

中华人民共和国国家标准

《饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法》

编制说明

（征求意见稿）

山东省畜产品质量安全中心

四川威尔检测技术股份有限公司

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）]

帝斯曼维生素（上海）有限公司

2024 年 1 月

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2021 年推荐性国家标准计划的通知》（国标委发[2021] 19 号），本标准修订项目编号为 20211986-T-469，项目名称为《饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法》，项目承担单位为山东饲料质量检验所、四川威尔检测技术股份有限公司、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）]、帝斯曼维生素（上海）有限公司。2021 年 3 月，《中共山东省委机构编制委员会办公室关于印发省畜牧兽医局所属事业单位机构职能编制规定的通知》（鲁编办[2021]69 号，见附件），整合山东省饲料质量检验所畜牧环境监测职责、山东省兽药质量检验所畜产品质量检测职责，组建山东省畜产品质量安全中心，撤销山东省饲料质量检验所和山东省兽药质量检验所事业单位建制。因此，主要起草单位现变更为山东省畜产品质量安全中心，本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

1.2 标准修订背景

天然存在的维生素 E 又称生育酚，有 8 种形式，即 α 、 β 、 γ 、 δ 生育酚和 α 、 β 、 γ 、 δ 三烯生育酚，4 种生育酚和 4 种三烯生育酚统称为维生素 E，都具有维生素 E 活性，其中 α -生育酚的活性最高。维生素 E 的存在，能防止生物体内多种过氧化反应的发生，从而避免过氧化物的产生，保护好生物膜的结构和功能。维生素 E 和硒可协同发挥作用，防止肝组织坏死和肌肉受损。维生素 E 的应用，还能保护动物的繁殖机能，提高动物的免疫能力，促进免疫球蛋白的生成。由于未酯化的生育酚很快被空气氧化变黑色，维生素 E 主要采用的形式是较稳定的 α -生育酚乙酸酯形式。饲料添加剂品种目录中规定的维生素 E 有三种：天然维生素 E、DL- α -生育酚、DL- α -生

育酚乙酸酯，在饲料添加剂中主要以维生素 DL- α -生育酚乙酸酯的形式存在，分别为 DL- α -生育酚乙酸酯(粉)和 DL- α -生育酚乙酸酯(粉) CWS，含量均为 50%。前者生产工艺为维生素 E 油、二氧化硅搅拌混合，外观为类白色或淡黄色粉末或颗粒状粉末。后者生产工艺为维生素 E 油、辛烯基琥珀酸淀粉钠乳化，喷雾干燥，外观为白色或类白色流动性粉末。

在通常情况下，动物自身不能合成维生素 E 或合成量不能满足正常生长需要，必须通过日粮提供。饲料中虽然含量很低，却是必不可少的核心物质，因此维生素 E 是饲料质量控制的重要指标。另一方面，维生素 E 能够在动物体内蓄积，长期超量就会产生有害影响。因此快速准确地测定饲料中维生素的含量对防止维生素缺乏症、维生素中毒、维生素的稳定性以及制定合理的维生素加工工艺和储存条件等具有重要意义。国内外有关饲料、食品中维生素 E 含量测定方法标准见表 1。

表 1 国内外饲料、食品中维生素 E 测定标准方法一览表

序号	标准编号	标准名称	检测方法
1	ISO 6867:2000	Animal feeding stuffs—Determination of vitamin E content;Method using high-performance liquid chromatography	高效液相色谱法
2	ISO 20633:2015	Infant formula and adult nutritionals — Determination of vitamin E and vitamin A by normal phase high performance liquid chromatography (婴儿配方食品和成人营养品)	高效液相色谱法
3	GB/T 17812-2008	饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法	高效液相色谱法
4	GB 5009.82-2016	食品中维生素 A、D、E 的测定	高效液相色谱法
5	GB 1886.233-2016	食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E	气相色谱法
6	GB 29942-2013	食品安全国家标准 食品添加剂 维生素 E(dl- α -生育酚)	气相色谱法
7	GB 9454-2017	饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯	气相色谱法 高效液相色谱法
8	GB 7293-2017	饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯(粉)	气相色谱法 高效液相色谱法

目前，食品添加剂和饲料添加剂种维生素 E 的测定主要采用气相色谱法，而食品和饲料中的维生素 E 采用高效液相色谱法。我国现行有效《饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法》（GB/T 17812-2008）由两部分组成，分为第一法皂化提取法和第二法直接提取法。传统的皂化法为液液萃取法，是目前国内外测定维生素 E 的经典方法。但是也存在操作步骤相对繁琐，提取时间长，消耗试剂多等不足，因此本次修订对原皂化法进行了方法的优化。与此同时，与液液萃取相对应的固相萃取也在乳制品、饲料中维生素 E 的测定中有所应用，该检测技术快速、准确、重现性好，检测效率高，适应大批量样品检测，但目前国内没有相关的检测方法国家/行业标准。为适应国内外维生素 E 的生产技术的进步和检测技术的发展，提高检测效率，本次修标对第一法和第二法都进行了修订。与 GB/T 17812-2008 相比主要变化如下：第一法皂化提取法中修改了方法的适用范围，保留了皂化提取法-液液萃取法，同时对前处理方法进行优化；增加了皂化后的固相萃取提取；第二法直接提取法中，适用范围增加了复合预混合饲料，并同时前处理方法进行优化；并对 GB/T 17812-2008 进行编辑性修改。通过本次标准修订，旨在为新饲料原料开发利用、养殖动物营养研究和饲料配方设计及饲料产品质量控制提供快速、准确、可靠的维生素 E 测定国家标准方法，促进我国饲料工业、畜牧业的高质量发展。

1.3 主要工作过程

1.3.1 成立标准编制小组

2021 年 7 月，山东省畜产品质量安全中心、四川威尔检测技术股份有限公司、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）]、帝斯曼维生素（上海）有限公司接到国家标准修订任务后，成立了标准编制小组，落实了人员分工。

1.3.2 标准修订技术路线和方案制定

2022年初，标准编制小组查阅了国内外有关标准文献资料，同时调研国内主要饲料质检机构、饲料生产企业等维生素E检测仪器设备、标准方法采用情况，制定了标准修订内容和技术路线草案。2022年7月，山东省畜产品质量安全中心组织有关专家、主要起草人员召开标准修订项目启动会，确定标准修订的主要内容、技术路线（见图1）、分工、完成时限等。

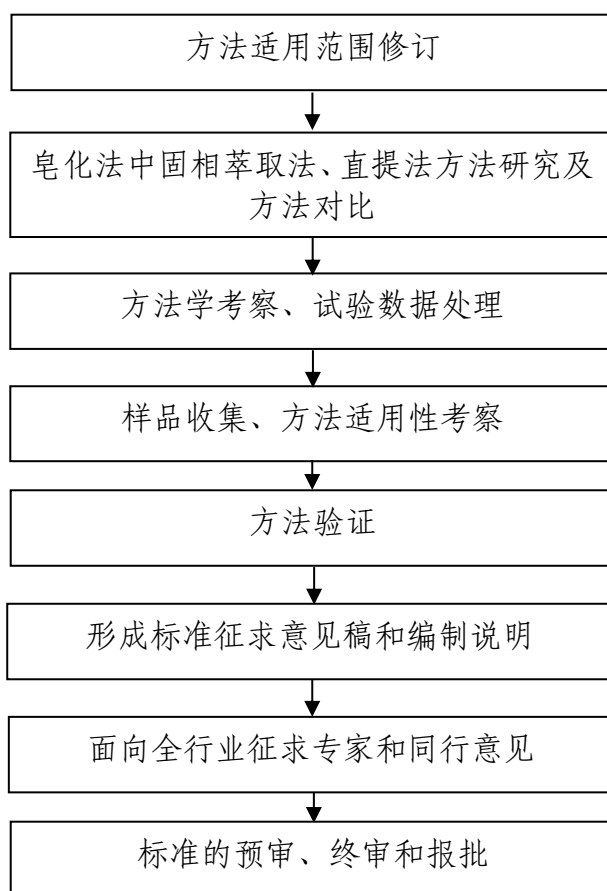


图1 标准修订技术路线图

1.3.3 样品收集、方法学研究和实际样品检测

2022年8月~2023年9月，开展样品收集、方法学研究和实际样品检测。

1.3.4 编写编制说明和征求意见稿

2023年9月~12月，标准编制小组完成标准文本、编制说明定向征求意见稿编制工作。

1.3.5 定向征求意见和标准验证

2024年1月~2月，标准编制小组开展定向征求意见、3家检测机构标准验证工作。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

2.1 标准编制原则

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》、GB/T 1.2 - 2020《标准化工作导则 第2部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》、GB/T 20001.4 - 2015《标准编制规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，以保证标准的先进性和衔接性。

2.2 主要修订内容

本标准代替 GB/T 17812-2008《饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法》，与 GB/T 17812-2008 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 第一法皂化提取法范围增加了精料补充料，直接提取法范围增加了复合预混合饲料（见第1章，2008年版的第1章）；
- b) 第一法皂化提取法提取剂更改为石油醚（沸程 30°C-60°C）（见第4章，2008年版第3章）；
- c) 第一法中皂化提取法增加了维生素 E 标准系列溶液（见 4.2.17）；
- d) 第一法中皂化提取法配合饲料、精料补充料、浓缩饲料样品制备方法更改为试样全部通过 1 mm 孔筛，复合预混合饲料试样、维生素预混合饲料更改试样装入密闭容器，尽快测定（见 4.4，2008年版中 3.5）；

- e)增加了固相萃取法（见 4.5.1.2.2）及其色谱图；
- f)增加了液相色谱参考条件（见 4.5.2.2）；
- g)增加了定性检测方法，定量检测增加多点校正（见第 4 章）；
- h)删除了正相色谱条件（2008 年版第 3 章）；
- i)更改了第一法皂化提取法中试验数据处理（见 4.6, 2008 年版的 3.6.2.3）；
- j)增加了第二法直接提取法中维生素 E 标准系列溶液（见 5.2.4）；
- k)更改了第二法直接提取法中试验数据处理（见 5.6, 2008 年版的 4.6.2.3）；
- l)增加第一法皂化法提取法维生素 E 标准溶液的液相色谱图（见附录 A），增加第二法直接提取法 dl- α -生育酚乙酸酯的液相色谱图（见附录 B）。

2.3 第一法-液液萃取

为了能将维生素 E 提取出来，需要将样品中的脂肪类物质去除，皂化就是在强碱性和高温条件下将脂肪类物质转化为醇类和盐。液液萃取是最常见的脂溶性维生素的提取方式，萃取回收率较高且成本低廉，仍然是维生素 E 测定的经典方法。但是由于操作步骤相对繁琐，因此需严格地控制实验操作，减少样品损失。本次修标主要对以下内容进行了修订：

2.3.1 适用范围增加精料补充料

原标准第一法适用于配合饲料、浓缩饲料、复合预混合饲料和维生素预混合饲料中维生素 E（dl- α -生育酚）的测定，适用范围不包含精料补充料。为了验证第一法对精料补充料样品的适用性，取 8 批次精料补充料样品，按照第一法液液萃取的步骤测定维生素 E，检测结果见表 2，液相色谱图见图 2。由表 2 可以看出，第一法液液萃取测定精料补充料中的维生素 E 的实测值占标识值的 92.6%-106%之间，且同一个样品重复检测三次的偏差也满足要求，因此第一法液液萃取适用于精料补充料中维生素 E 的测定。

表 2 第一法测定精料补充料中维生素 E

样品名称	实测值 (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	标识量 (mg/kg)	占标识量 (%)
精料补充料 1	42.56	42.31	40.0	106
	41.52			
	42.85			
精料补充料 2	40.25	41.43	40.0	104
	42.16			
	41.89			
精料补充料 3	35.22	37.04	40.0	92.6
	38.21			
	37.69			
精料补充料 4	52.14	51.53	50.0	103
	50.69			
	51.77			
精料补充料 5	82.14	80.94	80.0	101
	79.63			
	81.05			
精料补充料 6	75.69	76.05	70.0	109
	74.21			
	78.25			
精料补充料 7	84.65	83.42	80.0	104
	84.36			
	81.25			
精料补充料 8	74.36	75.01	80.0	93.8
	75.98			
	74.69			

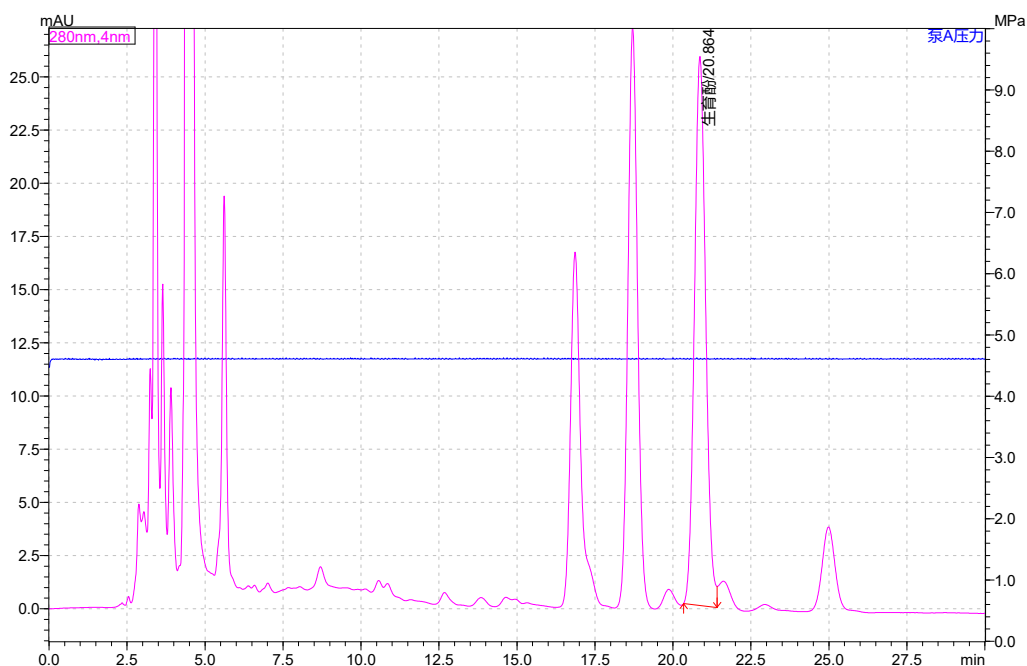


图 2 精料补充料中维生素 E 色谱图

2.3.2 皂化提取法提取试剂更改为石油醚

在 ISO 及食品安全国家标准中，液液萃取溶剂采用石油醚提取两次，每次用 125mL 石油醚，原标准方法中萃取溶剂用乙醚提取，乙醚是易燃、有毒类危险品，属于管制化学品，因此修改提取溶剂为石油醚（30-60℃），方便实验室使用。

2.3.3 更改试样制备

在新修订国标《动物饲料 试样制备》中，规定不稳定分析物用试样的推荐粒度为 1.0 mm，预混剂中维生素试样不粉碎，本次修订将试样的制备修改为“配合饲料、精料补充料、浓缩饲料试样，按照 GB/T 20195 规定制备试样，至少 200g，粉碎使其全部通过 1 mm 孔径的试验筛，混合均匀，装入密闭容器中，避光冷藏保存，尽快测定。复合预混合饲料试样、维生素预混合饲料试样装入密闭容器中，避光冷藏保存，尽快测定。”

2.3.4 皂化时充氮与否对维生素 E 的影响

维生素 E 在空气中不稳定，因此原标准中规定皂化时需要在氮气流下

进行。实验选取了四类样品，考察了在皂化过程中有充氮保护和直接皂化过程对维生素 E 含量的影响，检测结果见表 3。从实际检测结果来看，充氮与不充氮的检测结果相差不大。因此本次修订不再要求在氮气保护下进行皂化反应。

表 3 充氮与否对检测结果影响

样品名称	是否充氮	维生素 E 测定值 (mg/kg)	相对偏差 (%)
肉鸭配合饲料	充氮	89.25	0.15
	不充氮	88.98	
乳猪浓缩饲料	充氮	32.14	1.12
	不充氮	32.87	
肉牛精料补充料	充氮	42.56	0.82
	不充氮	43.26	
蛋禽复合预混合 饲料	充氮	85632.51	0.03
	不充氮	85573.92	

2.3.3 增加维生素 E 标准曲线

为了更加准确的对不同维生素 E 含量的样品定量，本次修订增加了维生素 E 的标准系列溶液。取维生素 E (dl- α -生育酚) 标准贮备溶液，用乙醇稀释，配制浓度分别为 0.5、1、5、10、50、100、200 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作溶液，上机测定，结果表明，浓度在 0.5 $\mu\text{g/mL}$ -200 $\mu\text{g/mL}$ 范围内，峰面积(Y)与浓度(X)线性相关性良好。标准曲线见图 3，标准溶液色谱图见图 4。

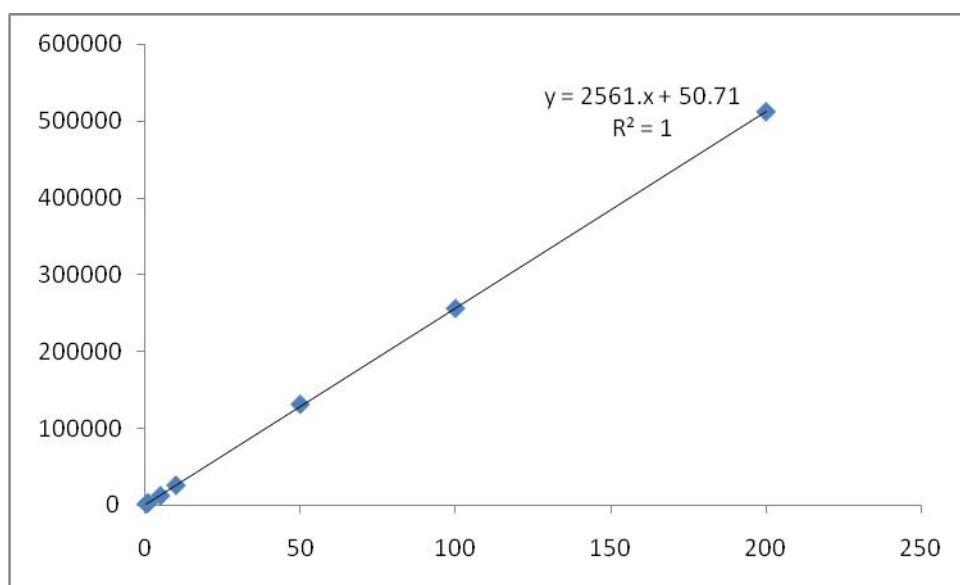


图3 维生素 E (dl-α-生育酚) 标准曲线

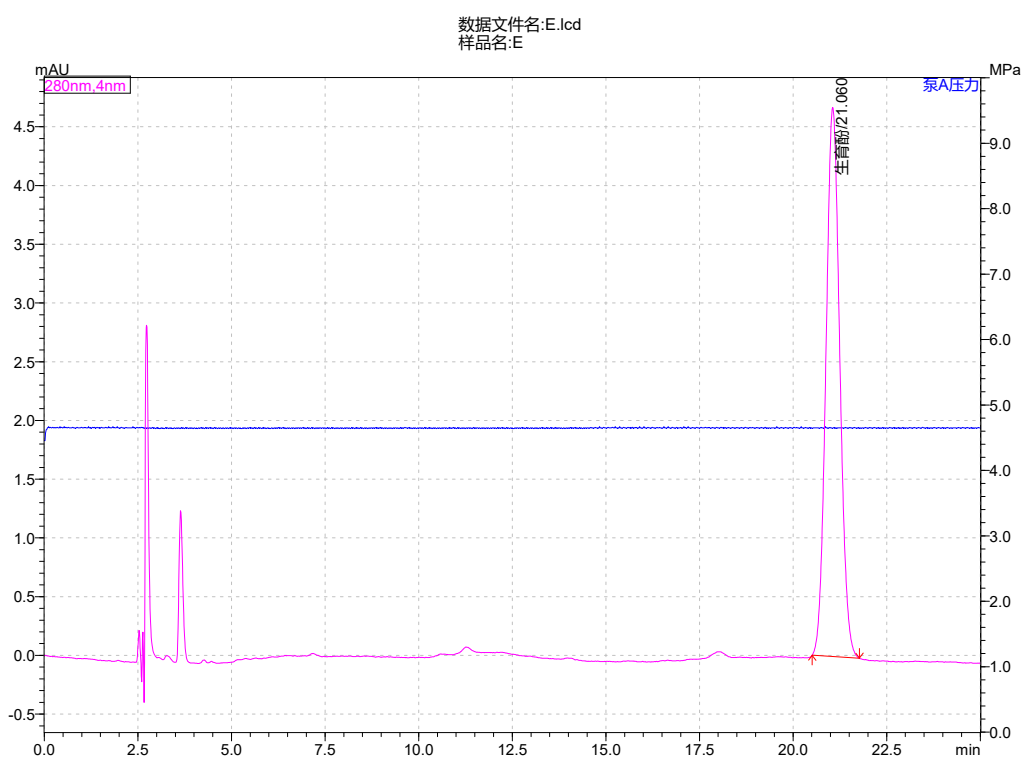


图4 维生素 E (dl-α-生育酚) 标准溶液色谱图 (5μg/mL)

2.3.4 色谱条件的优化

正相色谱的优点是对脂溶性维生素中异构体的分离十分有效，但是对于流动相的细微变化较敏感，仪器平衡时间教长。存在有机溶剂使用种类多、使用量大等不足。正相色谱使用正己烷作为溶剂，具有较大毒性，挥发性比较大，长时间分析样品浓度会变化，精密度相对较差。与反相色谱相比，在检测实验室的应用并不普及。所以本次修订删除正相色谱条件，只保留反相色谱相关内容。

2.4 第一法-固相萃取

应用到维生素测定的萃取方法主要有液液萃取法、固相萃取法、超临界萃取法等。饲料样品品基质复杂，为减少测量干扰，常对样品进行净化处理。近年来，固相萃取技术在脂溶性维生素检测中的应用越来越广泛，具有操作过程简单，提取和净化同步完成，溶剂使用量少，不发生乳化反应等特点。由于需要通过固相萃取技术实现 VE 的富集，同时需要去除皂化液中的强碱以保护分析色谱柱，因此固相萃取柱应选择商品化聚合物反相填料表面亲水能力强的类型。

2.4.1 前处理条件的优化

2.4.1.1 固相萃取小柱的选择

生育酚和生育酚乙酸酯属于轻度极性化合物，因此只考虑极性较低的吸附剂。实验中比较了安捷伦 Bond Elut HLB（200mg，6mL），BondElut Plexa（200mg，6mL），Thermo PEP（200mg，6mL），Waters Oasis HLB（200mg，6mL）等 4 种不同品牌的聚合物反相固相萃取 SPE 小柱。

取 6mL 空白配合饲料皂化液，加入 dl- α -生育酚的标准溶液，混合均匀后过柱，经 10mL 水淋洗后，5mL 乙腈洗脱。上机测定后计算回收率。结果见表 4。结果表明，Bond Elut HLB 和 Waters Oasis HLB 小柱回收率均低于 50%，Bond Elut Plexa 和 Thermo PEP 净化小柱回收率分别为 110%

和 105%，说明聚苯乙烯和二乙烯基苯聚合物填料的固相萃取柱更适合于饲料中维生素 E 的测定。

表 4 固相萃取柱的选择 (n=3)

固相萃取柱的考察				
小柱类型	Bond Elut HLB	Bond Elut Plexa	Thermo PEP	Waters Oasis HLB
回收率 (%)	45	110	105	40

2.4.1.2 固相萃取小柱淋洗液的选择

由于试样皂化后溶液呈碱性，因此需要足量的淋洗溶剂对碱液进行去除。每次取 6mL 空白配合饲料皂化液，加入 dl- α -生育酚的标准溶液，混合均匀后过柱，分别用 8mL 5%、10%、20%、30%、40%、50% 甲醇水溶液淋洗，5mL 乙腈洗脱。回收率见图 5。不同比例甲醇水溶液淋洗后回收率均在 90% 以上且相差不大，综合考虑回收率和对碱液的去除效果，选择 10% 的甲醇水溶液。

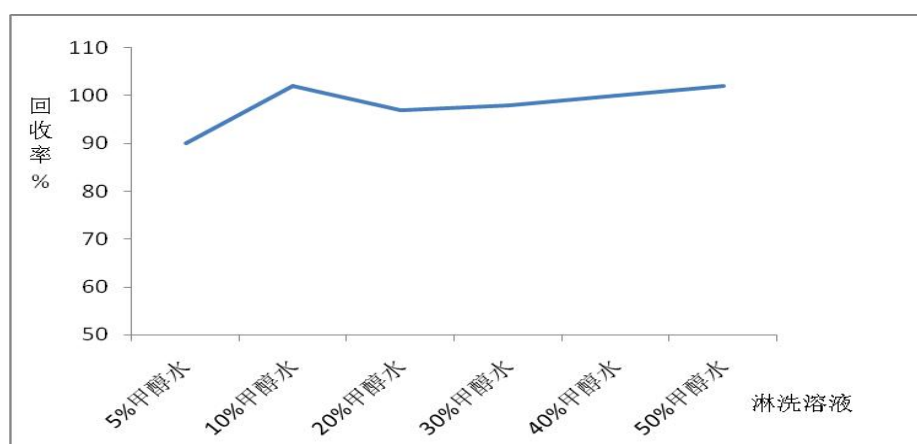


图 5 淋洗液的选择

2.4.1.3 洗脱试剂的选择

考察甲醇、乙腈和乙酸乙酯对维生素 E 的洗脱能力。每次取 6mL 空白配合饲料皂化液，加入 dl- α -生育酚的标准溶液，混合均匀后过柱，用

8mL10%甲醇水溶液淋洗，分别用 5mL 甲醇、乙腈和乙酸乙酯洗脱。结果见表 5。甲醇、乙腈和乙酸乙酯洗脱标准溶液的加标回收率分别为 83%、92%和 54%，因此选择乙腈作为洗脱溶液。为保证良好洗脱效果，实际操作采用 3mL 乙腈分三次洗脱（每次 1mL），合并洗脱液，并根据饲料中维生素 E 的含量，进行氮吹浓缩。

表 5 洗脱液的选择 (n=3)

洗脱液的考察			
洗脱液类型	甲醇	乙腈	乙酸乙酯
回收率 (%)	83	92	54

2.4.2 皂化法固相萃取试验步骤的确立

将皂化液全部转移至 100 mL 棕色容量瓶中，用 5 mL70%乙醇溶液洗涤瓶内的残渣并将溶液并入容量瓶内，重复洗涤两次，用 70%乙醇溶液定容，混匀，取一定体积皂化液于离心管中，5 000 r/min 离心 5 min，上清液待用。

移取 3 mL 甲醇、5 mL 水分别淋洗、活化固相萃取小柱，弃去淋洗液。对于配合饲料、精料补充料和浓缩饲料，上清液混匀后准确移取 6 mL 于 15 mL 具塞离心管中，加 2 mL 水，涡旋均匀，全部加载到固相萃取柱中，控制流速小于 2 mL/min，用 10%甲醇溶液每次 2 mL，洗涤两次离心管过柱，再用 4 mL 甲醇溶液淋洗固相萃取柱。将固相萃取柱抽干，用乙腈洗脱 3 次，每次 1 mL，合并洗脱液，于 40 °C 下用氮气吹干，用乙腈定容至 1 mL，涡旋复溶，过微孔滤膜，待测。对于复合预混合饲料皂化上清液，混匀后准确移取 1.5 mL，于 5 mL 具塞离心管中，加 0.5 mL 水，涡旋后，全部加载到固相萃取柱中，以下淋洗、洗脱步骤同配合饲料、精料补充料和浓缩

饲料皂化上清液的淋洗、洗脱步骤，乙腈洗脱液需收集到 5 mL 容量瓶中，并用乙腈定容，混匀，过微孔滤膜，待测。

2.4.3 液相色谱条件的优化

本次修订保留了原标准的液相色谱条件，同时增加了新的色谱条件如下：

色谱参考条件一（同原标准方法）

色谱参考条件二

色谱柱：薄壳型 C₈ 柱，4.6×50 mm，2.7 μm（或性能类似的分析柱，）；

流动相：A：0.1%甲酸水， B:乙腈， C:甲醇，梯度洗脱见表 6。

流速：1.0 mL/min；

温度：35℃；

进样量：20μL； 检测波长：280 nm。

表 6 梯度洗脱程序

时间 min	A 相 %	B 相 %	C 相 %	流速 mL/min
0.0	30	70	0	1.0
1.0	25	75	0	1.0
12.0	0	100	0	1.0
14.0	0	0	100	1.0
19.0	0	0	100	1.0
20.0	30	70	0	1.0

2.4.4 方法学验证

2.4.4.1 方法回收率

在猪配合饲料、产蛋鸡复合预混合饲料、猪浓缩饲料、奶牛精料补充料中，按照已知空白含量的 1 倍、2 倍、10 倍添加三个浓度，实验结果见表 7。标准溶液色谱图见图 6，猪饲料空白和添加图谱见图 7。

在不同添加水平下，回收率范围为 85.1%—107%，平均回收率为 87.6-101%，相对标准偏差为 1.13-4.07%；表明皂化法固相萃取方法适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和复合预混料中维生素 E 的测定。

表 7 饲料中维生素 E 添加回收率

样品名称	空白含量 (IU/kg)	添加水平 (IU/kg)	添加回收率%						平均回 收率%	RSD %
猪配合饲料	35.7	35.7	94.4	95.1	97.8	96.6	94.2	97.2	95.9	1.59
猪配合饲料		71.4	93.4	94.3	93.1	92.1	96.2	94.7	94.0	1.52
猪配合饲料		357	99.6	98.5	107	95.8	98.9	104	101	4.07
猪浓缩料	65.5	65.5	85.1	90.6	86	87.5	88.8	87.8	87.6	2.24
猪浓缩料		131	89.1	88.2	87.9	90.6	88.6	89.7	89.0	1.13
猪浓缩料		655	88.1	89.8	88.1	86.6	88.8	88.6	88.3	1.19
蛋鸡复合预混料	1024	1024	92.1	92.8	88.7	87.3	89.3	86.8	89.5	2.76
蛋鸡复合预混料		2048	95.6	87.4	89.1	95.3	91.8	89.9	91.5	3.67
蛋鸡复合预混料		10240	88.4	92.2	88.9	93.2	95.8	95.2	92.3	3.37
奶牛精补料	6.40	6.4	88.6	96.2	97.4	93.6	93.9	92.8	93.8	3.26
奶牛精补料		12.8	99.8	92.2	96.1	96.2	95.9	98.8	96.5	2.75
奶牛精补料		64	97.9	95.1	96.4	94.6	92.8	91.2	94.7	2.55

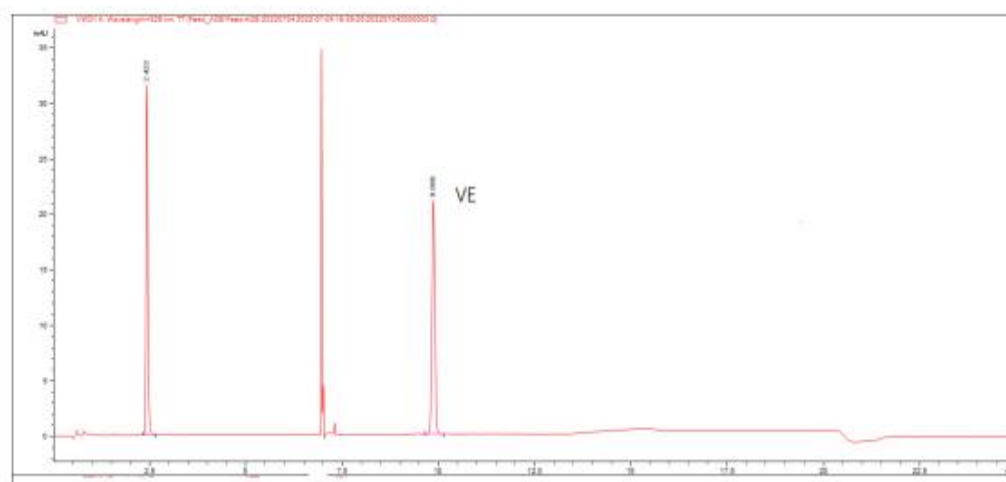


图 6 标准溶液色谱图 (5 μ g/mL)

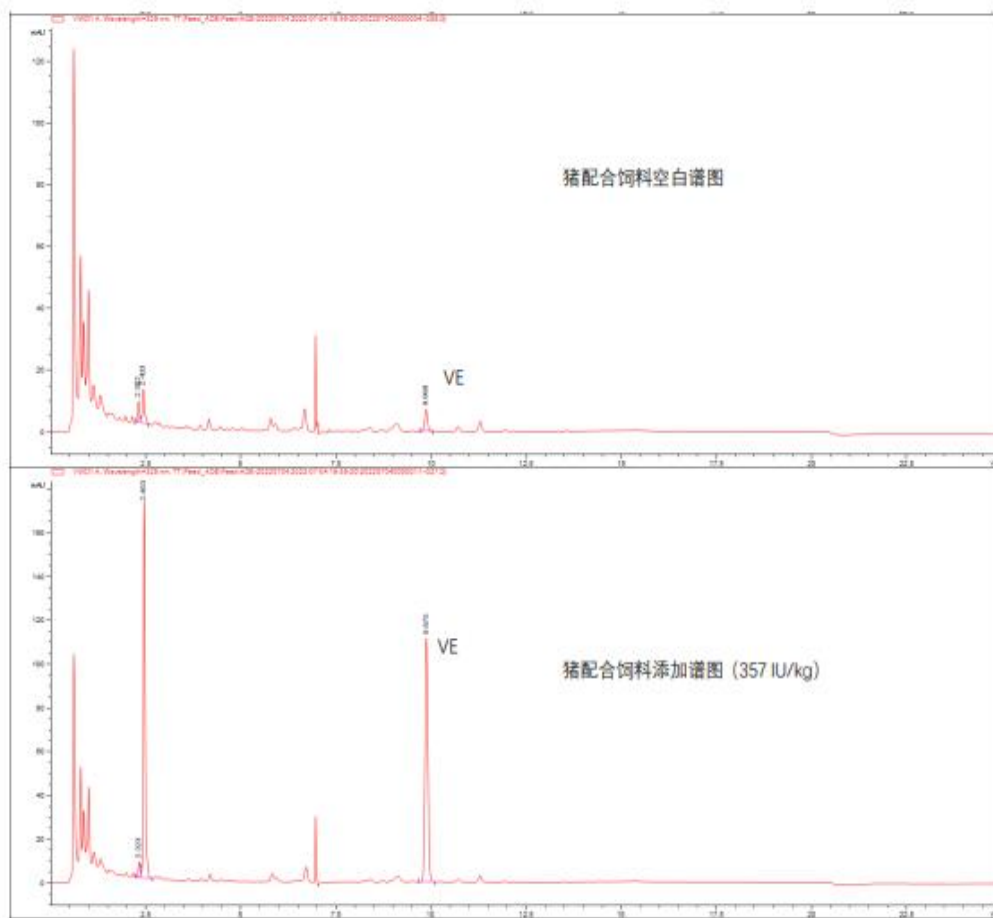


图 7 空白和添加色谱图

2.4.4.2 方法重复性

选取小龙虾配合饲料、乳猪浓缩饲料、蛋鸡产蛋期复合预混料和奶牛精补料，分别按照皂化法-固相萃取完成重复性试验，结果见表 8。结果表明，4 类样品 6 平行试验测定结果相对标准偏差在 0.75%-2.16%之间，符合试验要求。

表 8 不同饲料重复性实验

样品名称	测定结果 (%)						平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3	4	5	6		
小龙虾配合饲料	41.08	42.44	43.22	41.77	42.09	42.16	42.13	1.68
乳猪浓缩饲料	32.87	32.89	31.76	33.89	32.44	33.11	32.83	2.16
蛋鸡产蛋期复合预混料	686.12	680.11	689.44	676.32	678.12	679.22	681.56	0.75
奶牛精补料	78.22	76.33	79.12	80.11	78.44	80.22	78.74	1.83

2.4.5 固相萃取与液液萃取的比较

选取不同种类的饲料样品，分别用液液萃取和固相萃取测定维生素 E 的含量，结果见表 9。结果表明，两种方法的相对偏差最大为 5.33%，不存在显著性差异。皂化法液液萃取和固相萃取均适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料中维生素 E 的测定。

表 9 固相萃取与液液萃取的比较

样品名称	液液萃取 (mg/kg)	固相萃取 (mg/kg)	标示量 (mg/kg)	相对偏差 (%)
奶牛干奶期精补料	59.42	63.11	66.6	3.01
肉牛育肥前期精补料	43.11	45.22	33.3	2.39
奶牛犊牛精补料	57.88	52.02	34.5	5.33
奶牛育成期精补料	82.48	85.88	80.0	2.02
妊娠母猪配合饲料	79.39	76.11	45.0	2.11
产蛋后备鸡配合饲料	51.51	50.22	50.0	1.27
仔猪配合饲料	32.89	36.03	15.0	4.56
肉中鸭配合饲料	73.53	76.12	80.0	1.73
皮毛动物用复合预混料	10170.19	11097.33	8.00 × 1000	4.36
奶牛泌乳期复合预混料	769.41	797.09	700	1.77
蛋鸡复合预混料	4221.22	4395.44	4.00 × 1000	2.02
猪复合预混料	11240.41	11904.65	1.10 × 10000	2.87

2.5 直接提取法

2.5.1 修订适用范围

GB17812-2008 第二法直接提取法的适用范围为维生素预混合饲料，本次修订将直接提取法的适用范围增加复合预混合饲料。

2.5.2 前处理条件的优化

称取复合预混合饲料样品约 5~10 g，精确到 0.0001 g，于 250 mL 棕色容量瓶中；维生素预混合饲料样品 (0.5~1g)，精确到 0.0001 g，置于 100mL 棕色容量瓶中，加入约 2/3 容量瓶体积的甲醇，瓶塞不要拧紧，于 60℃ 超声波水浴中超声提取 30 min，冷却至室温，用甲醇稀释至刻度，充分摇匀，将溶液过 0.2 μ m 滤膜，进样测定。样品溶液中 VE 的进样浓度，应该在标准曲线范围内，如果超出，应进行适当的稀释或者适当增加称样量。

2.5.3 标准工作曲线

本次修订增加了 dl- α -生育酚乙酸酯标准系列溶液。将 dl- α -生育酚乙酸的的标准贮备溶液用甲醇逐级稀释，配制成浓度分别为 2.31 μ g/mL、5.77 μ g/mL、11.5 μ g/mL、28.9 μ g/mL、57.7 μ g/mL、115 μ g/mL 的标准系列溶液。结果表明，峰面积(Y)与浓度(X)线性相关性良好，回归线性方程为 $Y=11.62X+4.89$ ，线性相关系数 $R^2=0.9999$ 。标准曲线见图 8，标准溶液色谱图见图 9。

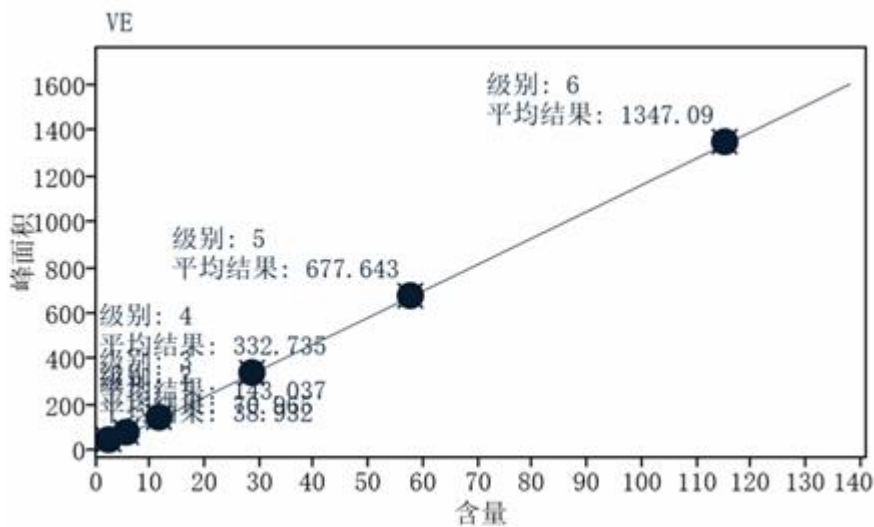


图 8 标准曲线

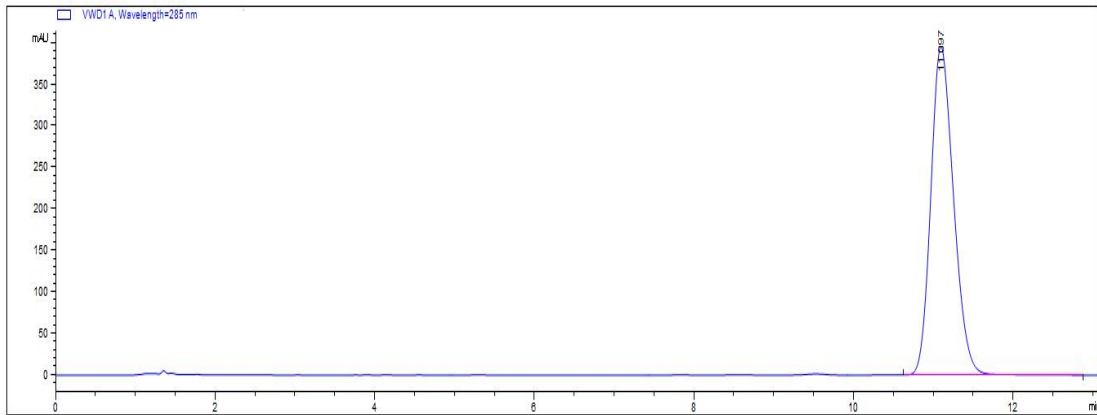


图 9 维生素 E (dl- α -生育酚乙酸酯) 标准溶液 (1.5 μ g /mL) 的液相色谱图

2.5.4 复合预混料样品的测定

选取复合预混料样品按标准方法进行测定，结果表明，同一样品平行测定的相对偏差最大为 1.75%，均小于 10%。样品色谱图见图 10-图 12。

表 10 复合预混料测定

样品名称	维生素 E (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	标识量 (mg/kg)	相对相差 (%)
母猪妊娠期复合预混料	4585	4612	4571	0.59
	4639			
肥育猪前期复合预混料	5524	5476	5440	0.88
	5428			
产蛋鸡产蛋期复合预混料	1245	1258	1250	1.03
	1271			
仔猪复合预混料	8389	8244	8100	1.75
	8100			
仔猪后期复合预混料 1	2024	1998	2025	1.33
	1971			
仔猪后期复合预混料 2	1956	1964	2025	0.41
	1972			
产蛋鸡产蛋期复合预混	517	512	500	1.08

样品名称	维生素 E (mg/kg)	平均值 (mg/kg)	标识量 (mg/kg)	相对相差 (%)
料 1	506			
产蛋鸡产蛋期复合预混料 2	572	579	500	1.12
	585			
仔猪后期复合预混料	2740	2737	2700	0.11
	2734			
后备母猪复合预混料	3356	3324	3217	0.98
	3291			

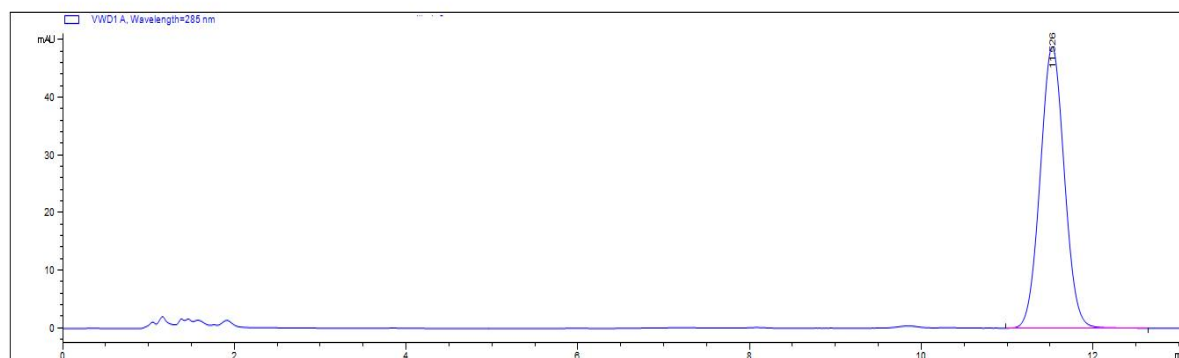


图 10 母猪复合预混料色谱图

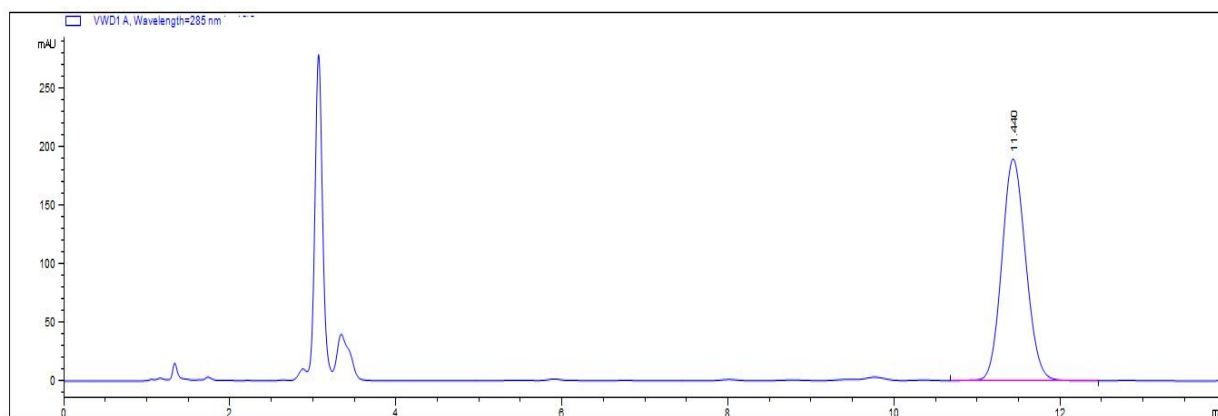


图 11 仔猪复合预混料色谱图

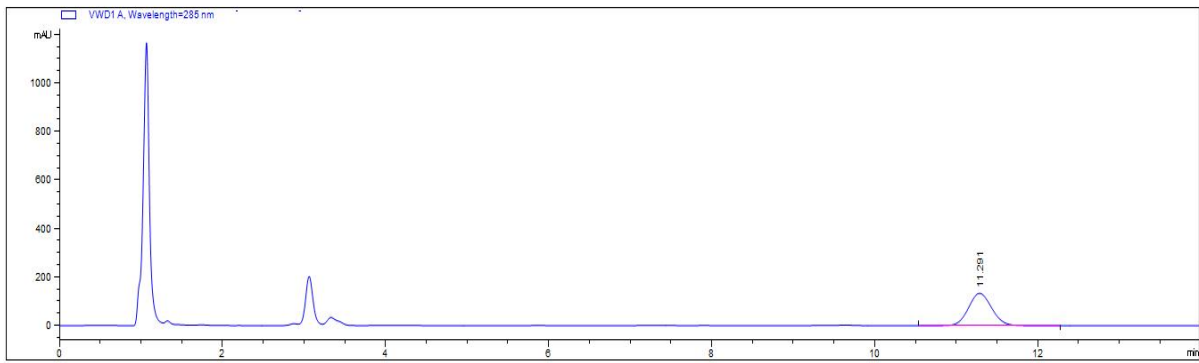


图 12 产蛋鸡复合预混料色谱图

2.5.5 方法重复性

分别选择四种不同规格的复合预混料样品进行重复性实验，结果见表 11。结果表明，4 类样品 6 平行试验测定结果相对标准偏差在 0.65%~2.16% 之间，符合试验要求。

表 11 复合预混料重复试验结果

样品名称	测定结果 (%)						平均值 (%)	RSD (%)
	1	2	3	4	5	6		
母猪复合预混料	498.79	512.55	487.54	486.11	500.87	501.76	497.94	1.98
母羊预混料	1292.40	1267.43	1308.65	1277.98	1311.65	1287.75	1290.98	1.33
蛋鸡产蛋期复合预混料	721.1	709.55	730.12	745.23	709.77	743.12	726.49	2.16
蛋禽复合预混料	36000	36099	35977	35809	36100	36511	36083	0.65

2.5.6 直接提取法与皂化法结果比较

用皂化法和直接提取法分别测定了 12 组复合预混合饲料样品中维生素 E 的含量，结果见表 12。结果表明两种方法对同一复合预混料样品的检

测结果无显著性差异，表明直接提取法适用于复合预混料中卫生 E 的测定。

表 12 直接提取方法与皂化法检测结果对比

样品名称	直提法 (mg/kg)	皂化法 (mg/kg)	相对偏差%
小猪复合预混料	324.12	338.04	2.10
肉中鸡复合预混料	3987.25	4335.22	4.18
大猪复合预混料	817.43	801.11	1.01
肉小鸡复合预混料	4465.33	4258.96	2.37
母猪复合预混料	1558.63	1599.44	1.29
蛋鸡产蛋期复合预混料	1099.21	1054.88	2.06
肉用仔鸡复合预混料	4587.63	4695.21	1.16
肉鸡复合预混料	4456.33	4325.71	1.49
蛋鸡产蛋期复合预混料	511.33	523.09	1.14
肉牛复合预混料	1026.32	1056.98	1.48
猪复合预混料	11076.11	11240.41	0.74
蛋鸡复合预混料	4256.38	4221.22	0.41

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

2024 年 1 月，标准编制小组委托 xx 三家单位完成本标准的复核验证工作。经试验验证，采用《饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法》(GB/T 17812-202×)规定的方法测定饲料中维生素 E，方法重复性好，精密度符合标准要求，能满足配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料中维生素 E 的测定。

维生素 E 是饲料质量控制的重要指标。修订饲料中维生素 E 测定国家标准方法，对于规范饲料原料生产，提高产品质量和安全水平，加强饲料质量安全监管，保障我国畜产品质量安全，确保人民身体健康，推动畜牧业经济和畜牧业经济快速健康发展，有十分重要的意义。本标准作为饲料质量安全基础性标准，建议将本标准列为国家推荐性标准颁布、实施。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

国际标准、AOAC 方法中，采用氢氧化钾乙醇溶液皂化，石油醚提取，净化、浓缩后，处理好的样品溶液，采用高效液相色谱方法检测，与本文件第一法液液萃取方法相同，与固相萃取、方法样品皂化方法相同。

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准无。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

2024年1月~2月，本标准定向征求意见发函单位 个，回函单位 个，未回函单位 个；提出意见单位 个，无意见单位 个。共提出意见 条；采纳 条，部分采纳或不采纳 条。

本标准无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

本标准未明确涉及某一具体专利，但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。

九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作；

(3) 建议本标准正式发布后，设定 6 个月的过渡期，过渡 6 个月后实施。

十、其他应当说明的事项

原起草单位“山东省饲料质量检验所”于 2021 年初山东省事业单位机构改革时重新整合为“山东省畜产品质量安全中心”，文件附后。

附件

《中共山东省委机构编制委员会办公室
关于印发省畜牧兽医局所属事业单位机构职能
编制规定的通知》
(鲁编办[2021]69号)

中共山东省委机构编制委员会办公室

鲁编办〔2021〕69号

中共山东省委机构编制委员会办公室 关于印发省畜牧局所属事业单位 机构职能编制规定的通知

省畜牧局：

你局所属省动物卫生技术中心等5个事业单位的机构职能编制规定已报省委机构编制委员会同意，现予以印发，请认真遵照执行。

中共山东省委机构编制委员会办公室

2021年3月2日



山东省畜产品质量安全中心（山东省畜禽屠宰技术中心）机构职能编制规定

第一条 整合山东省饲料质量检验所（挂山东省畜牧环境监测中心牌子）畜牧环境监测职责、山东省兽药质量检验所（挂山东省畜产品质量检测中心牌子）畜产品质量检测职责，组建山东省畜产品质量安全中心（以下简称省畜产品质量安全中心），为省畜牧局所属正处级公益一类事业单位，挂山东省畜禽屠宰技术中心牌子。

第二条 省畜产品质量安全中心党总支要把加强党的领导贯彻到本单位改革发展和履行职责各方面全过程，强化政治功能，加强对重大问题重要事项的政治把关，与行政领导班子共同做好本单位工作。要全面加强党的政治建设、思想建设、组织建设、作风建设、纪律建设，把制度建设贯穿其中，充分发挥战斗堡垒作用。

第三条 省畜产品质量安全中心主要职责是：承担畜产品质量安全检测监测工作，为畜产品质量安全监督管理提供技术支持；承担畜禽养殖、屠宰企业内环境监测评价的辅助性工作；承担畜产品质量安全、畜禽屠宰、畜牧环境等相关技术研发和推广

应用工作；开展畜产品质量安全知识和技能培训；开展畜产品质量安全技术交流与合作；承担局机关综合保障服务工作。

第四条 省畜产品质量安全中心核定事业编制 50 名，其中管理人员编制 9 名、专业技术人员编制 41 名。设党总支书记、主任 1 名，专职副书记 1 名，副主任 2 名。

第五条 省畜产品质量安全中心经费来源为财政拨款。

第六条 撤销山东省兽药质量检验所（挂山东省畜产品质量检测中心牌子）事业单位建制。

第七条 本规定由中共山东省委机构编制委员会办公室负责解释，其调整由中共山东省委机构编制委员会办公室按规定程序办理。

第八条 本规定自 2021 年 3 月 2 日起施行。

山东省饲料兽药质量检验中心 机构职能编制规定

第一条 整合山东省饲料质量检验所（挂山东省畜牧环境监测中心牌子）饲料质量检验职责、山东省兽药质量检验所（挂山东省畜产品质量检测中心牌子）兽药质量检验职责，组建山东省饲料兽药质量检验中心（以下简称省饲料兽药质量检验中心），为省畜牧局所属正处级公益一类事业单位。

第二条 省饲料兽药质量检验中心党支部要把加强党的领导贯彻到本单位改革发展和履行职责各方面全过程，强化政治功能，加强对重大问题重要事项的政治把关，与行政领导班子共同做好本单位工作。要全面加强党的政治建设、思想建设、组织建设、作风建设、纪律建设，把制度建设贯穿其中，充分发挥战斗堡垒作用。

第三条 省饲料兽药质量检验中心主要职责是：承担饲料、饲料添加剂、兽药质量检验及复核检验工作；承担饲料、饲料添加剂、兽药检验技术研发和推广应用工作；承担饲料和饲料添加剂、兽药质量安全风险评估、技术咨询和服务推广工作；开展饲料和饲料添加剂、兽药技术交流与合作；承担饲料兽药行业统计等辅助性工作；承担养殖环节的“瘦肉精”监管及饲料和饲料添加

剂、兽药监督检查、案件查处、行政许可等技术支撑工作。

第四条 省饲料兽药质量检验中心核定事业编制 31 名，其中管理人员编制 3 名、专业技术人员编制 28 名。设主任 1 名，副主任 2 名。

第五条 省饲料兽药质量检验中心经费来源为财政拨款。

第六条 撤销山东省饲料质量检验所（挂山东省畜牧环境监测中心牌子）事业单位建制。

第七条 本规定由中共山东省委机构编制委员会办公室负责解释，其调整由中共山东省委机构编制委员会办公室按规定程序办理。

第八条 本规定自 2021 年 3 月 2 日起施行。