

# “饲料原料 大蒜粉” 编制说明

## 一、任务来源及工作简况

### 1 任务来源

饲料原料 大蒜粉标准的制定是大蒜农业现代化的需要，保健食品原料的需要，药物饲料添加剂替代的最佳来源，有国内外几千篇文献的数据支持，药食两用食用历史保障其安全性和有效性。任务来源于自选。

### 2 制定本标准的必要性

大蒜(*Allium sativum* L.)是历史悠久的药食两用植物，《新修本草》等经典著作记载了大蒜能抗菌消炎，可用于深部真菌和细菌感染，近代研究显示可防治急慢性菌痢和肠炎、百日咳、肺部和消化道的真菌感染、白色念珠菌菌血症、隐球菌性脑膜炎、肺结核等，特别是耐药菌的感染。除此之外，在心脑血管、抗肿瘤方面也有治疗作用。大蒜在疾病预防方面，主要通过提高免疫力、抗氧化、抗炎的作用而发挥机体对抗疾病，尤其是对免疫系统的作用。目前国内外很多学者在机制对这些作用进行了确认。

目前科学研究已明确大蒜活性成分为大蒜辣素(Allicin，二烯丙基二硫醚，CAS:539-86-6)，新鲜无损大蒜中只有大蒜辣素的前体物质-蒜氨酸(Alliin，CAS:556-27-24)和蒜酶，当大蒜细胞被破坏，液泡中的蒜酶裂解细胞质中蒜氨酸产生大蒜辣素，但大蒜辣素极不稳定，进一步降解成多种含硫化合物。因此，目前国内外大蒜药品或膳食补充剂产品，一类是以冻干蒜粉为原料的粗制剂，保留了鲜蒜所有成分，在体内释放大蒜辣素，但受制于原料中蒜氨酸含量，能够产生的大蒜辣素有限，美、英、欧盟等多国药典，以蒜氨酸及大蒜辣素为大蒜及制剂质量控制标准；另一类是以大蒜辣素降解产物大蒜素(Allitride，二烯丙基三硫醚，CAS:2050-87-5)为主要原料，由于大蒜素可人工合成，鱼龙混杂，导致产品质量差异较大。

本品为百合科植物大蒜 *Allium Sativum* L. 的鳞茎，经分瓣、脱皮、挑选、清洗、吹干或不吹干、臭氧或 75%乙醇灭菌、切片、冷冻干燥或不超过 65℃干燥、粉碎、过筛后制成大蒜粉。

饲料原料 大蒜粉在饲料行业已被广泛使用。然而国内尚无饲料原料 大蒜粉

国家标准或行业标准，生产企业和检测机构缺少统一的检测依据及产品判定标准，不利于产业的健康发展。因此，本标准的建立，以填补饲料原料 大蒜粉产品标准的空白，为开展饲料原料 大蒜分的监督监测、解决质量争议提供法律意义上的技术支撑。

### 3 主要工作过程

2019年11月20日，成立起草小组。

2020年1月-3月，起草小组分工合作，开始查阅资料。

2020年4月购置试剂及标准物质。

2020年5月研究并确定样品前处理方法、气相色谱条件。

2020年6月-7月，编写标准草案。

2020年8月召集生产企业召开研讨会，讨论标准草案，确定技术指标并收集不同企业的样品。

2020年8月至9月，进行灵敏度、精密度试验、重现性等试验。编写标准编制说明、修改标准草案，形成《征求意见稿》。5月底召集生产企业及使用企业召开研讨会，讨论标准征求意见稿。

2020年6月标准的《征求意见稿》广泛征求意见，形成《预审稿》。

2020年7月2日预审并形成《送审稿》。

2020年8月27日，组织召开了由7位代表组成的审查组，对标准送审稿的审查会。

2020年9月，按照终审会的意见和建议，对《送审稿》进行了修改完善，形成《报批稿》。

### 4 主要参加单位、成员及各自所做的工作

主要参加单位为河南爱诺营养技术有限公司、河南牧业经济学院、河南省兽药饲料监察所、河南蒜宝生物科技有限公司、南京农业大学、新疆医科大学、福建圣维生物科技有限公司。

河南牧业经济学院主要负责文献的查询及标准文本和编制说明的编写，南京农业大学、新疆医科大学主要负责试剂、标准物质的购置及试验研究，河南爱诺营养技术有限公司主要负责研讨会的组织等工作。

### 5 预期达到的社会效益

#### 5.1 有力保障饲料质量安全

饲料原料 大蒜粉产品是以大蒜为原料，经干燥、粉碎而成。饲料原料 大蒜粉产品技术指标中的铅、砷、镉、六六六等指标需要严格控制，一旦超标，则会延伸影响饲料产品质量，降低饲料产品品质，进而影响动物健康，并威胁到食品质量，进入食物链后，直接威胁到人身安全。

#### 5.2 进一步规范企业生产行为，以加强饲料市场监管

饲料原料 大蒜粉目前尚没有相关标准，正是由于尚无标准可依，存在以下乱象：一是饲料原料 大蒜粉产品的活性成分含量高低不一、限量指标控制有好有差、价格悬殊；二是饲料添饲料原料 大蒜粉的质量参差不齐、竞争无序；三是饲料监管部门监管无据可依，对不合格的产品进行监管。

### 5.3 为执法提供有力依据，严控农产品投入品品质

根据《饲料及饲料添加剂管理条例》及其相关法律法规的规定，一是饲料生产企业作为第一责任方，必须生产合格安全的饲料产品；二是出厂产品必须检验合格；三是使用企业必须对产品质量进行检验查验，产品合格方可使用；四是县级以上饲料管理部门负责监督饲料产品的生产、经营和使用环节，对生产、经营和使用不合格产品的企业采取相应措施。

## 二、标准编制的原则

### 1 执行标准

本标准的结构、技术要素及表述方法是按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》、GB/T 20001.4-2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》规定的要求进行编写。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误；文字表达准确、简明、易懂；标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑与规定。

### 2 标准化

使得本产品的各项技术指标有了统一的标准。

### 3 适用性原则

标准制定过程中广泛征求生产单位和使用单位的意见，使本标准便于实施。

### 4 通用性原则

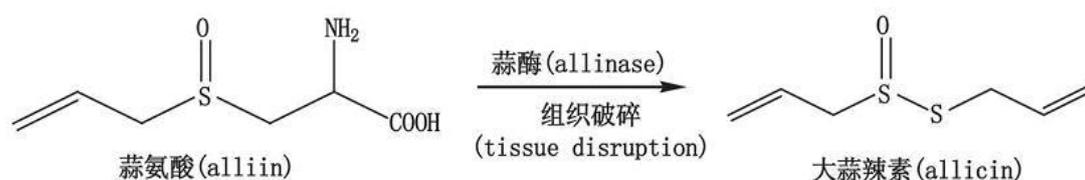
本标准制定过程中收集不同企业的产品进行检测并归纳总结出本产品通用指标的检测方法和标准值

## 三、大蒜粉的活性成分及作用机理

### 1 大蒜粉的活性成分

大蒜粉的活性成分主要是大蒜辣素，其化学名为二烯丙基硫代亚磺酸酯 (allyl 2-propenethiosulfinate, Diallyl thiosulfinate), CAS:539-86-6。只有当新鲜大蒜研碎时方可产生，化学性质不稳定，室温下的半衰期为 3 天，在

特定条件下可降解产生一些列含硫化合物。大蒜水蒸气蒸馏的大蒜油中也不含该物质。但大蒜辣素是目前国际公认的直接产生于大蒜的含硫化合物，具有很好的生物活性。英国 Peter 称之为一切活性含硫化合物的“母体化合物”（mother compound）。大蒜辣素性质不稳定，可进一步分解生成较稳定的二烯丙基二硫化物(DADS)、二烯丙基三硫醚（DATS，即大蒜素）等。



## 2 大蒜粉的作用机理

2.1 大蒜粉具有广谱高效的消炎杀菌功能，主动调节免疫系统，可以起到预防疾病，防止伤口感染，治疗疾病和驱虫的作用。

2.2 有优良的矫味功能，安全高效的诱食剂。

2.3 较强的防霉抗氧化作用，饲料营养成分的保护剂。

2.4 还有良好的解毒功能，能抑制霉菌毒性，消除重金属离子。

2.5 可调节机体新陈代谢功能，有效抑制大肠杆菌，沙门氏菌等有害菌的生长、繁殖。对呼吸道、消化道疾病及其并发症，疗效显著，有清热解毒、活血化瘀的功能。

2.6 无毒、无副作用，无药物残留、无耐药性：大蒜粉含有天然杀菌成分，在动物体内以原型代谢，区别于其它抗菌素的特点是无毒、无副作用、无药物残留、无耐药性，可连续使用，具有抗病毒、提高种蛋受精率等独特功效。

## 四. 主要技术指标的确立

本标准技术指标主要参考了我国国家标准 GB 8861 《脱水大蒜》、美国药典大蒜油标准，以及饲料原料 大蒜粉企业标准、人用保健品大蒜油胶囊企业标准等，另外在卫生指标的设定上也参考了中国饲料卫生标准 GB 13078 及其它饲料原料的国家标准和行业标准，最终确立感官、粒度、水分、大蒜辣素、粗灰分、酸不溶灰分、总砷、铅、镉、六六六、滴滴涕、多氯联苯、六氯苯（HCB）、黄曲霉毒素 B1、霉菌总数、沙门氏菌（25g 中）等共 13 项理化指标及卫生指标。

#### 4.1. 感官

检验方法：将本品置于白色托盘内，在自然光下观察其色泽、外观，嗅其气味。  
结果见表 1。

表 1 供试品感官检验结果

序号	供试品批号	色泽、外观	气味
1	Y201811004	类白色粉末	微带蒜特有气味
2	Y201811005	类白色粉末	微带蒜特有气味
3	Y201811006	类白色粉末	微带蒜特有气味
4	20200311-1	类白色粉末	微带蒜特有气味
5	20200311-2	类白色粉末	微带蒜特有气味
6	20200311-3	淡黄色粉末	微带蒜特有气味
7	20200311-4	类白色粉末	微带蒜特有气味
8	20200311-5	类白色粉末	微带蒜特有气味
9	20200311-6	类白色粉末	微带蒜特有气味
10	20200311-7	淡黄色粉末	微带蒜特有气味
11	20200311-8	类白色粉末	微带蒜特有气味
12	20200311-9	淡黄色粉末	微带蒜特有气味
13	20200311-10	类白色粉末	微带蒜特有气味
14	20200311-11	类白色粉末	微带蒜特有气味

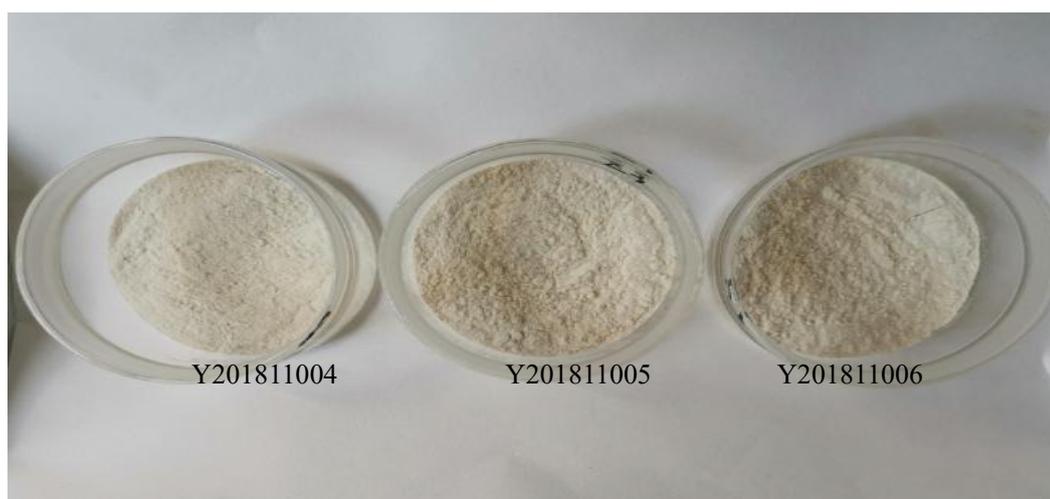


图 1 大蒜粉性状

结果：14 批供试品均为类白色或浅黄色粉末；微带蒜特有气味。

#### 4.2 水分

大蒜粉极具引湿性，若大蒜粉水分含量过高，不仅可引起结块、霉变还会使活性成分蒜酶活力、蒜氨酸及大蒜辣素含量发生显著变化，因此需严格控制大蒜粉水分。故按《美国药典》、《欧盟药典》干燥失重法和 GB/T 6435 饲料中水分的测定对大蒜粉含水量进行测定。《美国药典》、《欧盟药典》对大蒜粉水分限度有所要求，均为干燥失重不超过 7.0%，取 10 批大蒜粉进行水分测定，确定水分的限度值。

测定方法	干燥条件	干燥失重/水分	连续两次称量差异	RSD
美国药典	105°C干燥 2 小时	1.9%	-	7.2%
欧盟药典	105°C干燥 34 小时	4.5%	< 0.5 mg	4.6%
烘干法	105°C干燥 6 小时	3.0%	≅ 5 mg	1.7%

结果与结论：按《美国药典》方法测定，干燥时间较短，但测定结果之间相对偏差大，按《欧盟药典》方法测定，干燥时间较长且不易达到恒重要求，按《中国药典》方法测定，操作简便，成本低，方法重现性好。

#### 方法验证

取不同产地、或同一产地不同批号大蒜粉按 GB/T 6435 饲料中水分的测定测定水分，结果见表 2。

**表 2 大蒜粉水分测定结果 (n=3)**

批号	W <sub>1</sub> (g)	W <sub>2</sub> (g)	W <sub>3</sub> (g)	水分(%)	平均值(%)
	2.0076	73.1346	75.1036	1.9	
Y201811001	2.0046	78.3315	80.2986	1.9	1.8
	2.0079	77.1355	79.1094	1.7	
	2.0023	75.0832	77.0230	3.1	
Y201811004	2.0071	75.1039	77.0476	3.2	3.1
	2.0051	77.8214	79.7636	3.1	
	2.0021	78.0008	79.9361	3.3	
Y201811005	2.0003	74.6152	76.5543	3.1	3.2
	2.0053	73.1908	75.1342	3.1	
Y201811006	2.0103	77.4216	79.3696	3.1	3.0

	2.0115	74.8961	76.8471	3.0	
	2.0009	78.8495	80.7900	3.0	
	2.0115	77.8200	79.7811	2.5	
Y201901021	2.0072	76.1839	78.1466	2.2	2.3
	2.0004	80.2144	82.1688	2.3	
	2.0051	74.8196	76.7291	4.8	
Y201904003	2.0004	73.1853	75.0926	4.7	4.7
	1.9999	76.7321	78.6359	4.8	
	1.9983	74.0477	75.9998	2.3	
20190901	2.0102	76.9185	78.8826	2.3	2.3
	2.0081	76.8500	78.8145	2.2	
	2.0267	76.7604	78.7093	3.8	
20190905	2.0140	77.3842	79.3218	3.8	3.8
	2.0893	80.1671	82.1798	3.7	

结论：根据以上结果，暂定大蒜粉中含水量不得过 7.0%。

### 4.3 粗灰分

因大蒜原药材的采收、清洗加工过程可能带入泥沙等杂质，影响产品质量，故对其进行检查。取 10 批大蒜粉进行粗灰分测定，确定粗灰分的限度值。

按照 GB/T 6438 测定供试品中粗灰分的含量（%），结果见表 3。

表 3 大蒜粉总灰分测定结果（n=2）

批号	W <sub>1</sub> (g)	W <sub>2</sub> (g)	W <sub>3</sub> (g)	灰分(%)	平均值(%)
	4.0573	36.2184	36.3760	3.9%	
Y201811004	4.0117	35.4757	35.6309	3.9%	3.9
	4.0338	39.0225	39.1777	3.8%	
	4.1341	37.7184	37.8789	3.9%	
Y201811005	3.9436	35.8867	36.0410	3.9%	3.9
	4.0444	36.8413	36.9987	3.9%	
	4.0011	36.0666	36.2255	4.0%	
Y201811006	3.9949	34.6287	34.7879	4.0%	4.0

Y201901021	3.9965	36.2194	36.3639	3.6%	3.6
	4.0012	35.4769	35.6200	3.6%	
Y201904003	3.9982	35.8876	36.0540	4.2%	4.2
	3.9988	39.0230	39.1890	4.2%	
20190901	3.9983	39.2282	39.3732	3.6%	3.6
	4.0247	37.7159	37.8620	3.6%	

结论：根据以上结果，暂定大蒜粉的粗灰分不超过 6.0%

#### 4.4 酸不溶性灰分

按照 GB/T 12729.9 测定供试品中酸不溶性灰分含量（%），结果见表 4。

表 4 大蒜粉酸不溶性灰分测定结果（n=2）

批号	W <sub>1</sub> (g)	W <sub>2</sub> (g)	W <sub>3</sub> (g)	灰分(%)	平均值(%)
Y201811004	4.0573	36.2184	36.2193	0.02%	0.02%
	4.0117	35.4757	35.4760	0.01%	
Y201811005	4.0338	39.0225	39.0232	0.02%	0.02%
	3.9436	35.8867	35.8878	0.03%	
Y201811006	4.0444	36.8413	36.8418	0.01%	0.03%
	4.0011	36.0666	36.0679	0.03%	
Y201901021	3.9949	34.6287	34.6301	0.04%	0.06%
	3.9965	36.2194	36.2223	0.07%	
Y201904003	4.0012	35.4769	35.4784	0.04%	0.04%
	3.9982	35.8876	35.8889	0.03%	
20190901	3.9988	39.0230	39.0252	0.06%	0.03%
	3.9983	39.2282	39.2300	0.05%	
	4.0247	37.7159	37.7162	0.01%	

结论：根据以上结果，暂定大蒜粉的酸不溶性灰分不超过 1.0%。

#### 4.5 大蒜辣素含量测定

《美国药典》和《欧盟药典》都收载了大蒜粉及其制剂。《欧盟药典》(EP8.0)大蒜粉含量测定方法是以羟苯丁酯为内标，流动相为甲醇-1%甲酸（60:40），流速0.8 ml/min，进样量20 μl，所以取10批新疆不同产地的供试品，参照《欧盟药“大

蒜粉”质量标准内容，建立了采用高效液相色谱法测定大蒜冻干粉潜在大蒜辣素含量的方法，并进行《欧盟药典》(EP8.0)大蒜粉含量测定分析方法确认。

#### 4.5.1 仪器与试剂

##### 4.5.1.1 仪器

高效液相色谱仪(LC-2010A, 岛津), 微波炉(2450MHz, 顺德市美的微波炉制造有限公司), 分析天平, 组织匀浆机, 真空干燥箱(上海一恒科学仪器公司, DZF-6090)、超声波清洗机(200 W, 40 kHz, 昆山市超声仪器有限公司); 低温离心机(2- 16K Sigma Sartorius, 德国)。

##### 4.5.1.2 试剂及试药

蒜氨酸对照品(新疆埃乐欣药业有限公司, 含量92.8%); 蒜酶(新疆埃乐欣药业有限公司, 比活力1000 U/g), 大蒜辣素对照品溶液(新疆埃乐欣药业有限公司自制, 含量906.8mg/ml)。

甲醇(Sigma-Aldrich, 色谱纯), 羟苯丁酯(ABCR GmbH&Co.KG, 德国, 分析纯); 乙腈(色谱纯, Sigma-Aldrich); 羟苯乙酯(分析纯, 上海山浦化工有限公司); 无水甲酸(沈阳市新西试剂厂, 分析纯); 去离子水(Milli-Q超低有机物超纯水机制水)。

#### 4.5.2 方法与结果

##### 4.5.2.1 溶液的制备

4.5.2.1.1 内标溶液的制备 取羟苯丁酯适量, 精密称定, 加甲醇-水(1:1)溶液制成每1ml含0.2mg的溶液, 即得( $C=0.2086\text{mg/ml}$ )。

4.5.2.1.2 大蒜辣素对照溶液的制备 精密吸取大蒜辣素对照溶液( $C=906.8\text{mg/ml}$ )适量, 加无水乙醇制成每1ml含2mg的溶液, 即得。临用新制( $C=2.267\text{mg/ml}$ )。

4.5.2.1.3 供试品溶液的制备 取本品约0.2g, 精密称定, 置50ml量瓶中, 加水20ml, 超声处理(功率200W, 频率40kHz、温度4℃)5分钟, 室温放置30分钟, 加水稀释至刻度, 离心(8000转/分钟, 4℃)10分钟, 精密吸取上清液10ml置25ml量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 离心(8000转/分钟, 4℃)5分钟。另精密吸取内标溶液0.5ml置10ml量瓶中, 用上述溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得。同法制备空白对照。

$$C_{\text{Allicin}} = \frac{8.65 \times A_{\text{Allicin}} \times C_{\text{内标}}}{A_{\text{内标}}}$$

式中， $C_{\text{Allicin}}$  和  $C_{\text{内标}}$  分别为大蒜辣素和内标的浓度，单位 mg/ml； $A_{\text{Allicin}}$  和  $A_{\text{内标}}$  为大蒜辣素和内标的峰面积；1 mg 羟苯丁酯相当于 8.65mg 的大蒜辣素。

$$\text{大蒜辣素含量\%} = \frac{A_X \times C_S \times 22.75}{A_S \times W \times 1000} \times 100\%$$

$A_X$ : 供试品中大蒜辣素峰面积；  $C_S$ : 内标溶液浓度，mg/ml；

$A_S$ : 大蒜辣素和内标的峰面积；  $W$ : 供试品取样量，g。

#### 4.5.2.2 色谱条件

色谱柱：ODS C<sub>18</sub>（依利特，Hypersil ODS 4.6mm×250mm，5μm）；流动相：甲醇-1%甲酸（60:40）；流速：0.8ml/min；检测波长 254nm；进样量：20 μl；柱温 25°C。

#### 4.5.2.3 供试品前处理方法筛选

《欧盟药典》中规定大蒜粉的取样量为 0.800g，大蒜辣素含量不低于 0.45%，由于大蒜辣素是自杀式物质，当溶液中浓度过高时会影响大蒜辣素生成，使转化率降低。而本研究中所用的大蒜粉中大蒜辣素含量较高，为提高大蒜辣素转化率，考察取样量对大蒜辣素测定结果的影响。

取供试品 0.2g、0.4g、0.8g，精密称定，分别置 50ml 具塞锥形瓶中，按“6.2.1.3”项下方法处理，测定大蒜辣素含量，计算蒜氨酸转化率，结果见表 5。

表 5 供试品前处理方法筛选结果 (n=3)

取样量 (g)	$A_{\text{Allicin}}$	$A_{\text{内标}}$	含量(%)	Allicin (mg)	理论 Allicin(mg)	转化率 (%)	RSD (%)																								
0.20073	1110362	1144470	2.29	4.60	4.56																										
	1019099	1052357						0.19969	990362	1033995	2.28	4.55	4.54	100.4	0.48	944337	983166	0.20044	1165471	1217281	2.27	4.55	4.55			1055571	1101492	0.40073	2321106	1224242	2.25
0.19969	990362	1033995	2.28	4.55	4.54	100.4	0.48																								
	944337	983166						0.20044	1165471	1217281	2.27	4.55	4.55			1055571	1101492	0.40073	2321106	1224242	2.25	9.00	9.10	99.6	1.05	2292232	1208127				
0.20044	1165471	1217281	2.27	4.55	4.55																										
	1055571	1101492						0.40073	2321106	1224242	2.25	9.00	9.10	99.6	1.05	2292232	1208127														
0.40073	2321106	1224242	2.25	9.00	9.10	99.6	1.05																								
	2292232	1208127																													

0.39976	1816354	957749	2.25	8.98	9.08		
	2412687	1277243					
0.40118	2369716	1222337	2.29	9.20	9.11		
	2321387	1198675					
0.79786	4646718	1304171	2.12	16.93	18.12		
	4650500	1301909					
0.79917	4705938	1307292	2.14	17.07	18.15	93.9	0.46
	4525315	1258447					
0.80041	4568931	1263730	2.14	17.15	18.18		
	4033768	1116225					

本批供试品中蒜氨酸含量为 4.96%，理论大蒜辣素含量=蒜氨酸含量×0.458，即本批供试品中大蒜辣素含量应为 2.27%。

结果表明，取供试品为 0.2g 蒜氨酸转化率最高，取样量为 0.8g 时蒜氨酸转化率较低，故 0.2g 为最佳取样量。

#### 4.5.2.4 《欧盟药典》大蒜粉中潜在大蒜辣素含量测定方法确认

##### 线性与范围

分别量取大蒜辣素对照溶液 0.05、0.10、0.20、0.40、0.60、0.80mL 置 10mL 量瓶中，各加入 0.5mL 内标溶液，用流动相稀释至刻度，得浓度分别为 11.34、22.67、45.35、90.69、136.04、181.38  $\mu\text{g/mL}$  的大蒜辣素系列浓度标准溶液，按 2.3 项下方法 HPLC 进样分析。以大蒜辣素峰面积与内标溶液峰面积比值 Y 为纵坐标，大蒜辣素溶液质量浓度 C 为横坐标进行线性回归。得回归方程  $Y=0.0109C+0.01$ ，相关系数  $r=0.9999$ ，表明大蒜辣素在  $11.34 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1} \sim 181.38 \mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$  范围内呈良好的线性关系，结果见表 6，图 2。

表 6 线性关系考察数据表

编号	1	2	3	4	5	6
浓度( $\mu\text{g/mL}$ )	11.34	22.67	45.35	90.69	136.04	181.38
Y ( $S_{\text{Allicin}}/S_{\text{内}}$ )	0.13	0.25	0.50	1.02	1.49	1.98

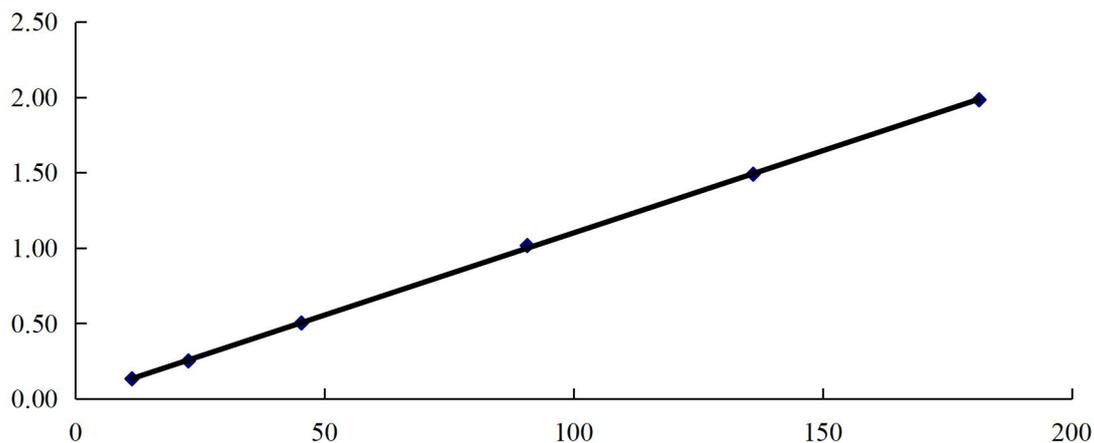


图 2 大蒜辣素与羟苯丁酯线性关系考察图

### 精密度

取低、中、高(45.35、90.69、136.04 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )三个浓度的大蒜辣素对照溶液，一天内重复测定 5 次，考察日内精密度，结果见表 3；每天测定 1 次，连续测定 5 天，考察日间精密度，结果见表 7、8。

表 7 日内精密度

浓度( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	1	2	3	4	5	RSD(%)
45.35	44.81	44.94	45.07	45.39	45.29	0.53
90.69	92.84	92.49	92.61	92.58	92.54	0.15
136.04	134.81	134.39	134.62	134.69	134.56	0.12

表 8 日间精密度

浓度( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	1	2	3	4	5	RSD(%)
45.35	45.32	45.34	44.72	44.82	44.85	0.66
90.69	91.67	92.56	92.52	92.24	92.52	0.41
136.04	134.36	134.62	134.80	134.75	134.65	0.13

结果显示，低、中、高(45.35、90.69、136.04 $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )三个浓度的大蒜辣素对照溶液日内精密度 RSD 分别为 0.53、0.15、0.12%，日内精密度良好；日间精密度 RSD 分别为 0.66、0.41、0.13%，日间精密度良好。

### 重复性

取同一批大蒜粉，按照“6.2.1.3”项下方法平行处理 6 份后，按“6.2.2”项下方法进行测定，每份平行测定 2 次，结果见表 9。

表 9 重复性

样品编号	取样量(g)	A <sub>allicin</sub>	A <sub>内标</sub>	浓度( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	含量(%)	RSD(%)
1	0.1996	1208008	1260620	86.45	2.28	1.44
		1245110	1284960	87.42	2.30	
2	0.2067	1288715	1324452	87.79	2.23	
		1279477	1332117	86.65	2.21	
3	0.2003	1243829	1322261	84.87	2.23	
		1225086	1318932	83.80	2.20	
4	0.2023	988370	1041780	85.59	2.23	
		1252140	1332449	84.78	2.20	
5	0.2012	1234179	1296554	85.88	2.25	
		1063007	1136219	84.41	2.21	
6	0.2067	1220203	1265758	86.97	2.21	
		1300842	1365490	85.95	2.19	

结果显示, 该方法测定大蒜粉中大蒜辣素含量重复性良好。

#### 准确度

取 12 份已知含量的供试品约 0.1g, 精密称定, 分别置 50ml 量瓶中, 加水 20ml, 超声处理 (功率 200W, 频率 40kHz、温度 4°C) 5 分钟, 室温放置 30 分钟, 加水稀释至刻度, 离心 (8000 转/分钟, 4°C) 10 分钟, 精密吸取上清液 10ml 置 25ml 量瓶中, 用流动相稀释至刻度, 摇匀, 离心 (8000 转/分钟, 4°C) 5 分钟。另精密吸取内标溶液 0.5ml 置 10ml 量瓶中, 用上述溶液稀释至刻度, 摇匀, 即得。同法制备空白对照。结果见表 10。

表 10 大蒜辣素回收率试验结果(n=12)

编号	取样量 (g)	本底值 (mg)	加入量 (mg)	实测值 (mg)	回收率 (%)	平均回收 率(%)	RSD (%)
本底	0.1007	2.19	0	2.27	/	/	1.47
				2.23	/		
	0.1056	2.30	0	2.28	/		
				2.25	/		
0.1025	2.23	0	2.21	/			

				2.19	/		
	0.1006	2.19	1.13	3.33	99.86		
本底				3.31	98.96		
+	0.1029	2.24	1.13	3.20	93.83	94.29	4.61
低浓度				3.16	89.72		
	0.1026	2.23	1.13	3.29	93.54		
				3.18	89.84		
	0.1053	2.29	2.27	4.54	99.18		
本底				4.53	98.50		
+	0.1037	2.25	2.27	4.39	96.86	96.24	2.52
中浓度				4.32	94.10		
	0.1051	2.28	2.27	4.40	95.79		
				4.32	93.02		
	0.1054	2.29	3.40	5.71	99.89		
本底				5.72	98.68		
+	0.1031	2.24	3.40	5.06	90.06	94.40	4.50
高浓度				5.04	90.12		
	0.1033	2.25	3.40	5.37	95.24		
				5.28	92.39		

实验结果表明,大蒜粉中大蒜辣素含量的本底值为 2.17%, RSD 为 1.47%低、中、高浓度大蒜辣素平均回收率分别为 94.29、96.24、94.40%, RSD%分别为 4.61、2.52、4.50%。

### 样品稳定性

配制供试品溶液分别置于室温及 0~4℃环境下,于 0、2、4、6、8、12、24h 测定,记录峰面积,考察供试品溶液在室温及 0~4℃环境下的稳定性,结果见表 11、12。

表 11 样品稳定性(室温)

时间(h)	取样量(g)	A <sub>allicin</sub>	A <sub>内标</sub>	C <sub>allicin</sub>	含量(%)	RSD(%)	相当于初始值的量(%)
-------	--------	----------------------	-----------------	----------------------	-------	--------	-------------

0	0.2067	1220203	1265758	86.97	2.21		/
2	0.2067	1188469	1252088	85.64	2.18		98.46
4	0.2067	1112231	1182303	84.87	2.16		97.59
6	0.2067	1131809	1216853	83.91	2.14	2.50	96.48
8	0.2067	1049578	1133909	83.51	2.13		96.02
12	0.2067	966643	1051105	82.97	2.11		95.40
24	0.2067	800155	897708	80.42	2.05		92.46

表 12 样品稳定性 (0-4℃)

时间 (h)	取样量(g)	A <sub>allicin</sub>	A <sub>内标</sub>	Callicin	含量(%)	RSD( %)	相当于初始值 的量(%)
0	0.2067	1220203	1265758	86.97	2.21		/
2	0.2067	1318431	1372300	86.68	2.21		99.66
4	0.2067	1305468	1362753	86.43	2.20		99.37
6	0.2067	979565	1028266	85.95	2.19	0.72	98.82
8	0.2067	1296770	1364279	85.76	2.18		98.60
12	0.2067	1282767	1353715	85.49	2.18		98.30
24	0.2067	1298261	1372754	85.32	2.17		98.10

24 h 稳定性测定结果显示,大蒜辣素供试品溶液在 0-4℃条件下相对稳定, 24 h 内降解率小于 2%, 室温条件下 2 h 内降解率小于 2%, 降解较快; 因此, 在测定大蒜辣素供试品溶液浓度时, 应在配制后立即测定或置 0-4℃条件下保存, 24 h 内测定完毕。

### 样品测定

取供试品 6 批, 按照下述公式计算供试品中大蒜辣素的百分含量, 结果见表 13:

$$\text{潜在大蒜辣素含量(\%)} = \frac{22.75 \times A_{\text{Allicin}} \times m_2}{A_{\text{内标}} \times m_1}$$

式中:  $A_{\text{Allicin}}$  为大蒜辣素峰面积;

$A_{\text{内标}}$  为内标峰面积;

$m_1$  为供试品取样量, g;

$m_2$  为 100.0ml 替代对照品溶液中羟苯丁酯的质量, g; 1mg 羟苯丁酯相当

于 8.65mg 大蒜辣素。

表 13 样品测定结果

批号	取样量(g)	A <sub>Allicin</sub>	A <sub>内标</sub>	C <sub>内标</sub> (mg/ml)	含量(%)	平均含量 (%)	RSD(%)
昭苏 75 团 大蒜粉	0.2014	527659	617872		1.93		
	0.2010	526429	616358		1.93	1.93	0.1
	0.2009	525330	616580		1.93		
昭苏种马场 大蒜粉	0.2003	450238	621519		1.64		
	0.2001	448131	625190		1.63	1.63	0.5
	0.2003	447208	622821		1.63		
新地乡 大蒜粉	0.2010	418872	614681		1.54		
	0.2007	417420	621568		1.52	1.53	0.7
	0.2003	414321	614513	0.1997	1.53		
拜城 大蒜粉	0.2007	474675	616098		1.74		
	0.2002	473763	615151		1.75	1.74	1.1
	0.2008	467824	617768		1.71		
且末 大蒜粉	0.2004	429684	608861		1.60		
	0.2001	427312	627973		1.54	1.57	1.9
	0.2008	427994	624257		1.55		
甘肃民乐 大蒜粉	0.2012	575647	626747		2.07		
	0.2011	576427	629553		2.07	2.07	0.3
	0.2002	571838	629940		2.06		

结果显示，此方法适用于大蒜粉中大蒜辣素的含量测定，专属性强，重现性良好。

结论：根据以上结果，暂定大蒜冻干粉“按干燥品计算，含大蒜辣素(C<sub>6</sub>H<sub>11</sub>NO<sub>3</sub>S)不得少于 1.4%。

## 6 卫生指标的确立及试验方法的选定

参考中国饲料卫生标准 GB13078 及相关原料的国家标准、行业标准及部分大蒜粉的企业标准,确定总砷、铅、镉、六六六、滴滴涕、多氯联苯、六氯苯(HCB)、黄曲霉毒素 B1、霉菌总数、沙门氏菌(25g 中)等共 10 项卫生指标,这些限量指标的检测方法均采用国标法。

## 五、保质期的规定

不同企业对产品的保质期设定也不尽一致,有的为 12 个月,有的为 24 个月。用本标准建立的方法,对 10 个饲料原料大蒜粉样品的留样进行检测,根据大蒜辣素的测定结果,考虑饲料原料大蒜粉极易回潮,且大蒜辣素不稳定,为更好的适应市场,确保产品符合要求,定为“原包装保质期 12 个月。”

## 六、标准编制的原则

- 1 按照 GB/T 1.1 要求编写。
- 2 标准化:使得本产品的各项技术指标有了统一的标准。
- 3 适用性原则:标准制定过程中广泛征求生产单位和使用单位的意见,使本标准便于实施。
- 4 通用性原则:本标准制定过程中收集不同企业的产品进行检测并归纳总结出本产品通用的指标的检测方法和标准值。

## 七、与有关的现行法律、法规和强制性标准的关系

本标准遵循了与其相关的国家标准或行业标准,与中华人民共和国农业部公告第 1773 号 饲料原料目录和中华人民共和国标准化法等法律法规相一致。

## 八、贯彻标准的要求和措施建议

- 1 各级政府部门在饲料安全抽查、检查中应积极利用和创造各种渠道宣贯本标准。
- 2 举办质量监督检验、科研、生产等相关人员参加的标准宣贯与应用培训班。

## 九、标准在编制过程中意见分歧情况

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

## 十、废止现行相关标准的建议

无

## 十一、其他应用予说明的事项

无

## 十二、主要参考标准

GB 8861 脱水大蒜

GB 13078 饲料卫生标准

NY/T 714 脱水蔬菜通用技术条件

NY/T1497 饲料添加剂原料 大蒜粉

NY/T1880 大蒜及制品中大蒜素的测定 气相色谱法

SB/T 10348 大蒜

DB37/T 1475 食用大蒜油通用技术条件