

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1497—2007

饲料添加剂 大蒜素(粉剂)

Feed additive Allicin(powder)

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准附录 A 为资料性附录。

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）、北京桑普生物化学技术有限公司。

本标准主要起草人：闫惠文、施文娟、高生、王彤、李兰、张萍。

饲料添加剂 大蒜素(粉剂)

1 范围

本标准规定了饲料添加剂大蒜素(粉剂)的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以合成大蒜素油(主要成分为二烯丙基二硫醚、二烯丙基三硫醚)和载体混合制成的大蒜素(粉剂)。

化学名称: 二烯丙基二硫醚

二烯丙基三硫醚

化学分子式: $C_6H_{10}S_2$

$C_6H_{10}S_3$

相对分子质量: 146.21(以 $C_6H_{10}S_2$ 计,按 2001 年国际相对原子量表计算)

178.27(以 $C_6H_{10}S_3$ 计,按 2001 年国际相对原子量表计算)

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB 10648 饲料标签

GB/T 13079 饲料中总砷的测定

GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法

中华人民共和国药典 (2005 年版)二部

3 要求

3.1 外观和性状

本品为类白色流动性粉末,具有大蒜的特殊臭味。

3.2 技术指标

大蒜素技术指标见表 1。

表 1 技术指标

指标名称	指 标
二烯丙基二硫醚含量和二烯丙基三硫醚含量总和,%	≥标示量的 80%
干燥失重,%	≤5.0
氯丙烯,%	≤0.5
砷,mg/kg	≤3
铅,mg/kg	≤30

4 试验方法

除非另有说明,在本分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水;试

剂、溶液配制按 GB/T 601、GB/T 603 执行；仪器、设备为一般实验室仪器、设备。

4.1 试剂和溶液

4.1.1 丙酮。

4.1.2 苯乙酮。

4.1.3 二烯丙基三硫醚标准品。

4.1.4 二烯丙基二硫醚标准品。

4.1.5 氯丙烯标准品。

4.1.6 苯乙酮内标溶液：10 mg/mL 丙酮溶液。

4.1.7 二烯丙基三硫醚标准储备液：10 mg/mL 丙酮溶液。（密封后 4℃ 保存，保质期 3 个月。）

4.1.8 二烯丙基二硫醚标准储备液：10 mg/mL 丙酮溶液。（密封后 4℃ 保存，保质期 3 个月。）

4.1.9 氯丙烯标准储备液：10 mg/mL 丙酮溶液。（密封后 4℃ 保存，保质期 3 个月。）

4.1.10 二烯丙基三硫醚标准工作液：吸取 1 mL 储备液于 10 mL 容量瓶中，加入 0.2 mL 内标溶液，用丙酮定容（用时现配）。

4.1.11 二烯丙基二硫醚标准工作液：吸取 1 mL 储备液于 10 mL 容量瓶中，加入 0.2 mL 内标溶液，用丙酮定容（用时现配）。

4.1.12 氯丙烯标准工作液：吸取 1 mL 储备液于 10 mL 容量瓶中，加入 0.2 mL 内标溶液，用丙酮定容（用时现配）。

4.2 有效成分含量测定

4.2.1 原理

用丙酮提取大蒜素（粉剂）样品中的有效成分（二烯丙基三硫醚、二烯丙基二硫醚），提取液中定量加入苯乙酮做为内标，气相色谱仪分离测定。

4.2.2 仪器和设备

4.2.2.1 气相色谱仪：

配备 FID 检测器；

色谱柱：HP—5 毛细管柱，30 m×0.32 mm×0.25 μm。

4.2.3 提取

称取试样 1 g（精确到 0.000 1 g）于 20 mL 具塞试管中，准确加入 10 mL 丙酮，剧烈振摇后放置至少 6 h（或过夜），其间不时振摇。静置到上层溶液澄清，吸取上层清液 1 mL，于 10 mL 容量瓶中，准确加入 0.2 mL 苯乙酮内标溶液（4.1.6），用丙酮定容，混匀后上机测定。

4.2.4 仪器测定

调整仪器参数，使保留组分与试剂及杂峰分离。推荐的仪器条件如下。

柱流量：1.2 mL/min。

检测器温度：280℃。

汽化室温度：280℃。

柱箱温度：起始温度 50℃，恒温 2 min。以 20℃/min 速率升温到 150℃，恒温 15 min。

待仪器稳定后，连续注入标样，待保留时间和峰面积稳定后，注入样品，组间插入标样加以校正。

4.2.5 结果的计算

样品中有效组分 i 相对内标物的校正因子 f_i 按下式(1)计算：

$$f_i = \frac{A_s \times m_{ist}}{A_{ist} \times m_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- f_i ——样品中有效组分 i 相对内标物的校正因子；
 m_{ist} ——标准工作液中有效组分 i 的质量，单位为毫克(mg)；
 m_s ——标准工作液中内标物的质量，单位为毫克(mg)；
 A_{ist} ——标准工作液中有效组分 i 的峰面积；
 A_s ——标准工作液中内标物的峰面积。

样品中有效组分二烯丙基二硫醚或二烯丙基三硫醚含量 X_i (%)以质量百分数表示，按式(2)计算：

$$X_i = \frac{f_i \times C \times V \times A_{is} \times 100}{m \times A_s \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- X_i ——待测样品中有效组分 i 的含量，单位为百分率(%)；
 f_i ——样品中有效组分 i 相对内标物的校正因子；
 C ——标准溶液浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
 V ——定容体积；
 m ——试样的质量，单位为克(g)；
 A_{is} ——待测样品溶液中有效组分 i 的峰面积；
 A_s ——待测样品溶液中内标物的峰面积。

测定结果保留小数点后两位。

4.2.6 允许差

两次平行测定结果相对偏差小于等于 5%。

4.3 氯丙烯的测定

氯丙烯的测定及结果计算同 4.2 有效成分含量测定方法。

4.4 干燥失重的测定

称取样品 3 g(准确至 0.000 2 g)于预先在 105℃恒重的称量瓶中，在室温(20℃~25℃)下置于盛有五氧化二磷的干燥器中 24 h 后，称重。按照《中华人民共和国药典》(2005 年版)二部附录第 53 页干燥失重测定法测定。

4.5 砷的测定

按照 GB/T 13079 的方法测定。

4.6 铅的测定

按照 GB/T 13080 的方法测定。

5 检验规则

5.1 检验分类

产品检验分为出厂检验和型式检验两类。

5.2 组批及抽样

以 1 000 kg 为一检验批，按每批袋数的 2% 选取试样，小批的不得少于 3 袋。从选出的袋数中，用取样工具伸入每袋 3/4 处，取出不少于 100 g 的样品。将取出的样品迅速混匀，用四分法缩分，装于清洁、干燥、带磨口的广口瓶(容量不少于 250 mL)中，蜡封或用封口膜封严。粘贴标签，注明生产厂名称、生产日期、品名、批号及取样日期，送交化验室及时分析。

5.3 出厂检验

5.3.1 产品在出厂前，应逐批进行出厂检验，检验合格后，方可允许出厂。

5.3.2 出厂检验项目

含量、干燥失重、氯丙烯。

5.3.3 合格判定

出厂检验项目有一项不合格时允许加倍抽样进行复检。若复检仍不合格,则判该批产品为不合格。

5.4 型式检验

5.4.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

- a) 新产品的试制定型鉴定;
- b) 正式生产后如材料及工艺有较大改变,有可能影响产品质量时;
- c) 正常生产时,每一年应进行一次周期性检验;
- d) 产品停产半年以上恢复生产时;
- e) 国家质量监督机构提出型式检验要求时。

5.4.2 对标准中规定的全部要求,进行检验即为型式检验。

5.4.3 合格判定

对产品先按出厂检验进行合格判定,对判定合格的产品再进行其他项目检验,其他项目有一项不合格,则判定该批产品为不合格。

6 标志、包装、运输、贮存、保质期

6.1 标志

包装上应有牢固的标志,标签内容应按 GB 10648 的要求执行。

6.2 包装

包装袋采用铝箔袋或复合塑料袋。外包装为硬纸板箱。每件包装应附标签和产品合格证。

6.3 运输

本品不得与有毒、有害或其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、合运。

6.4 贮存

本品应贮存于避光、阴凉、干燥处,密闭保存。

6.5 保质期

在规定的贮存条件下,保质期 12 个月。

附录 A
(资料性附录)
大蒜素(粉剂)典型气相色谱图

