

ICS 65.120

B 46

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

(报批稿)

2020-**-** 发布

2020-**-** 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和GB/T 20001.10-2014给出的规则编写。

本标准由山东卫康生物医药科技有限公司提出。

本标准由中国农业国际合作促进会归口。

本标准起草单位：山东卫康生物医药科技有限公司、青岛百奥安泰生物科技有限公司、天津瑞普生物技术股份有限公司、浙江金壳药业股份有限公司、青岛云宙生物科技有限公司、湛江市博泰生物化工科技实业有限公司、青岛宝博生物科技有限公司、中国科学院海洋研究所、中国海洋大学医药学院、中国科学院烟台海岸带研究所、哈尔滨工业大学、青岛农业大学、新希望六和股份有限公司、湖北正大有限公司。

本标准主要起草人：李鹏程、王文杰、赵峡、何增国、闫雪、邢荣娥、郭占勇、李克成、杨鑫、王述柏、周晖、王宗继、林荣业、王开宇、王荣辉、张军、肖云玉、黄松、王林茂、王丽丽、李进国、张佰帅。

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饲料添加剂产品的术语和定义、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，或壳寡糖与益生菌、植物提取物中的一种或多种混合，以麦芽糊精、淀粉、玉米芯粉及无机物质中的一种或多种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 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 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 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 14699.1 饲料 采样
- GB/T 26428 饲用微生物制剂中枯草芽孢杆菌的检验

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

壳寡糖 chitosan oligosaccharides

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质量小于3000 Da的低聚糖及其盐。

3.2

益生菌 probiotics

《饲料添加剂品种目录》所列的任意一种或多种微生物。

3.3**植物提取物 plant extract**

《饲料原料目录》所列可饲用天然植物及其粗提物的一种或多种。

3.4**无机物质 inorganic substances**

《饲料原料目录》所列可饲用无机物质。

4 技术要求**4.1 感官要求**

色泽均匀一致的粉末，无肉眼可见杂质，无异味。

4.2 粒度

全部通过0.90mm分析筛。

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	
壳寡糖含量（以氨基葡萄糖盐酸盐计/%）≥	5.0	10.0
水分/%≤	10.0	10.0
芽孢杆菌活菌数（CFU/g）≥	10 ⁹	10 ⁹
酵母菌活菌数（CFU/g）≥	10 ⁹	10 ⁹
乳酸菌活菌数（CFU/g）≥	10 ⁸	10 ⁸

4.4 卫生指标

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)≤	10
镉及其化合物(以Cd计)/(mg/kg)≤	5
铅及其化合物(以Pb计)/(mg/kg)≤	40
铬及其化合物(以Cr计)/(mg/kg)≤	20
汞及其化合物(以Hg计)/(mg/kg)≤	0.1
霉菌总数cfu/g	50
沙门氏菌	不得检出

5 试验方法

5.1 感官

取适量样品，在自然光线下，用肉眼观察样品的色泽，性状，有无杂质，并做记录。

5.2 粒度

按GB/T 5917.1规定执行。

5.3 壳寡糖含量的测定

按附录 A 规定执行。

5.4 水分的测定

按 GB/T 6435 规定执行。

5.5 芽孢杆菌活菌数的测定

按 GB/T 26428 规定执行。

5.6 乳酸菌活菌数的测定

按 GB 4789.35规定执行。

5.7 酵母菌活菌数的测定

按 GB 4789.15规定执行。

5.8 砷的测定

按 GB/T 13079规定执行。

5.9 镉的测定

按 GB/T 13082规定执行。

5.10 铅的测定

按 GB/T 13080规定执行。

5.11 铬的测定

按 GB/T 13088 规定执行。

5.12 汞的测定

按 GB/T 13081规定执行。

5.13 霉菌总数的测定

按 GB/T 13092 规定执行。

5.14 沙门氏菌的测定

按 GB/T 13091 规定执行。

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 抽样

按 GB/T 14699.1 方法抽取样品，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。

6.3 出厂检验

出厂检验项目为壳寡糖含量和水分，含益生菌产品需同时检测所标识益生菌的含量。

6.4 型式检验

型式检验项目为本标准第 4 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行 1 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结果有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

6.5 判定规则

指标有一项不合格，可加倍抽样进行复检，以复检结果为准；若复检结果仍有一项不合格，则判整批产品不合格。

检验结果中除了微生物指标外，如出现不符合项目时，可在同批产品加倍数量包装中重新抽取样品进行复验。复验仍有不符合项目，即判定该批产品不合格。微生物指标不得复检。

7 标志、包装和贮存

7.1 标志

标签应符合 GB 10648 的规定。如果产品中使用了可饲用天然植物或其粗提物，标签中亦应列出其名称。

7.2 包装

包装应严密，包装材料应无毒无异味。

7.3 运输

运输中应防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混装、混运。

7.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，在常温、阴凉和通风的条件下储存。禁止与有毒有害物质混储。

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

A.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。

A.2 测定方法

A.2.1 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。

A.2.2 试剂和溶液

- a) 氨基葡萄糖盐酸盐($\geq 98\%$);
- b) 浓盐酸:分析纯;
- c) 乙腈:色谱纯。

A.2.3 参考色谱条件

- a) 色谱柱:氨基柱(4.6 mm \times 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 $^{\circ}$ C;
- e) 蒸发光检测器:蒸发温度60 $^{\circ}$ C,雾化温度30 $^{\circ}$ C;
- f) 进样量:20 μ L。

注:待仪器基线平稳后再进样。

A.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 $^{\circ}$ C \pm 5 $^{\circ}$ 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 0.5 mL,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。

A.4 结果计算

壳寡糖含量（以质量分数计）按公式计算：

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

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（%）；

w_2 ——壳寡糖粉末的含量，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。

A.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%。