

团 体 标 准

T/CFIAS 3007—2022

混合型饲料添加剂 γ -氨基丁酸

Feed additives mixture — γ -aminobutyric acid

2022-04-13 发布

2022-05-13 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：重庆桑禾动物药业有限公司、重庆市兽药饲料检测所、重庆优宝生物技术股份有限公司。

本文件主要起草人：孟怀旺、盛欣、任丽、任敏、赵德、罗尚菊、余霞、侯亚莉、杨志灵、但钰莲、谢丽、张润、蒋鑫盈、郑东、朱英才、唐兴、张毅、韦艺媛。

混合型饲料添加剂 γ -氨基丁酸

1 范围

本文件规定了混合型饲料添加剂 γ -氨基丁酸的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以 γ -氨基丁酸为原料，与可溶性淀粉经混合制得的混合型饲料添加剂 γ -氨基丁酸。

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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

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 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 14699.1 饲料 采样

GB/T 18869 饲料中大肠菌群的测定

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观与性状

白色或类白色粉末或微粒，色泽均匀一致。

4.2 技术指标

技术指标应符合表1的要求。

表1 技术指标

项目	指标	
	50型	80型
γ -氨基丁酸含量/%	≥ 50.0	≥ 80.0
干燥失重/%	≤ 6.0	
总砷(As)/(mg/kg)	≤ 5	
铅(Pb)/(mg/kg)	≤ 10	
大肠菌群(MPN/100 g)	$\leq 3\ 000$	
粒度(1.180 mm分析筛通过率)/%	100	
粒度(0.850 mm分析筛通过率)/%	≥ 90	

5 取样

按GB/T 14699.1规定执行。

6 试验方法

6.1 一般规定

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。色谱分析用水应符合GB/T 6682规定的一级水,其他试验用水应符合GB/T 6682规定的三级水。

6.2 感官检验

取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘上,在自然光线下,观察其色泽和状态。

6.3 γ -氨基丁酸含量

6.3.1 原理

样品中的 γ -氨基丁酸用水提取,经柱前2,4-二硝基氟苯衍生,用高效液相色谱仪测定,外标法定量。

6.3.2 试剂或材料

6.3.2.1 乙腈:色谱纯。

6.3.2.2 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L):称取氢氧化钠 4.0 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.3.2.3 衍生缓冲溶液:称取碳酸氢钠 4.2 g 置于 50 mL 烧杯中,加 20 mL 水搅拌使溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加水定容,摇匀。

6.3.2.4 衍生试剂溶液:移取 2,4-二硝基氟苯 1.0 mL 置于 50 mL 烧杯中,加 20 mL 乙腈搅拌使溶解,转移至 100 mL 容量瓶中,加乙腈定容,摇匀。临用现配。

6.3.2.5 缓冲溶液:称取磷酸二氢钾 3.4 g 置于 100 mL 烧杯中,加 40 mL 水搅拌使溶解,转移至 500 mL 容量瓶中,加入氢氧化钠溶液(6.3.2.2) 145 mL 溶解,加水定容,摇匀。

6.3.2.6 流动相A:量取 500 mL 乙腈,加水稀释至 1 000 mL,摇匀。

6.3.2.7 流动相B:称取 4.1 g 无水乙酸钠,加水溶解并稀释至 1 000 mL,摇匀,用乙酸调节 pH 至 6.40。

6.3.2.8 γ -氨基丁酸标准储备溶液(0.25 mg/mL):称取 γ -氨基丁酸标准品(CAS: 56-12-2,纯度 $\geq 98.0\%$)约 25 mg(精确至 0.01 mg),置于 100 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,摇匀。2℃~8℃冰箱中保存,有效期 7 天。

6.3.2.9 γ -氨基丁酸标准系列工作溶液：分别移取 1 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL 的 γ -氨基丁酸标准储备溶液（6.3.2.8）置于 50 mL 容量瓶中，加入衍生缓冲溶液（6.3.2.3）5 mL、衍生试剂溶液（6.3.2.4）5 mL，摇匀，置 60 °C 恒温水浴衍生 10 min，冷却至室温，用缓冲溶液（6.3.2.5）定容，摇匀。配制成浓度为 5 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 、30 $\mu\text{g/mL}$ 、40 $\mu\text{g/mL}$ 、50 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列工作溶液。临用现配。

6.3.2.10 微孔滤膜：0.45 μm ，有机系。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器（或二极管阵列检测器）。

6.3.3.2 分析天平：感量为 0.01 mg、0.01 g。

6.3.3.3 超声波清洗器。

6.3.3.4 恒温水浴锅。

6.3.3.5 pH 计：精度 0.01。

6.3.4 样品

按 GB/T 20195 制备样品至少 200 g，粉碎或研磨后使其全部通过 0.25 mm 孔径的分析筛，充分混匀，装入磨口瓶中，备用。

6.3.5 试验步骤

6.3.5.1 提取

平行做两份试验。称取试样约 100 mg（精确至 0.01 mg），置于 250 mL 具塞三角瓶中，加 100 mL 水，于超声波清洗器中 60 °C 超声 30 min，取出冷却至室温，转移至 250 mL 容量瓶中，加水定容，摇匀。备用。

6.3.5.2 衍生化

准确移取试样溶液（6.3.5.1）5 mL 于 50 mL 容量瓶中，依次加入衍生缓冲溶液 5 mL（6.3.2.3），衍生试剂溶液（6.3.2.4）5 mL，置 60 °C 恒温水浴衍生 10 min，冷却至室温，加缓冲溶液（6.3.2.5）定容，摇匀，微孔滤膜（6.3.2.10）过滤，待测。同时制备空白溶液。

6.3.5.3 液相色谱参考条件

色谱柱： C_{18} 柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm 或性能相当者。

检测波长：360 nm。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C。

进样体积：10 μL 。

梯度洗脱：按表 2 程序进行梯度洗脱。

表2 梯度洗脱

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.0	40	60
8.0	45	55
12.0	55	45
16.0	98	2

表2 梯度洗脱（续）

22.0	40	60
30.0	40	60

6.3.5.4 测定

6.3.5.4.1 标准工作溶液、试样溶液和空白溶液的测定

在仪器的最佳条件下，分别取标准系列工作溶液（6.3.2.9）、试样溶液（6.3.5.2）和空白溶液（6.3.5.2）上机测定。 γ -氨基丁酸标准工作溶液的液相色谱图参见附录A。

6.3.5.4.2 定性

以保留时间定性，试样溶液（6.3.5.2）中 γ -氨基丁酸保留时间应与标准工作溶液（6.3.2.9）中 γ -氨基丁酸的保留时间一致，其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

6.3.5.4.3 定量

以 γ -氨基丁酸的浓度为横坐标，色谱峰面积（响应值）为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于0.99。试样溶液中 γ -氨基丁酸的浓度应在标准曲线范围内。如超出范围，应将试样溶液用水稀释后，重新测定。单点校准定量时，试样溶液中 γ -氨基丁酸的浓度与标准溶液浓度相差不超过30%。

6.3.6 试验数据处理

试样中 γ -氨基丁酸含量 w_i 以质量分数计，数值以质量百分数（%）表示。多点校准按公式（1）计算；单点校准按公式（2）计算：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V \times n}{m \times 10^3} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：

ρ_i ——从标准曲线查得的试样溶液 γ -氨基丁酸的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——提取溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样质量，单位为毫克（ mg ）；

n ——稀释倍数。

$$w_i = \frac{A_i \times \rho_i \times V \times n}{A_{si} \times m \times 10^3} \times 100 \quad \text{..... (2)}$$

式中：

A_i ——试样溶液中 γ -氨基丁酸色谱峰面积；

A_{si} ——标准溶液中 γ -氨基丁酸色谱峰面积；

ρ_i ——标准溶液中 γ -氨基丁酸的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样提取溶液的体积，单位为毫升（ mL ）；

m ——试样质量，单位为毫克（ mg ）；

n ——稀释倍数。

试验结果以平行测定的算术平均值表示，计算结果保留至小数点后一位。

6.3.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的10%。

6.4 干燥失重

按GB/T 6435的规定执行。

6.5 总砷

按GB/T 13079的规定执行。

6.6 铅

按GB/T 13080的规定执行。

6.7 大肠菌群

按GB/T 18869的规定执行。

6.8 粒度

按GB/T 5917.1的规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，但每批产品不应超过 10 t。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、 γ -氨基丁酸含量、粒度、干燥失重。

7.3 型式检验

型式检验项目为本文件第 4 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺、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 个月以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验的结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

7.4 判定规则

7.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.4.2 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。复检结果有一项指标不符合本文件规定，则判定该批产品不合格。微生物指标不得复检。

7.4.3 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。

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

按 GB 10648 的规定执行。

8.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、防破损。

8.3 运输

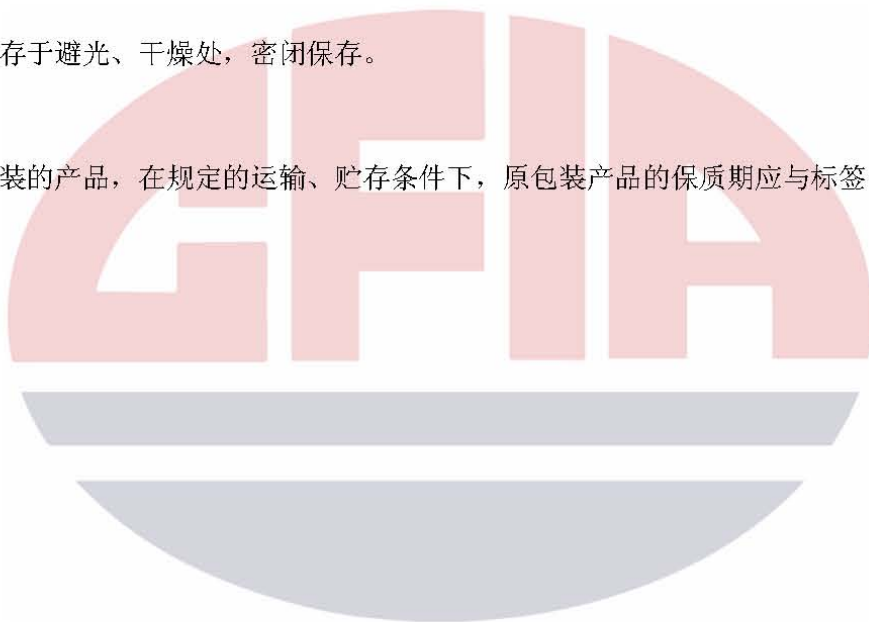
运输过程中防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混运。

8.4 贮存

本品应贮存于避光、干燥处，密闭保存。

8.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装产品的保质期应与标签中标明的保质期一致。



附录 A

(资料性)

 γ -氨基丁酸标准工作溶液液相色谱图

γ -氨基丁酸标准工作溶液的液相色谱图见图A.1。

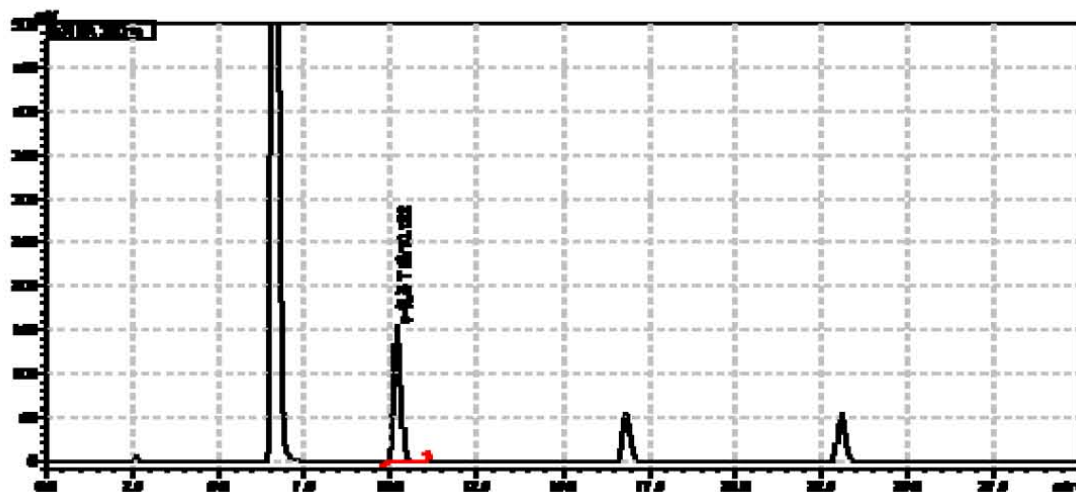


图 A.1 γ -氨基丁酸标准工作溶液 (0.020 mg/mL) 液相色谱图

