ICS 65.120
CCS B 46

团 体 标 准

T/CFIAS 3039—2025

包被型饲料添加剂 25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素 D_3）

Coated feed additive—25-Hydroxycholecalciferol (25-hydroxy vitamin D_3)

2025-09-09 发布 2025-09-28 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：太原市威尔潞威科技发展有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、北京博亚和讯农牧技术有限公司、帝斯曼维生素（上海）有限公司、山东海能生物工程有限公司、浙江花园生物医药股份有限公司、浙江威仕生物科技有限公司、山东同辉生物科技有限公司、江西淳迪生物科技有限公司、浙江金朗博药业有限公司、凯恩格生物科技（宜昌）有限公司、浙江天和诚生物科技股份有限公司、广州爱保农生物科技有限公司、山西省检验检测中心、河南全印检测技术有限公司、临沂市检验检测中心、山东布恩饲料集团有限公司。

本文件主要起草人：朱宁、赵小阳、虞哲高、宋荣、曹金党、石宝石、杨素萍、钟琦、朱晓娟、柳晓峰、宋艳、杜海峰、钱国平、何雷、张耀、张健、汪忠艳、宋江源、唐飞、姚园园、张凤斌、张辉、张小芳、陈玉龙、陈梨花、王潇铝、秦鹏、俞士中、王中强、严锋雷、张艳梅、武晋孝、宋献艺、付立亭、杜红鸽、王晓燕、邢月寒、张进、谢丽、于娟。

包被型饲料添加剂　25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素 D_3）

1　范围

本文件规定了包被型饲料添加剂25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素D_3）的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以化学制备的饲料添加剂25-羟基胆钙化醇为原料，配以符合《饲料原料目录》、《饲料添加剂品种目录》要求的植物油、抗氧化剂，采用糊精、乳化剂、二氧化硅等辅料，经包被、喷雾、干燥制成的包被型饲料添加剂25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素D_3）。

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 6435-2014　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/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
GB/T 13082　饲料中镉的测定
GB/T 14699　饲料 采样

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　产品规格

4.1.1　产品规格为 1.25%。
4.1.2　产品规格也可根据合同要求确定。

4.2　外观与性状

类白色至黄色粉末，具有流动性。遇热、见光或吸潮后易降解，导致含量下降。

4.3　鉴别

应符合液相色谱图中25-羟基胆钙化醇主峰保留时间的特征。

4.4　技术指标

应符合表1的要求。

表1　技术指标

项　　目		指　　标
25-羟基胆钙化醇[a)]（以 $C_{27}H_{44}O_2 \cdot H_2O$ 计，占标示量）/ %		90.0～110.0
相关甾醇类物质	单个甾醇(除预 25-羟基胆钙化醇外)[b)]/%	≤1.0
	1α，25-二羟基胆钙化醇 / %	不得检出
粒度	通过孔径为 0.84 mm 的试验筛/%	100
	通过孔径为 0.425 mm 的试验筛/%	≥90
水分/%		≤8.0
灰分/%		≤3.0

a）25-羟基胆钙化醇包括 25-羟基胆钙化醇以及由于温度因素转化成的预 25-羟基胆钙化醇。
b）单个甾醇的面积与 25-羟基胆钙化醇对照溶液（1%）的主峰面积比较。

4.5　卫生指标

应符合表2的要求。

表2　卫生指标

项　　目	指　　标
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤2
铅（以Pb计）/（mg/kg）	≤10
镉/（mg/kg）	≤2

5　取样

按GB/T 14699规定执行。

6　试验方法

6.1　一般规定

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，其他试验用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水。

6.2　外观与性状

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与形态。

6.3　鉴别

按6.4试验，试样溶液（B.4.1）色谱图中主峰的保留时间与标准工作溶液（B.2.6）主峰的保留时间相对偏差在±2.5%内。标准工作溶液色谱图见图A.1。

6.4　25-羟基胆钙化醇

按附录B的规定执行。

注意：测定全过程，避光操作。

6.5　相关甾醇类物质

按附录C的规定执行。

6.6 粒度

6.6.1 仪器设备

6.6.1.1 分析天平：精度为0.1 mg。
6.6.1.2 标准试验筛：孔径为0.84 mm的筛网。
6.6.1.3 标准试验筛：孔径为0.425 mm的筛网。

6.6.2 试验步骤

称取试样约50 g,倾入试验筛中，振摇5 min，取筛下物称重。

6.6.3 试验数据处理

粒度以0.84 mm筛网筛下物的质量百分数w_1计，数值以%表示，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \qquad (1)$$

式中：
m_2 ——0.84 mm筛网筛下物的试样质量，单位为克（g）；
m_1 ——试样的质量，单位为克（g）。
粒度以0.425 mm筛网筛下物的质量百分数w_2计，数值以%表示，按公式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_4}{m_3} \times 100 \qquad (2)$$

式中：
m_4 ——0.425 mm筛网筛下物的试样质量，单位为克（g）；
m_3 ——试样的质量，单位为克（g）。

6.7 水分

按GB/T 6435-2014中8.1的规定执行。

6.8 灰分

按GB/T 6438的规定执行。

6.9 总砷

按GB/T 13079规定执行。

6.10 铅

按GB/T 13080规定执行。

6.11 镉

按GB/T 13082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均匀一致的产品为一批，每批不超过2 t。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、25-羟基胆钙化醇、粒度、水分、灰分。

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，每半年至少进行一次型式检验。但有下列情况之一时，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　所验项目全部合格，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。若复检结果即使有一项指标不符合本文件规定，则判定该批次产品不合格。
7.4.3　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。

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、避光、密闭。

8.3　运输

在运输中应防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混运。

8.4　贮存

本品应贮存于避光、阴凉、干燥处，防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混储。

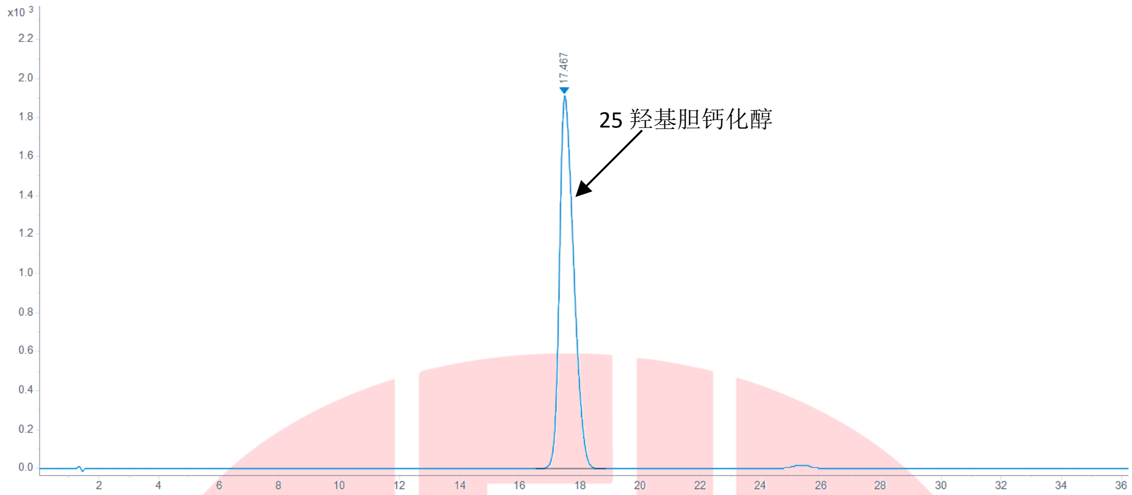
8.5　保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，自生产之日起的保质期应与产品标签中标明的保质期一致。

附 录 A
（资料性）
标准溶液色谱图

25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素D3）及相关甾醇类物质高效液相色谱图见图A.1、图A.2、图A.3和图A.4。

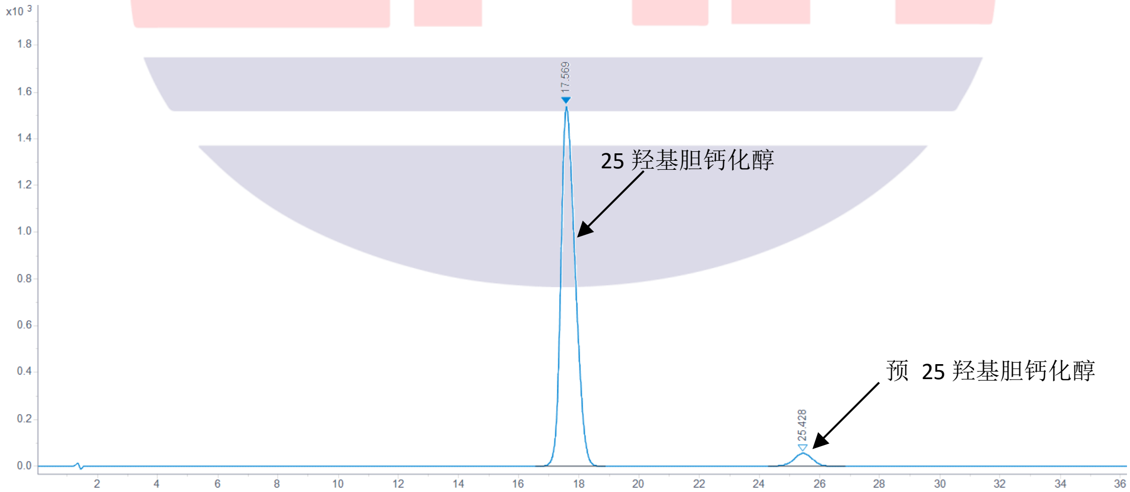
响应值，mAu



时间，min

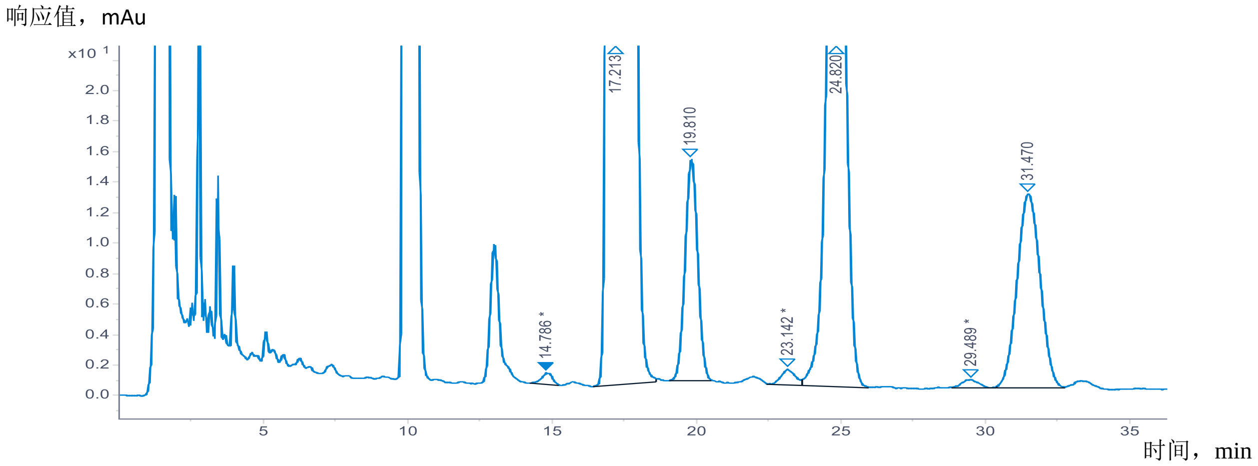
图A.1 25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素 D3）标准溶液（0.1 mg/mL）高效液相色谱图

响应值，mAu



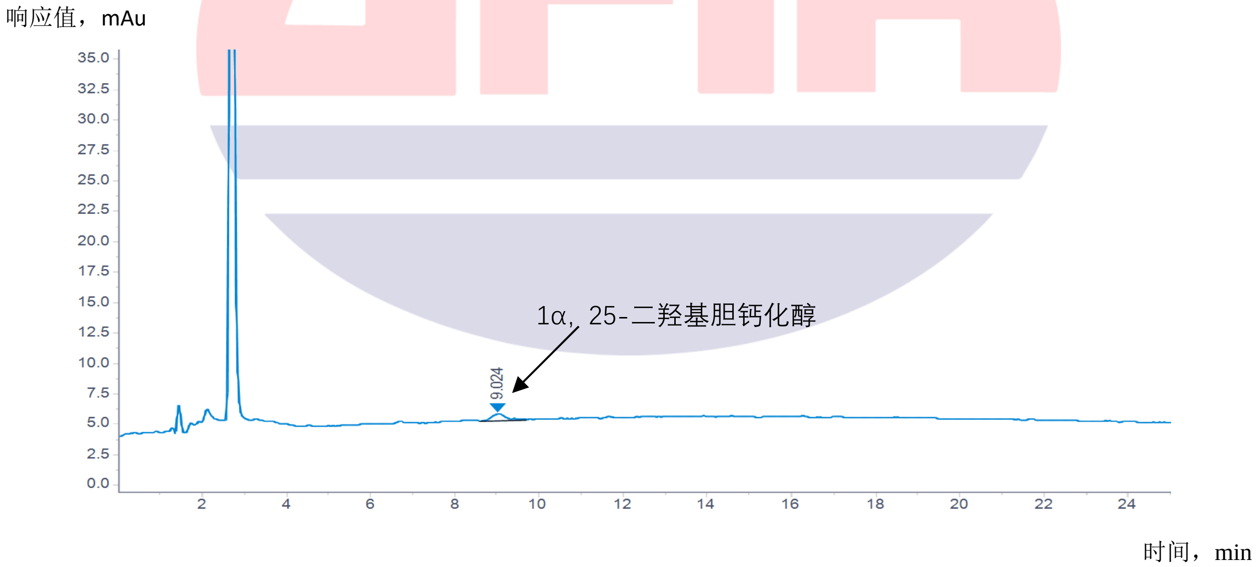
时间，min

图A.2 25-羟基胆钙化醇（25-羟基维生素 D_3）系统适用性试验高效液相色谱图



保留时间对应单一甾醇说明：
14.786 min——脱氢-25-羟基胆钙化醇；
17.213 min——25-羟基胆钙化醇；
19.810 min——速甾-25-羟基胆钙化醇；
23.142 min——异速甾-25-羟基胆钙化醇；
24.820 min——预-25-羟基胆钙化醇；
29.489 min——5、6 反式-25-羟基胆钙化醇；
31.470 min——异-25-羟基胆钙化醇。

图A.3 25-羟基胆钙化醇及相关甾醇类物质高效液相色谱图



图A.4 1α,25-二羟基胆钙化醇标准溶液（0.02 μg/mL）高效液相色谱图

附 录 B
（规范性）
25-羟基胆钙化醇的测定

B.1 原理

试样用水超声分散后，用甲醇溶解，经色谱柱分离，在波长265 nm下，用高效液相色谱测定，外标法定量。

B.2 试剂或材料

B.2.1 水：GB/T 6682，一级。

B.2.2 甲醇。

B.2.3 甲醇：色谱纯。

B.2.4 甲醇水溶液（80%，体积分数）：量取甲醇80 mL,用水定容至100 mL。

B.2.5 标准贮备溶液（1 mg/mL）：称取25-羟基胆钙化醇一水化合物标准品（CAS号：63283-36-3，纯度不低于98.0%）25 mg（精确至0.01 mg）于25 mL的棕色容量瓶中，用甲醇(B.2.3)溶解并稀释至刻度。-20 ℃以下保存，有效期6个月。

B.2.6 标准工作溶液（100 μg/mL）：准确移取标准贮备溶液（B.2.5）5.0 mL于50 mL的棕色容量瓶中，用甲醇水溶液（B.2.4）稀释定容，临用现配。25-羟基胆钙化醇标准溶液色谱图见图A.1。

B.2.7 微孔滤膜：有机系，0.2 μm。

B.3 仪器设备

B.3.1 高效液相色谱仪，配有紫外吸收检测器或二极管矩阵检测器。

B.3.2 分析天平：精度为0.1 mg和0.01 mg。

B.3.3 超声波水浴。

B.3.4 恒温水浴锅：精密为±1 ℃。

B.3.5 离心机：转速不低于5 000 r/min。

B.4 试验步骤

B.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验，称取试样适量（精确至0.0001 g，相当于10 mg25-羟基胆钙化醇），置于100 mL的棕色容量瓶中，加入20 mL水，摇匀，置超声波水浴中超声处理20 min，取出后冷却至室温，加入约50 mL甲醇（B.2.2）超声溶解20 min， 用甲醇（B.2.2）定容至刻度，摇匀，吸取上述溶液适量于离心管中，5 000 r/min离心5 min，取上清液用微孔滤膜（B.2.7）过滤，备用。

B.4.2 测定

B.4.2.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：Agilent Zorbax Eclipse XDB[1] C_{18}，4.6 mm×150 mm，5 μm，或性能相当者；
b) 流动相：甲醇（B.2.3）+水=800+200；
c) 流速：1.0 mL/min；
d) 检测波长：265 nm；
e) 进样量：20 μL。

1） Zorbax Eclipse XDB 是由安捷伦（Agilent）科技有限公司提供的色谱柱的商品名。给出这一信息是为了方便本文件的使用者，并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果，则可使用这些等效产品。

CFIA

B.4.2.2 色谱系统适用性试验

移取25-羟基胆钙化醇标准工作溶液（B.2.6）5.0 mL置10 mL的具螺旋瓶盖试管中，旋紧瓶盖，置于50 ℃恒温水浴中，放置3 h后取出，冷却至室温。取试管内的溶液适量，装入进样小瓶，按液相色谱参考条件（B.4.2.1）进样6次，记录色谱图。6次进样获得的色谱图中，25-羟基胆钙化醇峰面积的相对标准偏差不超过1%，且25-羟基胆钙化醇与预25-羟基胆钙化醇的分离度不应小于5.0。如达不到分离度要求，需要调整流动相组分的比例，以符合对分离度的要求。系统适用性试验色谱图见图A.2。

B.4.2.3 预 25-羟基胆钙化醇校正因子测定

取 25-羟基胆钙化醇标准工作溶液（B.2.6），按液相色谱参考条件（B.4.2.1）进行测定，分别记录色谱图中的 25-羟基胆钙化醇色谱峰峰面积（记作 A_i）。若色谱图中有预 25-羟基胆钙化醇色谱峰，则记录其色谱峰峰面积（记作 A_{ipre}）。

在色谱系统适用性试验（B.4.2.2）的色谱图中，将 25-羟基胆钙化醇的色谱峰面积记作 A_i^*，将预 25-羟基胆钙化醇色谱峰面积记作 A_{ipre}^*。

每次测定的预25-羟基胆钙化醇校正因子 f_1，按公式（3）计算；6次测定平均值 f_2，按公式（4）计算。

$$f_1 = \frac{A_i - A_i^*}{A_{ipre}^* - A_{ipre}} \quad (3)$$

$$f_2 = \frac{\sum_{i=1}^{6} f_i}{6} \quad (4)$$

结果取6次测定的算术平均值,保留三位有效数字。

B.4.2.4 定量

在仪器的最佳条件下，分别取标准工作溶液（B.2.6）及试样溶液（B.4.1）上机测定，得到色谱峰面积响应值，用外标法定量。

B.4.3 试验数据处理

试样中25-羟基胆钙化醇以质量分数 w_3 计，数值以%表示，按公式（5）计算：

$$w_3 = \frac{(A_{pre} \times f + A) \times \rho_s \times V}{(A_{spre} \times f + A_s) \times m_5 \times P \times 10^6} \times 100 \quad (5)$$

式中：

A_{pre} ——试样溶液中预 25-羟基胆钙化醇峰面积；
f ——预 25-羟基胆钙化醇的校正因子；
A ——试样溶液中 25-羟基胆钙化醇峰面积；
ρ_s ——25-羟基胆钙化醇标准工作溶液的质量浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
V ——试样定容体积，单位为毫升（mL）；
A_{spre} ——25-羟基胆钙化醇标准工作溶液中预 25-羟基胆钙化醇的峰面积；
A_s ——25-羟基胆钙化醇标准工作溶液的峰面积；
m_5 ——试样质量，单位为克（g）；
P ——试样的标示量，单位为百分号（%）；
10^6 ——换算系数。

试验结果以平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

B.4.4 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%。

附 录 C
（规范性）
相关甾醇类物质

C.1 原理

将试样用水分散后，用甲醇溶解，过滤后用液相色谱法分离，紫外检测器检测，以相对保留时间定性，试样溶液色谱图上单个甾醇类物质的峰面积不大于对照溶液的主峰面积（≤1.0%）；色谱图上若有1α,25-二羟基胆钙化醇的色谱峰，则其色谱峰的峰面积应少于1α,25-二羟基胆钙化醇标准溶液检测限的峰面积。

C.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

C.2.1 水：GB/T 6682 一级。

C.2.2 甲醇。

C.2.3 甲醇：色谱纯。

C.2.4 甲醇水溶液（80%，体积分数）：量取甲醇80 mL,用水定容至100 mL。

C.2.5 1α,25-二羟基胆钙化醇标准品（$C_{27}H_{44}O_3$，CAS号：32222-06-3，纯度≥95%）。

C.2.6 微孔滤膜：有机系，0.2 μm。

C.3 仪器设备

C.3.1 高效液相色谱仪：配有二极管矩阵检测器或紫外检测器。

C.3.2 分析天平：感量0.01 mg。

C.3.3 超声波清洗器。

C.3.4 离心机：转速不低于5 000 r/min。

C.4 试验步骤

C.4.1 试样溶液

称取约0.8 g试样，置于15 mL 离心管中。在离心管中加入2 mL 水,摇匀直至分散后在超声波水浴中超声处理10 min，期间震摇离心管2次～3次。然后继续加入8 mL 甲醇（C.2.2），再超声处理10 min，期间震摇离心管2次～3次。 摇匀后，离心 5 min，上清液用微孔滤膜（C.2.6）过滤，以备高效液相色谱仪分析使用。

C.4.2 对照溶液

准确移取1 mL试样溶液 (C.4.1)于100 mL的容量瓶中，用甲醇水溶液（C.2.4）稀释至刻度摇匀。取适量溶液用微孔滤膜（C.2.6）过滤至进样瓶中，待测。

C.4.3 测定

C.4.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：Agilent Zorbax Eclipse XDB1) C18，4.6 mm×150 mm，5 μm，或性能相当者；
b) 流动相：甲醇（C.2.3）+水=800+200;
c) 流速：1.0 mL/min;
d) 检测波长：265 nm;
e) 进样量：20 μL。

C.4.3.2 单个甾醇测定

按C.4.3.1的色谱参考条件，分别取试样溶液（C.4.1）和对照溶液（C.4.2）注入液相色谱仪，试样溶液（C.4.1）色谱图中单个甾醇（预25-羟基胆钙化醇除外）（见表C.1）的峰面积如果均不大于对

照溶液（C.4.2）中25-羟基胆钙化醇主峰面积，即≤1.0%，则判定相关甾醇类物质符合要求。单个甾醇的色谱图见图A.3。

表 C.1 相关甾醇类物质与 25-羟基胆钙化醇的相对保留时间

相关甾醇类物质	与25-羟基胆钙化醇保留时间的比值
脱氢-25-羟基胆钙化醇	0.86
速甾-25-羟基胆钙化醇	1.15
异-速甾-25-羟基胆钙化醇	1.34
预-25-羟基胆钙化醇	1.44
反式-25-羟基胆钙化醇	1.71
异-25-羟基胆钙化醇	1.83

C.4.3.3 1α,25-二羟基胆钙化醇的测定

取1α,25-二羟基胆钙化醇标准品(C.2.5)适量，用甲醇（C.2.3）逐级稀释，注入液相色谱仪，使1α,25-二羟基胆钙化醇的峰面积信噪比约为3:1，此为1α,25-二羟基胆钙化醇的检测限，约0.02 μg/mL。

C.5 试验数据处理

试样溶液（C.4.1)中1α,25-二羟基胆钙化醇峰面积，应少于1α,25-二羟基胆钙化醇检测限的峰面积，为未检出。1α,25-二羟基胆钙化醇标准溶液色谱图见图A.4。