析，记录色谱图（维生素A醇及维生素A乙酸酯的液相色谱图见附录A）。根据标准溶液的色谱峰保留时间定性，出峰顺序依次为维生素A醇和维生素A乙酸酯，以相应色谱峰的峰面积积分值、外标法计算其含量。

4.4.5　结果计算与表示

4.4.5.1　维生素 A 醇和维生素 A 乙酸酯总含量

维生素A醇和维生素A乙酸酯总含量X_3，以国际单位每克（IU/g）表示，按式（3）计算:

$$X_3=\frac{A_4\times m_3\times 250\times C_2}{A_3\times m_2\times 10000}+\frac{A_6\times m_4\times 250\times C_3}{A_5\times m_2\times 10000} \quad \cdots\cdots（3）$$

式中：

A_3 ——标准溶液中维生素A醇的峰面积；

A_4 ——试样溶液中维生素A醇的峰面积；

m_2 ——试样的质量，单位为克（g）；

m_3 ——维生素A醇对照品的质量，单位为克（g）；

250——试样的稀释体积，单位为毫升（mL）；

10000——维生素A醇及维生素A乙酸酯对照品的稀释体积，单位为毫升（mL）；

C_2 ——维生素A醇对照品的含量，单位为国际单位每克（IU/g）；

A_5 ——标准溶液中维生素A乙酸酯的峰面积；

A_6 ——试样溶液中维生素A乙酸酯的峰面积；

m_4 ——维生素A乙酸酯对照品的质量，单位为克（g）；

C_3 ——维生素A乙酸酯对照品的含量，单位为国际单位每克（IU/g）。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留至小数点后一位。

两次平行测定结果的绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的30%。

4.4.5.2　维生素 A 醇和维生素 A 乙酸酯总含量（以标示量计）

维生素A棕榈酸酯的含量 X_4（占标示量）以％表示，按式（4）计算：

$$X_4=\frac{X_3}{X}\times 100 \quad \cdots\cdots（4）$$

X_3——维生素A醇和维生素A乙酸酯总含量 ，单位为国际单位每克（IU/g）；

X——维生素A棕榈酸酯标示量 ，单位为国际单位每克（IU/g）。

计算结果表示到小数点后一位。

4.5 粒度

粒度按GB/T 5917.1 规定的方法执行。

4.6 干燥失重

干燥失重按GB/T 6435 规定的方法执行。

4.7 重金属

4.7.1　试剂与溶液

4.7.1.1 硫酸。

注意：硫酸是强腐蚀液，操作者需戴防护眼镜、手套，以防灼伤。

4.7.1.2 硝酸。

4.7.1.3 盐酸。

4.7.1.4 甘油。

4.7.1.5 铅标准溶液：1 000 μg/mL。

4.7.1.6 氢氧化钠溶液：40 g/L。

注意：氢氧化钠是强腐蚀液，操作者需戴防护眼镜、手套，以防灼伤。

4.7.1.7 氨水溶液（10%）：按 GB/T 603 制备。

4.7.1.8 盐酸溶液Ⅰ：取盐酸 63 mL，加水至 100 mL，摇匀。

4.7.1.9 盐酸溶液Ⅱ：取盐酸 18 mL，加水至 100 mL，摇匀。

4.7.1.10 硫代乙酰胺溶液：取硫代乙酰胺 4g，加水溶解并稀释至 100 mL，置冰箱中冷藏保存。临用前取 1.0 mL 及混合液［由氢氧化钠溶液（4.7.1.6）15 mL、水 5.0 mL 及甘油（4.7.1.4）组成］5.0 mL，置水浴上加热 20s，混匀，冷却，立即使用。

4.7.1.11 醋酸盐缓冲液（pH3.5）：取醋酸铵 25 g，加水 25 mL 溶解，加盐酸溶液Ⅰ（4.7.1.8）38 mL，用盐酸溶液Ⅱ（4.7.1.9）或氨水溶液（4.7.1.7）准确调节 pH 值至 3.5（pH 剂指示），用水稀释至 100 mL，摇匀。

4.7.1.12 酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.7.1.13 铅标准工作液配制：吸取铅标准溶液（4.7.1.5）2.00 mL，置 200 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀（每毫升相当于 10 μg 的 Pb）。

4.7.2 试样溶液制备

称取试样 1 g（精确至 0.01g），置瓷坩埚中，缓缓炽灼至完全炭化，放冷。加硫酸（4.7.1.1）0.5 mL～1 mL 使湿润，低温加热至硫酸蒸气除尽后，在 550 ℃炽灼使完全灰化，放冷。加硝酸（4.7.1.2）0.5 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷。加盐酸（4.7.1.3）2.0 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加氨水溶液（4.7.1.7）至酚酞指示液（4.7.1.12）显微红色，再加醋酸盐缓冲液（4.7.1.11）2.0 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管，加水稀释成 25 mL，作为乙管。

4.7.3 **标准比色溶液制备**

另取制备试样溶液的试剂，置瓷坩埚中蒸干后，加醋酸盐缓冲液（4.7.1.11）2.0 mL 与水 15 mL，微热溶解后，移置纳氏比色管中，加铅标准工作液（4.7.1.13）1.00 mL，再用水稀释成 25 mL，作为甲管。

4.7.4 **测定与结果判定**

在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液（4.7.1.10）各 2.0 mL，摇匀，放置 2min，同置白纸上，自上向下透视，观察比较甲管与乙管的颜色，如乙管所显颜色未深于甲管，则判定为符合规定。

4.8 **总砷**

4.8.1 试剂与溶液

4.8.1.1 盐酸。

4.8.1.2 氧化镁。

4.8.1.3 无砷锌粒：以能通过 1 号筛的无砷锌为宜，如使用锌粒较大时，用量应酌情增加，反应时间延长至 1h。

4.8.1.4 砷标准溶液：1 000 μg/mL。

4.8.1.5 硝酸镁溶液：150 g/L。

4.8.1.6 盐酸溶液：取盐酸 18 mL，加水适量使成 100 mL，摇匀。

4.8.1.7 碘化钾溶液：165 g/L。**本液应临用新配。**

4.8.1.8 酸性氯化亚锡溶液：取氯化亚锡 20 g，加盐酸（4.8.1.1）使溶解成 50 mL，滤过，摇匀。**有效期 3 个月。**

4.8.1.9 醋酸铅溶液：取醋酸铅 10 g，加新煮沸过的冷水溶解，滴加醋酸使溶液澄清，加新煮沸过的冷水至 100 mL，摇匀。

4.8.1.10　砷标准工作液配制：吸取砷标准溶液（4.8.1.4）5.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀，再吸取 2.00 mL，置 100 mL 量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀（每毫升相当于 1μg 的 As）。

4.8.1.11　溴化汞试纸：按 GB/T 603 制备，置棕色磨口瓶中保存。

4.8.1.12　醋酸铅棉花：取脱脂棉，浸入醋酸铅溶液（4.8.1.9）与水的等体积混合液中，湿透后，沥去多余的溶液，并使之疏松，在 100 ℃以下干燥后，贮于磨口塞玻璃瓶中备用。

4.8.1.13　酚酞指示液：按 GB/T 603 制备。

4.8.2　分析步骤

4.8.2.1 试样砷斑的制备

取试样 1.0 g（精确至 0.01 g）于瓷坩埚中，加硝酸镁溶液（4.8.1.5）10 mL 和氧化镁 1g，混匀，浸泡 4h，于低温或水浴上蒸干，用小火缓缓炽灼至完全炭化，放冷。在 550℃炽灼使完全灰化，加水 2 mL 湿润灰分，加酚酞指示液（4.8.1.13）1 滴，如显红色，滴加盐酸溶液（4.8.1.6）至红色褪去，移入锥形瓶中，用水 21 mL 分次洗涤瓷坩埚，洗液并入锥形瓶中，再加盐酸（4.8.1.1）5 mL，加碘化钾溶液（4.8.1.7）5 mL 与酸性氯化亚锡溶液（4.8.1.8）5 滴，在室温放置 10min 后，加无砷锌粒 2 g，立即将顶端平面放有溴化汞试纸（4.8.1.11）和装有醋酸铅棉花（4.8.1.12）的导气管密塞于锥形瓶上，并将锥形瓶置于 25℃～40℃水浴中，反应 45min，取出溴化汞试纸，即得。

4.8.2.2 标准砷斑的制备

另取制备试样砷斑的试剂，置瓷坩埚中与试样同法处理后，移入锥形瓶中，加盐酸（4.8.1.1）5 mL 与水 21 mL，再吸取砷标准工作液（4.8.1.10）2.00 mL，照试样砷斑制备(4.8.2)项下自“加碘化钾溶液”起同法操作。

4.8.2.3 结果判定

取出溴化汞试纸，肉眼比较砷斑颜色，如试样砷斑颜色未深于标准砷斑颜色，则判定为符合规定。

5　检验规则

5.1 采样方法。

按GB/T 14699.1 进行。

5.2 组批

以相同材料，相同生产工艺，在连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一个生产批次。

5.3 出厂检验

第3章所列项目中，外观和性状、维生素A棕榈酸酯含量、维生素A醇和维生素A乙酸酯总含量、粒度、干燥失重为出厂检验项目。

5.4 型式检验

型式检验项目为第3章的全部要求。产品正常生产时，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，亦进行型式检验：

a) 产品定型时；

b）生产工艺或原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；

c）停产三个月以上，重新恢复生产时；

d）出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

5.5 判定规则

检验结果有一项指标不符合本标准要求时，应重新自两倍量的包装单元中采样进行复验，复验结果仍有一项指标不符合本标准要求时，则整批产品判为不合格品。

6　标签、包装、运输、贮存

6.1 标签

应符合 GB 10648 的规定。

6.2 包装

本产品采用铝薄膜袋或其它适宜的避光密闭容器包装。包装材料应无毒无害，并符合相应的标准要求。

6.3 运输

本品在运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。

6.4 贮存

本产品应贮存在 25℃以下、通风、干燥、无污染、无有害物质的地方，开封后应尽快使用。

7 保质期

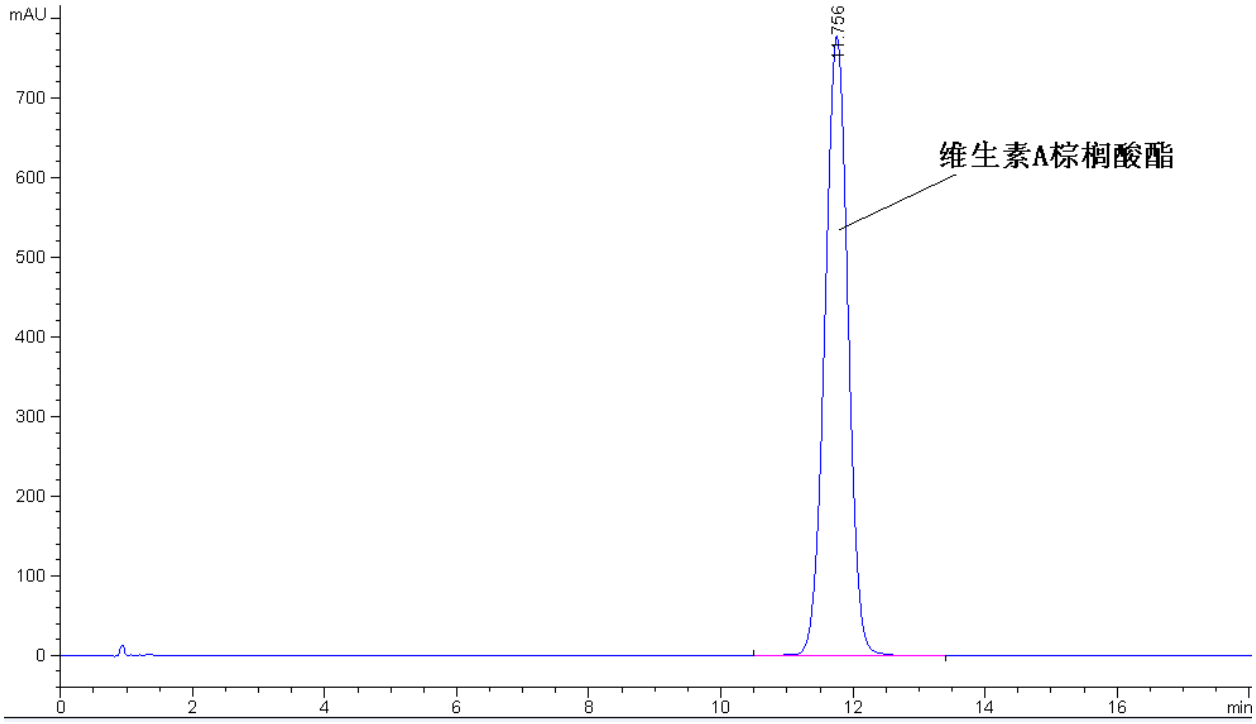
在本标准规定的包装、贮存条件下，保质期为 12 个月。

附　录　A

（资料性附录）

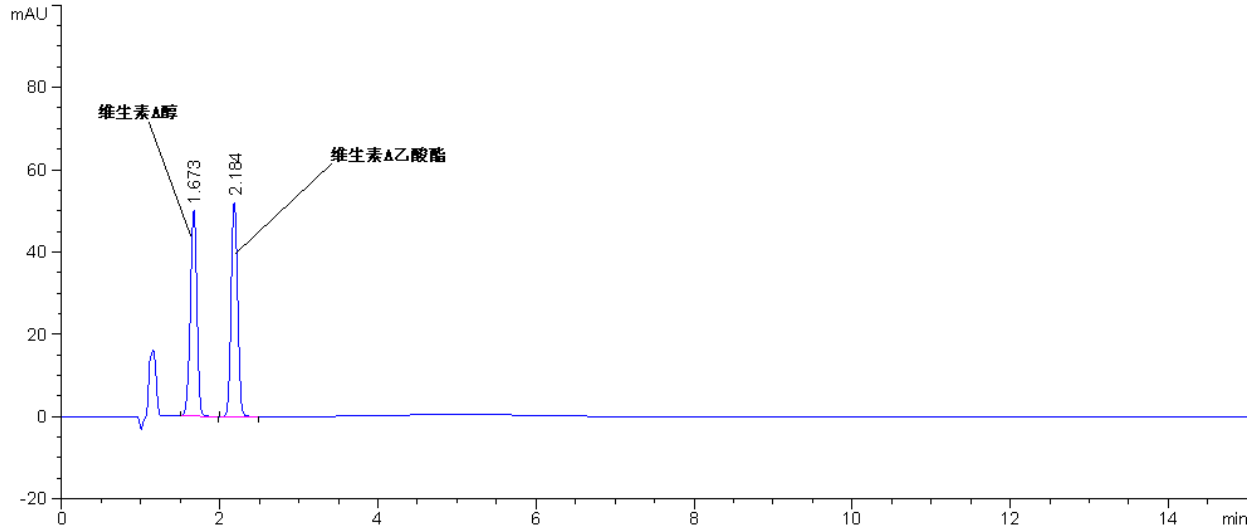
维生素A棕榈酸酯、维生素A醇和维生素A乙酸酯的高效液相色谱图

A.1 维生素A棕榈酸酯的液相色谱图见图A.1。



图A.1 维生素A棕榈酸酯的高效液相色谱图

A.2 维生素A醇和维生素A乙酸酯的液相色谱图见图A.2。



图A.2 维生素A醇和维生素A乙酸酯的高效液相色谱图