

团 体 标 准

T/TCVMA xxx-xxxx

饲料添加剂 胍基乙酸

Guanidinoacetic acid feed additive

xxxx-xx-xx 发布

xxxx-xx-xx 实施

中关村中兽医药产业技术创新战略联盟 发布

目 次

前 言	错误! 未定义书签。
引 言	错误! 未定义书签。
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	2
4.1 技术指标	2
4.2 净含量	2
5 试验方法	2
5.1 一般规定	2
5.2 外观与性状检验	2
5.3 鉴别试验	2
5.4 胍基乙酸含量的测定	3
5.5 单氰胺、双氰胺和甘氨酸含量的测定	6
5.6 三聚氰胺含量的测定	9
5.7 水分含量的测定	9
5.8 烧灼残渣含量的测定	9
5.9 总砷含量的测定	9
5.10 铅含量的测定	9
5.11 汞含量的测定	10
5.12 镉含量的测定	10
5.13 二噁英含量的测定	10
5.14 总三嗪含量的测定	10
5.15 粒度分布的测定	10
5.16 容重的测定	10
5.17 休止角的测定	10
5.18 净含量	10
6 检验规则	10
6.1 组批	10
6.2 采样	10
6.3 出厂检验	10
6.4 型式检验	10
6.5 判断规则	11
7 标签、包装、运输、贮存和保质期	11
7.1 标签	11
7.2 包装	11
7.3 运输	11
7.4 贮存	11

7.5 保质期..... 11

饲料添加剂 胍基乙酸

1 范围

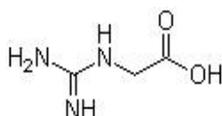
本文件规定了饲料添加剂胍基乙酸的技术要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期的要求。

本文件适用于本企业生产、销售的饲料添加剂胍基乙酸（粒状）。

分子式： $C_3H_7N_3O_2$

相对分子质量：117.11（按 2018 年国际相对原子质量）

结构式：



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 5498 粮油检验 容重测定
- 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 6438 饲料中粗灰分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 11986 表面活性剂 粉体和颗粒休止角的测量
- 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
- GB/T 22288 植物源产品中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸的测定 气相色谱-质谱法
- GB/T 28643 饲料中二噁英及二噁英类多氯联苯的测定 同位素稀释-高分辨气相色谱/高分辨质谱法
- JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则
- 国家质量监督检验检疫总局令第75号令《定量包装商品计量监督管理办法》（2023-03-16）
- NY/T 1372 饲料中三聚氰胺的测定

3 术语和定义

文本没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 技术指标

技术指标应符合表 1 的要求。

表 1 饲料添加剂胍基乙酸（粒状）技术指标

项 目	指 标		
	胍基乙酸		
胍基乙酸 (C ₃ H ₇ N ₃ O ₂ , 以干基计) /%	≥	96.0	98.0
外观与性状		白色颗粒	白色颗粒
粒度分布 (100μm~1000 μm) /%	≥	90%在 100μm-1000μm 孔径 筛网范围内	90%在 100μm-1000μm 孔径 筛网范围内
容重/ (kg/m ³)		550 ± 10%	550 ± 10%
休止角/ (°)		28 ± 15%	28 ± 15%
水分/%	≤	1.0	1.0
灼烧残渣/%	≤	0.5	0.5
单氰胺/%	≤	0.03	0.03
双氰胺/%	≤	0.5	0.5
甘氨酸/%	≤	1.0	1.0
三聚氰胺/(mg/kg)	≤	10	10
二噁英/(pg TEQ/kg)	≤	500	500
总三嗪/(mg/kg)	≤	35	35
铅/(mg/kg)	≤	5	5
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤	2	1
汞/(mg/kg)	≤	0.1	0.1
镉/(mg/kg)	≤	0.5	0.5

4.2 净含量

按国家质量监督检验检疫总局令第 75 号令《定量包装商品计量监督管理办法》执行。

5 试验方法

5.1 一般规定

除非另有规定，在分析中仅使用分析纯试剂。水应符合 GB/T 6682 三级水规定，色谱用水符合 GB/T 6682 一级水规定，溶液按照 GB/T 603 的规定制备。

5.2 外观与性状检验

取适量试样置于干净的白纸上，在自然光下观察其色泽和状态。

5.3 鉴别试验

5.3.1 试剂和材料

- a) 胍基乙酸标准品：纯度 $\geq 99\%$ 。
- b) 正丁醇。
- c) 乙酸。
- d) 0.5%茛三酮乙醇溶液：称取茛三酮 0.5 g 溶于 100 mL 95%的乙醇中。
- e) 层析展开剂：正丁醇:乙酸:水 = 4:1:5（体积比）。
- f) 0.1%胍基乙酸标准溶液：准确称取胍基乙酸标准品 0.1 g（干基，精确至 0.0001 g），溶解并定容至 100 mL。
- g) 0.1%胍基乙酸试样溶液：准确称取胍基乙酸试样 0.1 g（干基，精确至 0.0001 g），溶解并定容至 100 mL。

5.3.2 仪器

- a) 分析天平（感量 0.01 mg）。
- b) 恒温干燥箱：温度能控制在 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 层析缸。
- d) 薄层层析板。

5.3.3 薄层层析条件

- a) 固定相：硅胶 60 薄层层析板。
- b) 展开剂：正丁醇:乙酸:水 = 4:1:5（体积比）。
- c) 上样量：10 μL 。
- d) 展开方式：上行展开一次。
- e) 显色剂及显色方法：喷洒 0.5%茛三酮乙醇溶液， $110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 保持 5 min~10 min 至有蓝紫色斑点显示。

5.3.4 分析步骤

吸取胍基乙酸试样溶液 10 μL 在距离层析板下端 2 cm 的位置点样，同时在水平方向间距 2 cm 的位置点上标准溶液 10 μL 作为对照，用层析板展开剂展至约 10 cm，取出层析板，晾干，显色。

5.3.5 结果判定

试样溶液的显色斑点应与标准品的显色斑点的比移值一致。

5.4 胍基乙酸含量的测定

5.4.1 原理

试样中的胍基乙酸经超纯水超声提取，阳离子交换色谱柱分离，用超纯水与甲磺酸溶液配比做流动相进行洗脱，紫外检测器 200 nm 处检测，以外标法进行定量测定。

5.4.2 试剂和溶液

- 5.4.2.1 胍基乙酸标准品：分析纯，纯度 $\geq 99\%$ 。
- 5.4.2.2 甲磺酸：分析纯，纯度 $\geq 99\%$ 。
- 5.4.2.3 50 mmol/L 甲磺酸水溶液：准确称取甲磺酸 4.81 g，用超纯水定容至 1 L，摇匀，用 0.22 μm 滤膜过滤，备用。

5.4.2.4 胍基乙酸标准贮备溶液

准确称取 0.25 g (精确至 0.00001 g) 胍基乙酸标准品, 置于 250 mL 烧杯中, 加超纯水 100 mL 超声溶解, 将其定量地转移至 500 mL 容量瓶中, 用超纯水定容, 浓度为 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。4 $^{\circ}\text{C}$ 保存, 有效期 1 个月。

5.4.2.5 胍基乙酸标准工作溶液

分别精确移取 0.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、30.00 mL、40.00 mL、50.00 mL、60.00 mL 胍基乙酸标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度, 摇匀, 得到浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、150 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、250 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、300 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的胍基乙酸标准工作溶液。现用现配。

5.4.3 仪器和设备

- a) 分析天平 (感量分别为 0.0001 g、0.00001 g)。
- b) 恒温干燥箱: 温度能控制在 103 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$; 恒温水浴锅。
- c) 容量瓶 (100 mL、250 mL、500 mL)、烧杯 (250 mL)。
- d) 过滤器 (0.20 μm)。
- e) 超纯水仪。
- f) 高效液相色谱仪 (配备紫外吸收检测器)。

5.4.4 样品采集和制备

按照 GB/T 14699.1 的规定进行采样, 按照 GB/T 20195 制备试样, 混匀, 装入密闭容器中, 避光保存备用。

5.4.5 测定步骤

5.4.5.1 试样溶液的制备

试样在 103 $^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重, 称取干燥试样 50 mg (精确至 0.00001 g), 置于 250 mL 烧杯中, 加超纯水 100 mL 超声溶解, 将其定量地转移至 250 mL 容量瓶中, 用超纯水定容至刻度并摇匀, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 待上机测定。

5.4.5.2 色谱条件

色谱柱: Dionex IonPacTM CS16 阳离子交换柱 (5 mm \times 250 mm), 或性能相当色谱柱。

流动相: A 相: 超纯水; B 相: 50 mmol/L 甲磺酸溶液。

流速: 1.0 mL/min。

柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$ 。

进样量: 10 μL 。

检测波长: 200 nm。

梯度洗脱程序见表 5。

表2 梯度洗脱程序

时间/min	A 相/%	B 相/%
2	76	24
14	30	70
16	0	100
23	0	100
24	76	24
35	76	24

5.4.5.3 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数和灵敏度，色谱峰符合要求。用两次以上相应标准工作液对系统进行校正，向色谱柱注入相应的胍基乙酸标准工作溶液和试样溶液得到色谱峰面积响应值，用外标法定量测定。

5.4.6 试验数据处理

胍基乙酸的含量 X 以质量分数计（%），按式（1）或标准曲线计算。

$$X = \frac{A_i \times C_s \times V \times V_s \times n}{A_s \times V_i \times m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——试样溶液峰面积值；

C_s ——标准工作溶液的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

V ——提取液的总体积，单位为毫升（ mL ）；

V_s ——标准工作溶液进样量，单位为微升（ μL ）；

n ——稀释倍数；

A_s ——标准工作溶液峰面积值；

V_i ——试样溶液进样量，单位为微升（ μL ）；

m ——试样质量，单位为克（ g ）。

平行测定结果用算术平均值表示，保留至小数点后一位。

5.4.7 精密度

同一分析者对同一试样同时进行平行测定的结果相差不大于 0.5%。

5.4.8 色谱图

100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 胍基乙酸标准溶液色谱图见图 1。

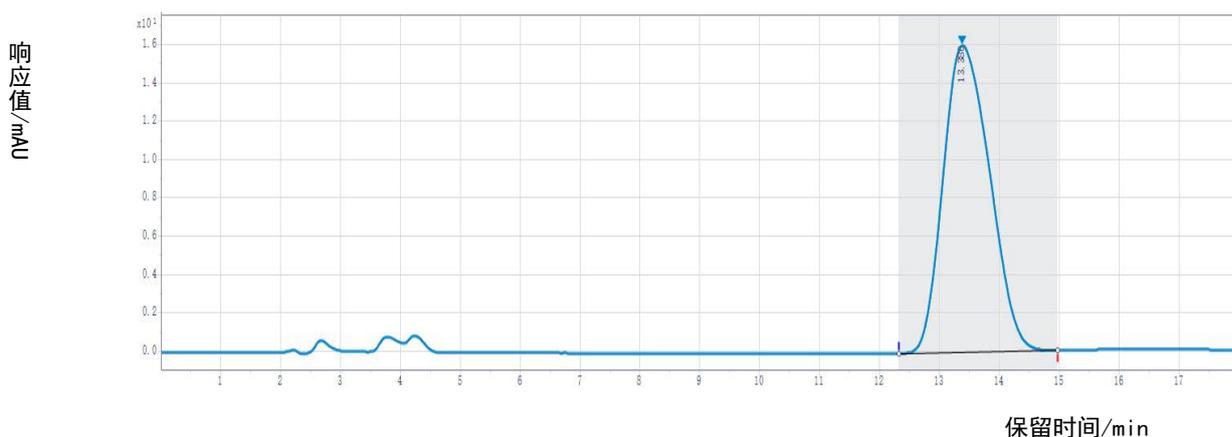


图1 100 µg/mL胍基乙酸标准溶液色谱图

5.5 单氰胺、双氰胺和甘氨酸含量的测定

5.5.1 试剂和溶液

5.5.1.1 单氰胺标准品、双氰胺标准品和甘氨酸标准品：纯度 $\geq 99\%$ 。

5.5.1.2 甲磺酸：分析纯，纯度 $\geq 99\%$ 。

5.5.1.3 标准溶液

5.5.1.3.1 标准贮备溶液

准确称取 0.1 g（精确至 0.00001 g）单氰胺标准品，置于 50 mL 烧杯中，加超纯水 30 mL 超声溶解，将其定量地转移至 100 mL 容量瓶中，用超纯水定容，浓度为 1000 µg/mL。4℃ 保存，有效期 1 个月。同样方法配置双氰胺和甘氨酸标准贮备溶液。

5.5.1.3.2 标准工作溶液

分别精确移取 0.00 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、8.00 mL 单氰胺标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中，用蒸馏水定容至刻度，摇匀，得到浓度分别为 0 µg/mL、2.5 µg/mL、5 µg/mL、10 µg/mL、20 µg/mL、40 µg/mL、80 µg/mL 的单氰胺标准工作溶液。同样方法配置双氰胺标准工作溶液。分别精确移取 0.00 mL、5.00 mL、10.00 mL、20.00 mL、40.00 mL、80.00 mL、100.00 mL 甘氨酸标准贮备溶液置于 100 mL 容量瓶中，用蒸馏水定容至刻度，摇匀，得到浓度分别为 0 µg/mL、50 µg/mL、100 µg/mL、200 µg/mL、400 µg/mL、800 µg/mL、1000 µg/mL 甘氨酸标准工作溶液。现用现配。

5.5.2 仪器

- a) 分析天平（感量分别为 0.0001 g、0.00001 g）。
- b) 带盖子离心管（50 mL）、容量瓶（100 mL）、烧杯（50 mL）。
- c) 恒温水浴锅。
- d) 过滤器（0.20 µm）。
- e) 超纯水仪。

- f) 高效液相色谱仪（配备紫外吸收检测器）。
- g) 离心机。
- h) 超声波振荡器。

5.5.3 试样溶液的制备

准确称取 1.5 g（精确至 0.0001 g）试样于离心管中，加 30 mL 超纯水，将试样溶液摇匀后放入超声波振荡器超声 30min，重复此过程 3 次~4 次，经 0.22 μm 滤膜过滤后上机测定。

5.5.4 分析步骤

5.5.4.1 色谱条件

色谱柱：Dionex IonPac™ CS16 阳离子交换柱（5 mm×250 mm），或性能相当者。

流动相：A 相：超纯水；B 相：50 mmol/L 甲磺酸溶液。

流速：0.8 mL/min。

柱温：35 °C。

检测波长：200 nm。

进样量：10 μL。

梯度洗脱程序见表 6。

表3 梯度洗脱程序

时间/min	A 相/%	B 相/%
1	76	24
11	30	70
16	0	100
23	0	100
24	76	24
35	76	24

5.5.4.2 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数和灵敏度，色谱峰符合要求。向色谱柱注入相应的单氰胺、双氰胺和甘氨酸标准工作液和试样溶液得到色谱峰面积响应值，用外标法定量测定。

5.5.5 试验数据处理

试样中单氰胺、双氰胺和甘氨酸含量 X 以质量分数计（%），按式（2）或标准曲线计算。

$$X = \frac{A_i \times C_s \times V \times V_s \times n}{A_s \times V_i \times m \times 10^6} \times 100\% \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A_i ——试样溶液峰面积值；

C_s ——标准工作溶液的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——提取液的总体积，单位为毫升（mL）；

V_s ——标准工作溶液进样量，单位为微升（μL）；

n — 稀释倍数；

A_s — 标准工作溶液峰面积值；

V_i — 试样溶液进样量，单位为微升（ μL ）；

m — 试样质量，单位为克（g）。

平行测定结果用算术平均值表示，保留至小数点后两位（单氰胺含量保留两位有效数字）。

5.5.6 精密度

同一分析者对同一试样同时进行平行测定的相对偏差见表7。

表4 相对偏差

项目	单氰胺		双氰胺		甘氨酸	
	含量/%	0.0050~0.03	>0.03	0.03~0.2	>0.2	0.1~1.0
相对偏差/%	±20.0	±15.0	±15.0	±10.0	±15.0	±10.0

5.5.7 色谱图

5.5.7.1 单氰胺色谱图

80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 单氰胺标准溶液色谱图见图 2。

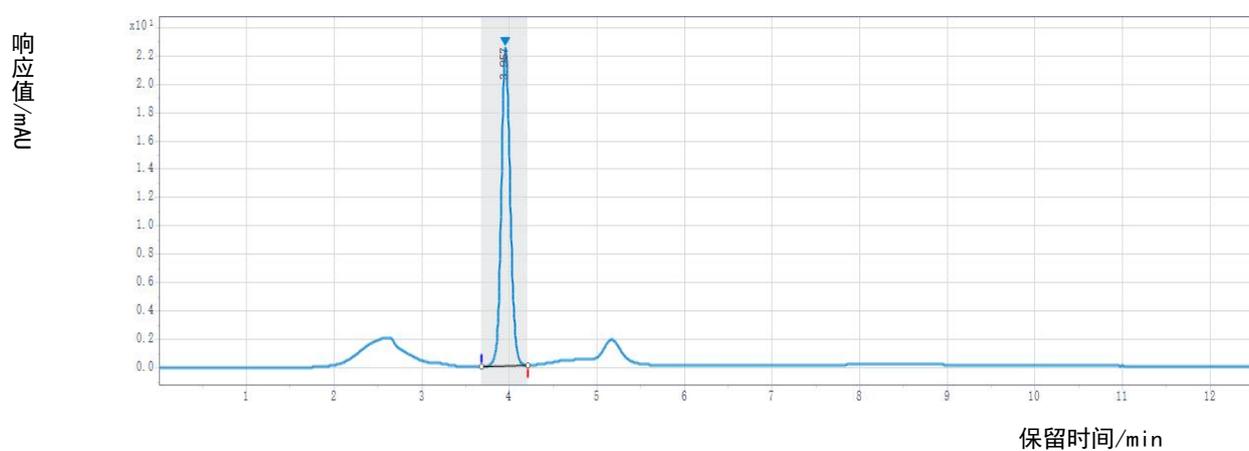


图2 80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 单氰胺标准溶液色谱图

5.5.7.2 双氰胺色谱图

80 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 双氰胺标准溶液色谱图见图 3。

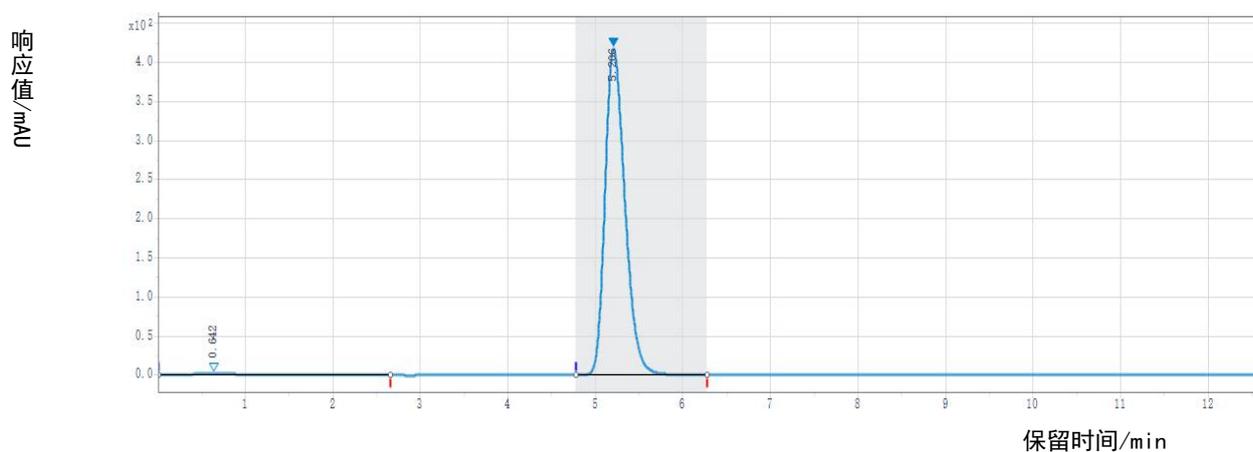


图3 80 µg/mL双氰胺标准溶液色谱图

5.5.7.3 甘氨酸色谱图

1000 µg/mL 甘氨酸标准溶液色谱图见图 4。

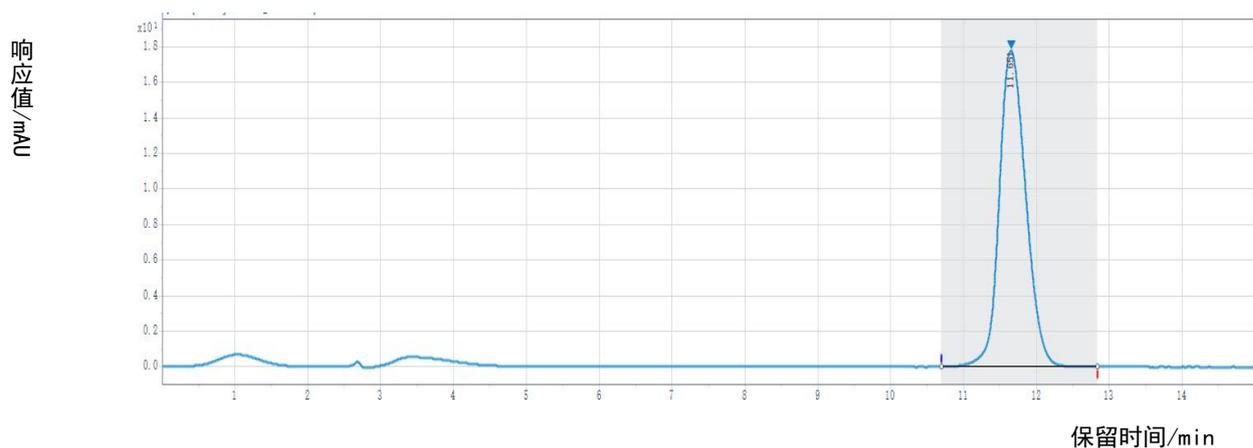


图4 1000 µg/mL甘氨酸标准溶液色谱图

5.6 三聚氰胺含量的测定

按NY/T 1372规定执行。

5.7 水分含量的测定

按GB/T 6435规定执行。

5.8 烧灼残渣含量的测定

按GB/T 6438规定执行。

5.9 总砷含量的测定

按GB/T 13079规定执行。

5.10 铅含量的测定

按GB/T 13080规定执行。

5.11 汞含量的测定

按GB/T 13081规定执行。

5.12 镉含量的测定

按GB/T 13082规定执行。

5.13 二噁英含量的测定

按GB/T 28643规定执行。

5.14 总三嗪含量的测定

按GB/T 22288规定执行。

5.15 粒度分布的测定

按GB/T 5917.1规定执行。

5.16 容重的测定

按GB/T 5498规定执行。

5.17 休止角的测定

按GB/T 11986规定执行。

5.18 净含量

按JJF1070规定执行。

6 检验规则

6.1 组批

以相同原料、相同工艺、同一班组连续生产的产品为一批。

6.2 采样

按GB/T 14699.1规定执行。

6.3 出厂检验

6.3.1 胍基乙酸（粒状）出厂检验项目：外观与性状、水分、灼烧残渣、胍基乙酸和三聚氰胺含量。

6.4 型式检验

型式检验项目为第3章3.2规定的全部项目。在正常情况下，每年进行一次型式检验。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) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

6.5 判断规则

6.5.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

6.5.2 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一倍取样进行复检。复验结果中有一项不符合本文件规定，即判定该批产品不合格。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

按 GB 10648 规定执行。

7.2 包装

本产品装入适当的包装袋内，包装应符合运输和贮存的规定。

7.3 运输

在运输过程中应防潮、防日晒、防高温、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。

7.4 贮存

产品应贮存于通风、干燥、避光、无污染的库房。

7.5 保质期

在规定的运输、贮存条件下，自生产之日起保质期为 24 个月，开封后宜尽快使用。

