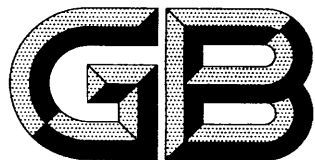


ICS 65.120  
B 46



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 9454—2008  
代替 GB/T 9454—2000

---

## 饲料添加剂 维生素 E

Feed additive—Vitamin E

2008-12-31 发布

2009-05-01 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

本标准代替 GB/T 9454—2000《饲料添加剂 维生素 E(原料)》。

本标准与 GB/T 9454—2000 相比主要变化如下：

- 更正了维生素 E 的结构式,并增加了化学名和英文名；
- 删去原标准含量测定试验中 4.4.1.2 及 4.4.2.2 中的方法,增加了毛细管气相色谱法；
- 增加了维生素 E 标准品的红外吸收光谱图、气相色谱图及高效液相色谱图作为资料性附录；
- 增加了用高效液相色谱法测定维生素 E 含量作为第二法,气相色谱法测定维生素 E 含量作为第一法(仲裁法)；
- 增加了折光率测定步骤；
- 增加了卫生指标(重金属)要求及相应的测定方法。

本标准的附录 A、附录 B 和附录 C 是资料性附录。

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:上海市兽药饲料检测所、中国饲料工业协会、帝斯曼维生素(上海)有限公司、浙江新和成股份有限公司、浙江医药股份有限公司新昌制药厂。

本标准主要起草人:王蓓、商军、华贤辉、潘娟、粟胜兰、陈晓莉、虞哲高、杨金枢、梅娜。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 9454—1998、GB/T 9454—2000。

## 饲料添加剂 维生素 E

### 1 范围

本标准规定了饲料添加剂维生素 E 产品的要求、试验方法、检验规则以及标签、包装、运输和贮存。  
本标准适用于由 2,3,5-三甲基氢醌与异植物醇为原料,经化学合成制得的 *dl*- $\alpha$ -生育酚醋酸酯。本产品在饲料工业中作为维生素类饲料添加剂,也可作为抗氧化剂。

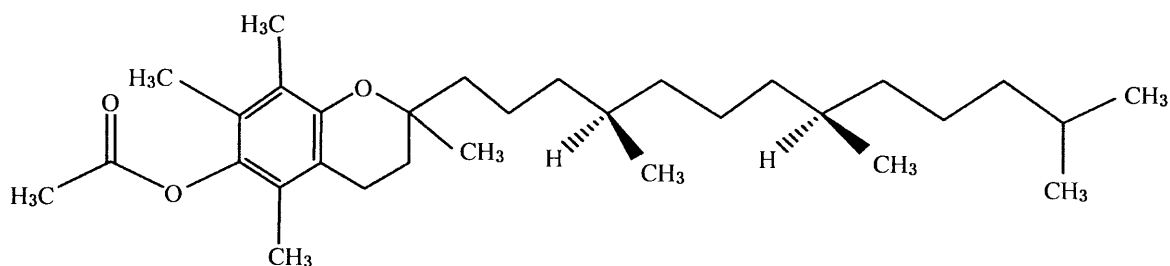
化学名:*dl*- $\alpha$ -生育酚醋酸酯(又名 *dl*- $\alpha$ -生育酚乙酸酯)。

英文名:*dl*- $\alpha$ -Tocopherol Acetate。

分子式: $C_{31}H_{52}O_3$ 。

相对分子质量:472.75(按 2001 年国际相对原子质量表)。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB 10648 饲料标签

### 3 要求

#### 3.1 性状

微绿黄色或黄色的黏稠液体,几乎无臭,遇光色渐变深;在无水乙醇、丙酮、乙醚或石油醚中易溶,在水中不溶。

#### 3.2 技术指标

主要技术指标见表 1。

表 1 技术指标

项 目	指 标
含量(以 $C_{31}H_{52}O_3$ 计)/%	$\geq 92.0$
折光率( $n_D^{20}$ )	1.494~1.499

表 1 (续)

项 目	指 标
吸收系数( $E_{1\text{cm}}^{1\%}$ )	41.0~45.0
酸度(消耗 0.1 mol/L 氢氧化钠滴定液的体积)/mL	≤ 2.0
生育酚(消耗 0.01 mol/L 硫酸铈滴定液的体积)/mL	≤ 1.0
重金属(以 Pb 计)/%	≤ 0.001

#### 4 试验方法

本标准所用试剂和水,未注明其要求时,均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水。色谱分析中所用水均为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。

##### 4.1 鉴别试验

##### 4.1.1 试剂和溶液

4.1.1.1 无水乙醇。

4.1.1.2 乙醇。

4.1.1.3 硝酸。

4.1.1.4 乙醚。

4.1.1.5 2,2'-联吡啶的乙醇溶液:5 g/L。称取 2,2'-联吡啶 0.5 g,加乙醇(4.1.1.2)25 mL 使溶解。

4.1.1.6 三氯化铁的乙醇溶液:2 g/L。称取三氯化铁 0.1 g,加乙醇(4.1.1.2)50 mL 使溶解。

4.1.1.7 氢氧化钾的乙醇溶液:0.5 mol/L。取氢氧化钾 3.5 g,置锥形瓶中,加乙醇适量使溶解并稀释成 100 mL,用橡皮塞密塞,静置 24 h 后,迅速倾取上清液,置于具橡皮塞的棕色玻瓶中。

4.1.1.8 溴化钾(光谱纯)。

##### 4.1.2 仪器和设备

4.1.2.1 红外分光光度仪:扫描范围为  $4\ 000\ \text{cm}^{-1}$ ~ $400\ \text{cm}^{-1}$ ,扫描次数为 32,分辨率为 4.000。

4.1.2.2 分析天平:感量为 0.1 mg,0.01 mg。

##### 4.1.3 鉴别步骤

4.1.3.1 称取试样约 30 mg,加无水乙醇(4.1.1.1)10 mL 溶解后,加硝酸(4.1.1.3)2 mL,摇匀,在  $75\ ^\circ\text{C}$  水浴中加热约 15 min,溶液显橙红色。

4.1.3.2 称取试样约 10 mg,加氢氧化钾的乙醇溶液(4.1.1.7)2 mL,煮沸 5 min,放冷,加水 4 mL 与乙醚(4.1.1.4)10 mL,振摇,静置使分层;取乙醚层 2 mL,加 2,2'-联吡啶的乙醇溶液(4.1.1.5)数滴与三氯化铁的乙醇溶液(4.1.1.6)数滴,应显血红色。

4.1.3.3 红外鉴别:采用膜法制样,试样的红外吸收图谱应与对照品的图谱一致(图谱参见附录 A)。

#### 4.2 维生素 E 含量的测定

##### 4.2.1 试剂和溶液

4.2.1.1 甲醇(色谱纯)。

4.2.1.2 生育酚醋酸酯标准品(含量 $\geq 98.0\%$ )。

4.2.1.3 正三十二烷。

4.2.1.4 正己烷(色谱纯)。

##### 4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 气相色谱仪:配置氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2.2.2 高效液相色谱仪:配置紫外检测器(UV)。

4.2.2.3 柱温箱。

4.2.2.4 微孔滤膜:孔径  $0.45\ \mu\text{m}$ 。

4.2.2.5 超声波水浴发生器。

4.2.3 第一法 气相色谱法(仲裁法)

4.2.3.1 内标溶液制备

取正三十二烷(4.2.1.3)适量,加正己烷(4.2.1.4)溶解并稀释成每毫升中含有 1.0 mg 正三十二烷的溶液,摇匀。作为内标溶液。

4.2.3.2 标准溶液制备

取生育酚醋酸酯标准品(4.2.1.2)约 20 mg(精确至 0.000 02 g),置棕色具塞瓶中,精密加入内标溶液(4.2.3.1)10.00 mL,密塞,振摇使溶解。

4.2.3.3 试样溶液制备

取试样约 20 mg(精确至 0.000 02 g),置棕色具塞瓶中,精密加入内标溶液(4.2.3.1)10.00 mL,密塞,振摇使溶解。

4.2.3.4 色谱条件与系统适用性试验

4.2.3.4.1 色谱条件

色谱条件如表 2 所示。

表 2 色谱条件

色谱柱	填充柱	毛细管柱
固定相	硅酮(OV-17),涂布浓度为 2%	100%二甲基聚硅氧烷
规格	柱长:2 m~3 m,内径:3 mm~5 mm, 粒径:60 目~100 目	柱长:30 m,内径:0.25mm, 膜厚:0.25 μm~0.35 μm
柱箱温度	265 ℃	280 ℃~290 ℃
进样口温度	275 ℃~285 ℃	290 ℃~300 ℃
检测器温度	275 ℃~285 ℃	290 ℃~300 ℃
载气(N <sub>2</sub> )流速	60 mL/min	1.2 mL/min
进样量	1 μL~3 μL	1 μL

4.2.3.4.2 系统适用性试验

取标准溶液(4.2.3.2),按色谱条件(4.2.3.4.1)连续注样 3 次~5 次。填充柱、理论塔板数按生育酚醋酸酯峰计算应不低于 500,生育酚醋酸酯峰与内标物质峰的分度应大于 2。毛细管色谱柱、理论塔板数按生育酚醋酸酯峰计算应不低于 5 000,生育酚醋酸酯峰与内标物质峰的分度应大于 2。

4.2.3.5 测定步骤

取标准溶液(4.2.3.2)及试样溶液(4.2.3.3),分别连续注样 3 次~5 次,按峰面积计算校正因子,并用其平均值计算试样中维生素 E 的含量(图谱参见附录 B)。

4.2.3.6 计算和结果的表述

4.2.3.6.1 计算公式

维生素 E 含量  $X_1$  以质量分数(%)表示,按式(1)、式(2)计算。

$$X_1 = f \times \frac{A_3 \times m_4}{A_4 \times m_3} \quad \dots\dots\dots(1)$$

$$f = \frac{A_1 \times m_2 \times P_{st}}{A_2 \times m_1} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$X_1$ ——试样中维生素 E 含量, %;

$f$ ——维生素 E 的质量校正因子;

$A_1$ ——标准溶液中内标物的峰面积;

$A_2$ ——标准溶液中生育酚醋酸酯标准品的峰面积；

$A_3$ ——试样溶液中生育酚醋酸酯的峰面积；

$A_4$ ——试样溶液中内标物的峰面积；

$m_1$ ——标准溶液中内标物的质量，单位为克(g)；

$m_2$ ——标准溶液中生育酚醋酸酯的质量，单位为克(g)；

$P_{st}$ ——维生素 E 标准品含量，%；

$m_3$ ——试样溶液中试样的质量，单位为克(g)；

$m_4$ ——试样溶液中内标物的质量，单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

#### 4.2.3.6.2 允许差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对偏差不大于 1.5%。

### 4.2.4 第二法 高效液相色谱法

#### 4.2.4.1 标准溶液制备

取生育酚醋酸酯标准品(4.2.1.2)约 20 mg(精确至 0.000 02 g)，置 50 mL 棕色量瓶中，加甲醇(4.2.1.1)适量溶解，用甲醇(4.2.1.1)稀释至刻度，摇匀。

#### 4.2.4.2 试样溶液制备

取试样约 20 mg(精确至 0.000 02 g)，置 50 mL 棕色量瓶中，加甲醇(4.2.1.1)适量，置超声波水浴发生器(4.2.2.5)中助溶 10 min，冷却至室温，用甲醇(4.2.1.1)稀释至刻度，充分摇匀；经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜(4.2.2.4)滤过，滤液作为试样溶液。

#### 4.2.4.3 色谱条件与系统适用性试验

##### 4.2.4.3.1 色谱条件

色谱柱： $C_{18}$ 柱(长：150 mm，内径：4.6 mm，粒径：4  $\mu\text{m}$ ~5  $\mu\text{m}$ )；

流动相：甲醇+水=98+2；

流速：1.2 mL/min；

柱温：30  $^{\circ}\text{C}$   $\pm$  2  $^{\circ}\text{C}$ ；

检测波长：285 nm；

进样量：20  $\mu\text{L}$ 。

##### 4.2.4.3.2 系统适用性试验

取标准溶液(4.2.4.1)，按色谱条件(4.2.4.3.1)连续注样 3 次~5 次，在 0.1 mg/mL~0.8 mg/mL 浓度范围内，理论板数按生育酚醋酸酯峰计算应不低于 1 200，生育酚醋酸酯峰和游离生育酚峰的分离度应大于 1.5。

#### 4.2.4.4 测定步骤

取标准溶液(4.2.4.1)及试样溶液(4.2.4.2)分别注入液相色谱仪，得到色谱峰面积( $A_{st}$ 、 $A_i$ )，用外标法计算(图谱参见附录 C)。

#### 4.2.4.5 计算和结果的表述

##### 4.2.4.5.1 计算公式

维生素 E 含量  $X_2$  以质量分数(%)表示，按式(3)计算。

$$X_2 = \frac{m_{st} \times P_{st} \times A_i}{m_i \times A_{st}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$X_2$ ——试样中维生素 E 含量，%；

$m_{st}$ ——标准品质量，单位为克(g)；

$m_i$ ——试样质量，单位为克(g)；

- $P_{st}$ ——生育酚醋酸酯标准品含量, %;  
 $A_i$ ——试样溶液中生育酚醋酸酯的峰面积;  
 $A_{st}$ ——标准溶液中生育酚醋酸酯的峰面积。

测定结果用平行测定的算术平均值表示, 保留 3 位有效数字。

#### 4.2.4.5.2 允许差

同一分析者对同一试样同时两次平行测定所得结果相对偏差不大于 1.5%。

### 4.3 折光率的测定

#### 4.3.1 仪器和设备

4.3.1.1 阿培折光计或与其相当的仪器: 采用钠光谱的 D 线(589.3 nm), 读数能至 0.000 1, 测量范围 1.300 0~1.700 0 的折光计, 取试样测定时应调节温度至 20 °C ± 0.5 °C。

#### 4.3.2 测定步骤

测定前, 折光计读数应使用校正棱镜或水进行校正, 水的折光率 20 °C 时为 1.333 0。取试样滴 1 滴~2 滴于下棱镜镜面上, 将上下棱镜关合, 拉紧扳手, 转动刻度调节钮, 将读数置于试样折光率附近, 旋转补偿旋钮, 使视野内彩虹消失, 并有清晰的明暗分界线, 再转动刻度尺的调节钮, 使视野的分界线恰位于视野内十字交叉处, 读取并记录读数, 反复测定 3 次, 3 次读数的平均值(必要时经校正)即为试样折光率的测定结果。

### 4.4 吸收系数的测定

#### 4.4.1 试剂和溶液

4.4.1.1 无水乙醇。

#### 4.4.2 仪器和设备

4.4.2.1 紫外分光光度计。

#### 4.4.3 测定步骤

取试样约 150 mg(精确至 0.000 2 g), 置 100 mL 棕色量瓶中, 加无水乙醇(4.4.1.1)溶解并稀释至刻度, 充分摇匀; 精密量取上述溶液 10.00 mL, 置 100 mL 棕色量瓶中, 加无水乙醇稀释至刻度, 充分摇匀。将此溶液置 1 cm 石英皿中, 以无水乙醇作空白对照, 在 284 nm 的波长处测定吸光度。

#### 4.4.4 计算和结果的表述

试样的吸收系数以  $E_{1\%}^{1\text{cm}}$  表示, 按式(4)计算。

$$E_{1\%}^{1\text{cm}} = \frac{A}{C \times L} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

$E_{1\%}^{1\text{cm}}$ ——试样的吸收系数, 即溶液浓度 1%(g/mL), 光路 1 cm 时的吸收系数;

A——试样的吸光度;

C——100 mL 溶液中含有试样的质量, 单位为克(g);

L——光路的长度, 单位为厘米(cm)。

### 4.5 酸度的测定

#### 4.5.1 试剂和溶液

4.5.1.1 乙醇。

4.5.1.2 乙醚。

4.5.1.3 氢氧化钠标准滴定溶液:  $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/L}$ , 按 GB/T 601 的规定制备和标定。

4.5.1.4 酚酞指示液: 取酚酞 1 g, 加乙醇 100 mL 使溶解, 即得。

#### 4.5.2 测定步骤

取乙醇(4.5.1.1)与乙醚(4.5.1.2)各 15 mL, 置锥形瓶中, 加酚酞指示液(4.5.1.4)0.5 mL, 滴加氢氧化钠标准滴定溶液(4.5.1.3)至微显粉红色, 加试样 1.0 g, 溶解后, 用氢氧化钠标准滴定溶液

(4.5.1.3) 滴定至微显粉红色,记录加试样后消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,应不大于 2.0 mL。

#### 4.6 生育酚的测定

##### 4.6.1 试剂和溶液

4.6.1.1 无水乙醇。

4.6.1.2 二苯胺溶液:取二苯胺 1 g,加硫酸 100 mL 使溶解,即得。

4.6.1.3 硫酸铈标准滴定溶液: $c[\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}] = 0.01 \text{ mol/L}$ ,按 GB/T 601 的规定制备和标定。

##### 4.6.2 测定步骤

取试样 0.1 g(精确至 0.001 g),加无水乙醇(4.6.1.1)5 mL 溶解后,加二苯胺溶液(4.6.1.2)1 滴,用硫酸铈标准滴定溶液(4.6.1.3)滴定至显紫色,消耗的硫酸铈标准滴定溶液不大于 1.0 mL。

#### 4.7 重金属测定

##### 4.7.1 试剂和溶液

4.7.1.1 硝酸铅。

4.7.1.2 硫酸。

4.7.1.3 盐酸。

4.7.1.4 硝酸。

4.7.1.5 氨溶液:取氨水 400 mL,加水成 1 000 mL。

4.7.1.6 酚酞指示液:取酚酞 1 g,加乙醇 100 mL 溶解,即得。

4.7.1.7 醋酸盐缓冲液: $\text{pH}=3.5$ ,取醋酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解后,加 7 mol/L 盐酸溶液 38 mL,用 2 mol/L 盐酸溶液或 5 mol/L 氨溶液准确调节 pH 值至 3.5(电位计指示),用水稀释至 100 mL,即得。

4.7.1.8 硫代乙酰胺溶液:取硫代乙酰胺 4 g,加水使溶解成 100 mL,置冰箱中冷藏保存。临用前取混合液(由 1 mol/L 氢氧化钠 15 mL、水 5 mL 及甘油 20 mL 组成)5.0 mL,加上述硫代乙酰胺溶液 1.0 mL,置水浴上加热 20 s,混匀,冷却,立即使用。

##### 4.7.2 仪器和设备

4.7.2.1 纳氏比色管:应选玻璃质量好、无色(尤其管底)、配对、刻度标线高度一致的纳氏比色管。

##### 4.7.3 标准铅溶液制备

取在 105 °C 干燥至恒重的硝酸铅(4.7.1.1)0.159 8 g(精确至 0.000 2 g),置 1 000 mL 量瓶中,加硝酸(4.7.1.4)5 mL 与水 50 mL 溶解后,加水稀释至刻度,摇匀,作为贮备液。临用前,精密量取贮备液 10.00 mL,置 100 mL 量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,即得(1 mL 相当于 10  $\mu\text{g}$  的 Pb)。或采用等效的溯源性物质。

##### 4.7.4 试样溶液制备

取试样约 2 g(精确至 0.01 g)于瓷坩埚中,缓缓炽灼至完全炭化,放冷,加硫酸(4.7.1.2)0.5 mL~1 mL,使恰湿润,用低温加热至硫酸除尽后,加硝酸(4.7.1.4)0.5 mL,至氧化氮蒸气除尽后,放冷,在 550 °C 炽灼使完全灰化,放冷。加盐酸(4.7.1.3)2.0 mL,置水浴上蒸干后加入水 15 mL,滴加氨溶液(4.7.1.5)至对酚酞指示液(4.7.1.6)显中性,再加醋酸盐缓冲液(4.7.1.7)2.0 mL,微热溶解(必要时过滤)。

##### 4.7.5 空白溶液制备

取制备试样溶液的试剂,置瓷器皿中蒸干后,加醋酸盐缓冲液(4.7.1.7)2.0 mL 与水 15 mL,微热溶解。

##### 4.7.6 测定步骤

取 25 mL 纳氏比色管两支,编号为甲、乙。取空白溶液(4.7.5)移入甲管中,精密加入标准铅溶液(4.7.3)2.00 mL,加水稀释成 25 mL,取试样溶液(4.7.4)移入乙管中,加水稀释成 25 mL。在甲、乙两管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.7.1.8)各 2.0 mL,放置 2 min,同置白色衬板上,自上向下透视。

#### 4.7.7 结果判定

甲管与乙管比较,乙管所显颜色浅于甲管,判为符合规定。

### 5 检验规则

5.1 饲料添加剂维生素 E 应由生产企业的质量检验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 E 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。

5.2 使用单位有权按本标准规定的检验规则和试验方法对所收到的维生素 E 产品进行验收,检验其指标是否符合本标准的要求。

5.3 采样方法:抽样需有清洁、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四分之三处,将所取样品充分混匀,以四分法缩分,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。

5.4 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。

5.5 仲裁检验:如供需双方对产品质量发生异议时,可由双方协商选定仲裁单位,按本标准的仲裁法进行仲裁检验。

### 6 标签、包装、运输和贮存

#### 6.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

#### 6.2 包装

采用避光密闭容器包装。包装应符合运输和贮存的要求。每件包装的质量可根据客户的要求而定。

#### 6.3 运输

运输过程中应避光、防潮、防高温、防止包装破损,严禁与有毒有害的物质混运。

#### 6.4 贮存

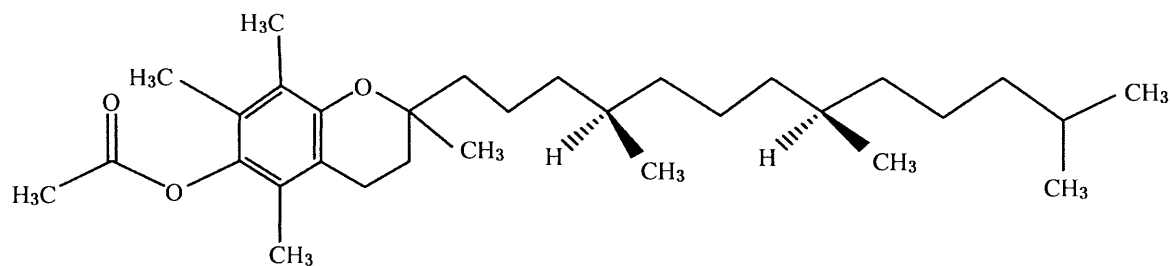
应贮存在避光、通风、干燥处;开启后尽快使用,以免变质。

在规定的贮存条件下,原包装自生产之日起保质期为 24 个月。

附录 A  
(资料性附录)

生育酚醋酸酯标准品红外图谱

结构式:



中文名: *dl*-α-生育酚醋酸酯。

英文名: *dl*-α-tocopherol acetate。

分子式:  $C_{31}H_{52}O_3$ 。

试样制备: 膜制样法。

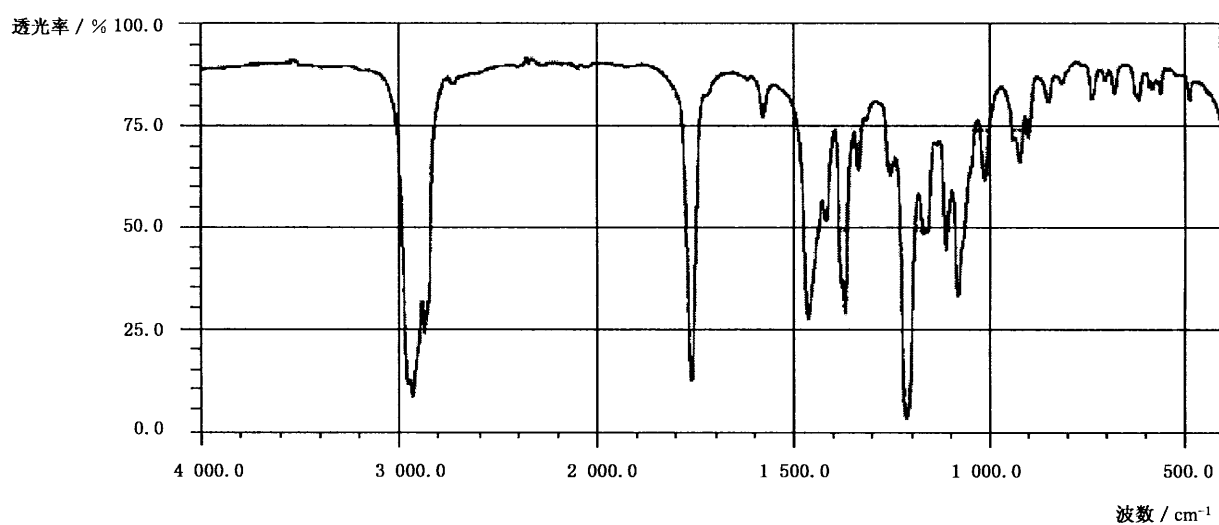
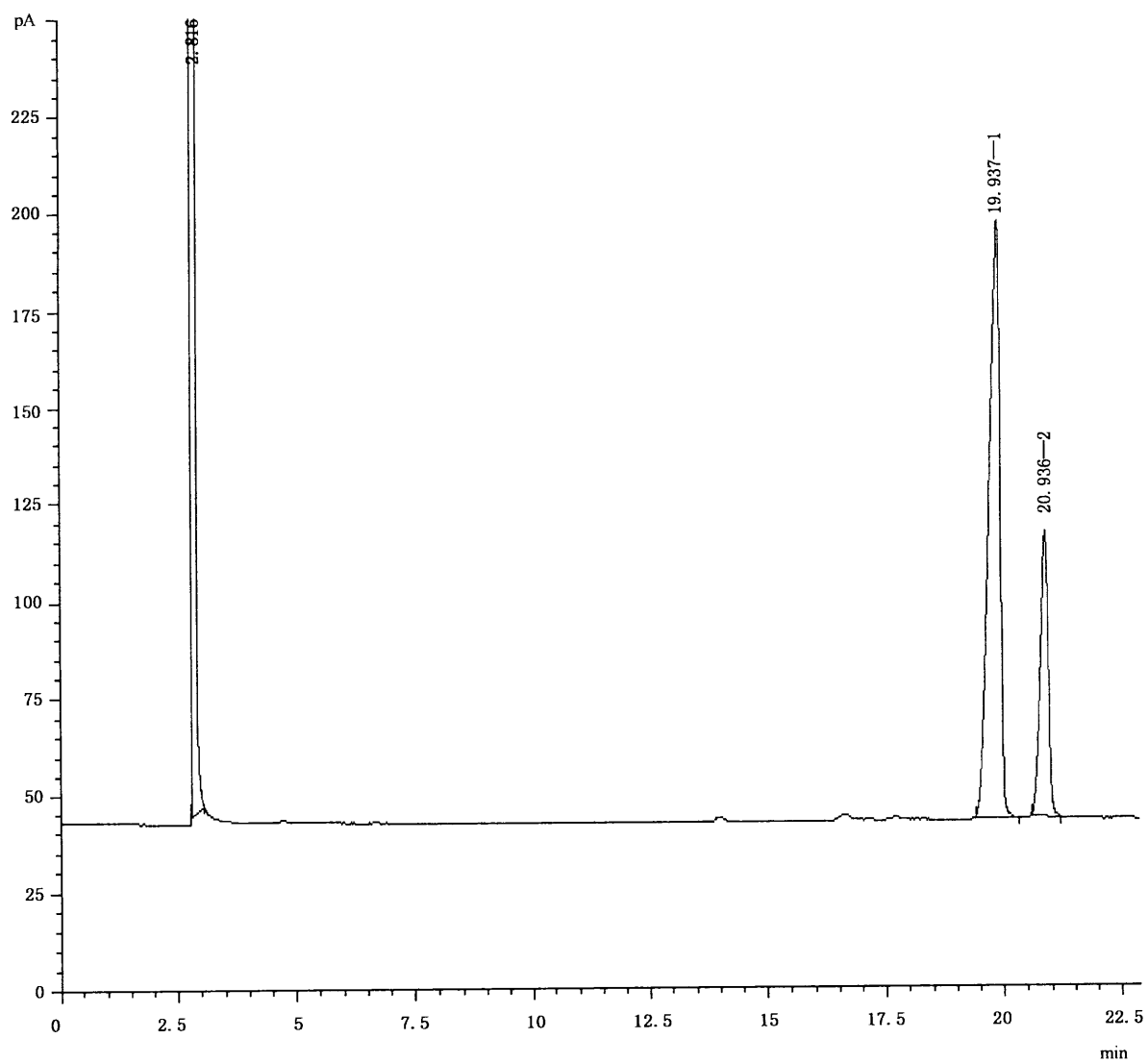


图 A.1 生育酚醋酸酯标准品红外图谱

附录 B  
(资料性附录)

## 生育酚醋酸酯标准品的毛细管气相色谱图



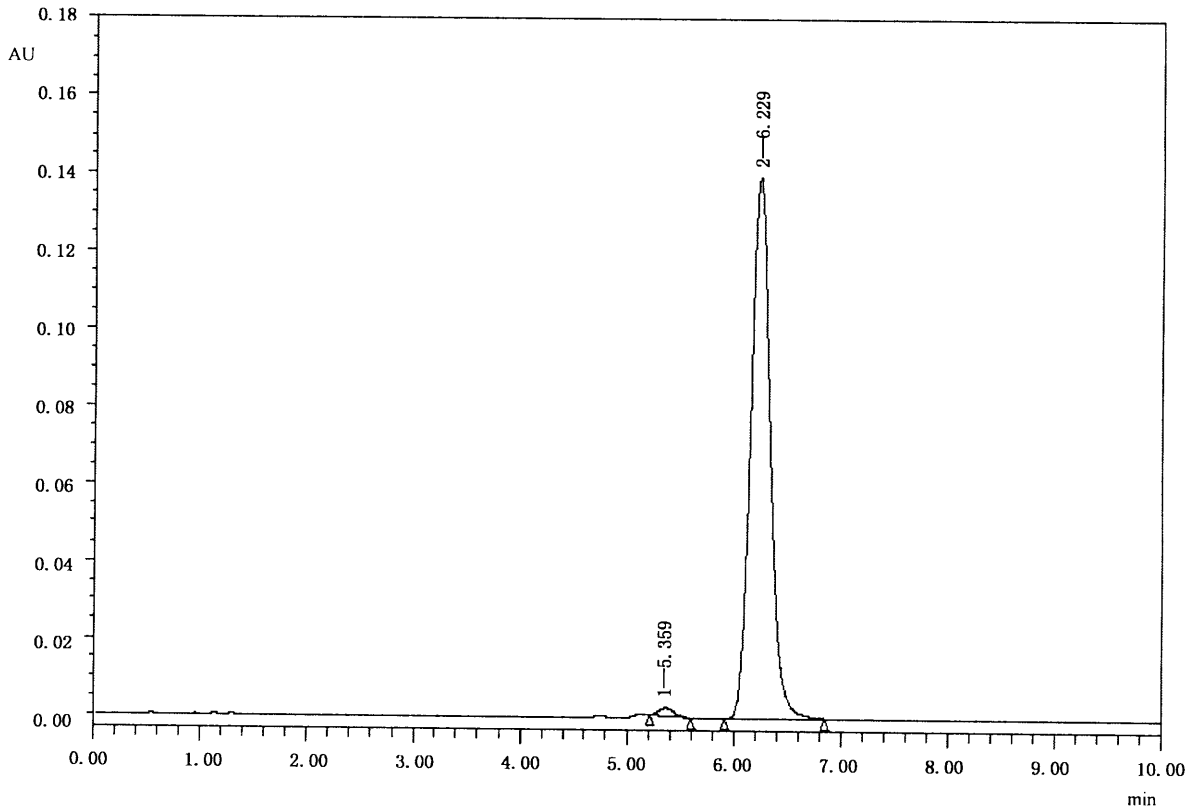
1——生育酚醋酸酯；  
2——正三十二烷。

图 B.1 生育酚醋酸酯标准品的毛细管气相色谱图

附录 C

(资料性附录)

生育酚醋酸酯标准品的高效液相色谱图



- 1——游离生育酚；
- 2——生育酚醋酸酯。

图 C.1 生育酚醋酸酯标准品的高效液相色谱图

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲料添加剂 维生素 E  
GB/T 9454—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 21 千字  
2009年4月第一版 2009年4月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-36677 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 9454—2008

打印日期: 2010年3月5日