

《饲料添加剂 第 10 部分：调味和诱食物质
新甲基橙皮苷二氢查耳酮》

编制说明

（公开征求意见稿）

一、工作简况（包括任务来源、制定背景、起草过程等）

1. 任务来源

强制性国家标准《饲料添加剂 第 10 部分：调味和诱食物质 新甲基橙皮苷二氢查耳酮》制定任务于 2022 年 12 月 13 日下达，计划号为 20221493-Q-326，起草单位为山东奔月生物科技股份有限公司、山东省畜产品质量安全中心，计划时间为 24 个月。

2. 制定本标准的必要性

新甲基橙皮苷二氢查耳酮是一种具有调味和诱食功能的饲料添加剂，已列入农业农村部公告第 2045 号《饲料添加剂品种目录（2013）》，作为甜味物质在猪饲料中使用。在农业农村部公告第 2625 号《饲料添加剂安全使用规范》中规定：新甲基橙皮苷二氢查耳酮在猪配合饲料中的最高限量为 35 mg/kg，符合强制性国家标准制定范围。

新甲基橙皮苷二氢查耳酮具有很高的甜味，甜度大约为蔗糖的 1400 倍，并具有很好的增香作用，添加在动物日粮中，掩盖其中某些成分(如部分蛋白原料、维生素、金属离子以及药物成分等)产生的不良苦涩味，能够大大改善饲料的适口性，从而增进幼畜的食欲，促进它们的生长。同时还具有明显的消炎、抗菌、抗氧化、促进肠道菌群平衡等多种功能特性，可广泛用于猪饲料中，在发挥促食，提高动物生产性能上具有重要意义。

新甲基橙皮苷二氢查耳酮是以从天然柑橘类植物中存在的新橙皮苷为原料，在碱性水溶液中进行加氢反应，经过中和、结晶、离心、干燥、粉碎制成的产品。由于在新橙皮苷的制取过程中，会伴随着柚皮苷等杂质的产生，所以在合成新甲基橙皮苷二氢查耳酮的时候会有柚皮苷二氢查耳酮等物质残留其中。目前，尚没

有饲料添加剂新甲基橙皮苷二氢查耳酮的国家标准和行业标准,对产品中的主成分含量以及各种副产物(如柚皮苷二氢查耳酮等)或者有毒有害物质(如重金属等)没有限制,各生产企业主要是根据实际情况执行企业标准,缺少统一的技术指标和规范。现在急需制定饲料添加剂新甲基橙皮苷二氢查耳酮国家标准,为生产使用提供技术指导,为监管部门提供执法依据。

3. 主要工作过程

2021年9月,在相关团体标准立项的基础上,开始准备国标立项申请,同时着手标准制定工作的开展。中心组织人员成立国标立项申请和编制小组,负责国标的申请和编制起草工作。2022年12月获得国标立项后,继续推进制定工作的开展。

标准起草过程:

①2021年9-12月,标准起草小组查阅、收集了大量国内外有关新甲基橙皮苷二氢查耳酮的标准方法及各种文献资料,建立了新甲基橙皮苷二氢查耳酮产品的标准分析方法,在此基础上,确立制定本标准拟采用的原则、方法和技术依据。

②2022年1-5月,标准起草小组成员共同讨论确定了本标准起草方案,包括技术路线、参数以及相关试验方法,并收集准备了试验样品。

③2022年6-10月,对标准的技术参数进行试验论证,并进行了实验室内部和实验室外部验证实验工作。

④2022年11-2023年2月,进行实验数据汇总和分析工作,编写《饲料添加剂 新甲基橙皮苷二氢查耳酮》标准征求意见稿和编制说明。

⑤征求意见情况:2023年3-6月,通过定向征求意见的方式,共向30个有关行业单位及有代表性的标准利益方发函征求意见。截止2023年7月,征求意

见共收到 21 家单位 41 条意见，最终 39 条采纳，1 条部分采纳，1 条未采纳。

⑥ 2023 年 6-7 月，根据专家意见进行修改，形成预审稿和预审稿编制说明。

⑦ 2023 年 8-12 月，根据预审会审查意见进行修改，形成送审稿和送审稿编制说明。

二、标准编制原则和主要技术内容极其确定依据

1. 标准编制原则

(1) 执行标准

本标准的结构、技术要素及表述方法是按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》规定的要求进行编写。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

(2) 先进性

对本标准中有关内容的确定，主要借鉴参考本领域国内先进研究技术，以提高本标准中检测技术的准确性和可重复性。

(3) 可操作性

在标准制定过程中，始终把经济实用和可操作性作为重要的依据，广泛征求生产单位和使用单位的意见，使本标准便于实施。

(4) 通用性

本标准制定过程中收集不同种类的产品进行检测并归纳总结出适用范围和方法检出限。

2. 主要技术内容确定的依据

根据标准制定的主题思路，本标准由前言、引言、正文和附录四部分内容组成，其中正文按如下 9 大条款内容编写：

(1) 范围

本文件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

(3) 术语和定义

(4) 物理性质

(5) 技术要求

(6) 取样

(7) 试验方法

(8) 检验规则

(9) 包装和贮存

3. 主要技术内容

3.1 新甲基橙皮苷二氢查耳酮物理特性：

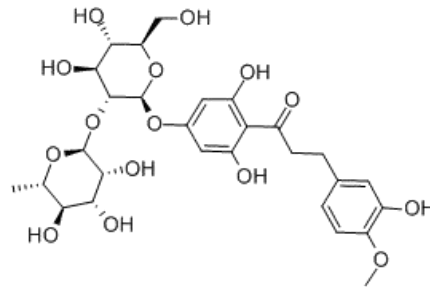
分子式：C₂₈H₃₆O₁₅

CAS 号：20702-77-6

熔点：152℃~156℃

相对分子质量：612.58

结构式：



3.2 生产工艺描述

先将反应主要原料新橙皮苷加入到氢氧化钠溶液中，溶解后再进行加氢反应，然后再进行结晶、离心、烘干、粉碎、包装工艺，最后得到成品。其中因为原料新橙皮苷是从天然柑果中提取的，其中提取物伴随着柚皮苷的成分，这个成分和新橙皮苷结构相似，也在氢氧化钠溶液中发生加氢反应，但因为含量很低，所以成为副产物柚皮苷二氢查耳酮。

国内最早的新甲基橙皮苷二氢查耳酮生产企业是山东奔月生物科技股份有限公司和广东金俊康生物技术有限公司，产量占据市场主导地位，其他企业不以这个产品为主，产量很小。例如，武汉华甜以复配产品为主，湖南康麓生物科技股份有限公司和广西莱茵生物科技股份有限公司以罗汉果等提取物为原料的产品为主，这些企业的新甲基橙皮苷二氢查耳酮产品占比很小，在饲料中使用的数量更小。饲料添加剂的生产厂家以山东奔月生物科技股份有限公司为主，2021年和2022年国内大概产量在60-70吨，出口占比约30%，没有进口。

广西、桂林、四川、湖南、浙江等南方地区盛产橘科植物代代果，将其幼果进行提取，得到生产原料新橙皮苷。将新橙皮苷在氢氧化钠溶液中溶解后，进行催化加氢反应，再用柠檬酸调节溶液pH值，使产品结晶，然后经过离心、烘干、粉碎等工艺得到新甲基橙皮苷二氢查耳酮产品，生产工艺流程图见图1。生产工

艺成熟，只有少量盐和水产生，属于环境友好型项目。

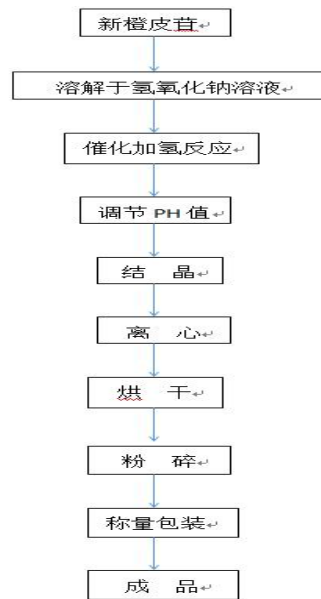


图 1 新甲基橙皮苷二氢查耳酮生产工艺流程图

3.3 主要技术指标的设立

表 1 主要技术指标及检测方法

主要技术指标	本标准	GB 29938-2020	欧洲药典 EP9.0 标准	香料标准 T/CAFFCI 38-2020	奔月生物科技 股份有限公司	金俊康生物科技 有限公司	湖南康麓生物 科技有限公司	桂林莱茵生物 科技有限公司
外观与性状	白色至黄白色粉末, 无明显气味, 无异味, 无可见杂质	—	白色或淡黄色粉末	白色至黄白色粉末	白色至黄白色粉末, 无可见杂质	白色至黄白色粉末, 无可见杂质	白色粉末	白色至类白色粉末, 无异物, 无异味
新甲基橙皮苷二氢查耳酮 (以干基计)	≥96.0%	≥96.0%	96.0%-101.0%	≥96.0%	≥96.0%	≥96.0%	≥96.0%	≥96.0%
柚皮苷二氢查耳酮 (以干基计)	≤2.0%	—	≤2%	≤2.0%	≤2.0%	≤2.0%	≤2%	—
砷 (以总砷计)	≤1.0mg/kg	—	—	≤1mg/kg	≤1mg/kg	≤3mg/kg	≤2mg/kg	≤1.0mg/kg
铅 (以 Pb 计)	≤1.0mg/kg	—	—	≤1mg/kg	≤1mg/kg	≤10mg/kg	≤10mg/kg	≤1.0mg/kg
水分	≤12.0%	—	≤12.0%	≤12.0%	≤12.0%	≤12.0%	≤12.0%	≤11.0%
灰分	≤0.2 %	—	≤0.2 %	≤0.2 %	≤0.2 %	≤0.2 %	—	≤0.2 %

表 1 分别列出了 GB 29938-2020、欧洲药典 EP9.0 标准、T/CAFFCI 38-2020

香料标准、山东奔月生物科技股份有限公司企业标准、金俊康生物技术有限公司、湖南康麓生物科技有限公司以及桂林莱茵生物科技有限公司企业标准中的技术指标，并参照以上数据，制定了本标准的各项技术指标。本标准中新甲基橙皮苷二氢查耳酮的含量 $\geq 96.0\%$ ，与欧洲药典 EP9.0、GB 29938 以及国内的生产企业标准和团体标准保持一致；副产物柚皮苷二氢查耳酮的含量 $\leq 2.0\%$ ，与国际标准和国内各类标准保持一致；增加了砷的限量指标 $\leq 1\text{mg/kg}$ ，铅的限量值 $\leq 1\text{ mg/kg}$ ，卫生指标更加严格；水分 $\leq 12.0\%$ ，灰分 $\leq 0.2\%$ ，与国内外相关标准保持一致。

3.4 检测方法

在《GB 29938-2020 食品国家安全标准·食品香料通则》中绝大多数香料都是相对沸点较低易挥发的产品，适合用气相色谱来测定其含量。但是新甲基橙皮苷二氢查耳酮是一类特殊的香料，沸点较高，不易挥发，鉴于气相色谱方法的原理，采用该方法无法准确测定其含量。按照 GB29938 的规定，气相方法不适用的，可以采用液相方法检测。查询文献资料得知，测定新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量的方法大都采用液相色谱方法，目前企业标准也都是采用液相色谱方法检测，所以本标准采用液相色谱方法测定其含量。同时，液相色谱法可以测定副产物柚皮苷二氢查耳酮的含量。

技术指标中的其他项目，水分、灰分以及卫生指标砷和铅的测定均以相关饲料国家标准检测方法为准。

3.4.1 液相色谱方法的建立

色谱柱的选择。参考现有文献资料得知，检测新甲基橙皮苷二氢查耳酮所用的色谱柱为 C18 反相柱，所以选取实验室最常用的 C18 柱，长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm 。

流动相的选择。流动相组成为甲醇/水，等度洗脱。将不同体积比的甲醇/水分别配成流动相，比较对新甲基橙皮苷二氢查耳酮的溶解和保留情况，具体结果见表 2。综合考虑溶解情况，出峰情况和干扰情况得出，甲醇和水的比例在 48+52 时，溶解较快，出峰时间在 10 min 以内，杂质干扰较少，所以选择甲醇和水比例为 48+52 作为流动相。

表 2 流动相比例（甲醇+水）对新甲基橙皮苷二氢查耳酮的溶解和保留情况

流动相配比（甲醇+水）	溶解情况	出峰时间（min）
20+80	部分溶解	—
30+70	溶解需 15min	25min
45+55	7-8min	11-12min
48+52	5-6min	8-9min
50+50	5min	7-8min
60+40	3-4min	3-4min(杂质峰分不开)

超声时间的选择。称取预先在 103℃干燥至恒重的试样 0.1 g，超声时间分别为 1 min，3 min，5 min 和 10 min 时，比较对新甲基橙皮苷二氢查耳酮的溶解情况，具体结果见表 3。当超声时间为 1 min 和 3 min 时，样品只有部分溶解，超声时间达到 5 min 和 10 min 时，样品能够完全溶解。最终超声时间确定为 5 min，既能将样品完全溶解，又能够节约时间。

表 3 超声时间对新甲基橙皮苷二氢查耳酮的溶解情况

超声时间（min）	溶解情况
1	少部分溶解
3	部分溶解
5	完全溶解

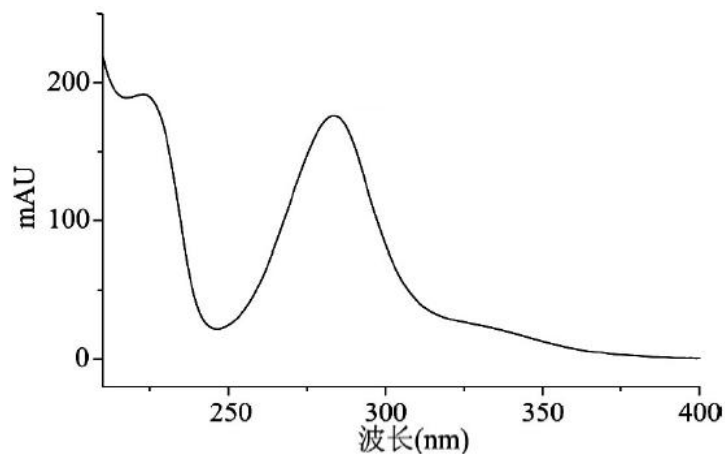


图2 新甲基橙皮苷二氢查耳酮光谱图

检测波长的选择。对新甲基橙皮苷二氢查耳酮在 210 ~ 400 nm 波长范围内进行扫描,光谱图见图 2,发现新甲基橙皮苷二氢查耳酮 在 223 nm 和 282 nm 附近有特征吸收。考虑到样品基质可能带来的干扰,同时为了使目标物得到较高的响应值,因此选择 282 nm 作为最佳的检测波长,这与国内外文献报道也是一致的。

柱温的选择。选择在 25 °C 和 30 °C 来考察温度对新甲基橙皮苷二氢查耳酮出峰情况的影响。结果表明,在这两个温度下,出峰时间和强度无明显变化,25 °C 和 30 °C 都可以作为参考检测温度。

流速选择液相色谱最常用的 1.0 ml/min; 进样量选择 20 μ L 或 10 μ L。

3.4.2 样品含量测定

准确称取新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准品(纯度 \geq 98.0%)10 mg(精确至0.01 mg)于10 mL容量瓶中,用流动相溶解、稀释并定容,混匀,临用现配。

准确称取柚皮苷二氢查尔酮标准品(纯度 \geq 98.0%)10 mg(精确至0.01 mg)于10 mL容量瓶中,用流动相溶解、稀释并定容,混匀,临用现配。

平行做两份试验。称取预先在 (103 ± 2) °C 干燥至恒重的试样约 0.1 g (精确到 0.1 mg) 于 100 mL 容量瓶中, 用流动相溶解、稀释并定容, 混匀。过 $0.45 \mu\text{m}$ 滤膜, 滤液备用。

在 3.4.1 确定的色谱条件下, 分别对标准溶液和试样溶液进行色谱分析, 以浓度和峰面积的对应比值计算产品中新甲基橙皮苷二氢查耳酮和柚皮苷二氢查耳酮的含量。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图 3 和图 4, 试样溶液的液相色谱图见图 5。

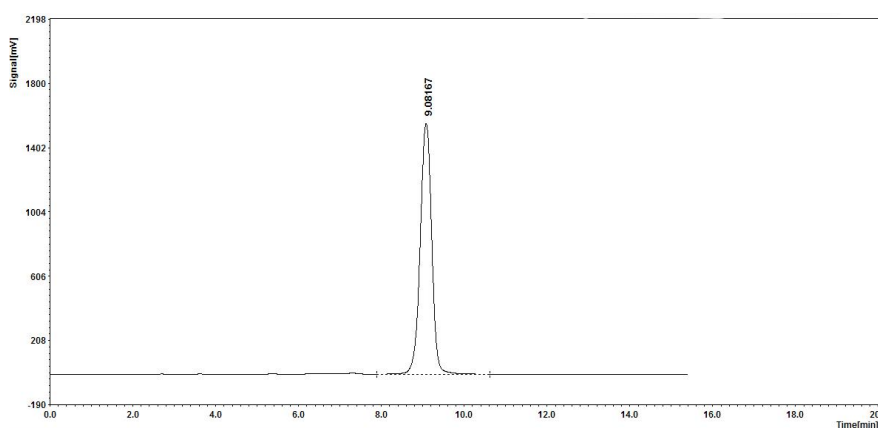


图 3 新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准工作溶液(1 mg/mL)的液相色谱图

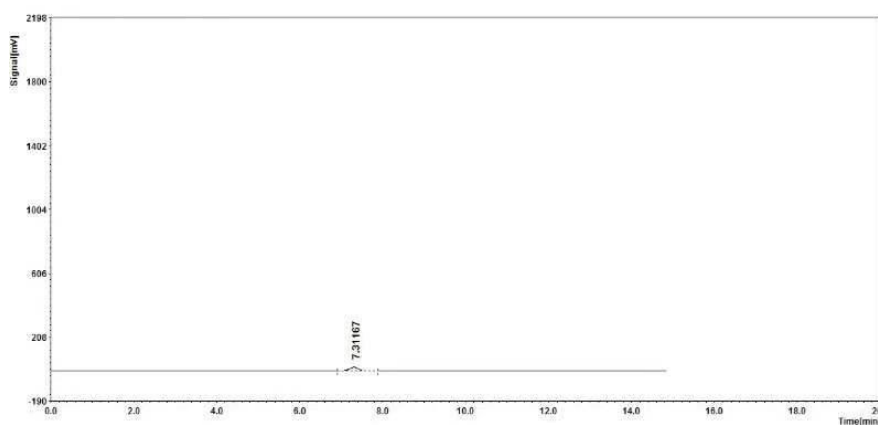


图 4 柚皮苷二氢查耳酮标准工作溶液(20 $\mu\text{g/mL}$)的液相色谱图

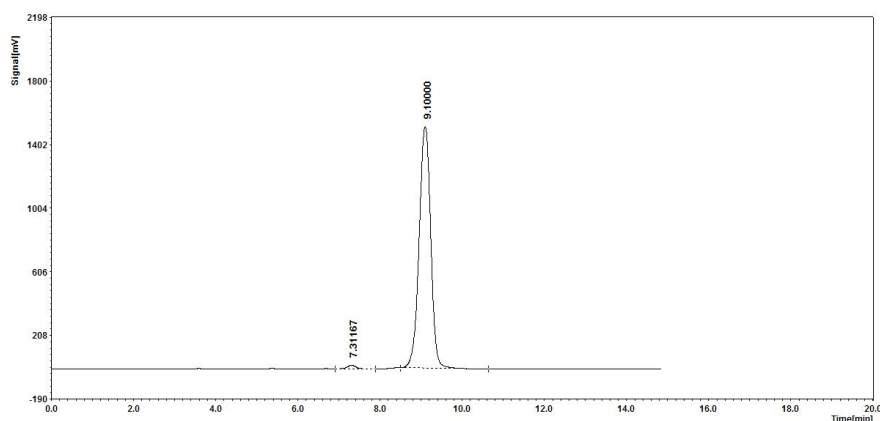


图 5 试样溶液的液相色谱图

3.4.3 检出限和定量限

根据检出限信噪比 $S/N=3$ ，定量限信噪比 $S/N=10$ ，以及样品检测的具体情况，最终确定新甲基橙皮苷二氢查耳酮检出限与定量限分别为 0.05 mg/kg 和 0.2 mg/kg ，柚皮苷二氢查耳酮检出限与定量限分别为 0.02 mg/kg 和 0.1 mg/kg 。

3.4.4 标准溶液有效期确定

为确保检测方法的准确性，依据目标化合物理化性质，对其标准储备溶液稳定性进行验证。将目标化合物配制成 1.0 mg/mL 标准储备溶液， $2^{\circ}\text{C} \sim 8^{\circ}\text{C}$ 保存。分别在 1 天、30 天、60 天、90 天、120 天、150 天、180 天用液相色谱仪测定浓度，考察其稳定性，结果见表 4。结果表明，当测试时间为 6 个月时，待测物峰面积稳定，无明显降解和变化。因此为保证标准溶液稳定性，减少测试误差，并参照 GB/T 27404 – 2008 中的“标准溶液参考有效期”的要求，最终确定： 1.0 mg/mL 标准储备溶液 $2^{\circ}\text{C} \sim 8^{\circ}\text{C}$ 保存，有效期 6 个月。

表 4 标准储备溶液稳定性试验结果

测试时间	新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准储备溶液含量	柚皮苷二氢查耳酮标准储备溶液含量
1 天	100%	100%
30 天	99.5%	103%
60 天	101%	99.7%

90 天	102%	98.9%
120 天	99.3%	99.5%
150 天	99.4%	101%
180 天	99.9%	99.2%

3.4.5 标准曲线

配制新甲基橙皮苷二氢查耳酮标准系列溶液，浓度依次为 0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.5 mg/mL、1.0 mg/mL 和 1.2 mg/mL，高效液相色谱仪测定。配制柚皮苷二氢查耳酮标准系列溶液，浓度依次为 5 g/mL、10 g/mL、20 g/mL、50 g/mL 和 100 g/mL，高效液相色谱仪测定。以标准溶液中待测组分的色谱峰面积为纵坐标，以待测组分的浓度为横坐标，绘制标准曲线，线性范围、回归方程及相关系数 (R^2) 结果见图 6 和表 7。结果表明，待测物在测定浓度范围内线性关系良好。

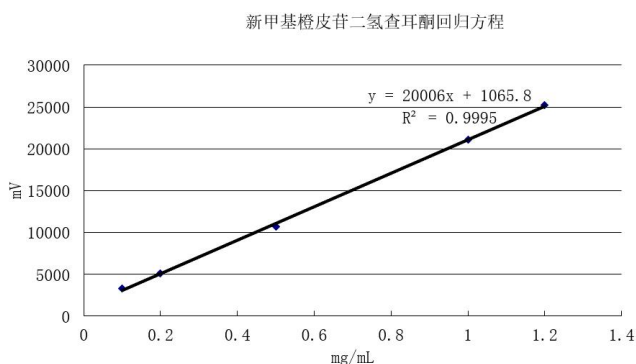


图 6 新甲基橙皮苷二氢查耳酮回归方程

柚皮苷二氢查耳酮回归方程

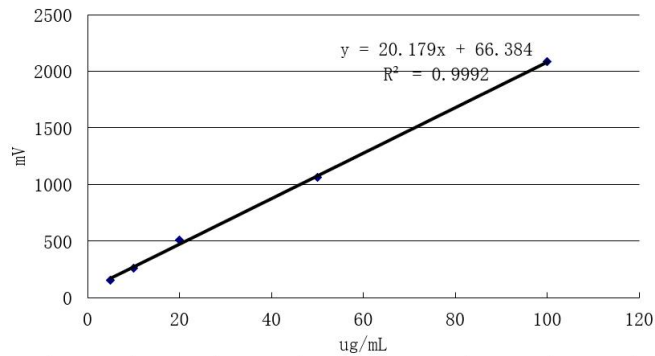


图 7 柚皮苷二氢查耳酮回归方程

3.4.6 水分

新甲基橙皮苷二氢查耳酮性质稳定，熔点在 152 ~ 156℃。实验比较了 6 批次样品在不同温度下直接测定水分含量的情况，结果见表 5。从表中可以看出，在 90℃时，水分不能完全挥发出来。在 103℃温度下进行测定，水分含量值进一步增加。所以本标准采用直接干燥法，在电热干燥箱中 103 ± 2℃进行干燥，具体方法执行《GB/T 6435-2014 饲料中水分的测定》第 8.1 条，直接干燥法。

表 5 不同干燥温度对水分含量测定的影响

温度 (°C)	水分含量 (%)					
	1	2	3	4	5	6
90	9.25	8.76	9.41	10.0	9.73	9.18
103	10.3	9.24	10.2	10.8	10.4	10.0

3.4.7 灰分测定

采用《GB/T 6438-2007 饲料中粗灰分的测定》的规定执行。

3.4.8 铅含量测定

采用《GB/T 13080-2018 饲料中铅的测定》中原子吸收光谱法第 7.2 条，石

墨炉原子吸收光谱法（仲裁法）。

3.4.9 砷含量测定

采用《GB/T 13079-2022 饲料中总砷的测定》中第 5 章，氢化物发生-原子荧光光谱法。

3.5 主要实验结果

本标准经试验确定了新甲基橙皮苷二氢查耳酮的主含量，副产物，水分，灰分，铅和砷等一系列技术指标及相关检测方法，弥补了目前新甲基橙皮苷二氢查耳酮没有国家标准的不足。其中主含量和副产物的检测采用高效液相色谱法，方法简便，适用性强；水分的检测采用直接干燥法，新甲基橙皮苷二氢查耳酮不易挥发和分解，所以通过烘干法可以快速准确测定其水分含量。

分别收集不同厂家不同批次的新甲基橙皮苷二氢查耳酮样品共 60 批，编号从 A1-F10，按照 3.4.1 所述方法，对其技术指标进行测试，所得结果列于表 6。

表 6 不同厂家和批次产品主要技术指标实验汇总表

样品批号	外观与性状	新甲基橙皮苷二	柚皮苷二氢	砷, mg/kg	铅, mg/kg	水分, %	灰分, %
		氢查耳酮, %	查耳酮, %				
	白色至类白色或淡黄色粉末, 无异味, 无可见杂质	≥96.0	≤2.0	≤1.0	≤1.0	≤12.0	≤0.2
A1	白色粉末	98.3	0.4	未检出	未检出	9.1	0.06
A2	白色粉末	98.3	0.3	未检出	未检出	9.3	0.07
A3	白色粉末	98.3	0.7	未检出	未检出	8.6	0.03
A4	白色粉末	98.2	1.0	未检出	未检出	8.6	0.05
A5	白色粉末	98.3	0.4	未检出	未检出	9.6	0.04
A6	白色粉末	98.2	0.7	未检出	未检出	9.5	0.07
A7	白色粉末	97.0	0.7	未检出	未检出	9.0	0.03
A8	白色粉末	97.2	1.1	未检出	未检出	9.3	0.03
A9	白色粉末	98.5	0.8	未检出	未检出	9.1	0.06
A10	白色粉末	97.7	0.7	未检出	未检出	8.6	0.08
B1	白色粉末	98.2	1.2	未检出	未检出	9.1	0.07
B2	白色粉末	98.0	0.9	未检出	未检出	8.6	0.09

B3	白色粉末	97.9	1.0	未检出	未检出	8.4	0.05
B4	白色粉末	98.0	0.8	未检出	未检出	6.7	0.06
B5	白色粉末	97.9	0.8	未检出	未检出	7.2	0.07
B6	白色粉末	98.0	0.8	未检出	未检出	9.0	0.06
B7	白色粉末	98.1	1.1	未检出	未检出	9.2	0.03
B8	白色粉末	97.9	1.1	未检出	未检出	9.2	0.03
B9	白色粉末	98.4	0.4	未检出	未检出	8.1	0.04
B10	白色粉末	98.1	1.2	未检出	未检出	8.2	0.05
C1	白色粉末	98.1	0.7	未检出	未检出	7.9	0.08
C2	白色粉末	98.2	1.2	未检出	未检出	10.8	0.06
C3	白色粉末	97.8	1.2	未检出	未检出	8.3	0.06
C4	白色粉末	98.0	0.9	未检出	未检出	7.4	0.05
C5	白色粉末	98.1	0.4	未检出	未检出	8.9	0.09
C6	白色粉末	98.1	0.9	未检出	未检出	6.8	0.07
C7	白色粉末	98.0	1.6	未检出	未检出	8.0	0.05
C8	白色粉末	97.7	1.6	未检出	未检出	9.4	0.03
C9	白色粉末	97.5	1.6	未检出	未检出	8.4	0.07
C10	白色粉末	97.4	1.7	未检出	未检出	8.3	0.08
D1	白色粉末	96.1	0.5	未检出	未检出	11.0	0.03
D2	白色粉末	96.1	1.2	未检出	未检出	11.5	0.02
D3	白色粉末	98.2	1.0	未检出	未检出	10.9	0.02
D4	白色粉末	96.2	1.7	未检出	未检出	11.5	0.07
D5	白色粉末	96.3	0.5	未检出	未检出	11.0	0.03
D6	白色粉末	96.2	0.5	未检出	未检出	11.2	0.04
D7	白色粉末	98.0	1.5	未检出	未检出	11.0	0.06
D8	白色粉末	96.2	1.6	未检出	未检出	10.9	0.05
D9	白色粉末	98.5	0.6	未检出	未检出	11.3	0.08
D0	白色粉末	96.0	1.1	未检出	未检出	11.2	0.06
E1	白色粉末	98.2	0.8	未检出	未检出	10.8	0.08
E2	白色粉末	98.0	0.9	未检出	未检出	11.5	0.05
E3	白色粉末	97.8	1.2	未检出	未检出	11.5	0.07
E4	白色粉末	98.0	1.1	未检出	未检出	11.6	0.08
E5	白色粉末	96.9	1.6	未检出	未检出	11.2	0.04
E6	白色粉末	97.0	0.9	未检出	未检出	11.1	0.06
E7	白色粉末	96.1	1.0	未检出	未检出	11.3	0.04
E8	白色粉末	97.7	1.1	未检出	未检出	11.2	0.05
E9	白色粉末	97.4	1.0	未检出	未检出	11.0	0.07
E10	白色粉末	96.9	0.9	未检出	未检出	11.3	0.03
F1	白色粉末	96.1	0.9	未检出	未检出	11.4	0.06
F2	白色粉末	96.2	1.0	未检出	未检出	11.2	0.07
F3	白色粉末	97.8	1.2	未检出	未检出	11.0	0.08
F4	白色粉末	96.3	1.5	未检出	未检出	10.8	0.05
F5	白色粉末	96.1	1.6	未检出	未检出	10.7	0.06

F6	白色粉末	97.1	1.2	未检出	未检出	11.2	0.08
F7	白色粉末	96.2	1.2	未检出	未检出	11.2	0.05
F8	白色粉末	98.2	0.8	未检出	未检出	11.0	0.07
F9	白色粉末	96.5	1.6	未检出	未检出	11.7	0.06
F10	白色粉末	98.4	0.9	未检出	未检出	11.6	0.05

表 6 中测试的 60 批样品，新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量范围在 96.0-98.5%，副产物柚皮苷二氢查耳酮含量范围在 0.3-1.7%，水分范围在 6.7-11.7%，灰分范围在 0.02-0.09%。以上数据均能够满足技术指标设定范围，即新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量 $\geq 96.0\%$ ，副产物柚皮苷二氢查耳酮 $\leq 2.0\%$ ，砷 ≤ 1.0 mg/kg，铅 ≤ 1.0 mg/kg，水分 $\leq 12.0\%$ ，灰分 $\leq 0.2\%$ 。以上结果说明技术指标所列参数能够满足绝大多数样品的要求，所使用的检测方法也是切实可行的。需要说明的是，检测所有样品的镉和汞指标都是未检出，实际生产过程中也没有引入途径，所以本标准不设立镉和汞的技术指标。

三、试验验证分析及预期效益

1. 实验验证：青岛谱尼测试有限公司验证结果

随机选取三批样品送至外部检测实验室青岛谱尼测试有限公司进行实验验证。按照标准所规定的方法，青岛谱尼实验室对这一样品进行了技术指标所有参数的检测，检测结果以及比对情况见表 7-9。

如表 7 所示，对批号为 19102501 的样品，内部实验室和外部实验室进行了所有参数的比对，比对结果完全相符，且实验室间的相对偏差能够满足方法精密度要求。新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量分别为 94.40%和 97.39%，相对偏差为 0.01%，小于方法所规定数值 1%；柚皮苷二氢查耳酮含量均为 0.78%，偏差为 0，小于方法规定 5%；卫生指标砷、铅均未检出；水分分别为 5.08%和 5.07%，相对偏差为 0.1%，小于规定数值 5%；灰分分别为 0.073%和 0.072%，相对偏差为

0.69%，小于方法规定 2.5%。比对结果均在可接受范围内，证明产品标准技术参数的设定和相关检测方法具有可行性。

表 7 实验室间对比试验结果记录及分析报告表

样品批号	比对仪器	比对项目	青岛谱尼测试公司	奔月生物公司实验室	绝对差值，%	相对偏差，%	允许误差，%	平均值
19102501	目测	外观与性状	符合	符合				
	高效液相色谱仪	新甲基橙皮苷二氢查耳酮，%	97.40	97.39	0.01	0.01	5	97.395
	高效液相色谱仪	柚皮苷二氢查耳酮，%	0.78	0.78	0	0	5	0.78
	原子荧光光度仪	砷，mg/kg	未检出	未检出				
	原子吸收光谱仪	铅，mg/kg	未检出	未检出				
	干燥箱	水分，%	5.08	5.07	0.01	0.1	5	5.075
	高温炉	灰分，%	0.073	0.072	0.001	0.69	2.5	0.0725

对批号为 20092201 的样品，实验室间验证实验结果完全如表 8 所示。新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量分别为 98.29%和 98.27%，相对偏差为 0.01%，小于方法所规定数值 1%；柚皮苷二氢查耳酮含量均为 0.91%，偏差为 0，小于方法规定 5%；卫生指标砷、铅均未检出；水分均为 7.76%，偏差为 0，小于规定数值 5%；灰分分别为 0.056%和 0.055%，相对偏差为 0.90%，小于方法规定 2.5%。比对结果均在可接受范围内，证明产品标准技术参数的设定和相关检测方法具有可行性。

表 8 实验室间对比试验结果记录及分析报告表

样品批号	比对仪器	比对项目	青岛谱尼测试有限公司	山东奔月生物公司实验室	绝对差值，%	相对偏差，%	允许误差，%	平均值
20092201	目测	外观与性状	符合	符合				
	高效液相色谱仪	新甲基橙皮苷二氢查耳酮，%	98.29	98.27	0.02	0.01	5	98.280

高效液相色谱仪	柚皮苷二氢查耳酮, %	0.91	0.91	0	0	5	0.910
原子荧光光度仪	砷, mg/kg	未检出	未检出				
原子吸收光谱仪	铅, mg/kg	未检出	未检出				
干燥箱	水分, %	7.76	7.76	0	0	5	7.760
高温炉	灰分, %	0.056	0.055	0.001	0.90	2.5	0.0555

对批号为 20120601 的样品, 验证实验结果如表 9 所示。新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量分别为 97.30%和 97.29%, 相对偏差为 0.01%, 小于方法所规定数值 1%; 柚皮苷二氢查耳酮含量均为 0.98%, 偏差为 0, 小于方法规定 5%; 卫生指标砷、铅均未检出; 水分分别为 8.76%和 8.77%, 相对偏差为 0.1%, 小于规定数值 5%; 灰分分别为 0.082%和 0.081%, 相对偏差为 0.61%, 小于方法规定 2.5%。比对结果均在可接受范围内, 证明产品标准技术参数的设定和相关检测方法具有可行性。

表 9 实验室间对比试验结果

样品批号	比对仪器	比对项目	青岛谱尼测试有限公司	山东奔月生物公司实验室	绝对差值, %	相对偏差, %	允许误差, %	平均值
	目测	外观与性状	符合	符合				
	高效液相色谱仪	新甲基橙皮苷二氢查耳酮, %	97.30	97.29	0.01	0.01	5	97.295
	高效液相色谱仪	柚皮苷二氢查耳酮, %	0.98	0.98	0	0	5	0.980
20120601	原子荧光光度仪	砷, mg/kg	未检出	未检出				
	原子吸收光谱仪	铅, mg/kg	未检出	未检出				
	干燥箱	水分, %	8.76	8.77	0.01	0.1	5	8.765
	高温炉	灰分, %	0.082	0.081	0.001	0.61	2.5	0.0815

2.实验验证：上海微普检测技术有限公司和国家香料香精化妆品质量检验检测中心验证结果

随机选取一批样品送至上海微普检测技术有限公司进行实验验证。按照标准所规定的方法，检测结果以及比对情况见表 10。如表所示，对批号为 22030901 的样品，内部实验室和外部实验室进行了所有参数的比对，比对结果完全相符，且实验室间的相对偏差能够满足方法精密度要求。新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量分别为 98.40%和 98.40%，相对偏差为 0，小于方法所规定数值 1%；柚皮苷二氢查耳酮含量分别为 0.50%和 0.51%，相对偏差为 0.02，小于方法规定 5%；卫生指标砷、铅均未检出；水分分别为 5.88%和 5.89%，相对偏差为 0.17%，小于规定数值 5%；灰分分别为 0.09%和 0.09%，相对偏差为 0，小于方法规定 2.5%。比对结果均在可接受范围内，证明产品标准技术参数的设定和相关检测方法具有可行性。

将批号为 22030901 的样品同时送至国家香料香精化妆品质量检验检测中心进行实验验证，检测结果以及比对情况见表 11。新甲基橙皮苷二氢查耳酮含量分别为 98.40%和 98.50%，相对偏差为 0.1%，小于方法所规定数值 1%；柚皮苷二氢查耳酮含量分别为 0.50%和 0.50%，相对偏差为 0，小于方法规定 5%；卫生指标砷、铅均未检出；水分分别为 5.88%和 5.87%，相对偏差为 0.17%，小于规定数值 5%；灰分分别为 0.09%和 0.09%，相对偏差为 0，小于方法规定 2.5%。实验室间的相对偏差能够满足方法精密度要求，比对结果均在可接受范围内，证明产品标准技术参数的设定和相关检测方法具有可行性。

表 10 实验室间对比试验结果

样品批号	比对仪器	比对项目	上海微普检测技术有限公司	山东奔月生物公司实验室	绝对差值, %	相对偏差, %	允许误差, %	平均值
	目测	外观与性状	符合	符合				
	高效液相色谱仪	新甲基橙皮苷二氢查耳酮, %	98.40	98.40	0	0	5	98.4
	高效液相色谱仪	柚皮苷二氢查耳酮, %	0.51	0.50	0.01	0.02	5	0.505
220309								
01	原子荧光光度仪	砷, mg/kg	未检出	未检出				
	原子吸收光谱仪	铅, mg/kg	未检出	未检出				
	干燥箱	水分, %	5.89	5.88	0.01	0.17	5	5.885
	高温炉	灰分, %	0.09	0.09	0	0	2.5	0.09

表 11 实验室间对比试验结果

样品批号	比对仪器	比对项目	国家香料香精 化妆品质量检 验检测中心	山东奔月生物 公司实验室	绝对差 值, %	相对偏 差, %	允许误 差, %	平均值
	目测	外观与性状	符合	符合				
	高效液相色谱仪	新甲基橙皮苷二 氢查耳酮, %	98.50	98.40	0.1	0.1	5	98.45
	高效液相色谱仪	柚皮苷二氢查耳 酮, %	0.50	0.50	0	0	5	0.50
220309								
01	原子荧光光度仪	砷, mg/kg	未检出	未检出				
	原子吸收光谱仪	铅, mg/kg	未检出	未检出				
	干燥箱	水分, %	5.87	5.88	0.01	0.17	5	5.875
	高温炉	灰分, %	0.09	0.09	0	0	2.5	0.09

3.经济效益、社会效益和生态效益

(1) 按照新甲基橙皮苷二氢查耳酮在猪配合饲料中的最高限量为 35 mg/kg 估算, 涉及的猪配合饲料年产量超过 8000 万吨, 对该产品的总需求接近 3000 吨, 产值超过 30 亿。

(2) 国务院《饲料和饲料添加剂管理条例》及农业农村部相关规章规定, 要严格控制农产品投入品的质量和安全。《饲料卫生标准》(GB 13078-2017) 中规定了各种饲料和饲料原料产品中有害物质的限量, 近几年国家也发布了许多饲料添加剂类产品的强制性国家标准。新甲基橙皮苷二氢查耳酮为化学合成类饲料添加剂产品, 它的原料来源、原料组成、合成工艺、产品质量(主含量、副产物、铅、砷等)、三废处理以及试验方法和检验规则等需要作出强制性规定, 以防止环保治理下的产品粗品不经精制就出厂销售的现象。

(3) 目前, 新甲基橙皮苷二氢查耳酮产品, 出口量比较大, 但也有少量进

口。强制性国标的制定有利的保障进出口新甲基橙皮苷二氢查耳酮产品的质量与安全，打击贸易违法，促进贸易公平。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

新甲基橙皮苷二氢查耳酮作为一种食品添加剂、苦味抑制剂及功能添加剂，在食品、医药及饲料等领域应用越来越广泛。1994年作为甜味剂和香料列入欧盟食品添加剂目录。欧盟注册饲料添加剂 EC NO 1831/2003 也将其收录其中。欧洲药典将其列入药用赋形剂条目，用于掩盖药品的苦味等不愉快味道。欧洲药典 EP9.0 对新甲基橙皮苷二氢查耳酮做了几项规定（如表 1 中所示），如含量范围（以干基计）是 $\geq 96.0\% \sim 101.0\%$ ，水分含量不超过 12%。本标准中新甲基橙皮苷二氢查耳酮的含量 $\geq 96.0\%$ ，与国际标准保持一致；副产物柚皮苷二氢查耳酮的含量 $\leq 2.0\%$ ，与国际标准相当；增加了砷的限量指标 $\leq 1.0\text{mg/kg}$ ，增加了铅的限量指标 $\leq 1.0\text{ mg/kg}$ ，卫生指标更加明确严格；水分 $\leq 12.0\%$ ，灰分 $\leq 0.2\%$ ，与国内外相关标准保持一致。

五、与国际标准的关系

本标准制定过程中，未采用国际标准。

六、与有关法律、行政法规及相关标准的关系

在标准的制订过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。与有关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。

目前，我国只有强制性国家标准 GB 29938-2020《食品安全国家标准 食品用香料通则》对新甲基橙皮苷二氢查耳酮的相关技术指标进行了规定：主含量（以干基计） $\geq 96\%$ ，但是并没有对制备过程的副产物或者杂质加以限定，卫

生指标、水分、灰分指标也没有涉及。本标准的制定将填补饲料添加剂新甲基橙皮昔二氢查耳酮相关国家标准的空白。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

八、涉及专利的有关说明

无。

九、实施国家标准的要求以及措施建议

一是建议各级畜牧兽医监管部门认真组织学习,可通过组织标准宣贯会等形式,对标准相关内容进行解读;二是举办质量监督检验、科研、生产等相关人员参加的标准宣贯培训班。

十、其他应当说明的事项。

无。