

团 体 标 准

T/AHSX2—2023

混合型饲料添加剂 γ -氨基丁酸

Mixed Feed additive— γ -aminobutyric acid

2023-05-19 发布

2023-06-10 实施

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。

本文件由合肥迈可罗生物工程有限公司提出。

本文件由安徽省饲料与健康养殖行业协会归口。

本文件起草单位：合肥迈可罗生物工程有限公司、六安市六岗禽业养殖有限公司、安徽赛如分析检测科技有限公司、安徽快康生物科技有限公司、安徽省兽药饲料监察、安徽金牧饲料有限公司、安徽省饲料与健康养殖行业协会、安徽省新康饲料有限公司。

本文件主要起草人：徐自奥、徐娟娟、杨林、李晓祥、李伟、宋亚伟、桂向东、李俊辉、罗军、周群、高晶、徐双贵、陈文帮、戈少瑞、吴皖榕、单昌盛。

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、检测规则、标签、包装、运输与贮存。

本文件适用于以 γ -氨基丁酸为主要原料，与二氧化硅按一定比例混合均匀而制成的混合型饲料添加剂。

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 5918 饲料产品混合均匀度的测定
GB/T 6435 饲料水分和其它挥发性物质含量的测定
GB/T 6882 分析实验室用水规格和试验方法
GB 10648 饲料标签
GB 13079 饲料中总砷的测定
GB 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 18823 饲料检测结果判定的允许误差
GB/T 20195 动物饲料 试样的制备
JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

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 外观与现状

白色粉末或颗粒、色泽均匀一致。

4.2 混合均匀度

产品变异系数（CV）应不大于7.0%。

4.3 技术指标

产品主要技术指标应符合表1的规定。

表 1 主要技术指标

项目	I 型	II 型
γ -氨基丁酸, %	≥ 5	≥ 45
水分, %	≤ 8	
铅 (以Pb计), mg/kg	≤ 10	
总砷 (以As计), mg/kg	≤ 5	
粒度 (0.850mm标准筛) 通过率, %	100	
粒度 (0.600 mm标准筛) 通过率, %	≥ 90	

5 取样

5.1 取样原则

样品的采集应遵循随机性、代表性的原则, 采样过程应遵循无菌操作程序, 防止一切可能的外来污染。

5.2 样品采集

按GB/T 14699.1的规定执行。

5.3 样品制备

按GB/T 20195的规定执行。

6 试验方法

6.1 感官检测

取适量样品, 于清洁、干燥的白瓷盘上, 在光线充足处目测其色泽、形态、嗅其气味。

6.2 混合均匀度

按GB/T 5918的规定执行。

6.3 γ -氨基丁酸

6.3.1 原理

γ -氨基丁酸与2,4-二硝基氟苯进行定量衍生反应, 生成具有较强紫外吸收的衍生物。同时刻进入色谱柱的不同氨基酸衍生物, 由于在流动相和固定相之间溶解、吸附、渗透或离子交换等作用的不同, 随流动相在色谱柱两相之间进行反复多次分配, 由于各个组分在色谱柱中的移动速度不同, 经过一定长度的色谱柱后, 彼此分离, 按顺序流出色谱柱, 进入信号检测器, 在记录仪上或数据检测处理装置上显示出各组分的谱峰数值, 根据保留时间用外标法定量。

6.3.2 试剂和溶液

除非特别说明, 仅使用分析纯试剂, 色谱分析应符合 GB/T 6882 规定的一级水, 其他实验用水应符合 GB/T 6882 规定的三级水。

- 6.3.2.1 乙腈：色谱纯
- 6.3.2.2 氢氧化钠溶液（0.1 mol/mL）：称取氢氧化钠 4 g，加水溶解并稀释至 1000 mL，摇匀。
- 6.3.2.3 流动相 A：乙腈：水=1：1。
- 6.3.2.4 流动相 B：醋酸钠 4.1 g，加入 900 mL 水，用醋酸调解至 pH 至 6.4，定容至 1000 mL。
- 6.3.2.5 衍生缓冲溶液：碳酸氢钠 4.2 g，加水定容至 100 mL。
- 6.3.2.6 衍生试剂溶液：1 mL 的 2,4-二硝基氟苯用乙腈定容至 100 mL（现配现用）。
- 6.3.2.7 定容缓冲溶液：3.4g 磷酸二氢钾加入 0.1 mol/mL 的 NaOH 溶液 145.5 mL，加水定容至 500 mL。
- 6.3.2.8 标准品溶液（0.25 mg/mL）：称取 γ -氨基丁酸标准品约 25 mg 于 100 mL 容量瓶，加水定容至 100 mL。

6.3.3 仪器设备

- 6.3.3.1 高效液相色谱仪，附紫外检测器（UV）。
- 6.3.3.2 pH计：精度0.1。
- 6.3.3.3 超声波破碎仪，功率 ≥ 200 W。
- 6.3.3.4 恒温水浴锅。
- 6.3.3.5 分析天平：感量为 0.01 mg、0.01 g。
- 6.3.3.6 离心机。

6.3.4 分析步骤

6.3.4.1 液相色谱参考条件

色谱柱：3.9 $\times$ 150 mm，5 μ m或相当的C18柱。

检测波长：360 nm。

柱温：30℃。

流速：1.000 mL/min。

进样量：20 μ L。

梯度洗脱时间按表2的规定执行。

表 2 梯度洗脱时间

序号	时间（min）	流动相A（%）	流动相B（%）
1	0	30	70
2	20	55	45
3	25	100	0
4	35.1	30	70
5	45	30	70

6.3.4.2 样品的测定

6.3.4.2.1 空白衍生

取5mL的纯净水于50mL容量瓶中，加入衍生缓冲溶液（6.3.2.5）5 mL，再加入衍生试剂溶液（6.3.2.6）5 mL，60℃水浴30分钟，冷却后加定容缓冲溶液（6.3.2.7）至刻度。

6.3.4.2.2 标准品衍生

吸取5mL标准品溶液至50 mL容量瓶中，加入衍生缓冲溶液（6.3.2.5）5 mL，再加入衍生试剂溶液（6.3.2.6）5 mL，60℃水浴30分钟，冷却后加定容缓冲溶液（6.3.2.7）至刻度。

6.3.4.2.3 样品处理及衍生

称取0.40 g或 γ -氨基丁酸含量相当于0.25 mg/mL的量，加水超声提取10 min，定容至100 mL，吸取5 mL超声处理样品至50 mL容量瓶中，加入衍生缓冲溶液（6.3.2.5）5 mL，衍生试剂溶液（6.3.2.6）5 mL，60℃水浴30分钟，冷却后加定容缓冲溶液（6.3.2.7）至刻度。

6.3.4.2.4 样品检测

分别精密量取上述空白样、标准品和供试液各20 μ L注入高效液相色谱仪，记录峰面积。标准工作溶液衍生色谱图参见附录A。

6.3.4.2.5 计算

样品中 γ -氨基丁酸的含量X以质量分数计，数值以百分数（%）表示，计算公式如下（1）。

$$X = \frac{A_s \times c \times V \times n}{A_{si} \times m \times 10^3} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

A_s ——试样溶液中 γ -氨基丁酸的峰面积；

A_{si} ——标准溶液中 γ -氨基丁酸的峰面积；

c ——标准溶液中 γ -氨基丁酸的质量浓度，mg/mL；

V ——试样提取溶液的体积，mL

m ——试样的质量，g；

n ——稀释倍数；

实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。

6.3.4.2.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对值不大于其算术平均值的10%。

6.4 水分

按GB/T 6435的规定执行。

6.5 总砷

按GB 13079的规定执行。

6.6 铅

按GB 13080的规定执行。

6.7 粒度

按GB/T 5917.1的规定执行。

7 检测规则

7.1 组批

以相同原料、相同生产工艺，经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5 t。

7.2 出厂检验

外观与性状、粒度、水分， γ -氨基丁酸含量。

7.3 型式检验

型式检验项目为本文件第4章规定的全部项目。在正常生产情况下，每半年至少进行1次型式检验。在下列情形之一时，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，可自同批次产品中重新加倍取样进行复检。复检结果即使有一项指标不符合本文件规定，则判定该产品不合格。

7.4.3 各项成分指标判定合格或验收的允许误差按 GB/T 18823 执行。

8 标签、包装、运输与贮存

8.1 标签

应符合GB 10648中的有关规定。

8.2 包装

包装材料应清洁卫生、无毒、无害，并能防污染、防潮湿、防泄露。

8.3 运输

运输工具应清洁卫生、防止污染、能防晒防雨防潮，不应与有毒有害的物品混装混运。

8.4 贮存

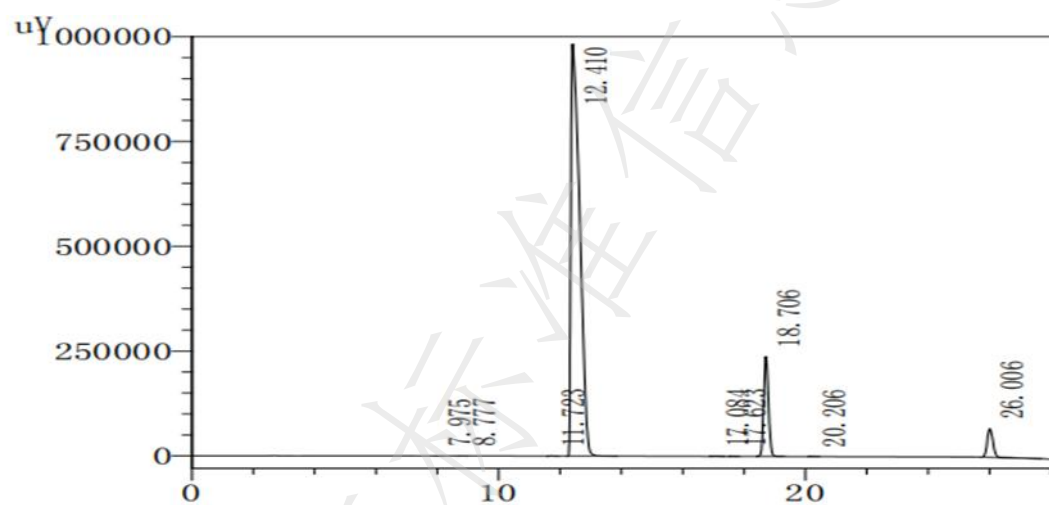
室温贮存，仓库应干燥、通风，有防虫、防鼠设施，不应与有毒有害的物品混贮。

8.5 保质期

在上述储运条件下，未开启包装的产品的保质期应与标签中标明的保质期一致。

附录 A

(资料性附录)

 γ -氨基丁酸标准工作溶液衍生色谱图 γ -氨基丁酸标准工作溶液衍生色谱图见图A.1图A.1 γ -氨基丁酸标准工作溶液 (0.25 mg/mL) 衍生色谱图