

## 中华人民共和国农业行业标准

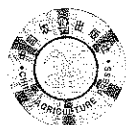
NY/T 1246—2006

### 饲料添加剂 维生素 D<sub>3</sub>(胆钙化醇)油

Feed additive  
Vitamin D<sub>3</sub> (Cholecalciferol) Oily Form

2006-12-06 发布

2007-02-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准在参考《欧洲药典》(第四版)的基础上,经修改后制定。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、国家饲料质量监督检验中心(北京)、浙江花园生物高科股份有限公司、浙江医药股份有限公司维生素厂、浙江新和成股份有限公司。

本标准主要起草人:田河山、赵小阳、闫惠文、李兰、杨文军、石锦福、梅娜、杨金枢。

## 饲料添加剂 维生素 D<sub>3</sub>(胆钙化醇)油

### 1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 D<sub>3</sub> 油产品的要求、试验方法、检验规则及标签、包装、贮存、运输。

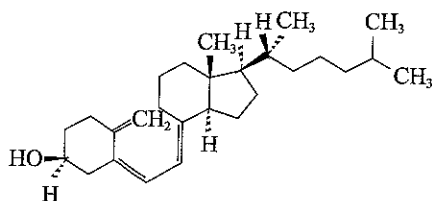
本标准适用于由维生素 D<sub>3</sub> 溶于符合饲料卫生要求的植物油中,含有适量的稳定剂如抗氧化剂等,用于制备饲料添加剂维生素 D<sub>3</sub> 微粒,其维生素 D<sub>3</sub> 含量不得低于 50 万 IU/g,制得的维生素 D<sub>3</sub> 油。

化学名称:胆钙化醇

分子式:C<sub>27</sub>H<sub>44</sub>O

相对分子质量:384.6(2001 年国际相对原子质量)

化学结构式:



### 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 实验方法中所用试剂及制品的制备
- GB/T 5530—1998 动植物油脂 酸价和酸度测定
- GB/T 5538 油脂过氧化值测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 10648 饲料标签
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- 中华人民共和国药典

### 3 术语和定义

#### 3.1

**预维生素 D<sub>3</sub>**

生产维生素 D<sub>3</sub> 过程中产生的中间体,与维生素 D<sub>3</sub> 互为同分结构体。

#### 3.2

**预维生素 D<sub>3</sub> 转换系数**

预维生素 D<sub>3</sub> 转换成维生素 D<sub>3</sub> 的校正系数。

#### 3.3

**酸价**

中和 1 g 试样中游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数。

**3.4**

**过氧化值:** 试样按规定的操作条件氧

化碘化钾的物质量,用每千克中活性氧的 meq 表示。

**4 要求**

**4.1 性状**

本品为黄色至褐色、澄清液体,几乎不溶于水,略溶于乙醇,可溶于油脂,温度较低时可发生部分凝固或结晶析出现象。

**4.2 技术指标**

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
含量(以 C <sub>27</sub> H <sub>44</sub> O 计):为标示量的 %	90~110
酸价 ≤	2.0
过氧化值, meq/kg ≤	20.0

**5 试验方法**

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水符合 GB/T 6682 中三级水规定,标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

注意:以下操作过程,需在避光条件下进行。

**5.1 试剂和溶液**

5.1.1 正己烷:色谱纯。

5.1.2 正戊醇:色谱纯。

5.1.3 环己烷。

5.1.4 2,6-二特丁基对甲酚(BHT)。

5.1.5 维生素 D<sub>3</sub> 标准品:符合中华人民共和国药典。

**5.1.6 维生素 D<sub>3</sub> 标准储备溶液**

称取约 25 mg(精确至 0.000 02 g)维生素 D<sub>3</sub> 标准品(5.1.5),置于 50 mL 棕色容量瓶中,加适量正己烷(5.1.1)使其溶解,并稀释定容至刻度,摇匀,得到标准储备溶液。该标准储备溶液每毫升含维生素 D<sub>3</sub> 20 000 IU(一个国际单位维生素 D<sub>3</sub> 相当于 0.025 μg)。

**5.1.7 维生素 D<sub>3</sub> 标准工作液**

准确吸取维生素 D<sub>3</sub> 标准储备溶液(5.1.6)1.00 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中,用正己烷(5.1.1)稀释定容至刻度,摇匀,得到标准工作液 a。该标准工作液每毫升含维生素 D<sub>3</sub> 400 IU。

**5.2 仪器和设备**

实验室常用设备和

5.2.1 超声波水浴。

5.2.2 紫外分光光度计。

5.2.3 石英比色皿(1 cm)。

5.2.4 十万分之一天平。

5.2.5 高效液相色谱仪,带紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器)。

### 5.3 鉴别试验

方法一:制备含量相当于 400 IU/mL 维生素 D<sub>3</sub> 的环己烷溶液,在波长 250 nm~300 nm 之间检测,结果显示在 267 nm±1 nm 处呈现最大吸收峰。

方法二:在色谱上检测试样,试样的色谱峰峰值出现的时间与标准溶液 a(5.1.7)的相似。

### 5.4 维生素 D<sub>3</sub> 含量的测定

#### 5.4.1 原理

试样中维生素 D<sub>3</sub> 经正己烷提取后,注入正相色谱柱上,用流动相洗脱分离,外标法计算维生素 D<sub>3</sub> 的含量。

#### 5.4.2 分析步骤

##### 5.4.2.1 试样溶液的制备

称取一定量的试样(精确至 0.000 2 g)(相当于 100 万 IU 维生素 D<sub>3</sub>),置于 50 mL 棕色容量瓶中,用正己烷溶解定容至刻度,混匀后,精确移取 1.00 mL 至另一 50 mL 棕色容量瓶中,用正己烷溶解定容至刻度,混匀,供高效液相色谱仪分析。

##### 5.4.2.2 色谱条件

固定相:硅胶柱,内径 4.6 mm,长 250 mm,粒径 5 μm。

流动相:正己烷+正戊醇(996+4, v/v)。

流速:2.0 mL/min。

检测器:紫外可调波长检测器(或二极管矩阵检测器),检测波长 254 nm。

##### 5.4.2.3 预维生素 D<sub>3</sub> 转换系数(校正因子)的测定

准确移取维生素 D<sub>3</sub> 标准储备溶液(5.1.6)1.00 mL 至 100 mL 的皂化瓶中,加入 5.00 mL 正己烷,10 mg 2,6-二特丁基对甲酚(BHT)(5.1.4)于 90℃ 水浴中回流 45 min,取出冷却,用正己烷转移至 50 mL 棕色容量瓶中,稀释定容至刻度,摇匀,得到标准溶液 b。将该溶液按上述色谱条件进样分析,至少做两个平行测定,得维生素 D<sub>3</sub> 峰面积 A<sub>1</sub> 和预维生素 D<sub>3</sub> 峰面积 A<sub>2</sub>,同样将标准工作液 a(5.1.7)进样,得维生素 D<sub>3</sub> 峰面积 A,预维生素 D<sub>3</sub> 转换系数(校正因子) f 按式(1)计算:

$$f = \frac{A - A_1}{A_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

A——维生素 D<sub>3</sub> 标准工作液 a 峰面积;

A<sub>1</sub>——维生素 D<sub>3</sub> 标准溶液 b 中维生素 D<sub>3</sub> 峰面积;

A<sub>2</sub>——维生素 D<sub>3</sub> 标准溶液 b 中预维生素 D<sub>3</sub> 峰面积。

经过不同工作日重复测定得到 f 值,可以在整个实验过程中使用。

##### 5.4.2.4 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数,分别向色谱柱中注入维生素 D<sub>3</sub> 标准工作液 a(5.1.7)及试样溶液(5.4.2.1),得到色谱峰面积响应值,用外标法定量。

### 5.4.3 结果计算

试样中维生素 D<sub>3</sub> 含量 X<sub>1</sub>(IU/g)按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(f \times A_{pre} + A_s) \times V \times C}{m \times A} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

f——预 VD<sub>3</sub> 转换系数(校正因子);

- $A_{pre}$ ——试液中预维生素 D<sub>3</sub> 峰面积；  
 $A_s$ ——试液中维生素 D<sub>3</sub> 峰面积；  
 $V$ ——试液稀释倍数；  
 $C$ ——维生素 D<sub>3</sub> 标准工作溶液 a 的浓度，单位为 IU/mL；  
 $m$ ——试样质量，单位为克(g)；  
 $A$ ——维生素 D<sub>3</sub> 标准工作溶液 a 的峰面积。  
平行测定结果用算术平均值表示，保留三位有效数字。

#### 5.4.4 重复性

同一分析者对同一试样同时两次平行测定结果的相对偏差应不大于 5%。

#### 5.5 酸价的测定

称取试样 1.0 g(精确至 0.001 g)，按 GB/T 5530—1998 第 4 章中“指示剂滴定法”之规定方法测定。

#### 5.6 过氧化值的测定

称取试样 2.0 g~5.0 g(精确至 0.001 g)，按照 GB/T 5538 方法测定。

### 6 检验规则

6.1 饲料添加剂维生素 D<sub>3</sub> 应由生产企业的质量监督部门按本标准进行检验，本标准规定所有指标为出厂检验项目，生产企业应保证所有维生素 D<sub>3</sub> 产品均符合本标准规定的要求。每批产品检验合格后方可出厂。

6.2 使用单位有权按照本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的维生素 D<sub>3</sub> 产品进行验收，检验其指标是否符合本标准的要求。

#### 6.3 采样方法

采样应符合 GB/T 14699.1《饲料 采样》的要求。

抽样需备有清洁、干燥、具有密闭性和避光性的样品瓶，瓶上贴有标签并注明：生产厂家、产品名称、批号、取样日期。

抽样时，用清洁适用的取样工具插入料层深度 3/4 处，如果样品出现局部凝固，应将样品溶化，将所取样品充分混匀，每批样品分两份，每份样量应为检验所需试样的 3 倍量，装入样品瓶中，一瓶供检验用，一瓶密封保存备查。

#### 6.4 判定规则

若检验结果有一项指标不符合本标准的要求时，应加倍抽样进行复验，复验结果仍有一项指标不符合本标准的要求时，则整批产品判为不合格品。

### 7 标签、包装、运输、贮存

#### 7.1 标签

标签按 GB 10648《饲料标签》执行，并应标明若发生局部凝固后的复原溶液的方法，添加的稳定剂名称，为防止在饲料中混合不均匀，本品不能直接添加到饲料中。

#### 7.2 包装

本品采用内衬环氧树脂铁桶或适当材料的避光密闭容器包装。

#### 7.3 运输

本品在运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，搬运装卸，小心轻放，不得倒置，严禁与有毒有害物质混运。

#### 7.4 贮存

本品应贮存在通风、干燥、无污染、无有害物质的地方,密闭、添满、避光,开封的样品应尽快用完,开口后在氮气环境下保存。

本品在规定的贮存条件以及原包装未开口情况下,保质期为 12 个月。

---