

附件 3

NYSL

新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1002—2022

饲料添加剂 三丁酸甘油酯

Feed Additive — Tributyrin

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由武汉泛华生物技术有限公司、湖北浩华生物技术有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：侯永清、胡群兵、杨玲、李宝成。

饲料添加剂 三丁酸甘油酯

1 范围

本文件给出了三丁酸甘油酯的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂三丁酸甘油酯的技术要求、检验规则及标签、包装、贮存、运输和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以丁酸和甘油为原料，经酯化反应和纯化精制制得的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 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 26626 动植物油酯 水分含量测定 卡尔费休法（无吡啶）

《中华人民共和国兽药典》（2020 年版）

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：三丁酸甘油酯，CAS 号：60-01-5

分子式： $C_{15}H_{26}O_6$

相对分子质量：302.36（按 2016 年国际相对原子质量）

结构式：三丁酸甘油酯结构式见图 1。

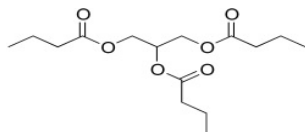


图 1 三丁酸甘油酯结构式

5 技术要求

5.1 外观与性状

无色至微黄色油状液体，有特殊脂肪香味，易溶于乙醇、氯仿和乙醚，极难溶于水。

5.2 技术指标

应符合表 1 的规定。

表1 技术指标

项目	指标
三丁酸甘油酯（以 $C_{15}H_{26}O_6$ 计） / %	≥ 95.0
单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和（以 $C_7H_{14}O_4$ 与 $C_{11}H_{20}O_5$ 之和计） / %	≤ 4.0
丁酸 / %	≤ 0.5
水分 / %	≤ 0.5
总砷（以 As 计） / (mg/kg)	≤ 3.0
铅（Pb） / (mg/kg)	≤ 2.0

6 取样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

7 试验方法

除非另有规定，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，其他分析用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水。

7.1 感官检验

取适量的试样放置于清洁、干燥的玻璃平皿或烧杯内，于自然光下、通风良好、无异味的环境中，观察其色泽和形态，并嗅其气味。

7.2 鉴别试验

7.2.1 试剂或材料

7.2.1.1 乙腈：色谱纯。

7.2.1.2 三丁酸甘油酯标准品：CAS 号为 60-01-5，纯度 $\geq 98.0\%$ 。

7.2.2 仪器设备

7.2.2.1 傅里叶变换红外光谱仪。

7.2.2.2 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

7.2.2.3 分析天平：感量 0.000 1 g。

7.2.3 鉴别

7.2.3.1 红外分光光度法

按照《中华人民共和国兽药典》（2020 年版一部附录）规定，采用 KBr 液膜法，用傅里叶变换红外光谱仪在 $4\,000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内录制光谱图。三丁酸甘油酯标准溶液红外光谱图见附录 A。

7.2.3.2 液相色谱法

按 7.3 进行检测，试样溶液中三丁酸甘油酯的保留时间与标准工作溶液中三丁酸甘油酯的保留时间一致，其相对偏差应在 $\pm 2.5\%$ 之内。在重复性条件下，两次独立测定的保留时间绝对误差不大于 0.02 min。三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图见附录 B。

7.3 三丁酸甘油酯

7.3.1 原理

试样用流动相溶解，用液相色谱仪分离，紫外检测器检测，外标法定量。

7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 乙腈：色谱纯。

7.3.2.2 流动相：乙腈+水=80+20。

7.3.2.3 标准储备溶液：准确称取三丁酸甘油酯标准品（CAS 号为 60-01-5，纯度 $\geq 98.0\%$ ）0.25 g（精确到 0.000 1 g）置于 25 mL 容量瓶中，加流动相（7.3.2.2）约 20 mL，置超声波清洗器中超声 20 min，冷却至室温后用流动相（7.3.2.2）稀释至刻度，充分摇匀。该标准储备溶液浓度为 10.0 mg/mL。于 2℃~8℃保存，有效期为 1 个月。

7.3.2.4 标准溶液：准确移取 1 mL 标准储备溶液（7.3.2.3）置于 10 mL 容量瓶中，用流动相（7.3.2.2）定容至刻度。该标准中间溶液浓度为 1.0 mg/mL，临用现配。

7.3.2.5 标准系列溶液：分别取三丁酸甘油酯标准溶液（7.3.2.4），用流动相（7.3.2.2）稀释为三丁酸甘油酯浓度为 0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.4 mg/mL、0.6 mg/mL、0.8 mg/mL、1.0 mg/mL 的标准系列溶液。临用现配。上机前过 0.22 μm 滤膜。

7.3.2.6 微孔滤膜：孔径 0.22 μm ，有机系。

7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

7.3.3.2 电子分析天平：感量为 0.000 1 g。

7.3.3.3 超声波清洗器。

7.3.4 试验步骤

7.3.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 0.2 g（精确到 0.000 1 g），置于 25 mL 容量瓶中，加入流动相（7.3.2.2）约 20 mL，超声波振动 20 min 使试样溶解，冷却至室温后用流动相（7.3.2.2）溶液定容至刻度，摇匀，静置，即为试样溶液。取 5 mL 试样溶液置于 50 mL 容量瓶中，用流动相（7.3.2.2）定容到刻度，过 0.22 μm 滤膜后，上机测定。

7.3.4.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒度 5 μm ，或者性能相当者。

b) 流动相：7.3.2.2。

c) 检测波长：210 nm。

d) 流速：1.0 mL/min。

e) 进样量：20 μL 。

f) 柱温：30℃。

7.3.4.3 测定

在仪器的最佳条件下，取标准系列溶液（7.3.2.5）及试样溶液（7.3.4.1），分别上机测定。以三丁酸甘油酯标准系列溶液的浓度分别为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不低于 0.995。三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图见附录 B。

7.3.5 试验数据处理

试样中三丁酸甘油酯含量以质量分数 ω 计，数值以百分数（%）表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{C \times V \times n}{m \times 1000} \times 100. \dots \dots \dots (1)$$

式中：

C ——由标准工作曲线计算出的试样中三丁酸甘油酯的浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；

V ——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

n ——稀释倍数；

m ——试样质量，单位为克（g）；

1000 ——换算系数。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

7.3.6 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 2.0%。

7.4 丁酸

7.4.1 原理

在气相色谱仪中注入待测试样，经毛细管柱分离，用氢火焰离子化检测器测定，面积归一法计算丁酸含量。

7.4.2 仪器设备

7.4.2.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

7.4.3 试验步骤

7.4.3.1 试样的制备

平行做两份试验。取一定量的试样，过 0.22 μm 滤膜后上机测定。

7.4.3.2 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：HP-5 毛细管柱，柱长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm，或性能相当者。

b) 载气：氮气，1.5 mL/min。

c) 燃烧气：氢气，30 mL/min。

d) 助燃气：空气，300 mL/min。

e) 进样口温度：250 ℃。

f) 程序升温：50 ℃保持 1 min，以 20 ℃/min 的速率升至 120 ℃，保持 1 min，然后以 7 ℃/min 的速率升温至 250 ℃，保持 4 min。

g) 检测器温度：280 ℃。

h) 分流比：30:1。

i) 进样量：0.2 μL。

7.4.3.3 测定

在仪器的最佳条件下，注入试样溶液。

7.4.4 试验数据处理

试样中丁酸的含量以质量分数 ω_1 计，数值以百分数（%）表示，按式（2）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100. \dots \dots \dots (2)$$

式中：

A_1 ——丁酸峰面积；

$\sum A_i$ ——各组分峰面积之和。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

7.4.5 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%。

7.5 单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和

7.5.1 原理

丁酸和甘油酯化合成三丁酸甘油酯的过程中会伴随生成单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯，总量减去其他成分含量即为单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和。

7.5.2 试验数据处理

试样中单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和以质量分数 ω_3 计，数值以百分数（%）表示，按式（3）计算：

$$\omega_3 = 100\% - \omega - \omega_1 - \omega_2 \dots \dots \dots (3)$$

式中：

ω ——试样中三丁酸甘油酯含量（按 7.3 方法执行）；

ω_1 ——试样中丁酸含量（按 7.4 方法执行）；

ω_2 ——试样中水分含量（按 7.6 方法执行）。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

7.6 水分

按 GB/T 26626 规定执行。

7.7 总砷（以 As 计）

按 GB/T 13079 规定执行。

7.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同原料、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 1 批，每批产品不得超过 60 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为：外观和性状、三丁酸甘油酯含量、水分。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录 C）方可出厂。

8.3 型式检验

型式检验的项目为第 5 章规定的所有项目，在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验。有下列情况之一时，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) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

NYSL—1002—2022

8.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本部分规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复验。复验结果中有一项指标不符合本文本规定，即判定该批产品不合格。

8.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

9 标签、包装、运输、贮存与保质期

9.1 标签

按 GB 10648 规定执行，产品标签样式见附录 D。

9.2 包装

本品采用高密度聚乙烯包装桶。

9.3 运输

运输过程中应防潮、防晒、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

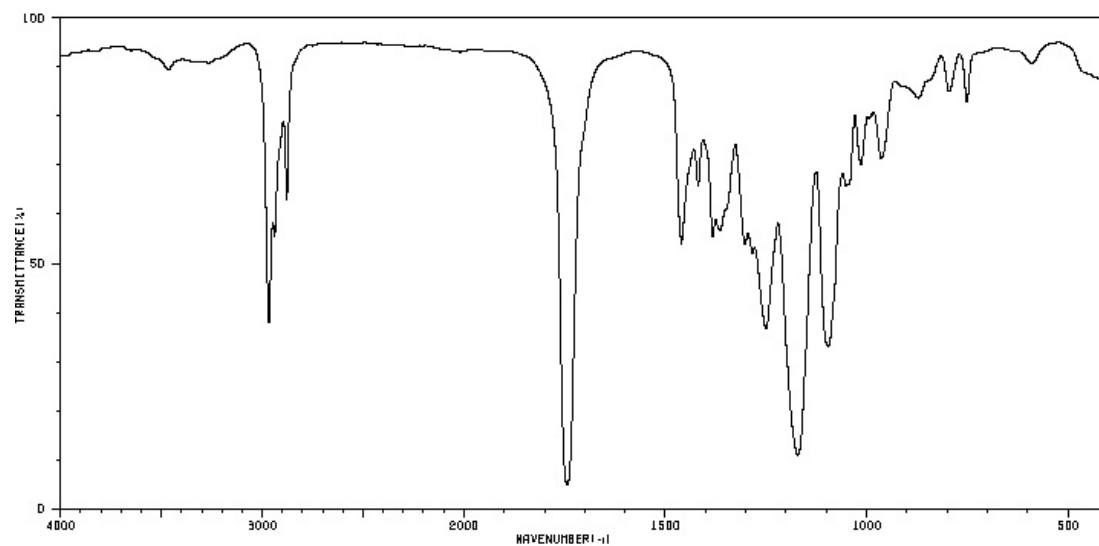
应贮存在干燥、无污染的库房内，防止日晒、雨淋。不得与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起的保质期为 12 个月。

附录 A
(资料性)
三丁酸甘油酯标准品红外光谱图

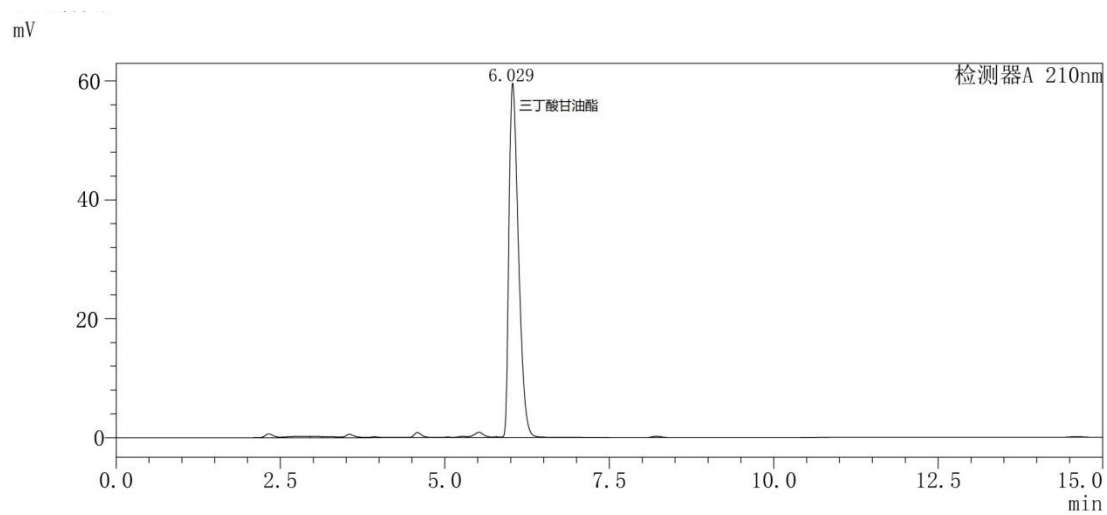
三丁酸甘油酯标准品红外光谱图见图 A. 1。



图A. 1 三丁酸甘油酯标准品红外光谱图

附 录 B
(资料性)
三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图

三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图见图 B. 1。



图B. 1 三丁酸甘油酯标准溶液（浓度 1.0 mg/mL）液相色谱图

附 录 C
(规范性)
产品使用说明书

【新产品证书号】
【生产许可证号】
【产品批准文号】
【执行标准】

饲料添加剂 三丁酸甘油酯
使用说明书

【产品名称】三丁酸甘油酯
【英文名称】Tributylin
【有效成分】三丁酸甘油酯($C_{15}H_{26}O_6$)
【性 状】无色至微黄色油状液体
【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
三丁酸甘油酯（以 $C_{15}H_{26}O_6$ 计） / %	≥ 95.0
单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和（以 $C_7H_{14}O_4$ 与 $C_{11}H_{20}O_5$ 之和计） / %	≤ 4.0
丁酸 / %	≤ 0.5
水分 / %	≤ 0.5
总砷（以 As 计） / (mg/kg)	≤ 3.0
铅（Pb） / (mg/kg)	≤ 2.0

【作用功效】改善肠黏膜形态，促进肠道健康。
【适用范围】肉仔鸡。
【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 500~2 000 mg/kg。
【净含量】
【保质期】12 个月。
【贮 运】应贮存在干燥、无污染的库房内，防止日晒、雨淋；不得与有毒有害物质混贮。运输过程中应防潮、防晒、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。
【生产企业】

地址
电话
网址

邮编
传真
邮箱

附 录 D
(规范性)
产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂
三丁酸甘油酯
Tributyrin

【产品名称】三丁酸甘油酯

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
三丁酸甘油酯（以 $C_{15}H_{26}O_6$ 计）/ %	≥ 95.0
单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和（以 $C_7H_{14}O_4$ 与 $C_{11}H_{20}O_5$ 之和计）/ %	≤ 4.0
丁酸 / %	≤ 0.5
水分 / %	≤ 0.5
总砷（以 As 计）/ (mg/kg)	≤ 3.0
铅（Pb）/ (mg/kg)	≤ 2.0

【原料组成】三丁酸甘油酯 ($C_{15}H_{26}O_6$)。

【作用功效】改善肠黏膜形态，促进肠道健康。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 500~2 000 mg/kg（以干物质含量为 88%的配合饲料为基础）

【净含量】

【保质期】12 个月。

【贮 运】应贮存在干燥、无污染的库房内，防止日晒、雨淋；不得与有毒有害物质混贮。运输过程中应防潮、防晒、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】