中国农业国际合作促进会团体标准

T/CAI 002-2019

壳寡糖类混合型饲料添加剂

Chitosan oligosaccharides Mixed Feed Additives

(征求意见稿)

2019-**-** 发布

2019-**-**实施

中国农业国际合作促进会发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。本标准由中国农业国际合作促进会提出。本标准起草单位:略。 本标准主要起草人:略。

壳寡糖类混合型饲料添加剂

1 范围

本标准规定了壳寡糖类混合型饲料添加剂的术语和定义、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本标准适用于以壳寡糖为主要原料,及与一种或多种益生菌、植物提取物混合,以麦芽糊精、淀粉、玉米芯粉或无机物质为载体制成的壳寡糖类混合型饲料添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注 日期的版本适用于本文件。凡是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 191 包装储运图示标志

GB 4789.15 食品微生物学检验霉菌和酵母计数

GB 4789.35 食品微生物学检验乳酸菌检验

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 13078 饲料卫生标准

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 13081 饲料中汞的测定

GB/T 13082 饲料中镉的测定方法

GB/T 13088 饲料中铬的测定

GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的检验方法

GB/T 13092 饲料中霉菌总数的测定

GB/T 13093 饲料中细菌总数的测定

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 26428 饲用微生物制剂中枯草芽孢杆菌的检验

NY/T 1973 水溶肥料 水不溶物含量和 pH 的测定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 壳寡糖

壳寡糖是由氨基葡萄糖和N-乙酰氨基葡萄糖经β-(1,4)糖苷键连接而成的 平均相对分子量小于3000 Da的低聚糖及其盐。

3.2 益生菌

《饲料添加剂品种目录》所列的微生物种类。

3.3 植物提取物

《饲料原料目录》所列的可饲用天然植物及其粗提物。

3.4 无机物质

《饲料原料目录》所列的无机物质,作为载体使用。

4 技术要求

4.1 感官要求

色泽均匀一致的粉末, 无正常视力可见外来杂质, 无刺激性异味。

4.2 加工质量指标

4.2.1 粒度

0.90mm(20目)分析筛通过率100%。

4.3 理化指标

理化指标应符合表1的规定。

表1 理化指标

项 目	指标
売寡糖含量(以氨基葡萄糖盐酸盐计/%)≥	5.0
水分/%≤	10.0
pH值	5.0~7.0
灰分/%≤	10.0
芽孢杆菌活菌数(粉末以CFU/g计)≥	1.0×10 ⁹
酵母菌活菌数(粉末以CFU/g计)≥	1.0×10 ⁸
乳酸菌活菌数(粉末以CFU/g计)≥	1.0×10 ⁸

4.4 卫生指标

应符合表2的规定。

表 2 卫生指标

项目	指标
砷及其化合物(以As计)/(mg/Kg)≤	5
镉及其化合物(以Cd计)/(mg/Kg) ≤	5

铅及其化合物(以Pb计)/(mg/Kg) ≤	20
铬及其化合物(以Cr计)/(mg/Kg) ≤	10
汞及其化合物(以Hg计)/(mg/Kg) ≤	0.1
霉菌总数CFU/g≤	50
大肠杆菌CFU/100g≤	3×10^{3}
沙门氏菌 25g	0

5 试验方法

5.1 基本要求

本方法中所用的水,在未注明其他要求时,应符合GB/T 6682中水的规格, 所用试剂,在未注明其他规格时,均指分析纯(AR)。

5.2 感官

取适量样品,在自然光线下,观察样品的色泽,性状,有无杂质,有无异味,并做记录。

5.3 粒度

按GB/T5917.1饲料粉碎粒度测定。

5.4 壳寡糖含量的测定

按附录A规定的检测方法测定。

5.5 水分的测定

按 GB/T6435 规定的直接干燥方法测定。

5.6 PH 值的测定

按 NY/T1973.3.规定的方法测定。

5.7 灰分的测定

按 GB/T6438 规定的方法测定。

5.8 芽孢杆菌活菌数的测定

按照 GB/T26428 规定的方法测定。

5.9 乳酸菌活菌数的测定

按照 GB4789.35 规定的方法测定。

5.10 酵母菌活菌数的测定

按照 GB4789.15 规定的方法测定。

5.11 砷的测定

按 GB/T 13079 规定的方法测定。

5.12 镉的测定

按 GB/T 13082 规定的方法测定。

5.13 铅的测定

按 GB/T 13080 规定的方法测定。

5.14 铬的测定

按 GB/T 13088 规定的方法测定。

5.15 汞的测定

按 GB/T 13081 规定的方法测定。

5.16 霉菌总数的测定

按 GB/T13092 规定的方法测定。

5.17 大肠杆菌的测定

按 GB/T13093 规定的方法测定。

5.18 沙门氏菌的测定

按 GB/T13091 规定的方法测定。

6 检验规则

6.1 组批

同原料、同工艺生产的,同一包装线同一天包装入库的,产品为一批。

6.2 取样与抽样

- 6.2.1 按 GB/T 14699.1 方法采样,保证取样部位和取样瓶的清洁。对用于微生物试验的取样,应使用无菌操作。
- 6.2.2 产品按批抽样。批量少于 600 件时,从不少于 3 件最小规格包装中,抽取 200 g 样品。批量大于 600 件时,按包装件数的 0.5%比例的最小规格包装中,抽取 200 g 样品。
- 6.2.3 将所取样品混匀后,分为二份,一份检验,一份封存备查。密闭保存于包装袋或磨口瓶中,粘贴标签,并注明生产厂名、产品名称、批号、数量、取样日期。

6.3 出厂检验项目

出厂检验项目为水分、灰分和 pH、壳寡糖含量、芽孢杆菌活菌数、酵母菌活菌数、乳酸菌活菌数。

6.4 型式检验

一般情况下,型式检验每年进行一次。有下列情况之一时,亦应进行型式检验:

- a) 原辅材料有较大变化时;
- b) 更改关键工艺或设备时;
- c)新试制的产品或正常生产的产品停产3个月后,重新恢复生产时;
- d) 出厂检验与上次型式检验结果有较大差异时;
- e) 国家管理部门提出要求时。

6.5 判定规则

检验中如出现不符合项,应在原批中加倍抽样对不符合项进行复验,复验人 不符合的即判定该批产品不合格;微生物指标不得复验。

7 标志、标签、包装、贮存

7.1 标志、标签

标签应符合 GB 10648 的规定。标签上应印有壳寡糖类混合型饲料添加剂字样。如发生,标签内容应包括产品中所含有的可饲用天然植物的名称。

7.2 包装

包装应符合GB/T191的规定。

7.3 贮存

应储存在阴凉、干燥、清洁的仓库内。严防日晒雨淋,严禁火种。仓库温度不得超过35℃。不得露天存放,不得与有毒有污染的物品或其他杂物混存。

7

附录 A

(规范性附录) 壳寡糖类混合型饲料添加剂中壳寡糖含量的测定方法

1 原理

壳寡糖经浓盐酸水解生成氨基葡萄糖盐酸盐,根据氨基葡萄糖盐酸盐在流动 相和固定相之间具有不同的分配系数,将水解后的试样注入液相色谱,经氨基柱 进行色谱分离、蒸发光散射检测器检测,以保留时间定性、外标法定量测定。

2 仪器和设备

- a) 高效液相色谱仪: 带蒸发光散射检测器;
- b) 分析天平: 精度0.1 mg;
- c) 旋转蒸发仪。

2.1 试剂和溶液

- a) 氨基葡萄糖盐酸盐(≥98%);
- b) 浓盐酸;
- c) 乙腈: 色谱纯。

2.2 参考色谱条件

- a) 色谱柱: 氨基柱(4.6 mm×250 mm)或其他同等分析效果的色谱柱;
- b) 流动相: 乙腈: 水=80: 20 (体积比);
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 柱温: 30℃:
- e) 蒸发光检测器: 蒸发温度60°C, 雾化温度30°C;
- f) 讲样量: 20 uL。

注: 待仪器基线平稳后再进样。

3 分析步骤

a)试样的制备

准确称取壳寡糖类混合型饲料添加剂试样 200 mg(精确到 0.1 mg)至水解管中,加入 2 mL 蒸馏水涡旋混匀,加入 12 mL 浓盐酸,于 100° C±5°C 条件下水解 3 h~4 h,冷却,用旋转蒸发仪蒸发除酸,然后转移至 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀得到供试品溶液。将供试品溶液通过水系滤膜(0.22 μ m)过滤,弃初滤液约 0.5mL,取滤液,进样。

注: 若测定结果与产品实际标注差异显著,可根据情况适当延长水解时间,以确保样品全部水解。

b) 标准曲线的绘制

称取 180 mg 麦芽糊精于水解管中,另准确称取氨基葡萄糖盐酸盐用水配制成 10 mg/mL 的溶液,准确移取 2 mL 于水解管中,按试样项方法处理,用水定

容到刻度 20 mL,得到氨基葡萄糖盐酸盐标准储备液(1 mg/mL)。分别配制 0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.3 mg/mL、0.4 mg/mL、0.5 mg/mL 系列标准溶液。在参考色谱条件下进样,以色谱峰面积为纵坐标,标准物质浓度为横坐标,绘制标准曲线。

注: 若样品测定超出标准曲线范围, 需将供试品溶液稀释适当倍数后进行测定。

c)试样含量测定

在相同色谱条件下,将处理后的试样溶液注入色谱仪中,记录色谱峰的保留时间和峰面积。用氨基葡萄糖盐酸盐的峰面积来定量,根据标准曲线得到待测液中氨基葡萄糖盐酸盐的浓度。

4 结果计算

壳寡糖含量(以质量分数计)按公式计算:

$$w_2 = \frac{c}{m} \frac{50}{(1 - w_1)} = 100\%$$

式中:

c ——由标准曲线查得的氨基葡萄糖盐酸盐的浓度,单位为毫克每毫升 (mg/mL);

50——样品体积,单位为毫升(mL);

m——称取待测壳寡糖粉末试样的质量,单位为毫克(mg);

 w_1 ——待测壳寡糖样品的含水量,单位为质量百分数(%);

w₂——売寡糖粉末的含量,以氨基葡萄糖盐酸盐计,以干基计,单位为质量百分数(%):

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留二位有效数字。

5 允许差

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值 的 5%。