

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 23747—2009

饲料添加剂 低聚木糖

Feed additive—Xylo-oligosaccharides

2009-05-12 发布

2009-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

GB/T 23747—2009

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:中国农业科学院饲料研究所、国家饲料质量监督检验中心(北京)、江苏康维生物有限公司、山东龙力生物科技有限公司。

本标准主要起草人:石波、梁平、冯忠华、樊霞、朱汉静、勇强、徐勇、肖琳、黄娟、王绍云。

饲料添加剂 低聚木糖

1 范围

本标准规定了饲料添加剂低聚木糖的定义、技术要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本标准适用于以富含半纤维素的植物(如玉米芯等)为原料,经木聚糖酶酶解,添加以允许作为载体(或助剂)使用的物质如玉米芯、石粉、二氧化硅粉等复配而成的低聚木糖产品,作为饲料添加剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备(GB/T 603—2002,ISO 6353-1:1982,NEQ)

GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

GB/T 6435 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定(GB/T 6435—2006,ISO 6496:1999,IDT)

GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定(GB/T 6438—2007,ISO 5984:2002,IDT)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

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 13091 饲料中沙门氏菌的检测方法(GB/T 13091—2002,ISO 6579:1993,MOD)

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 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

低聚木糖 xylo-oligosaccharides

由 2 个~7 个 D-木糖以 β -1,4 糖苷键连接成主链的碳水化合物。

4 要求

4.1 感官性状

本品为白色、微黄色、棕色的流动性粉末或颗粒,无异味、无结块、无发霉、无变质现象。

4.2 鉴别

试样水提取物经薄层层析检测,其显示出的试样中各组分的比移值与标准品相一致。

4.3 粉碎粒度

过 0.5 mm 孔径分析筛,筛上物质量不应大于总质量的 2%。

GB/T 23747—2009

4.4 技术指标

技术指标应符合表 1 规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
低聚木糖含量(以干物质计)/ %	≥ 35.0
水分/ %	≤ 8.0
pH 值	3.0~6.0
灼烧残渣/ %	≤ 15.0
砷(以 As 计)/ (mg/kg)	≤ 1.0
铅(以 Pb 计)/ (mg/kg)	≤ 5.0
细菌总数/ (CFU/g)	$\leq 10\,000$
霉菌总数/ (CFU/g)	≤ 500
沙门氏菌	不应检出

5 试验方法

除特殊说明外,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水,色谱用水符合 GB/T 6682 中一级用水规定,标准溶液和杂质溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603;仪器、设备为一般实验室仪器和设备。

5.1 感官性状的检验

5.1.1 颜色、外观

取适量试样,在自然光线下,用肉眼观察试样的颜色和形态,有无结块、发霉和变质。

5.1.2 气味

称取试样 20.0 g(精确至 0.1 g),放入 100 mL 瓶中,加入 50 °C 的蒸馏水 50 mL,加盖,振摇 30 s,倾出上清液,嗅其气味,判断是否已存在异味。

5.2 鉴别试验

5.2.1 薄层板:硅胶 60。

5.2.2 展开剂:体积分数为正丁醇:冰乙酸:水=2:1:1。

5.2.3 标准试样溶液的制备:称取适量含有聚合度分别为 2~7 的低聚木糖混合而成的低聚木糖标准物质,用蒸馏水配制成 1% 浓度。

5.2.4 试样溶液的制备:称取适量的试样,用蒸馏水配制成 1% 浓度的试样溶液,10 000 r/min 条件下离心 10 min,取上清液。

5.2.5 点样量:10 μ L。

5.2.6 展开方式:上行展开一次。

5.2.7 显色剂及显色方法:5% 硫酸乙醇溶液,110 °C 保持 5 min。

5.3 低聚木糖含量的测定

5.3.1 原理

本方法基于低聚木糖组分可溶于水,并在一定的稀硫酸水解条件下转化成木糖,同时与水解生成的木糖之间存在相对固定的系数关系的特性,检测其含量。

具体方法为:采用稀硫酸水解法将样品中的低聚糖转化成木糖(单糖)。由于低聚木糖在水解过程中 β -1,4-糖苷键断裂与水分子结合生成糖苷羟基,因此生成的木糖含量比水解前的木糖含量高。用“平均转化系数”表示水解生成的木糖与水解前的低聚木糖含量之比,其数值因低聚木糖的聚合度而异,均值约为1.06(以木二糖计)。采用高效液相色谱法定量测定样品中原有木糖的质量含量和样品中低聚木糖经稀酸水解后的木糖的质量含量,二者之差除以低聚木糖和木糖的平均转换系数即得到样品中低聚木糖的质量含量。

5.3.2 试剂和溶液

5.3.2.1 木糖:纯度应为99%以上。

5.3.2.2 硫酸(98%):分析纯。

5.3.2.3 氢氧化钠(固体):分析纯。

5.3.2.4 质量分数为12%稀硫酸溶液:称取14.0 g硫酸(5.3.2.2)(精确至0.1 g),加入到100 mL蒸馏水中,混匀。

5.3.2.5 质量分数为10%氢氧化钠溶液:称取10.0 g氢氧化钠(5.3.2.3)溶于90 mL蒸馏水中,混匀。

5.3.2.6 木糖标准溶液:准确称取0.40 g木糖(精确到0.000 1 g),用超纯水溶解,并定容至100 mL,摇匀。然后分别吸取此溶液用超纯水配制成木糖浓度分别为0.10 g/L、0.50 g/L、1.00 g/L、2.00 g/L、4.00 g/L的系列标准溶液。

5.3.3 仪器和设备

5.3.3.1 超声波水浴。

5.3.3.2 超纯水装置。

5.3.3.3 高效液相色谱仪(带示差折光检测器)。

5.3.4 分析步骤

5.3.4.1 试样溶液1的制备

准确称取绝干试样($105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下烘5 h)2.0 g(精确至0.000 2 g),在 $50\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴条件下以80 mL超纯水充分溶解后,转入100 mL容量瓶中,冷却至室温,用超纯水定容至刻度,混匀,于3 000 r/min的条件下离心10 min后得试样溶液1。取少量试样溶液1于10 000 r/min的条件下离心10 min后得到上清液,用0.45 μm 滤膜过滤上清液,供高效液相色谱仪分析。

5.3.4.2 试样溶液2的制备

准确吸取10 mL试样溶液1(5.3.4.1),置于100 mL三角瓶中,加入质量分数为12%硫酸溶液(5.3.2.4)10 mL,加盖封口膜,于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下反应90 min后冷却至室温,用质量分数为10%的氢氧化钠溶液(5.3.2.5)中和水解液至 $\text{pH}6\sim 7$,转入50 mL容量瓶,用超纯水定容至刻度,混匀后得试样溶液2。取少量试样溶液2于10 000 r/min的条件下离心10 min得到上清液,用0.45 μm 滤膜过滤,供高效液相色谱仪分析。

5.3.4.3 色谱条件

色谱柱预柱:氢离子型阳离子交换树脂柱,聚苯乙烯二乙烯苯树脂填装,长30 mm,内径4.6 mm,粒度9 μm ,交联度8%, $\text{pH}1\sim 3$ 。

色谱柱:聚苯乙烯二乙烯苯树脂填装糖分析柱,长300 mm,内径7.8 mm,粒度9 μm ,交联度8%, $\text{pH}1\sim 3$ 。

流动相:0.005 mol/L硫酸溶液。

GB/T 23747—2009

柱温:55℃。

流速:0.6 mL/min。

检测器:示差折光检测器。

衰减:4×。

进样量:10 μL。

5.3.4.4 木糖标准方程的确定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数,向色谱柱中注入系列木糖标准溶液(5.3.2.6),得到色谱峰面积响应值。

5.3.4.5 定量测定

按高效液相色谱仪说明书调整仪器操作参数,向色谱柱中注入试样溶液1(5.3.4.1)和试样溶液2(5.3.4.2),分别得到色谱峰面积响应值 P_1 和 P_2 ,用外标法定量。

5.3.4.6 结果计算

5.3.4.6.1 采用线性回归法计算木糖浓度 c 与峰面积 P 的关系,得到以下标准方程:

$$c = aP + b \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——木糖浓度,单位为克每升(g/L);

a 、 b ——标准方程的系数;

P ——木糖峰的面积。

要求标准方程的线性相关系数值 $R \geq 0.9990$ 。

5.3.4.6.2 试样水解前试样中木糖含量,按式(2)计算。

$$X_1 = \frac{(aP_1 + b) \times 0.1 \times N}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_1 ——试样水解前试样中木糖含量的质量分数, %;

a 、 b ——标准方程的系数;

P_1 ——试样溶液1(5.3.4.1)的峰面积;

0.1——试样溶液1(5.3.4.1)的总体积,单位为升(L);

N ——清液稀释倍数;

m ——样品的绝干质量,单位为克(g)。

5.3.4.6.3 试样水解后试样中木糖含量,按式(3)计算。

$$X_2 = \frac{(aP_2 + b) \times 0.1 \times 5 \times N}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X_2 ——试样水解后试样中木糖含量的质量分数, %;

a 、 b ——标准方程的系数;

P_2 ——试样溶液2(5.3.4.2)的峰面积;

0.1——试样溶液2(5.3.4.2)的总体积,单位为升(L);

5——试样溶液2(5.3.4.2)在制备过程中的稀释倍数;

N ——清液稀释倍数;

m ——样品的绝干质量,单位为克(g)。

5.3.4.6.4 试样中低聚木糖含量,按式(4)计算。

$$X = \frac{X_2 - X_1}{1.06} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

X ——试样中低聚木糖含量的质量分数, %;

X_2 ——试样溶液 2(5.3.4.2)中以质量分数(%)表示的木糖含量;

X_1 ——试样溶液 1(5.3.4.1)中以质量分数(%)表示的木糖含量;

1.06——低聚木糖和木糖的平均转化系数。

计算结果表示至小数点后一位。

5.3.5 允许误差

两次测定结果的相对偏差不大于 5%。

5.4 水分的测定

按 GB/T 6435 中规定的方法测定。

5.5 粉碎粒度

按 GB/T 5917.1 中规定的方法测定。

5.6 总砷的测定

按 GB/T 13079 中规定的方法测定。

5.7 铅的测定

按 GB/T 13080 中规定的方法测定。

5.8 灼烧残渣的测定

按 GB/T 6438 中规定的方法测定。

5.9 产品的 pH 值测定

称取 350.0 g 试样溶于 1 L 水中,用 pH 计测定所得的数值。

5.10 细菌总数

按 GB/T 13093 的规定执行。

5.11 霉菌总数

按 GB/T 13092 的规定执行。

5.12 沙门氏菌

按 GB/T 13091 的规定执行。

6 检验规则

6.1 采样方法

按 GB/T 14699.1 进行。

6.2 出厂检验

6.2.1 组批

以最后一道工序能均匀混合在一起后经包装的一批成品,为一个生产批号。

6.2.2 检验项目

感官性状、低聚木糖含量、pH 值、水分、灼烧残渣、细菌总数,每批必检,沙门氏菌至少每季度抽检一批。

6.2.3 判定规则

以本标准的有关试验方法和要求为判断方法和依据,对抽取样品按出厂检验项目进行检验。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍抽样进行复检,复检结果如仍有任何一项不符合标准要求,则判定该批产品为不合格产品,不能出厂。

6.3 型式检验

6.3.1 有下列情况之一时,应进行型式检验:

6.3.1.1 改变配方或生产工艺。

GB/T 23747—2009

6.3.1.2 正常生产每半年或停产3个月后恢复生产。

6.3.1.3 国家技术监督部门提出要求时。

6.3.2 型式检验项目

为本标准“4 要求”项目下的全部项目。

6.3.3 判定方法

以本标准的有关试验方法和要求为依据,对抽取样品按型式检验项目进行检验。检验结果如有一项指标不符合本标准要求时,应重新加倍抽样进行复检,复检结果如仍有任何一项不符合标准要求,则判型式检验不合格。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

标签按 GB 10648 执行。

7.2 包装

本品装入适当的容器内,封存。包装为复合纸袋、铝塑复合袋、纸桶装三种。袋装外层为牛皮纸,内由单层食品级塑料袋套装;桶装内也由单层食品级塑料袋套装。每件包装量可根据实际需要而定。

7.3 运输

运输过程中应避免日晒雨淋,不应与有毒有害或其他有污染的物品以及具有氧化性的物质混装、混运。

7.4 贮存

本品应贮存在室温、通风、阴凉、干燥、无污染、无有害物质的地方。

7.5 保质期

符合以上包装、运输、贮存条件,从产品生产日期起,保质期为12个月(若原包装分次使用,用完及时密封,防止吸潮结块)。

附录 A
(资料性附录)
木糖标准品高效液相色谱图

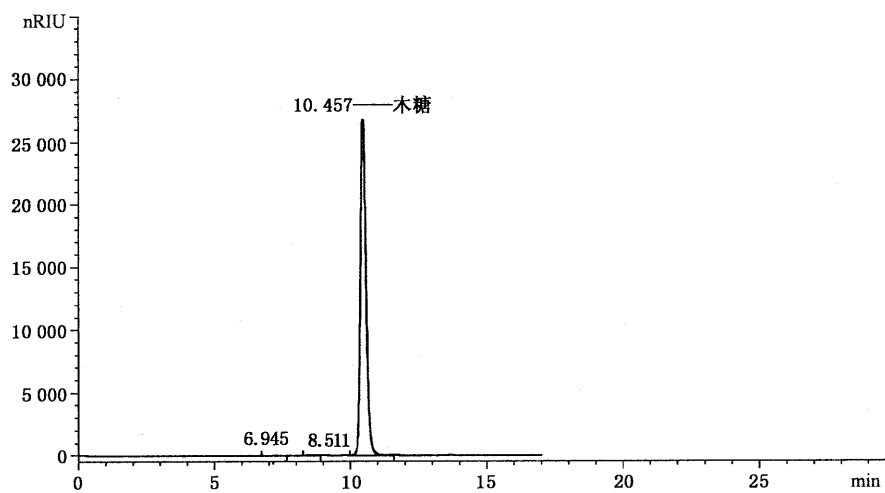


图 A.1 木糖标准品高效液相色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料添加剂 低聚木糖
GB/T 23747—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

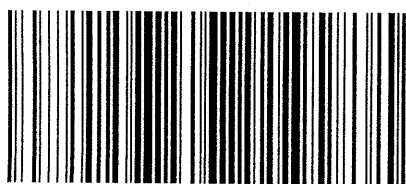
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-38184 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 23747—2009