

ICS 65.120
CCS B 46

团 体 标 准

T/CFIAS 3026—2024

饲料添加剂 新甲基橙皮苷二氢查耳酮

Feed additives—Neohesperidin dihydrochalcone

2024-09-23 发布

2024-10-19 实施

中国饲料工业协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：山东省畜产品质量安全中心、山东奔月生物科技股份有限公司、上海美农生物科技股份有限公司。

本文件主要起草人：张芸、王振东、孙延军、刘婕、刘惠芳、刘慧军、崔立军、刘梦迪、于慧楨。

饲料添加剂 新甲基橙皮苷二氢查耳酮

1 范围

本文件给出了新甲基橙皮苷二氢查耳酮的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂新甲基橙皮苷二氢查耳酮的技术要求、取样、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了试验方法。

本文件适用于以新橙皮苷为原料，在氢氧化钠溶液中溶解后进行催化加氢反应，经结晶、离心、洗涤、干燥、粉碎制得的饲料添加剂新甲基橙皮苷二氢查耳酮。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- 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
- GB/T 14699 饲料 采样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

4.1 化学名称

新甲基橙皮苷二氢查耳酮

4.2 分子式

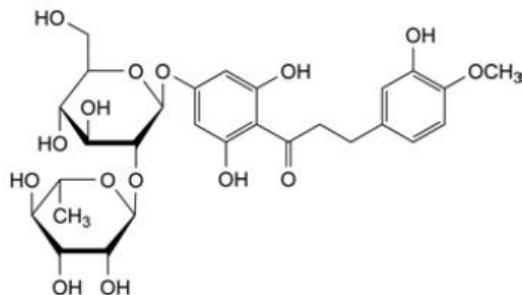
$C_{28}H_{36}O_{15}$

4.3 相对分子质量

612.57

注：按2022年国际相对原子质量

4.4 结构式



5 技术要求

5.1 外观与性状

本产品为白色至类白色或淡黄色粉末，无异味，无可见杂质。

5.2 鉴别

样品的红外光谱图应与新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准品红外光谱图一致。

5.3 理化指标

应符合表1的要求。

表1 理化指标

项目	指标
新甲基橙皮苷二氢查耳酮（以干基计）/%	≥96.0
柚皮苷二氢查耳酮（以干基计）/%	≤2.0
水分/%	≤12.0
粗灰分/%	≤0.2
总砷（以As计）/(mg/kg)	≤1
铅（以Pb计）/(mg/kg)	≤1
粒度（通过孔径为0.25 mm筛网）/%	≥95

6 取样

按GB/T 14699规定执行。

7 试验方法

7.1 外观与性状

取适量试样置于清洁干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其色泽、形态和杂质。

7.2 鉴别试验

将样品研磨均匀，采用溴化钾压片法压片后进行红外光谱分析，测定其吸收峰。新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准品红外光谱图见附录A。

7.3 新甲基橙皮苷二氢查耳酮

按附录B规定执行。

7.4 柚皮苷二氢查耳酮

按附录B规定执行。

7.5 水分

按GB/T 6435规定执行。

7.6 粗灰分

按GB/T 6438规定执行。

7.7 总砷

按GB/T 13079规定执行。

7.8 铅

按GB/T 13080规定执行。

7.9 粒度

按GB/T 5917.1规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批，每批产品不应超过2 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目：外观与性状、水分、新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮含量。

8.3 型式检验

型式检验项目：第5章规定的所有项目。在正常生产情况下，每年至少进行1次型式检验。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产设备、工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产3个月或以上，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；
- e) 饲料行业行政管理部门提出进行型式检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格，判定该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。若复检结果仍不符合本文件规定，则判定该批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按照GB/T 8170中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按GB 10648规定执行。

9.2 包装

包装材料应避光、无毒、无害、防潮、密封。

9.3 运输

运输过程中应防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存于通风、干燥处，防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

在规定的运输和贮存条件下，未开启包装产品的保质期应与产品标签标明的保质期一致。

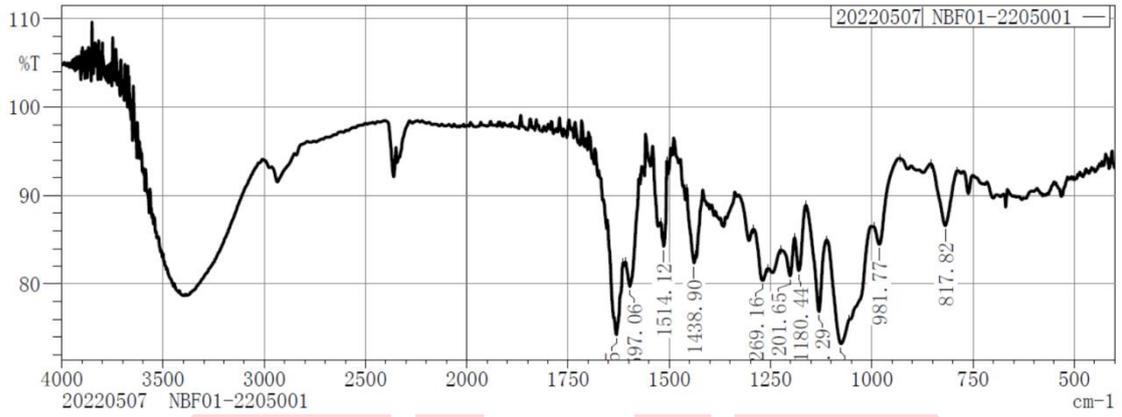


附录 A

(资料性)

新甲基橙皮苷二氢查耳酮的红外光谱图

新甲基橙皮苷二氢查耳酮的红外光谱图见图A. 1。



图A. 1 新甲基橙皮苷二氢查耳酮的红外光谱图

附录 B

(规范性)

新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮测定

B.1 原理

试样用流动相溶解，经高效液相色谱仪测定，外标法定量。

B.2 试剂或材料

除非另有说明，仅使用色谱纯试剂。

B.2.1 水：GB/T 6682，一级。

B.2.2 甲醇。

B.2.3 流动相：甲醇+水= 48+52。

B.2.4 新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准溶液(1 mg/mL)：准确称取新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准品(CAS: 20702-77-6, 纯度 \geq 98.0%) 0.1 g(精确至0.1 mg)于100 mL容量瓶中，用流动相(B.2.3)溶解、稀释并定容，混匀，-18 ℃以下保存，有效期6个月。

B.2.5 柚皮苷二氢查耳酮储备溶液(1 mg/mL)：准确称取柚皮苷二氢查耳酮标准品(CAS: 18916-17-1, 纯度 \geq 98.0%) 0.1 g(精确至0.1 mg)于100 mL容量瓶中，用甲醇(B.2.2)溶解、稀释并定容，混匀，-18 ℃以下保存，有效期6个月。

B.2.6 柚皮苷二氢查耳酮标准溶液(20 μ g/mL)：准确移取柚皮苷二氢查耳酮储备溶液(B.2.5) 2 mL于100 mL容量瓶中，用流动相(B.2.3)稀释、定容，混匀。临用现配。

B.2.7 微孔滤膜：0.45 μ m，有机相。

B.3 仪器设备

B.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管阵列检测器。

B.3.2 分析天平：精度为0.1 mg。

B.3.3 烘箱：控温精度103 ℃ \pm 2 ℃。

B.4 试验步骤

B.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取预先在103 ℃干燥至恒重的试样0.1 g(精确到0.1 mg)于100 mL容量瓶中，加入20 mL流动相(B.2.3)，超声5 min，用流动相定容，混匀。过滤膜(B.2.7)，滤液备用。

B.4.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C18 柱，长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μ m，或性能相当者；
- b) 流动相：甲醇+水= 48+52；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 柱温：25 ℃；
- e) 进样量：20 μ L；
- f) 检测波长：282 nm。

B.4.3 测定

B.4.3.1 标准溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，分别取新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准溶液（B.2.4）、柚皮苷二氢查耳酮标准溶液（B.2.6）和试样溶液（B.4.1）上机测定。新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮标准溶液的液相色谱图分别见附录B中的图B.1和图B.2，试样溶液的液相色谱图见附录B中的图B.3。

B.4.3.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮的保留时间应与标准溶液中新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮的保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内。

B.4.3.3 定量

以单点校准定量，试样溶液中新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮的质量浓度与标准溶液质量浓度相差不超过30%。

B.5 试验数据处理

试样中新甲基橙皮苷二氢查耳酮（以干基计）的含量 ω_1 以质量分数计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{\rho_{1s} \times V \times A_1}{A_{1s} \times m \times 1\,000} \times 100\% \dots \dots \dots (1)$$

式中：

- ρ_{1s} ——新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准工作溶液的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V ——试样的定容体积，单位为毫升（mL）；
- A_1 ——试样溶液中新甲基橙皮苷二氢查耳酮的峰面积；
- A_{1s} ——标准工作溶液中新甲基橙皮苷二氢查耳酮的峰面积；
- m ——试样质量，单位为克（g）；
- 1 000 ——转换系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

试样中柚皮苷二氢查耳酮（以干基计）的含量 ω_2 以质量分数计，数值以%表示，按式（2）计算：

$$\omega_2 = \frac{\rho_{2s} \times V \times A_2}{A_{2s} \times m \times 1\,000 \times 1\,000} \times 100\% \dots \dots \dots (2)$$

式中：

- ρ_{2s} ——柚皮苷二氢查耳酮标准工作溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（ μ g/mL）；
- V ——试样的定容体积，单位为毫升（mL）；
- A_2 ——试样溶液中柚皮苷二氢查耳酮的峰面积；
- A_{2s} ——标准工作溶液中柚皮苷二氢查耳酮的峰面积；
- m ——试样质量，单位为克（g）；
- 1 000 ——转换系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

B.6 精密度

B.6.1 在重复性条件下，新甲基橙皮苷二氢查耳酮两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的10%。

B.6.2 在重复性条件下，柚皮苷二氢查耳酮两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的5%。

B.7 色谱图

新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准溶液（1 mg/mL）和柚皮苷二氢查耳酮标准溶液（20 μ g/mL）的液相色谱图见图B.1和B.2；试样溶液的液相色谱图见图B.3。

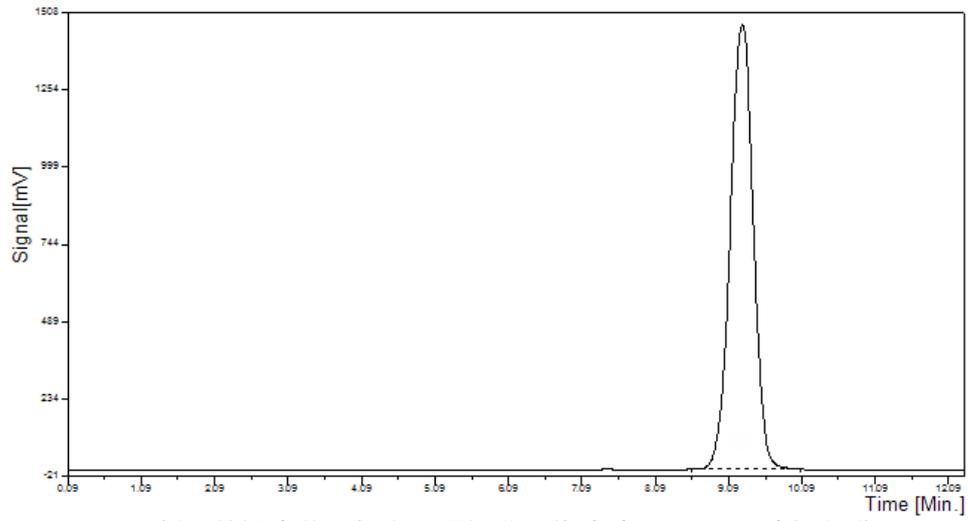


图 B.1 新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准工作溶液 (1 mg/mL) 液相色谱图

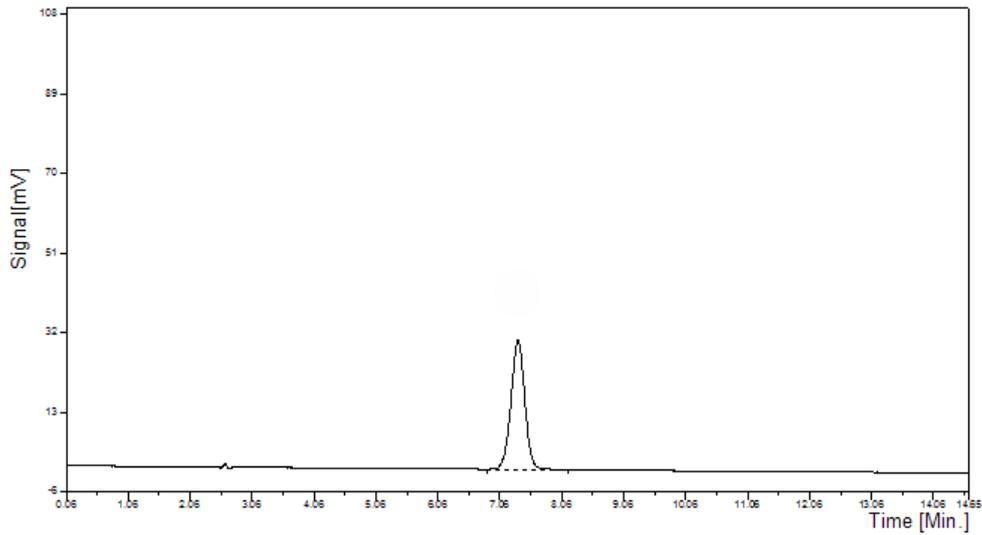


图 B.2 柚皮苷二氢查耳酮标准工作溶液 (20 μg/mL) 液相色谱图

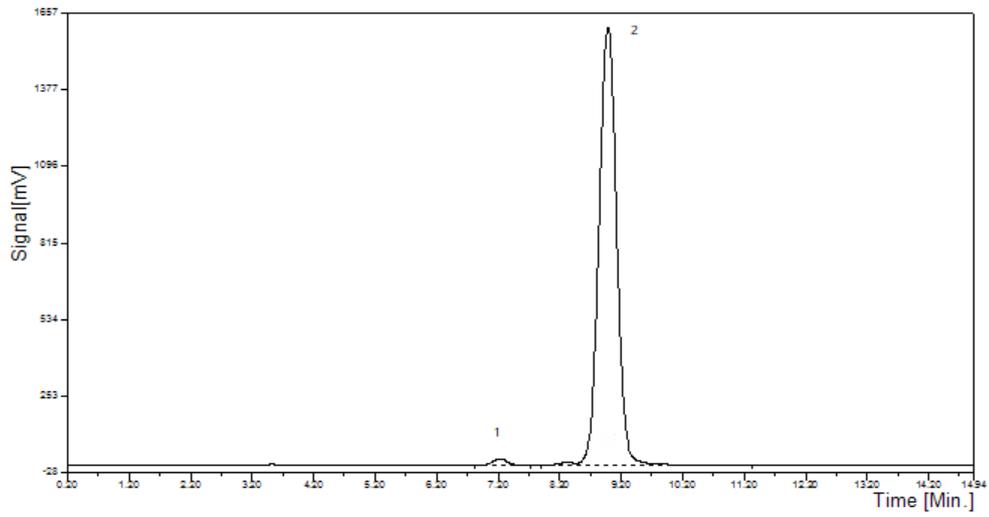


图 B.3 试样溶液液相色谱图

标引序号说明:

- (1) 柚皮苷二氢查耳酮;
- (2) 新甲基橙皮苷二氢查耳酮。

