

# 团 体 标 准

T/CFIAS 3009—2022

---

## 混合型饲料添加剂 三丁酸甘油酯

Feed additives mixture — Tributyrin

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、龙岩新奥生物科技有限公司。

本文件主要起草人：孟怀旺、侯亚莉、任丽、余霞、罗尚菊、朱英才、郑东、盛欣、唐兴、杨志灵、张毅、但钰莲、赖州文、黄艺珠、韦艺媛。



# 混合型饲料添加剂 三丁酸甘油酯

## 1 范围

本文件规定了混合型饲料添加剂三丁酸甘油酯的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以三丁酸甘油酯为原料,与二氧化硅经混合制得的混合型饲料添加剂三丁酸甘油酯。

## 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 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 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

白色至类白色粉末或颗粒状粉末,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	60型
三丁酸甘油酯含量/%	≥50.0	≥60.0
水分/%	≤6.0	
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤2	
铅/（mg/kg）	≤10	
粒度（1.180 mm分析筛通过率）/%	100	
粒度（0.600 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、干燥的白瓷盘中，在自然光线下，观察其色泽和状态。

### 6.3 三丁酸甘油酯含量

#### 6.3.1 原理

样品中的三丁酸甘油酯用甲醇提取，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 甲醇：色谱纯。

6.3.2.2 乙腈：色谱纯。

6.3.2.3 三丁酸甘油酯标准储备溶液（10.0 mg/mL）：称取三丁酸甘油酯标准品（CAS：60-01-5，纯度≥98%）约100 mg（精确至0.1 mg），置于10 mL容量瓶中，加2 mL甲醇（6.3.2.1），于超声波清洗器中超声5 min，取出冷却至室温，加入乙腈（6.3.2.2）定容至刻度，充分摇匀，作为标准储备溶液。于2℃~8℃冰箱中冷藏保存，有效期1个月。

6.3.2.4 三丁酸甘油酯标准系列工作溶液：分别移取0.2 mL、0.5 mL、0.8 mL、1.0 mL、1.5 mL、2.0 mL的三丁酸甘油酯标准储备溶液（6.3.2.3）置于10 mL容量瓶中，用乙腈（6.3.2.2）定容至刻度，充分摇匀。配制成浓度为200 μg/mL、500 μg/mL、800 μg/mL、1 000 μg/mL、1 500 μg/mL、2 000 μg/mL的标准系列工作溶液。临用现配。

6.3.2.5 微孔滤膜：0.45  $\mu\text{m}$ ，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 0.1 mg。

6.3.3.3 超声波清洗器。

### 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 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样约0.2 g（精确至0.1 mg），置于50 mL具塞三角瓶中，加10 mL甲醇（6.3.2.1），于超声波清洗器中超声15 min，冷却至室温，转移至100 mL的容量瓶中，用乙腈（6.3.2.2）分2~3次洗涤具塞三角瓶，洗液并入容量瓶中，再用乙腈（6.3.2.2）定容至刻度，充分摇匀，微孔滤膜（6.3.2.5）过滤，待测。

#### 6.3.5.2 液相色谱参考条件

色谱柱： $\text{C}_{18}$ 柱，柱长250 mm，内径4.6 mm，粒径5  $\mu\text{m}$ ，或性能相当者。

检测波长：210 nm。

流动相：乙腈+水 = 60+40。

流速：1.0 mL/min。

柱温：35  $^{\circ}\text{C}$ 。

进样体积：20  $\mu\text{L}$ 。

#### 6.3.5.3 测定

##### 6.3.5.3.1 标准工作溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，分别取标准系列工作溶液（6.3.2.4）和试样溶液（6.3.5.1）上机测定。三丁酸甘油酯标准溶液的液相色谱图参见附录A。

##### 6.3.5.3.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中三丁酸甘油酯保留时间应与标准系列工作溶液（浓度相当）中三丁酸甘油酯的保留时间一致，其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

##### 6.3.5.3.3 定量

以三丁酸甘油酯的浓度为横坐标，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。试样溶液中三丁酸甘油酯的浓度应在标准曲线范围内。如超出范围，应将试样溶液用乙腈（6.3.2.2）稀释后，重新测定。单点校准定量时，试样溶液中三丁酸甘油酯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

试样中三丁酸甘油酯含量  $w_i$  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：

$$w_i = \frac{\rho_i \times V \times n}{m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho_i$  ——从标准曲线查得的试样溶液三丁酸甘油酯的质量浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V$  ——试样最终的定容体积，单位为毫升 (mL)；

$m$  ——试样质量，单位为克 (g)；

$n$  ——稀释倍数；

$10^6$  —— $1 \mu\text{g} = 10^{-6} \text{g}$ 。

$$w_i = \frac{A_i \times \rho_i \times V \times n}{A_{si} \times m \times 10^6} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$A_i$  ——试样溶液中三丁酸甘油酯色谱峰面积；

$A_{si}$  ——标准溶液中三丁酸甘油酯色谱峰面积；

$\rho_i$  ——标准溶液中三丁酸甘油酯的质量浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V$  ——试样最终的定容体积，单位为毫升 (mL)；

$m$  ——试样质量，单位为克 (g)；

$n$  ——稀释倍数；

$10^6$  —— $1 \mu\text{g} = 10^{-6} \text{g}$ 。

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，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 5%。

## 6.4 水分

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 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、三丁酸甘油酯含量、水分、粒度。

## 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。

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

本品应贮存于阴凉、干燥处，密闭保存。

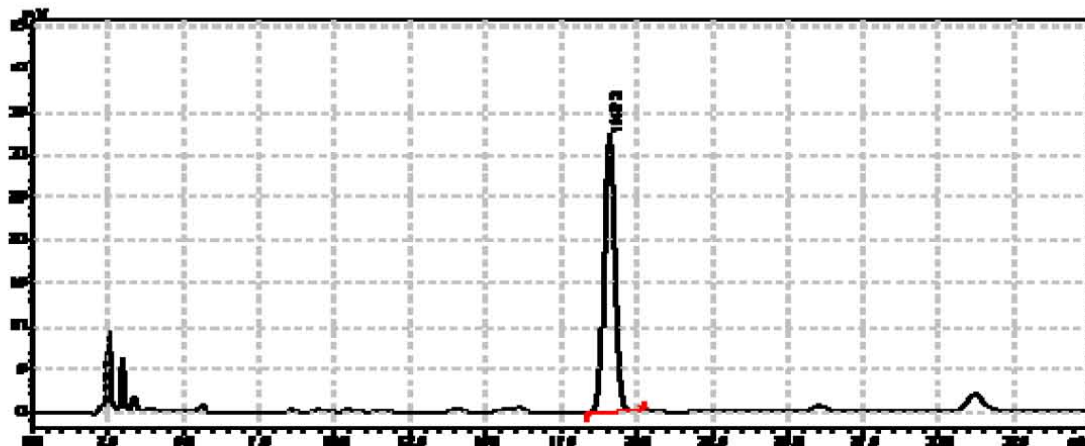
### 8.5 保质期

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)

三丁酸甘油酯标准工作溶液液相色谱图

三丁酸甘油酯标准工作溶液液相色谱图见图 A.1。



图A.1 三丁酸甘油酯标准工作溶液 (1.0 mg/mL) 液相色谱图



