

中华人民共和国国家标准

饲料添加剂

维生素 B₁₂（氰钴胺）

（征求意见稿）

编制说明

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）〕

饲料添加剂

维生素 B₁₂（氰钴胺）

编制说明

一. 工作简况

根据全国饲料工业标准化技术委员会下达的全饲标[2015]01号文件,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)]共同承担了《饲料添加剂 维生素 B₁₂ (氰钴胺) 粉剂》国家标准修订工作(国家标准项目计划编号: 20140201-Q-469), 协作单位有: 河北玉星生物科技有限公司、华北制药威可达公司、河北华荣制药有限公司、宁夏多维药业有限公司. 该标准由中华人民共和国农业农村部归口。

国家标准 GB/T 9841-2006《饲料添加剂 维生素 B₁₂ (氰钴胺) 粉剂》已发布实施 10 年以上, 为生产企业控制产品质量、使用单位提供可靠的科学使用依据发挥了很大作用。随着《饲料添加剂安全使用规范》和《饲料和饲料添加剂管理条例》颁布实施, 将推荐性标准转为强制性标准。2013 年, 我们提出修订计划, 力求修订的标准即能够与国际先进方法融合, 又符合我国国情, 准确科学的评价产品质量。

2015 年 3 月任务下达后, 经过筹备, 我们汇集了主要生产企业的技术标准和样品, 主要生产企业有: 河北玉星生物科技有限公司、华北制药威可达公司、河北华荣制药有限公司、宁夏多维药业有限公司。综合考虑汇集各方建议, 于 2018 年 3 月完成实验验证工作, 起草了征求意见稿。

二、标准制订的背景与立项情况

维生素 B₁₂, 英文名称: vitamin B₁₂, 分子式为 C₆₃H₈₈CoN₁₄O₁₄P, 又称氰钴胺或钴胺素, 是一种由含钴的卟啉类化合物组成的 B 族维生素。维生素 B₁₂ 为浅红色的针状结晶, 易溶于水和乙醇, 在 pH 值 4.5~5.0 弱酸条件下最稳定, 强酸 (pH<2) 或碱性溶液中分解, 遇热可有一定程度破坏, 但短时间的高温消毒损失小, 遇强光或此外线易被破坏。维生素 B₁₂ 对于机体生长是一种不可缺少的微量营养物质, 大多数植物性饲料中不含维生素 B₁₂, 动物一方面靠胃肠中的微生物合成, 一方面靠外界添加。为了满足动物维生素的需要就必须补充维生素 B₁₂。猪和鸡等非反刍动物缺乏维生素 B₁₂ 主要表现是生长发育停滞, 也有少数猪可出现轻度的正常红细胞性贫血。此外, 缺乏维生素 B₁₂ 还可使鸡的孵化率和猪的生殖率降低。缺乏症的临床症状包括食欲不振、生长停滞、单纯贫血, 严重的也有神经症状。维生素 B₁₂ 制剂有天然和人工合成

两类。天然的维生素 B₁₂ 主要存在于动物性食物中，主要存在于肝脏中。维生素 B₁₂ 的工业制造是通过微生物发酵法制得。用作饲料添加剂的主要以工业维生素 B₁₂ 产品为主。

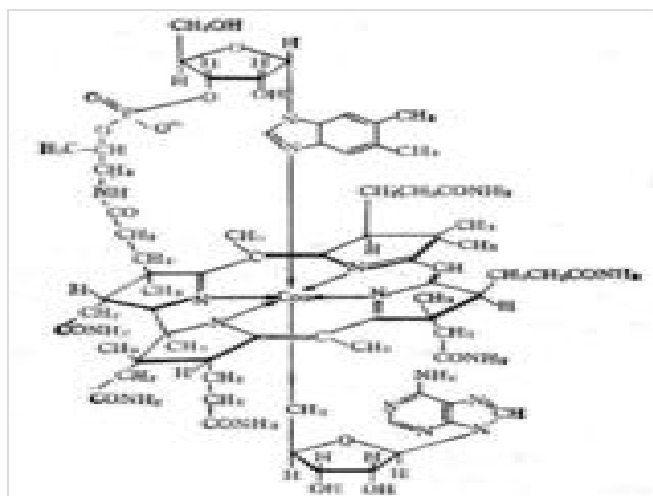


图 1 维生素 B₁₂ 化学结构式

。饲料添加剂安全使用规范规定了其使用量（克/公斤）见下表。

表 1 饲料添加剂安全使用规范

通用名称	英文名称	化学式或描述	来源	含量规格	适用动物	在配合饲料或全混合日粮中的推荐添加量（以维生素计）
氰钴胺 (维生素 B ₁₂)	Cyanocobalamin (Vitamin B ₁₂)	C ₆₃ H ₈₈ CoN ₁₄ O ₁₄ P	发酵生产	≥96.0 (以干基计)	养殖动物	猪 5~33 μg/kg 家禽 3~12 μg/kg 鱼类 10~20 μg/kg

现在世界上能够生产维生素 B₁₂ 的只有五家，河北玉星生物科技有限公司、华北制药威可达公司、河北华荣制药有限公司、宁夏多维药业有限公司和法国的安万特公司。以上五家公司均是以微生物发酵法生产维生素 B₁₂ 的。我国维生素 B₁₂ 产量居世界第一位，产能占全球 95% 以上。目前在饲料使用的主要为饲料添加剂-维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂，其规格有 0.1%、1%、2% 等。

国家标准《饲料添加剂 维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂》已颁布实施 10 年以上、为生产企业控制产品质量、使用单位提供可靠的科学使用依据发挥了很大作用。随着《饲料添加剂安全使用规范》和《饲料和饲料添加剂管理条例》颁布实施，需要将其改为强制性标准。有关安全指标需进一步完善。结合国内外生产状况，随着动物营养学的发展、添加剂品种增加、配方技术的发展，原标准的适用范围仅包括有些指标无法满足许多生产和使用厂家的要求。本标准是在参阅大量相关文献资料和各

个检测结构和生产厂家的合理建议，本着科学和准确的原则，结合我国现阶段实验水平制定的。依据 GB/T 1.1 - 2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T20001.4 - 2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》的要求，以参照国内外相关标准与文献为基础而编制，确保方法标准的科学性、可行性和可靠性。制定一套切实可行的产品标准，无论是对于生产企业控制产品质量、为使用单位提供可靠的科学使用依据还是促进进出口贸易和规范市场，保护合法经营企业，都具有较深远的意义

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

1. 编制原则

在编制过程中，起草单位查阅了国内国外有关文献资料，参考了其他行业部门制定的类似的标准方法，本着严格遵循科学依据，与国际水平接轨，并且准确、实用的原则，完成了检测方法标准的研究工作，起草了标准的征求意见稿和编制说明。

2. 制订本标准的依据

参考各国药典、国家标准 GB/T 9841-2006《饲料添加剂 维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂》和国内外先进生产企业提供的产品质量标准。

三. 标准的制定过程：

标准制定项目任务下达后，我单位成立了标准起草小组，负责标准的研制和编制起草工作。编制组成立后，进行了广泛的调查和深入研究工作，具体工作过程如下所示。

2017 年 1-8 月，维生素 B₁₂ 技术资料 and 样品收集。通过检索收集国内外关于维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂标准、文献资料 and 各类样品，在现有研究基础上综合分析后拟定维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂指标等初步实验方案。并邀请主要的生产厂家河北玉星生物科技有限公司、华北制药威可达公司、河北华荣制药有限公司、宁夏多维药业有限公司召开座谈会，初步确定了修改内容。

2017 年 9 月-2018 年 3 月，维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂指标和方法的确定。考虑到标准方法的精密性和适用性。

2018 年 3 月~2018 年 6 月，完成专家征求意见，并根据专家意见，修改完善后

形成方法预审稿。

2018年3月，后经全国饲料标准化技术委员会的要求，增加维生素B₁₂的晶体产品的规格和要求，根据要求，重新编制了标准文本和编制说明，并重新征求专家意见。

四、标准主要内容的确定技术内容说明

1) 维生素B₁₂的生产情况与饲料中使用情况。

现在世界上能够生产维生素B₁₂的只有五家，河北玉星生物科技有限公司、华北制药威可达公司、河北华荣制药有限公司、宁夏多维药业有限公司和法国的安万特公司。以上五家公司均是以微生物发酵法生产维生素B₁₂的，其中河北玉星生物工程有限公司产量为世界最大，占据全球VB₁₂产量近70%。我国维生素B₁₂产量居世界第一位，产能占全球95%以上。目前在饲料使用的主要为饲料添加剂-维生素B₁₂（氰钴胺）粉剂，其规格有0.1%、1%、2%等。其中晶体产品主要作为生产维生素B₁₂（氰钴胺）粉剂的原料使用。

2) 生产工艺

工业生产维生素B₁₂是通过微生物发酵法制得，维生素的生物合成存在两种不同的途径，即好氧途径和厌氧途径，但是的生物合成严格局限于一些微生物中，目前用于商业化生产的微生物主要有脱氮假单胞杆菌*Pseudomonas denitrificans*、费氏丙酸杆菌*Propionibacterium freudenteichii*和谢氏丙酸杆菌*Propionibacterium shermanii*。维生素B₁₂的生产工艺主要包括微生物发酵、提取、纯化、转化、纯化、结晶和干燥几个过程。见图1

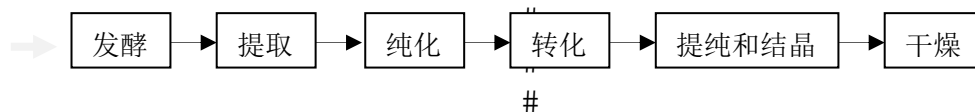


图2 维生素B₁₂合成工艺示意图

1. 发酵：目前主要有好氧微生物发酵工艺和好氧微生物发酵工艺。通过企业调研，目前主要采用好氧微生物发酵法。

- 1) 厌氧发酵法：厌氧微生物发酵法主要采用巨大芽孢杆菌首先在需氧条件下发酵，当需氧生长细胞处于指数生长期的中期或末期时，然后在厌氧条件下发酵。选择巨大芽孢杆菌的原因在于：1) 转化进巨大芽孢杆菌的质料的环境证明是很稳定的。
- 2) 巨大芽孢杆菌没有碱性蛋白酶，所以在产生异源蛋白质时几乎不发生降解作用。
- 3) 巨大芽孢杆菌完全是非病原性的且不产生毒素。

2) 好氧发酵法：它是目前工业化生产VB₁₂的主要工艺,全球90%以上的产量来自该工艺,以脱氮假单胞杆菌为生产菌株,培养基采用甜菜糖蜜或麦芽糖为主要碳源,玉米浆或酵母膏为氮源补加无机盐、钴离子以及脱氮假单胞杆菌等,该工艺的发酵单位超过了厌氧工艺的三倍,在生产氰钴胺素时具有很大的优势。发酵结束时,脱氮假单胞杆菌产生的VB₁₂存在于细胞和细胞外,将发酵液直接加热水解,释放出胞内的VB₁₂,液固分离后,滤液VB₁₂进行阳离子交换树脂柱吸附、解吸,解吸后进行氰化钠转化得到的氰钴胺盐,过滤后滤液进行三级吸附树脂柱去除杂质结晶分离后得到纯品氰钴胺即VB₁₂。目前好氧发酵工艺的总收率80%达到左右。专利(CN 101538599 A)利用脱氮假单胞杆菌作为微生物,以含有甜菜碱的培养基进行培养,并对甜菜碱浓度、培养温度和培养时间进行了优化。

2 水解：向发酵液中加入与发酵液相同质量的水,加热至90~100℃进行水解,释放出细胞内的,得到水解液。

3 纯化：将水解液先采用金属膜或陶瓷膜系统进行过滤,滤除蛋白、菌丝体等,然后采用超滤膜系统截留大分子杂质(分子量约为10000~80000)。采用立式预涂转鼓离心机脱除蛋白,采用蛋白吸附树脂柱吸附其中的蛋白杂质,得到精制滤液。采用纳滤膜进行浓缩,得到的小分子液。

4 转化：小分子液加入适量氰化钠得到氰钴胺。

5 提纯和结晶：精制滤液进行三级吸附树脂柱进一步提纯除杂,结晶后最终得到纯品氰钴胺

6 干燥：纯品氰钴胺进一步干燥,达到产品标准要求。

生产工艺直接影响到产品的安全性指标的设置,生产工艺主要采用微生物发酵、转化、纯化、结晶和干燥几个过程得到氰钴胺。

3) 国内外生产企业调研

起草小组查询,饲料添加剂剂氰钴胺生产获证企业不多,主要有宁夏金维制药股份有限公司(宁XK13-217-00015)、河北玉星生物工程有限公司(冀XK13-217-00058)等4家公司。起草小组通过其它方式获取到企业相关的信息,见表4。标准起草小组对宁夏金维制药股份有限公司、河北玉星生物工程有限公司、4家主要生产企业进行调研,收到宁夏金维制药股份有限公司、河北玉星生物工程有限公司等公司的反馈并对标准制定提出了建议。一共收集到3家16种不同类型的饲料添加剂维生素B₁₂(氰钴胺)粉剂样品和相关标准,每个样品三个批次,具体厂家和产

品见表 2。

表 2 生产厂家与产品类型

生产厂家	粉剂产品类型	晶体产品类型
河北玉星生物科技有限公司	0.1%，1%，2%	纯品 2 个批次
河北华荣制药有限公司	0.1%，1%，2%	纯品
宁夏金维制药股份有限公司	1%	纯品
华北制药威可达公司	由于生产变更，没有生产	

4) 国外有关法律、法规和标准情况的说明

起草小组对现行有关氰钴胺的国外有关法律、法规和标准情况进行了查找，当前国外的法律法规主要包括：(1)美国食品化学法典FCC；(2)美国药典(USP36-NF31)；(3) 欧盟药典（EP 8.0）；(5) 英国药典（BP 2009）；(6) WHO药典（IntPh第6版）；(7) 日本药典(JP 15)；(8) 韩国食品添加剂法典(2015版)。

现国内外标准的指标和检测方法进行比较。各标准指标设置对比见表2，各标准方法检测指标对应的检测方法见表3。

表 2 国内外相关标准技术指标

项目	中国药典 (2015 版)	美国食品化学 法典 (FCC V)	美国药典 (USP36-N F31)	欧盟药 典(EP 8.0)	日本药典 (JP 15)	BP(200 9)	国际药 典 (IntPh 第 6 版)	日本食 品添加 剂公定 书(第 8 版)	韩国食 品添加 剂法典 (2015版)
感官要求	暗红色结晶或结晶性粉末，无臭，引湿性强。在水和乙醇中略溶，在丙酮、三氯甲烷或乙醚中不溶。	暗红色晶体或无定型或结晶粉末，无水氰钴胺吸湿性强，在空气中能吸收约12%水份，略溶于水，溶于乙醇，不溶于丙酮，氯仿和乙	/	暗红色晶体或粉末，略溶于水，溶于乙醇(96%)，不溶于丙酮，引湿性强。	暗红色晶体或粉末，略溶于水，微溶于乙醇(99.5%)，具有吸湿性。水溶液pH为4.2-7.0	暗红色结晶粉末或暗红色晶体，无臭，引湿性强。略溶于水，溶于乙醇(96%)，不溶于丙酮、无水物具有吸湿性	暗红晶体或粉末，溶于水，溶于乙醇，不溶于丙酮和乙醚。非常吸湿。	暗红结晶或粉末	暗红晶体或粉末，吸湿性强，溶于水，溶于乙醇；几乎不溶于丙酮、氯仿和乙醚

		醚。							
，。鉴别	通过	通过	通过	通过	通过	通过	/	通过	/
溶液澄 清度	澄清	/	/	/	溶液澄清， 呈红色	/	澄清	澄清	/
含量（以 干基计） /%	不低于 96.0%	96.0~ 100.5	96.0~ 102.0	96.0~ 102.0	96.0~ 102.0	96.0~ 102.0	96.0~ 102.0	96.0~ 102.0	≥96.0
干燥失 重(%) \leq	12	12	12	12	12	12	12	12	12
砷	/	/	/	/	/	/	/	/	/
铅	/	/	/	/	/	/	/	/	/
有关物 质/% \leq	2	/	总杂 3.0	3	/	3	斑点不 得深于 对照斑 点	/	/
假维生 素 B ₁₂	颜色不得更 深	颜色不 得更深	/	/	颜色不得 更深	/	颜色不 得更深	颜色不 得更深	颜色不 得更深
粒度	/	/	/	/	/	/	/	/	/

4.2 与原标准的区别：

本标准的修订综合考虑原标准实施过程中用户及检测部门的意见和建议，结合现行饲料添加剂管理及使用相关规定，参考了各国药典、法规、相关饲料和饲料添加剂国家标准、主要生产企业提供的产品质量标准。与原标准相比，主要的修改如下

- 本标准增加维生素 B₁₂ 的晶体产品和液体产品。
- 本标准不再包括标示量为 5% 的产品。（市场上没有产品）
- 本标准产品维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂含量项目指标定为的标示量的 96%~120%（以干基计）。
- 将砷含量 ≤ 3.0 (mg/kg) 修改为 ≤ 2.0 (mg/kg)。
- 增加镉的指标要求。

——参考 GB/T 20001.10 修改检验规则、标签和标志、包装、运输和贮存。

——保质期为 24 个月改为 36 个月。

——增加鉴别试验。

4.3 产品主要成分含量指标和方法的确立

4.3.1 增加维生素 B₁₂ 的晶体产品的说明。

目前在饲料使用的主要为饲料添加剂-维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂,其规格有 0.1%、1%、2%等。其中晶体产品和主要作为生产维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂的原料使用。因此原标准没有对此进行要求,根据饲料添加剂管理条例的要求和全国饲料标准化技术委员会的要求,参考各国药典的规定,增加了晶体产品的指标要求。

中国药典对维生素 B₁₂ 晶体产品进行了规定,技术指标主要包括性状、鉴别、澄清度、有关物质、假维生素 B₁₂、干燥失重、含量测定。

随着氰钴胺行业的发展,没有适合于饲添加剂 氰钴胺晶体的产品标准。基于此,本标准是在中国药典(2015版)基础上,根据我国当前氰钴胺生产企业的现状,建立饲料添加剂 氰钴胺的产品标准,使标准更好的满足当前氰钴胺行业的要求。由于产品工艺的发展,目前假维生素B₁₂已经可以通过有关物质进行区分,因此将其删除。

表 3 晶体产品和液体产品的指标要求

项目	指标
	晶体
含量(以维生素 B ₁₂ 计/%)	(以干基计) 96~102
有关物质, % ≤	2
干燥失重, % ≤	12

4.3.2 粉剂产品修订指标的原因和解释:

1. 由于现在生产和使用过程中不存在 5%和 10%的产品剂型,本标准不再包括标示量为 5%的产品。

2. 由于目前使用企业使用维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂都采用干基的结果进行添加使用,根据生产企业和使用企业的要求,因此将维生素 B₁₂含量项目指标定为以干基计,同时产品的含量的要求改为占标示量的 96%~120%。

3. 根据饲料卫生标准的要求和收集样品的检测结果,增加镉的指标要求并将

砷含量 ≤ 3.0 (mg/kg) 修改为 ≤ 2.0 (mg/kg)。

4 根据 GB/T 20001.10 的要求，修改检验规则、标签和标志、包装、运输和贮存。

5 增加了鉴别实验。

表 3 粉剂产品与原标准的差异列表

项目	原标准指标	现在标准指标
含量（以维生素 B ₁₂ 计），（占标示量的），%，（以干基计）	90~130	96~120
干燥失重，（%）	以玉米淀粉为稀释剂 \leq	12.0
	以碳酸钙为稀释剂 \leq	5
砷，（mg/kg）	≤ 3.0	2.0
铅，（mg/kg）	≤ 10.0	10.0
镉，（mg/kg）	未规定	2.0
粒度，（%）	全部通过 0.25mm 孔径标准筛	全部通过 0.25mm 孔径标准筛

4.3.2 方法的确立

1) 感官

取适量样品置于清洁、干燥的表面皿或烧杯中，在自然光线下，观察其色泽和状态。发现晶体产品为暗红色、结晶状颗粒或粉末；液体产品为暗红色澄清液体；本品为浅红色至棕色细微粉末，具有吸湿性。见图 4。



图 3 氰钴胺晶体样品外观



图 3 氰钴胺粉剂体样品外观

4.3.2 粉剂产品中维生素 B₁₂ 含量检验方法的建立

维生素 B₁₂ 的含量按照原标准 GB/T 9841-2006 的方法测定, 检测结果见表 3, 4 可见样品的检测值在 96%-120%之间, 为此将其规定为规定占标示量的 96%-120%。

表 4 不同批次粉剂维生素 B₁₂ 产品检测结果 (以维生素 B₁₂ 计, 以干基计)

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
批次 1	0.10	0.11	0.11	1.01	1.10	0.99	1.02	0.98	1.98	2.04	2.05
批次 2	0.12	0.12	0.12	0.99	1.10	1.00	1.03	0.99	1.99	2.09	2.05

批次 3	0.11	0.12	0.11	0.98	1.08	1.00	1.03	0.98	1.99	2.08	2.04
平均含量/%	0.11	0.12	0.11	0.99	1.09	1.00	103	0.98	1.99	2.07	2.05
标识量/%	0.1	0.1	0.1	1	1	1	1	1	2	2	2
占标示量/%	110	117	113	99	109	100	103	98	99	104	102
RSD/%	1.0	0.6	0.6	1.5	1.2	0.6	0.1	0.6	0.6	2.6	0.6

表 5 不同批次维生素 B₁₂ 产品检测结果（以维生素 B₁₂ 计）

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
批次 1	0.1	0.11	0.11	1.01	1.1	0.99	1.02	0.98	1.98	2.04	2.05
批次 2	0.12	0.12	0.12	0.99	1.1	1	1.03	0.99	1.99	2.09	2.05
批次 3	0.11	0.12	0.11	0.98	1.08	1	1.03	0.98	1.99	2.08	2.04
平均含量/%	0.10	0.11	0.11	0.90	1.03	0.99	1.02	0.97	1.85	2.00	2.02
标识量/%	0.1	0.1	0.1	1	1	1	1	1	2	2	2
占标示量/%	103.5	114.5	113.2	90.2	102.8	98.7	102.4	96.7	92.4	100.2	101.0
RSD/%	1.0	0.6	0.6	1.5	1.2	0.6	0.1	0.6	0.6	2.6	0.6

4.3.2 晶体产品中维生素 B₁₂ 含量检验方法的建立

维生素 B₁₂ 的含量按照中国药典测定，检测结果见表 可见样品的检测值在 96%–120%之间，为此将其规定为规定含量定为 96%–120%。

表 4 不同批次维生素 B₁₂ 晶体产品检测结果（以干基计）

样品号	1	2	3	4
1	99.2	100.2	99.2	99.2
2	99.5	99.1	99.5	99.5
3	99.6	99.5	99.6	99.6
平均含量/%	99.43	99.60	99.43	99.43
RSD/%	0.21	0.56	0.21	0.21

5 有关物质的检测

中国药典（2015 版）、美国药典(USP36-NF31)、欧盟药典（EP 8.0）和英国药典（BP 2009）均规定了对晶体产品有关物质指标。中国药典规定为 2%，而美国药典(USP36-NF31)、欧盟药典（EP 8.0）和英国药典（BP 2009）均为 3.0%，美国药典

(USP36-NF31)对单个杂质进行了规定。

本次修订标准与中国药典（2015 版）相同，定为：有关物质 $\leq 2.0\%$ 。检测方法采用中国药典（2015 版）中有关物质测定方法。

实验还对晶体产品和液体产品的试样溶液和照溶液进行了测试，分别见图 12 和图 13，从图可以得出试样溶液中出现了一些杂质峰。

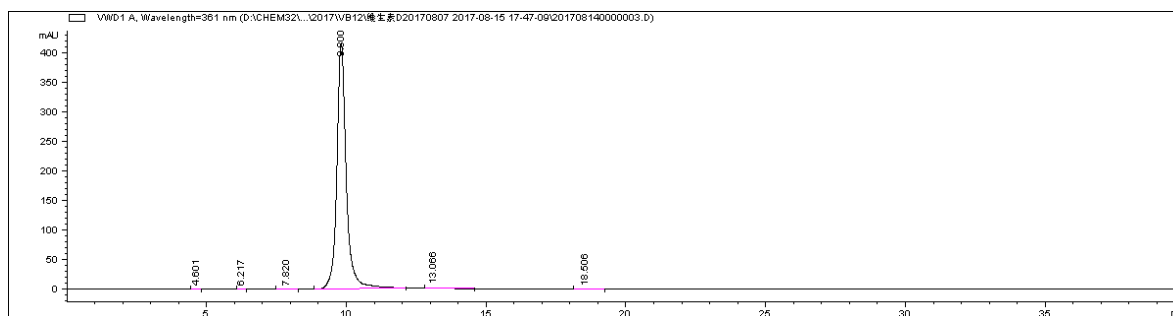


图 12 试样溶液 HPLC 谱图

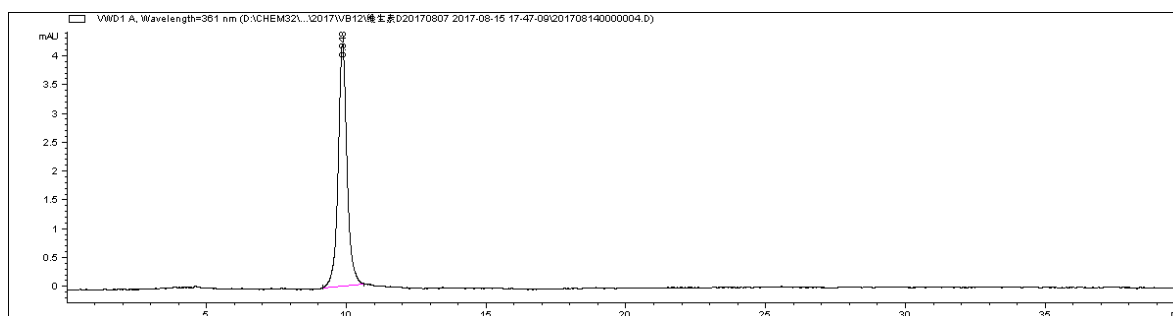


图 13 对照溶液 HPLC 谱图

表 10 晶体产品相关物质测定结果数据 (n=6)

	保留时间	杂质峰质量分数						ave	RSD
		1	2	3	4	5	6		
杂质峰 1	4.601	0.039	0.039	0.034	0.037	0.038	0.035	0.037	5.53
杂质峰 2	6.217	0.019	0.024	0.025	0.023	0.022	0.020	0.022	10.06
杂质峰 3	7.82	0.065	0.066	0.066	0.069	0.067	0.061	0.066	3.88
杂质峰 4	13.533	0.358	0.443	0.428	0.407	0.420	0.363	0.403	8.70
杂质峰 5	18.506	0.167	0.158	0.172	0.159	0.156	0.141	0.159	6.80
总量	/	0.649	0.730	0.725	0.694	0.704	0.620	0.687	6.35

从表可以得出：测试样品平行测定 6 次，杂质峰与系统适用性溶液的降解产物峰保留时间均不一致。但各杂质峰的面积之和为 0.602%~0.730%，满足不大于主峰面积 2.0%的要求。

4.3.3 干燥失重的指标及测定方法

本标准中干燥失重指标的检测方法，可以采用：《饲料中水分和其他挥发性物质

含量的测定》(GB/T 6435-2006)、《制盐工业通用试验方法 水分的测定》(GB/T 13025.3)、《饲料中水分的测定》(GB/T 6435-2014)、《食品安全国家标准 食品中水分的测定》(GB 5009.3)等标准。考虑到作为饲料原料使用,因此采用《饲料中水分的测定》(GB/T 6435-2014)。

本标准中干燥失重指标的检测按照国家标准GB/T 6435《饲料中水分的测定方法》中规定的方法(即8.1项),在105℃以下干燥。具体数据如下:

表6 不同生产批次维生素 B₁₂干燥失重

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
载体类型	玉米	重钙	重钙	玉米	玉米	重钙	重钙	重钙	玉米	重钙	重钙
干燥失重%	5.9	1.90	0.12	6.0	9.2	1.02	0.22	1.7	7.0	3.2	1.3

表6 不同生产晶体产品批次维生素 B₁₂干燥失重

样品号	1	2	3	4
干燥失重%	1.5	1.2	2.3	0.4

从表中数据可以看出,不同批次的粉剂产品,由于所用稀释剂不同的原因,水分指标检测结果差异较大,其基本上满足原国标的要求,因此我们保持原标准的要求,粉剂产品由于合成比较稳定,水分较少,因此水分含量定为小于5%。

4.3.4 砷的允许量及测定方法

选用不同生产批次的维生素 B₁₂(氰钴胺)粉剂产品,按照中华人民共和国药典 砷的测定法 第一法(古蔡氏法)测定。同时采用 GB/T 13079 进行了测定,测定结果见表7。

表7 不同生产批次粉剂维生素 B₁₂砷含量

样品号	方法	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
砷含量 mg/kg	砷斑	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2
砷含量 mg/kg	银盐	0.73	0.68	0.55	0.69	0.60	0.53	0.82	0.98	0.82	1.17	0.98

表7 不同生产批次晶体和液体维生素 B₁₂砷含量

样品号	方法	1	2	3	4
产品类型		晶体			
砷含量 mg/kg	砷斑	<2	<2	<2	<2
砷含量 mg/kg	银盐	0.13	0.68	0.55	0.69

根据检测结果,均小于 2 mg/kg。考虑到厂家检测可操作性,最终采用了原标准的方法。将砷含量 ≤ 3.0 (mg/kg)修改为 ≤ 2.0 (mg/kg),进一步加强了对卫生指标的要求。

4.3.5 铅的指标及测定方法

食品铅污染严重影响人类健康,铅半衰期长,通过食物链的蓄积作用在体内达到一定浓度后,可对人体产生各种急慢性毒性,造成神经、消化、血液和泌尿系统损伤。联合国粮农组织 (FAO) 和世界卫生组织 (WHO) 食品添加剂与污染物联合专家委员会 (JEFCA) 建议人体铅的每周耐受摄入量为 25 ug/体重。

测定铅的方法有《饲料中铅的测定》(GB/T 13080)、《食品安全国家标准 食品中铅的测定》(GB 5009.12-2010)。因系制定饲料原料标准,本课题组数据结果采用的检测方法 GB/T 13080。选用不同生产批次的维生素 B₁₂ (氰钴胺) 粉剂产品,按照国家标准 GB/T 13080《饲料中铅的测定 原子吸收光谱法》中规定的方法测定铅的含量,铅含量的具体测定结果见表 8,均小于 10mg/kg。

表 8 不同生产批次维生素 B₁₂ 产品的铅含量

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
铅含量 mg/kg	0.8	1.7	1.9	0.9	1.1	2.0	1.7	0.1	0.04	1.0	2.5

表 7 不同生产批次晶体和液体产品铅含量

样品号	1	2	3	4
产品类型	晶体			
铅含量 mg/kg	<2	<2	<2	<2

根据检测结果和饲料卫生标准的要求,本标准规定铅的指标不大于 5.0mg/kg。

4.3.6 镉的指标及测定方法

镉是银白色有光泽的金属，熔点 320.9℃，沸点 765℃，。有韧性和延展性。镉在潮湿空气中缓慢氧化并失去金属光泽，加热时表面形成棕色的氧化物层，若加热至沸点以上，则会产生氧化镉烟雾。镉的毒性较大，被镉污染的空气和食物对人体危害严重，且在人体内代谢较慢，日本因镉中毒曾出现“痛痛病”。因此根据饲料卫生标准的要求，需要对镉进行规定。

测定镉的方法有《饲料中镉的测定方法》(GB/T 13082)、GB 5009.15-2014 《食品安全国家标准 食品中镉的测定》。因系制定饲料原料标准，本课题组数据结果采用的检测方法 GB/T 13082。选用不同生产批次的维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂产品，按照国家标准 GB/T 13082《饲料中镉的测定 原子吸收光谱法》中规定的方法测定镉的含量，镉含量的具体测定结果见表 9，均小于 2mg/kg。

表 9 不同生产批次维生素 B₁₂产品的镉含量

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
镉含量 mg/kg	0.1	0.05	0.1	0.1	0.1	0.04	0.04	0.06	0.03	0.1	0.05

表 7 不同生产批次晶体和液体产品镉含量

样品号	1	2	3	4
产品类型	晶体			
镉含量 mg/kg	0.02	0.02	0.02	0.02

根据检测结果和饲料卫生标准的要求，本标准规定镉的指标不大于 2.0mg/kg。

4.3.7 粒度的测定：

原标准规定了粒度的指标但是没有给出方法，我们参考企业标准和其他饲料添加剂标准，补充了粒度的测定方法：称取试样10 g（准确至0.001 g），置于实验筛中进行筛分，称量筛下物。经检测发现 维生素B₁₂（氰钴胺）粉剂均能通过通过0.28mm 孔径标准筛（60目）。

4.3.8 其他指标的检测与选择：

在参考饲料卫生标准（GB/T 13078），本标准组核查了汞、氟、黄曲霉毒素 B₁、玉米赤霉烯酮和 T-2 毒素。黄曲霉毒素 B₁、玉米赤霉烯酮和 T-2 毒素采用 NY/T 2071-2011 饲料中黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮和 T-2 毒素的测定 液相色谱一串联质

谱法测定，测定结果均低于方法的定量限，不会对人类产生即时危害。汞采用 GB/T 13081 饲料中汞的测定方法测定，测定结果均低于卫生标准的要求，本标准拟不定这项指标。

表 10 不同生产批次维生素 B₁₂ 产品的其他指标含量

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
汞	<10	2.4	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10
黄曲霉毒素 B ₁ μg/kg	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2
玉米赤霉烯酮 μg/kg	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10	<10
T-2 毒素 μg/kg	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2

表 10 不同生产批次晶体和液体产品其他指标含量

样品号	1	2	3	4
汞	<10	<1	<10	<10
黄曲霉毒素 B ₁ μg/kg	<2	<2	<2	<2
玉米赤霉烯酮 μg/kg	<10	<10	<10	<10
T-2 毒素 μg/kg	<2	<2	<2	<2

4.3.9 保质期的规定：

由于维生素B₁₂（氰钴胺）粉剂和晶体产品，经试验表明其保质期可达36个月以上，因此将将保质期规定为36个月。

表 9 维生素 B₁₂ 产品的保存稳定性试验

批号：F130703A		载体：淀粉		留样日期：2013年07月08日	
序号	检验日期	留样时限	HPLC(干基, %)	干燥失重 (%)	
1	2013年7月7日	0个月	1.01	8.26	
2	2013年10月6日	3个月	1.01	8.99	
3	2014年1月6日	6个月	1.00	9.24	

4	2014年4月6日	9个月	1.00	9.05
5	2014年7月6日	12个月	1.00	9.36
6	2015年1月6日	18个月	1.00	9.32
7	2015年7月8日	24个月	1.00	8.98
8	2016年7月13日	36个月	1.01	8.8
批号：F140301C 载体：重质碳酸钙 留样日期：2014年03月03日				
序号	检验日期	留样时限	HPLC(干基, %)	干燥失重 (%)
1	2014年3月3日	0个月	1.01	0.30
2	2014年6月3日	3个月	1.00	0.26
3	2014年9月2日	6个月	1.01	0.39
4	2014年12月2日	9个月	1.00	0.34
5	2015年3月5日	12个月	1.01	0.23
6	2015年9月4日	18个月	1.02	0.36
7	2016年3月7日	24个月	1.01	0.28
8	2017年3月9日	36个月	1.01	0.3
9	2018年3月4日	48个月	1.00	0.3

4.4 预审意见处理：

2018年我们组织专家对标准进行了预审，形成以下意见，具体处理见表10

表10 预审主要意见处理表

标准章条编号	意见内容	处理即方法
范围	本标准适用本标准适用于发酵生产的维生素B ₁₂ （氰钴胺）及碳酸钙和玉米淀粉为辅料制成的规格为0.1%至2%粉剂产品”。	采纳，见1范围
正文3	删除结构式。	采纳，见3
正文4	增加4.2鉴别。	采纳，见4.2和6.2

4.2	建议根据样品实际检测结果和调查研究情况，降低铅的指标。 修改粒度的描述方式。	采纳，见 4.4
正文 4.2	总砷增加（以 AS 计）	采纳，见 4.4
正文 5.1	试剂和材料：删除不单独使用的试剂。 进一步阐明流动相的配制。	采纳,见 6.1
5.1	说明工作液应在使用前进行校正。	采纳,见 6.1
5.4.2.2	重新编写色谱参考条件。	采纳,见 6
5.4.3	公式字母用斜体。	采纳,见 6
5.5	增加 GB/T 13079-2006（银盐法）作为砷测定的仲裁法。	采纳，见6.4.2
8.4	将有效期改为 36 个月，并在编制说明中补充相应稳定性数据。	采纳，见编制说明
正文	按 GB/T 1.1-2009，GB/T 20001.4-2015，GB/T 20001.10-2014 要求规范标准的全文。	采纳
编制说明	编制说明按最新要求规范编写。	采纳

2018 年 6 月，后经全国饲料标准化技术委员会的要求，增加维生素 B₁₂ 的晶体产品和液体产品的规格和要求，根据要求，重新编制了标准文本和编制说明。

五、采用国际标准和国外先进标准的程度，以及与国际、国外同类标准水平的对比情况

当前国外的法律法规主要包括：（1）美国食品化学法典 FCC（V 版）；（2）美国药典（USP36-NF31）；（3）欧盟药典（EP 8.0）；（4）欧盟药典（EP 8.0）；（5）英国药典（BP 2009）；6）国际药典（IntPh第6版）；（7）日本公定书（第八版）；日本药典（JP 15）；（8）韩国食品添加剂法典（2015版）。

标准达到国际标准和国外先进标准程度，明确规定了维生素 B₁₂ 的适用范围、产品规格及各项技术指标，并规定该产品的检验规则及包装、贮存、运输方法，内容和

程序严于国内外先进标准。

六、与有关的现行法律法规和强制性国家标准的关系

本标准的修订符合现行法律法规和强制性国家标准的要求。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无

八、国家标准作为强制性国家标准或推荐性国家标准的建议

建议该标准作为强制性国家标准。

九、贯彻国家标准的要求和措施建议

建议该标准颁布实施后，在行业内及时宣传贯彻，规范饲料生产使用，确保养殖、消费健康发展。

十、废止现行有关标准的建议

建议新的标准颁布实施后，GB/T 9841-2006《饲料添加剂 维生素 B₁₂（氰钴胺）粉剂》废止。