



中华人民共和国国家标准

GB/T 23878—2009

饲料添加剂 大豆磷脂

Feed additive—Soybean lecithin

2009-05-26 发布

2009-10-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：上海市饲料质量监督检验站、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所。

本标准主要起草人：赵志辉、杨海锋、顾赛红、林森、黄志英、凤懋熙。

饲料添加剂 大豆磷脂

1 范围

本标准规定了饲料添加剂大豆磷脂产品的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存。本标准适用于从大豆中提取的,用作饲料添加剂的大豆磷脂产品。

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 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 5009.37 食用植物油卫生标准的分析方法
- GB/T 5528 动植物油脂 水分及挥发物含量测定
- GB/T 5538 动植物油脂 过氧化值测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 21493 大豆磷脂中磷脂酰胆碱、磷脂酰乙醇胺、磷脂酰肌醇的测定
《中华人民共和国药典》2005年版二部

3 要求

3.1 感官指标

感官指标应符合表1的规定。

表1 感官指标

项 目	指 标
外观	色泽为棕褐色,呈塑状或粘稠状,质地均匀,无霉变
气味	具有磷脂固有的气味,无异味

3.2 技术指标

技术指标应符合表2的规定。

表2 技术指标

项 目	指 标
水分及挥发物/%	≤ 1.0
己烷不溶物/%	≤ 1.0
丙酮不溶物/%	≥ 55.0
磷脂酰胆碱+磷脂酰乙醇胺+磷脂酰肌醇/%	≥ 35.0

表 2 (续)

项 目	指 标
酸价(以 KOH 计)/(mg/g)	≤ 30.0
过氧化值/(mmol/kg)	1.5~6.0
残留溶剂量/(mg/kg)	≤ 50.0
砷(As)/(mg/kg)	≤ 3.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤ 10.0

4 试验方法

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6082 中规定的三级用水。杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603。

4.1 试剂和溶液

- 4.1.1 正己烷。
- 4.1.2 石油醚(沸程 60℃~90℃)。
- 4.1.3 丙酮。
- 4.1.4 1%酚酞指示剂溶液。
- 4.1.5 0.1 mol/L 氢氧化钾-乙醇标准溶液。
- 4.1.6 中性乙醇:临用前用 0.1 mol/L 碱液滴定至中性。

4.2 仪器和设备

- 4.2.1 真空泵。
- 4.2.2 抽滤瓶:500 mL。
- 4.2.3 玻璃砂芯坩埚:规格 G₁。
- 4.2.4 分析天平:精度为 0.000 1 g。
- 4.2.5 恒温干燥箱:温度精度±2℃。
- 4.2.6 恒温水浴锅:温度精度±2℃。
- 4.2.7 实验室常用玻璃器具。

4.3 外观、气味

打开产品外包装,观察产品表面是否发霉,色泽是否正常;嗅产品的气味是否有异味。

4.4 水分及挥发物的测定

按 GB/T 5528 规定的方法测定,采用空气烘箱法。

4.5 己烷不溶物的测定

4.5.1 测定方法

将砂芯坩埚在 100℃~105℃烘箱中烘至恒重。称取混匀的试样约 5.0 g(准确至 0.000 2 g)置于 250 mL 锥形瓶中,加入 100 mL 正己烷(4.1.1),搅拌溶解后,用已恒重的砂芯坩埚抽滤。用约 25 mL 正己烷(4.1.1)分两次洗涤烧杯并将不溶物全部转移至砂芯坩埚内,用正己烷(4.1.1)洗净砂芯坩埚内壁和不溶物,最后尽量抽除残留正己烷。取下坩埚,用脱脂棉花沾少许正己烷(4.1.1)擦净砂芯坩埚外壁。将砂芯坩埚至 100℃~105℃烘箱中烘 1 h,取出后置于干燥器中冷却,称重,再烘 30 min,冷却,称重。

4.5.2 结果计算

试样中己烷不溶物含量以质量分数 X₁ 计,按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{m_3 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

m_2 ——砂芯坩埚质量,单位为克(g);

m_3 ——坩埚加已烷不溶物质量,单位为克(g)。

4.5.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果相对偏差不大于5%。

4.6 丙酮不溶物的测定

4.6.1 样品制备

粉状磷脂制备:用50 mL烧杯称取约2 g流质磷脂,加10 mL石油醚(4.1.2)溶解,加25 mL丙酮(4.1.3),析出磷脂。抽滤器上装好G₃坩埚,用80 mL丙酮(4.1.3)分数次抽滤。

磷脂饱和丙酮溶液(以下简称饱和丙酮)制备:取1 g粉状磷脂于1 000 mL磨口瓶中,加1 000 mL丙酮(4.1.3),在0℃~5℃冰水浴浸泡2 h,约隔15 min摇动一次。约过2 h后,用快速滤纸过滤,滤液于0℃~5℃冷藏,备用。

4.6.2 测定方法

4.6.2.1 将烧杯、玻璃棒和坩埚,在100℃~105℃烘箱中烘至恒重。

4.6.2.2 称取混匀试样约2.0 g(精确至0.000 2 g)于已恒重的烧杯中(连同玻璃棒)。加0℃~5℃饱和丙酮约30 mL。在冰水浴内用玻璃棒采取搅拌与碾压相结合的方法用力碾压试样,在2 min内使试样中大部分油溶出。将溶液迅速用已恒重的坩埚轻度抽滤,不要将颗粒状不溶物带入坩埚。用0℃~5℃饱和丙酮20 mL冲洗坩埚内壁。

4.6.2.3 在上述烧杯中再加0℃~5℃饱和丙酮20 mL,在冰水浴中用玻璃棒同上法继续碾压试样2 min~3 min,得不溶物沉下,溶液用原坩埚抽滤。

4.6.2.4 按4.6.2.3方法重复两次,要将不溶物全部碾成细粉。最后一次碾洗后,取约0.1 mL清液滴在玻璃上快速蒸发丙酮。如留有油迹,则再按4.6.2.3法碾洗试样直至检查无油残迹。

4.6.2.5 将不溶物搅起移入坩埚中抽滤,用0℃~5℃饱和丙酮30 mL分两次洗涤砂芯坩埚、玻璃棒、烧杯和不溶物(尽量将不溶物移入坩埚),最后加强抽滤,抽除残留丙酮。

4.6.2.6 将坩埚取下,用干净纱布沾少许丙酮(4.1.3)擦净坩埚和烧杯外部,用玻璃棒将坩埚内沉淀物搅松。将盛有沉淀物的坩埚和附有残留不溶物的玻璃棒及烧杯立即置于100℃~105℃烘箱中烘干30 min。取出,置入干燥器内冷却至室温,称重。再烘20 min,冷却,称重,直至恒重。

4.6.3 结果计算

试样中丙酮不可溶物含量以质量分数 X_2 计,按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{m_6 - m_5}{m_4} \times 100\% - X_1 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

m_5 ——空的坩埚、烧杯、玻璃棒总质量,单位为克(g);

m_6 ——干燥后坩埚、烧杯、玻璃棒和沉淀物的总质量,单位为克(g);

X_1 ——按式(1)计算的已烷不溶物含量。

4.6.4 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果相对偏差不大于5%。

4.7 磷脂酰胆碱、磷脂酰乙醇胺、磷脂酰肌醇的测定

按GB/T 21493的规定执行。

4.8 酸价的测定

4.8.1 测定方法

称取混匀试样0.3 g~0.5 g(精确至0.000 2 g)于干燥的三角烧瓶中,加入70 mL石油醚(4.1.2),

摇动使之溶解。然后加入 30 mL 中性乙醇(4.1.6),摇匀。加入约 0.5 mL 酚酞指示剂溶液(4.1.4),用氢氧化钾-乙醇标准溶液滴定(4.1.5),滴至出现微红色,在 30 s 内红色不褪为终点。记录终点时消耗的标准溶液体积。

4.8.2 结果计算

试样中酸价含量 X_3 ,以每克试样消耗氢氧化钾的毫克数表示,单位为毫克每克(mg/g),按式(3)计算:

$$X_3 = \frac{V \times M \times 56.1}{m_1} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

V——滴定消耗的氢氧化钾-乙醇标准溶液体积,单位为毫升(mL);

M——氢氧化钾-乙醇标准溶液的摩尔浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

56.1——1 mL 1 mol/L 氢氧化钾-乙醇标准溶液中含氢氧化钾的毫克数。

4.8.3 允许差

取平行测定结果的算术平均值为测定结果,两次平行测定结果允许差不得超过 0.5 mg/g(以 KOH 计)。测试结果取小数点后一位。

4.9 过氧化值的测定

按 GB/T 5538 的规定执行。

4.10 残留溶剂量的测定

按 GB/T 5009.37 的规定执行。

4.11 总砷的测定

按 GB/T 13079 的规定执行。

4.12 重金属的测定

称取试样约 1.0 g(精确至 0.000 2 g),按《中华人民共和国药典》2005 年版第二部 附录 VIII 重金属检查法 第一法测定。

5 检验规则

5.1 出厂检验

生产企业应保证所有大豆磷脂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。

本标准规定的出厂检验项目为:感官指标、水分及挥发物、己烷不溶物、丙酮不溶物、酸价、过氧化值。

5.2 采样方法

采样方法按照 GB/T 14699.1 之规定进行。

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:生产厂家名称、产品名称、批号及取样日期。

抽样时,用适用的取样器分别在不同贮器的上、中、下各部位取样,将所取样品充分混匀。每批样品分两份,取样总量应不少于 500 g。装入样品瓶中,一份供检验用,另一份密封保存备查。

5.3 产品型式检验

5.3.1 产品型式检验应在下列情况下进行:

- a) 新产品的试制定型鉴定;
- b) 正式生产后,如材料及生产工艺有较大改变,有可能影响产品质量时;
- c) 正式生产过程中,每半年进行一次检验,考核产品质量稳定性;
- d) 产品长期停产后,恢复生产时;

- e) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时;
 - f) 国家或地方质量监督机构提出进行型式检验要求时。
- 5.3.2 产品型式检验应在出厂检验合格的产品中抽取样品。
- 5.3.3 产品型式检验要对产品标准中规定的技术要求实行全检。

5.4 判定规则

若检验结果有一项指标不符合本标准要求时,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

本品标签按 GB 10648 的规定执行。

6.2 包装

包装应使用适当的密封、防潮包装材料。产品每件包装的净含量可根据客户要求。

6.3 运输

本品在运输过程中应避免光、防潮、防高温、防止包装破损,不应与有毒有害的物质或其他有污染物品混装、混运。

6.4 贮存

本品应贮存于干燥、通风良好、无直接阳光曝晒处。注意包装密封性良好。避免贮存于高温环境。本品在规定的贮存条件下,保质期为 12 个月。