

# 中华人民共和国农业农村部公告

第 614 号

依据《饲料和饲料添加剂管理条例》《新饲料和新饲料添加剂管理办法》，我部组织全国饲料评审委员会对申请人提交的新饲料和新饲料添加剂产品申请材料进行了评审，决定批准鞣酸蛋白等新饲料添加剂品种，对部分饲料添加剂扩大适用范围，并对《饲料原料目录》进行增补。现将有关事项公告如下。

## 一、批准 5 个新饲料添加剂品种

批准广州英赛特生物技术有限公司、南雄英赛特精细化工科技有限公司联合申请的鞣酸蛋白，武汉泛华生物技术有限公司、湖北浩华生物技术有限公司联合申请的三丁酸甘油酯，晨光生物科技集团股份有限公司申请的万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素），中农颖泰林州生物科技园有限公司申请的枯草三十七肽，重庆市畜牧科学院、安杰利（重庆）生物科技有限公司联合申请的腺苷七肽为新饲料添加剂，并准许在中华人民共和国境内生产、经营和使用，核发饲料和饲料添加剂新产品证书（新产品目录见附件

1),同时发布产品标准(含说明书和标签,见附件2、3、4、5、6)及相关检测方法标准(见附件7、8)。产品标准、说明书、标签和检测方法标准自发布之日起执行。产品的监测期自发布之日起至2027年11月底,生产企业应当收集产品的质量稳定性及其对动物产品质量安全的影响等信息,监测期结束后向我部报告。

## 二、扩大4个饲料添加剂品种的适用范围

(一)将L-硒代蛋氨酸适用范围扩大至断奶仔猪和产蛋鸡。在断奶仔猪和产蛋鸡配合饲料中的推荐添加量不超过0.20 mg/kg(以干物质含量为88%的配合饲料为基础,以硒元素计);配合饲料中总硒最高限量为0.50 mg/kg,其中有机硒最大添加量不超过0.20 mg/kg(以干物质含量为88%的配合饲料为基础,以硒元素计)。

(二)将胆汁酸适用范围扩大至产蛋鸡。在产蛋鸡配合饲料中的推荐添加量为50~60 mg/kg(以干物质含量为88%的配合饲料为基础)。

(三)将地顶孢霉培养物适用范围扩大至泌乳奶牛,在泌乳奶牛饲料中推荐添加量为30 g/天·头。

(四)将丙酸铬适用范围扩大至肉仔鸡(产品信息表和质量标准见附件9、10)。在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为0.2 mg/kg(以铬元素计),最高限量为0.2 mg/kg(以铬元素计,单独或与其他有机铬同时使用)。

## 三、增补1种饲料原料进入《饲料原料目录》

增补奇亚籽进入《饲料原料目录》(《饲料原料目录》修订列表

见附件 11), 编号:2.24.3, 特征描述:唇形科鼠尾草属莢欧鼠尾草 (*Salvia hispanica* L.) 的种子。

特此公告。

附件:1. 饲料和饲料添加剂新产品目录(2022—01、2022—02、2022—03、2022—04、2022—05)

2. 《饲料添加剂 鞣酸蛋白》产品标准

3. 《饲料添加剂 三丁酸甘油酯》产品标准

4. 《饲料添加剂 万寿菊提取物(有效成分为槲皮万寿菊素)》产品标准

5. 《饲料添加剂 枯草三十七肽》产品标准

6. 《饲料添加剂 腺昔七肽》产品标准

7. 《饲料中单宁酸的测定 分光光度法》

8. 《饲料中槲皮万寿菊素的测定 高效液相色谱法》

9. 饲料和饲料添加剂产品目录—丙酸铬

10. 《饲料添加剂 丙酸铬》产品标准

11. 《饲料原料目录》修订列表—奇亚籽

农业农村部

2022 年 11 月 3 日

## 附件 1

### 饲料和饲料添加剂新产品目录（2022—01）

证书编号	新饲证字（2022）01 号		
申请单位	广州英赛特生物技术有限公司、南雄英赛特精细化工科技有限公司		
通用名称	鞣酸蛋白		
英文名称	Albumin tannate		
产品类别	其他类饲料添加剂		
产品来源	由五倍子单宁酸和大豆分离蛋白反应合成制得		
适用动物	断奶仔猪		
在配合饲料中的推荐添加量（以干物质含量为 88% 的配合饲料为基础）	1000~2000 mg/kg（以总单宁酸计），连续添加使用不超过 30 天		
在配合饲料中的最高限量（以干物质含量为 88% 的配合饲料为基础）	2000 mg/kg（以总单宁酸计）		
质量要求	外观性状	红棕色粉末，无嗅	
	总单宁酸（以干基计）/%	≥50.0	
	游离单宁酸/%	≤1.0	
	胃蛋白酶中不消化物/%	≥50.0	
	水分/%	≤6.0	
	灼烧残渣/%	≤1	
	粒度	0.80 mm 孔径试验筛通过率/%	100
		0.50 mm 孔径试验筛通过率/%	≥90
	总砷（以砷元素计）/（mg/kg）	≤3	
	铅（Pb）/（mg/kg）	≤2	
沙门氏菌（25 g 中）	不得检出		

## 饲料和饲料添加剂新产品目录（2022—02）

证书编号	新饲证字（2022）02号	
申请单位	武汉泛华生物技术有限公司、湖北浩华生物技术有限公司	
通用名称	三丁酸甘油酯	
英文名称	Tributylin	
主要成分	三丁酸甘油酯（ $C_{15}H_{26}O_6$ ）	
产品类别	其他类饲料添加剂	
产品来源	以丁酸和甘油为原料，经酯化反应和纯化精制制得	
适用动物	肉仔鸡	
在配合饲料中的推荐添加量（以干物质含量为88%的配合饲料为基础）	500~2000 mg/kg	
质量要求	外观和性状	无色至微黄色油状液体
	三丁酸甘油酯（以 $C_{15}H_{26}O_6$ 计）/%	$\geq 95.0$
	单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和（以 $C_7H_{14}O_4$ 与 $C_{11}H_{20}O_5$ 之和计）/%	$\leq 4.0$
	丁酸/%	$\leq 0.5$
	水分/%	$\leq 0.5$
	总砷（以砷元素计）/（mg/kg）	$\leq 3.0$
	铅（Pb）/（mg/kg）	$\leq 2.0$

## 饲料和饲料添加剂新产品目录（2022—03）

证书编号	新饲证字（2022）03号	
申请单位	晨光生物科技集团股份有限公司	
通用名称	万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）	
英文名称	Marigold extract（active substance Quercetagenin）	
主要成分	槲皮万寿菊素	
产品类别	其他类饲料添加剂	
产品来源	以万寿菊（ <i>Tagetes erecta</i> L.）或万寿菊渣为原料，经提取、浓缩、干燥等工艺制得	
适用动物	肉仔鸡	
在配合饲料中的推荐添加量（以干物质含量为88%的配合饲料为基础）	50~60 mg/kg（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 计）	
在配合饲料中的最高限量（以干物质含量为88%的配合饲料为基础）	80 mg/kg（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 计）	
质量要求	槲皮万寿菊素（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/%	≥80.0
	水分/%	≤5.0
	粗灰分/%	≤1.0
	粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%	≥90
	总砷（以砷元素计）/（mg/kg）	≤3.0
	铅（Pb）/（mg/kg）	≤3.0

## 饲料和饲料添加剂新产品目录（2022—04）

证书编号	新饲证字（2022）04号	
申请单位	中农颖泰林州生物科技园有限公司	
通用名称	枯草三十七肽	
英文名称	Sublancin	
主要成分	枯草三十七肽	
产品类别	其他类饲料添加剂	
产品来源	以枯草芽孢杆菌（ <i>Bacillus Subtilis</i> CGMCC 15404）为生产菌种，经液体发酵、膜分离、浓缩、干燥等工艺制得	
适用动物	肉鸡	
在配合饲料中的推荐添加量（以干物质含量为88%的配合饲料为基础）	1.5~6.0 mg/kg（以枯草三十七肽计）	
质量要求	外观与性状	淡黄色粉末
	枯草三十七肽（以干基计）/%	≥1.0
	水分/%	≤10.0
	粒度（0.42 mm 孔径试验筛通过率）/%	≥98
	柠檬酸/%	≤20.0
	总磷/%	≤2.0
	粗灰分/%	≤25.0
	水溶性氯化物（以 NaCl 计）/%	≤1.0
	总砷（以砷元素计）/（mg/kg）	≤2.0
	铅（Pb）/（mg/kg）	≤5.0
	汞（Hg）/（mg/kg）	≤0.1
	镉（Cd）/（mg/kg）	≤0.5
	黄曲霉毒素 B <sub>1</sub> /（μg/kg）	≤10.0
	玉米赤霉烯酮/（mg/kg）	≤0.5
	霉菌总数/（CFU/g）	≤2.0 × 10 <sup>4</sup>
	大肠菌群/（MPN/g）	≤1.0 × 10 <sup>2</sup>
沙门氏菌（25 g 中）	不得检出	

## 饲料和饲料添加剂新产品目录（2022—05）

证书编号	新饲证字（2022）05号		
申请单位	重庆市畜牧科学院、安杰利（重庆）生物科技有限公司		
通用名称	腺苷七肽		
英文名称	Johnisin-C		
主要成分	腺苷七肽		
产品类别	其他类饲料添加剂		
产品来源	以约氏乳杆菌（ <i>Lactobacillus johnsonii</i> CGMCC 19858）为菌种，经液体发酵、提取、添加载体进行喷雾干燥，再添加稀释剂制得		
适用动物	断奶仔猪		
在配合饲料中的推荐添加量（以干物质含量为88%的配合饲料为基础）	2.5~5.0 mg/kg（以腺苷七肽计）		
质量要求	腺苷七肽/%		≥1.0
	水分/%		≤10.0
	粒 度	1.18 mm 孔径试验筛通过率/%	100
		0.85 mm 孔径试验筛通过率/%	≥90
	黄曲霉毒素 B <sub>1</sub> /（μg/kg）		≤10.0
	玉米赤霉烯酮/（mg/kg）		≤0.3
	脱氧雪腐镰刀菌烯醇/（mg/kg）		≤1.0
	铅（Pb）/（mg/kg）		≤10.0
	总砷（以砷元素计）/（mg/kg）		≤2.0
	铬（Cr）/（mg/kg）		≤5.0
	镉（Cd）/（mg/kg）		≤1.0
	沙门氏菌（25 g 中）		不得检出



附件 2

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1001—2022

---

### 饲料添加剂 鞣酸蛋白

Feed additive — Albumin tannate

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由广州英赛特生物技术有限公司、南雄英赛特精细化工科技有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：彭险峰、覃宗华、区煜荣。

# 饲料添加剂 鞣酸蛋白

## 1 范围

本文件规定了饲料添加剂鞣酸蛋白的技术要求、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。

本文件适用于以五倍子来源的单宁酸和大豆分离蛋白为原料，经化学合成、分离和干燥等工艺制备的饲料添加剂鞣酸蛋白。

## 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 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 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 原子吸收光谱法
- GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 20195 动物饲料 试样的制备
- 中华人民共和国药典（2020年版）

## 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 外观与性状

红棕色粉末，无嗅。

### 4.2 技术指标

应符合表1规定。

表1 技术指标

项目		指标
总单宁酸（以干基计）/%		≥50.0
游离单宁酸/%		≤1.0
胃蛋白酶中不消化物/%		≥50.0
水分/%		≤6.0
灼烧残渣/%		≤1
粒度	通过 0.80 mm 试验筛/%	100
	通过 0.50 mm 试验筛/%	≥90
总砷（以 As 计）/（mg/kg）		≤3
铅（Pb）/（mg/kg）		≤2
沙门氏菌（25 g 中）		不得检出

## 5 取样

按 GB/T 14699.1 规定执行。

## 6 试验方法

### 6.1 警示

本试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性或毒性，操作时须小心谨慎！必要时，需在通风橱中进行。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即就医。

### 6.2 一般规定

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水；所述溶液若未指明溶剂，均系水溶液。

### 6.3 感官检验

取适量样品置于清洁干净的白瓷盘中，在自然光下观察其颜色和性状，嗅其气味。

### 6.4 鉴别

#### 6.4.1 试剂或材料

6.4.1.1 乙醇。

6.4.1.2 氯仿。

6.4.1.3 乙醚。

6.4.1.4 硝酸。

6.4.1.5 40 g/L 氢氧化钠溶液：称取 40 g 氢氧化钠，用 300 mL~400 mL 水溶解，冷却，用水定容至 1 000 mL。

6.4.1.6 53 g/L 碳酸钠溶液：称取 53 g 碳酸钠，用 200 mL~300 mL 水溶解，冷却，用水定容至 1 000 mL。

6.4.1.7 丙酮水溶液：丙酮+水=60+40。

6.4.1.8 27 g/L 六水三氯化铁溶液：称取 27 g 六水三氯化铁，用 200 mL~300 mL 水溶解

后，用水定容至 1 000 mL。

#### 6.4.2 鉴别方法

6.4.2.1 称取适量试样，难溶于水、乙醇（6.4.1.1）、氯仿（6.4.1.2）、乙醚（6.4.1.3），在氢氧化钠溶液（6.4.1.5）或碳酸钠溶液（6.4.1.6）中可溶。

6.4.2.2 称取两份 0.10 g 试样。一份加水 100 mL，搅拌均匀后，加入六水三氯化铁溶液（6.4.1.8）0.5 mL，溶液呈淡蓝色。另一份加入丙酮水溶液（6.4.1.7），搅拌均匀后，加入六水三氯化铁溶液（6.4.1.8）0.5 mL，溶液呈青紫色。

6.4.2.3 称取 0.1 g 试样，加硝酸（6.4.1.4）5 mL，溶液显黄色。

#### 6.5 总单宁酸

按附录 A 规定执行。

#### 6.6 游离单宁酸

按附录 B 规定执行。

#### 6.7 胃蛋白酶中不消化物

按附录 C 规定执行。

#### 6.8 水分

按 GB/T 6435 规定执行。

#### 6.9 灼烧残渣

按《中华人民共和国药典（2020 年版）》规定执行。

#### 6.10 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

#### 6.11 总砷

按 GB/T 13079 规定执行。

#### 6.12 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

#### 6.13 沙门氏菌

按 GB/T 13091 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产品为一批，批产量为 100 t。

## 7.2 出厂检验

检验项目为外观与性状、水分和总单宁酸（以干基计）含量。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录D）方可出厂。

## 7.3 型式检验

型式检验项目为第4章规定的所有项目。在正常生产情况下，每年至少进行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。

## 7.4 判定规则

7.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次合格。

7.4.2 检验结果中有任何指标不符合本标准规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本文件规定，则判定该批产品不合格。微生物指标不得复检。

7.4.3 各项目指标的极限数值判定按GB/T 8170中全数值比较法执行。

## 8 标签、包装、运输、贮存和保质期

### 8.1 标签

按GB 10648规定执行，见附录E。

### 8.2 包装

本品采用铝箔袋包装，1 kg/袋、5 kg/袋、10 kg/袋、20 kg/袋、25 kg/袋（或按客户指定规格包装）。

### 8.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质或碱性物质共运。

### 8.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质或碱性物质混贮。

### 8.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起的保质期为24个月。

## 附录 A

(规范性)

## 饲料添加剂鞣酸蛋白中总单宁酸含量的测定 分光光度法

## A.1 原理

丙酮溶液打开鞣酸蛋白中单宁酸与蛋白结合的氢键,经过滤,溶于丙酮中的单宁酸与钨酸钠-磷钼酸混合溶液(福林酚试剂)和碳酸钠溶液发生显色反应,用分光光度计进行含量测定。

## A.2 试剂或材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。水为符合GB/T 6682规定的三级水。

A.2.1 丙酮溶液:丙酮+水+盐酸=600+400+20。分别取600 mL丙酮、400 mL水、20 mL盐酸,混合,摇匀,即得。

A.2.2 钨酸钠-磷钼酸混合溶液:称取100.0 g钨酸钠、20.0 g磷钼酸,溶于约750 mL水中,移入1 000 mL回流瓶中,加入50 mL磷酸,充分混匀,接上冷凝管,在沸水浴上加热回流2 h,冷却,转入1 000 mL容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,过滤,置棕色容量瓶中保存。室温下可保存2周。或购买市售福林酚试剂。

A.2.3 碳酸钠溶液(75 g/L):称取37.5 g无水碳酸钠溶于250 mL温水中,混匀,冷却,稀释至500 mL,过滤到储液瓶中备用。室温下有效期7 d。

A.2.4 单宁酸标准品( $C_{76}H_{52}O_{46}$ , CAS号:1401-55-4):含量 $\geq 95.0\%$ 。

A.2.5 单宁酸标准储备溶液(1 mg/mL):称取单宁酸标准品(A.2.4)约100 mg(精确到0.1 mg),于100 mL棕色容量瓶中,用丙酮溶液(A.2.1)溶解定容。于2℃~4℃保存,有效期为2 d。

A.2.6 单宁酸标准中间溶液(100  $\mu\text{g/mL}$ ):准确移取单宁酸标准储备液(A.2.5)5.00 mL于50 mL棕色容量瓶中,用水定容。临用现配。

## A.3 仪器设备

A.3.1 紫外可见分光光度计:波长精度 $\pm 2$  nm。

A.3.2 分析天平:感量0.1 mg。

A.3.3 集热式恒温加热磁力搅拌器:控温精度 $\pm 1$ ℃。

A.3.4 离心机:转速不低于10 000 r/min。

## A.4 样品

按GB/T 20195制备样品,粉碎使其全部通过0.425 mm孔径的分析筛,充分混匀,备用。

## A.5 试验步骤

## A.5.1 提取

平行做两份试验。称取试样约0.1 g,精确到0.1 mg,置于250 mL具塞三角瓶中,准确加入50 mL丙酮溶液(A.2.1),加塞密封,置于恒温加热磁力搅拌器(A.3.3)中,于55℃水浴搅拌1 h,充分冷却后用丙酮溶液(A.2.1)定容至100 mL棕色容量瓶中,摇匀,取20 mL溶液置于离心管中,10 000 r/min离心10 min,准确移取5.00 mL上清液,用丙酮溶液(A.2.1)定容至10 mL棕色容量瓶中,摇匀,备用。

## A.5.2 测定

## A.5.3 标准曲线的绘制和测定

准确移取单宁酸标准中间溶液 (A. 2. 6) 0. 00 mL、0. 50 mL、1. 00 mL、1. 50 mL、2. 00 mL、3. 00 mL，分别置盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀；加钨酸钠-磷钼酸混合溶液 (A. 2. 2) 2. 5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液 (A. 2. 3) 7. 0 mL，摇匀；分别用水定容至50 mL，摇匀。单宁酸系列标准溶液浓度分别为：0. 00 mg/L、1. 00 mg/L、2. 00 mg/L、3. 00 mg/L、4. 00 mg/L、6. 00 mg/L，放置80 min显色后，以标准曲线0. 00 mg/L为空白，在760 nm波长处测定标准溶液的吸光度，以单宁酸浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

#### A. 5. 4 试样的测定

准确移取试液 (A. 5. 1) 0. 50 mL，置于盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀；加钨酸钠-磷钼酸混合溶液 (A. 2. 2) 2. 5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液 (A. 2. 3) 7. 0 mL，摇匀；分别用水定容至50 mL，摇匀。放置80 min显色后，以标准曲线0. 00 mg/L为空白，在760 nm波长处测定试样溶液的吸光度，根据标准曲线求出试液 (A. 5. 1) 中单宁酸的浓度。如果吸光度值超过6. 00 mg/L单宁酸的吸光度时，将试液 (A. 5. 1) 稀释后重新测定。

#### A. 6 试验数据处理

试样中总单宁酸（以干基计），以质量分数  $\omega_i$  计，数值以百分数（%）表示。按公式 (A. 1) 计算：

$$\omega_i = \frac{\rho \times V \times n}{m \times 1000 \times 1000 \times (1 - X)} \times 100 \dots \dots \dots (A. 1)$$

式中：

$\rho$  ——由标准曲线得出的试样溶液中单宁酸的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$  ——提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$n$  ——试样稀释倍数；

$m$  ——试样质量，单位为克（g）；

$X$  ——试样的水分含量，单位为百分比（%）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留到小数点后一位。

#### A. 7 精密度

在重复性条件下，两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的2%。



## 附 录 B

(规范性)

## 饲料添加剂鞣酸蛋白中游离单宁酸的测定 分光光度法

## B.1 原理

用水溶解鞣酸蛋白中游离单宁酸，过滤后，滤液中游离单宁酸与钨酸钠-磷钼酸混合溶液（福林酚试剂）和碳酸钠溶液发生显色反应，用分光光度计进行含量测定。

## B.2 试剂或材料

除非另有说明，仅使用分析纯试剂。水为符合GB/T 6682规定的三级水。

B.2.1 钨酸钠-磷钼酸混合溶液：称取100.0 g钨酸钠、20.0 g磷钼酸，溶于约750 mL水中，移入1 000 mL回流瓶中，加入50 mL磷酸，充分混匀，接上冷凝管，在沸水浴上加热回流2 h，冷却，转入1 000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，过滤，置棕色容量瓶中保存。室温下可保存2周。或购买市售福林酚试剂。

B.2.2 碳酸钠溶液（75 g/L）：称取37.5 g无水碳酸钠溶于250 mL温水中，混匀，冷却，稀释至500 mL，过滤到储液瓶中备用。室温下有效期为7 d。

B.2.3 单宁酸标准品（ $C_{76}H_{52}O_{46}$ ，CAS号：1401-55-4）：含量 $\geq 95.0\%$ 。

B.2.4 单宁酸标准储备溶液（1 mg/mL）：称取单宁酸标准品（B.2.3）约100 mg（精确到0.1 mg），于100 mL棕色容量瓶中，用水溶解定容。于2 °C~4 °C保存，有效期为2 d。

B.2.5 单宁酸标准溶液（100  $\mu\text{g/mL}$ ）：准确移取单宁酸标准储备液（B.2.4）5.00 mL于50 mL棕色容量瓶中，用水定容。临用现配。

## B.3 仪器设备

B.3.1 紫外可见分光光度计：波长精度 $\pm 2$  nm。

B.3.2 分析天平：感量0.1 mg。

B.3.3 超声振荡器。

## B.4 样品

按GB/T 20195制备样品，粉碎使其全部通过0.425 mm孔径的分析筛，充分混匀，备用。

## B.5 试验步骤

## B.5.1 提取

平行做两份试验。称取试样约10.0 g，精确到0.1 mg，置于250 mL三角瓶中，准确加入50 mL水，超声5 min，静置，用中速定量滤纸过滤，弃去初滤液，续滤液供测定用。

## B.5.2 标准曲线的绘制和测定

准确移取单宁酸标准溶液（B.2.5）0.00 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL，分别置盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀；加钨酸钠-磷钼酸混合溶液（B.2.1）2.5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液（B.2.2）7.0 mL，摇匀；分别用水定容至50 mL，摇匀。单宁酸系列标准溶液浓度分别为：0.00 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L，放置80 min显色后，以标准曲线0.00 mg/L为空白，在760 nm波长处测定标准溶液的吸光度，以单宁酸浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

### B. 5.3 试样的测定

准确移取试液 (B. 5.1) 1.00 mL用水稀释10倍后, 取1 mL稀释样品置于盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中, 摇匀; 加钨酸钠-磷钼酸混合溶液 (B. 2.1) 2.5 mL, 摇匀; 加碳酸钠溶液 (B. 2.2) 7.0 mL, 摇匀; 分别用水定容至50 mL, 摇匀。放置80 min显色后, 以标准曲线0.00 mg/L为空白, 在760 nm波长处测定试样溶液的吸光度, 根据标准曲线求出稀释后试样中单宁酸的浓度。如果吸光度值超过6.00 mg/L单宁酸的吸光度时, 将试液 (B. 5.1) 稀释后重新测定。

### B. 6 试验数据处理

试样中游离单宁酸的含量以质量分数  $\omega_2$  计, 数值以百分数 (%) 表示。按公式 (B. 1) 计算:

$$\omega_2 = \frac{\rho \times V \times n}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (B. 1)$$

式中:

- $\rho$  ——由标准曲线得出的稀释后试样中单宁酸的质量浓度, 单位为毫克每升 (mg/L);
- $V$  ——提取溶液的体积, 单位为毫升 (mL);
- $n$  ——试样稀释倍数;
- $m$  ——试样质量, 单位为克 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留到小数点后一位。

### B. 7 精密度

在重复性条件下, 两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 2%。

## 附 录 C

(规范性)

## 饲料添加剂鞣酸蛋白中胃蛋白酶中不消化物的测定

## C.1 原理

模拟动物胃内条件,考察在一定温度、酸及时间条件下胃蛋白酶对鞣酸蛋白的消化程度,计算出鞣酸蛋白的胃蛋白酶中不消化物百分比。

## C.2 试剂或材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。

C.2.1 胃蛋白酶:来源于猪胃, CAS号: 9001-75-6, 2500 IU/mg。

C.2.2 胃蛋白酶溶液: 200 IU/mL。称取8 mg(精确到0.1 mg)胃蛋白酶(C.2.1)溶于80 mL水中,混匀,定容至100 mL,预热至37 °C备用,现配现用。

C.2.3 盐酸溶液(1 mol/L): 量取43 mL 36%浓盐酸用玻璃棒引流注入到装有300 mL水的烧杯中,搅匀后转移至500 mL容量瓶中,反复洗涤玻璃棒和烧杯2~3次,定容至刻度线。

C.2.4 钨酸钠-磷钼酸混合溶液(或购买市售福林酚试剂): 称取100.0 g钨酸钠、20.0 g磷钼酸,溶于约750 mL水中,移入1 000 mL回流瓶中,加入50 mL磷酸,充分混匀,接上冷凝管,在沸水浴上加热回流2 h,冷却,转入1 000 mL容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,过滤,置棕色容量瓶中保存。室温下有效期14 d。

C.2.5 碳酸钠溶液(75 g/L): 称取37.5 g无水碳酸钠溶于250 mL温水中,混匀,冷却,稀释至500 mL,过滤到储液瓶中备用。室温下有效期7 d。

C.2.6 单宁酸标准品( $C_{76}H_{52}O_{46}$ ): CAS号为1401-55-4,含量 $\geq 95.0\%$ 。

C.2.7 单宁酸标准储备溶液(1 mg/mL): 称取单宁酸标准品(C.2.6)约100 mg(精确到0.1 mg),于100 mL棕色容量瓶中,用水溶解定容。于2 °C~4 °C保存,有效期为2 d。

C.2.8 单宁酸标准溶液(100  $\mu\text{g/mL}$ ): 准确移取单宁酸标准储备液(C.2.7) 5.00 mL于50 mL棕色容量瓶中,用水定容。临用现配。

## C.3 仪器设备

C.3.1 分析天平:感量0.1 mg。

C.3.2 恒温水浴锅:带磁力搅拌。

C.3.3 紫外可见分光光度计:波长精度 $\pm 2$  nm。

C.3.4 滤器:0.22  $\mu\text{m}$ 。

## C.4 样品

按GB/T 20195制备样品,粉碎使其全部通过0.425 mm孔径的分析筛,充分混匀,备用。

## C.5 试验步骤

## C.5.1 鞣酸蛋白的胃蛋白酶消化试验

平行做两份试验。称取待测鞣酸蛋白样品约2 g(精确到0.1 mg),加入水75 mL,再加入7 mL盐酸溶液(C.2.3),加入胃蛋白酶溶液(C.2.2) 25 mL,摇匀,加盖密封在37 °C水浴中静置3 h。冰水中冷却后用微孔滤膜过滤,滤液供测定酶消化释放的单宁酸用。

## C.5.2 滤液样中单宁酸含量的测定

### C. 5. 2. 1 标准曲线的绘制和测定

准确移取单宁酸标准溶液 (C. 2. 8) 0. 00 mL、0. 50 mL、1. 00 mL、1. 50 mL、2. 00 mL、3. 00 mL，分别置盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀；加钨酸钠-磷钼酸混合溶液 (C. 2. 4) 2. 5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液 (C. 2. 5) 7. 0 mL，摇匀；分别用水定容至50 mL，摇匀。单宁酸系列标准溶液浓度分别为：0. 00 mg/L、1. 00 mg/L、2. 00 mg/L、3. 00 mg/L、4. 00 mg/L、6. 00 mg/L，放置80 min显色后，以标准曲线0. 00 mg/L为空白，在760 nm波长处测定标准溶液的吸光度，以单宁酸浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

### C. 5. 2. 2 试样的测定

准确移取试液 (C. 5. 1) 1. 00 mL，置于盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀并用水定容至50 mL；取1. 00 mL稀释后的待测溶液，置于盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀加钨酸钠-磷钼酸混合溶液 (C. 2. 4) 2. 5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液 (C. 2. 5) 7. 0 mL，摇匀；分别用水定容至50 mL，摇匀。放置80 min显色后，以标准曲线0. 00 mg/L为空白，在760 nm波长处测定试样溶液的吸光度，根据标准曲线求出稀释后试样中单宁酸的浓度。如果吸光度值超过6. 00 mg/L单宁酸的吸光度时，将试液稀释后重新测定。

## C. 6 试验数据处理

试验中胃蛋白酶中不消化物含量以质量分数  $\omega_3$  计，数值以百分数 (%) 表示。按公式 (C. 1) 计算：

$$\omega_3 = 1 - \frac{m_1 - m_B}{m_A - m_B} \times 100 \dots \dots \dots (C. 1)$$

其中：

$$m_1 = \frac{\rho \times V \times n}{m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (C. 2)$$

式中：

$\rho$  ——由标准曲线得出的稀释后试样中单宁酸的质量浓度，单位为毫克每升 (mg/L)；

$V$  ——酶消化液体积 (见C. 5. 1， $V=107$  mL)；

$n$  ——稀释倍数， $n=2\ 500$ ；

$m_1$  ——样品经胃蛋白酶消化后游离单宁酸占样品总量的百分比 (%)；

$m_A$  ——通过附录A计算的鞣酸蛋白中总单宁酸 (以湿基计) 含量，单位为百分比 (%)；

$m_B$  ——通过附录B计算的鞣酸蛋白中游离单宁酸的含量，单位为百分比 (%)；

$m$  ——试样质量，单位为克 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留到小数点后一位。

## C. 7 精密度

在重复性条件下，两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 2%。

## 附录 D

(规范性)

## 产品使用说明

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

## 饲料添加剂 鞣酸蛋白

## 使用说明书

【产品名称】鞣酸蛋白

【英文名称】Albumin tannate

【有效成分】鞣酸蛋白

【性状】红棕色粉末，无嗅。

【产品成分分析保证值】

项目		指标
总单宁酸（以干基计）/%		≥50.0
游离单宁酸/%		≤1.0
胃蛋白酶中不消化物/%		≥50.0
水分/%		≤6.0
灼烧残渣/%		≤1
粒度	通过 0.80 mm 试验筛/%	100
	通过 0.50 mm 试验筛/%	≥90
总砷（以 As 计）/（mg/kg）		≤3
铅（Pb）/（mg/kg）		≤2
沙门氏菌（25 g 中）		不得检出

【作用功效】降低断奶仔猪腹泻率，改善肠道健康。

【适用范围】断奶仔猪。

【用法与用量】在断奶仔猪配合饲料中的推荐添加量为 1 000~2 000 mg/kg（以总单宁酸计），连续添加使用不超过 30 d，最高限量为 2 000 mg/kg（以总单宁酸计）。

【净含量】

【保质期】24 个月。

【贮运】贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质或碱性物质混贮。运输时防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质或碱性物质共运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

网址

邮箱

附 录 E

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【执行标准】

【产品批准文号】

饲料添加剂

鞣酸蛋白

Albumin tannate

【产品名称】鞣酸蛋白

【产品成分分析保证值】

项目		指标
总单宁酸（以干基计）/%		≥50.0
游离单宁酸/%		≤1.0
胃蛋白酶中不消化物/%		≥50.0
水分/%		≤6.0
灼烧残渣/%		≤1
粒度	通过 0.80 mm 试验筛/%	100
	通过 0.50 mm 试验筛/%	≥90
总砷（以 As 计）/（mg/kg）		≤3
铅（Pb）/（mg/kg）		≤2
沙门氏菌（25 g 中）		不得检出

【有效成分】鞣酸蛋白。

【作用功效】降低断奶仔猪腹泻率，改善肠道健康。

【适用范围】断奶仔猪。

【用法与用量】在断奶仔猪配合饲料中的推荐添加量为 1 000~2 000 mg/kg（以总单宁酸计），连续添加使用不超过 30 d，最高限量为 2 000 mg/kg（以总单宁酸计）。

【净含量】

【保质期】24 个月。

【贮 运】贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质或碱性物质混贮。运输时防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质或碱性物质共运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】

附件 3

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1002—2022

---

### 饲料添加剂 三丁酸甘油酯

Feed Additive — Tributyrin

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由武汉泛华生物技术有限公司、湖北浩华生物技术有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：侯永清、胡群兵、杨玲、李宝成。



# 饲料添加剂 三丁酸甘油酯

## 1 范围

本文件给出了三丁酸甘油酯的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂三丁酸甘油酯的技术要求、检验规则及标签、包装、贮存、运输和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以丁酸和甘油为原料，经酯化反应和纯化精制制得的饲料添加剂三丁酸甘油酯。

## 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 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 原子吸收光谱法
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 26626 动植物油脂 水分含量测定 卡尔费休法（无吡啶）
- 《中华人民共和国兽药典》（2020年版）

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：三丁酸甘油酯，CAS号：60-01-5

分子式： $C_{15}H_{26}O_6$

相对分子质量：302.36（按2016年国际相对原子质量）

结构式：三丁酸甘油酯结构式见图1。

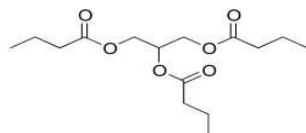


图1 三丁酸甘油酯结构式

## 5 技术要求

### 5.1 外观与性状

无色至微黄色油状液体，有特殊脂肪香味，易溶于乙醇、氯仿和乙醚，极难溶于水。

## 5.2 技术指标

应符合表 1 的规定。

表1 技术指标

项目	指标
三丁酸甘油酯（以 C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O <sub>6</sub> 计） / %	≥95.0
单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和（以 C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub> 与 C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O <sub>5</sub> 之和计） / %	≤4.0
丁酸 / %	≤0.5
水分 / %	≤0.5
总砷（以 As 计） / (mg/kg)	≤3.0
铅（Pb） / (mg/kg)	≤2.0

## 6 取样

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

## 7 试验方法

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，其他分析用水应符合 GB/T 6682 规定的三级水。

### 7.1 感官检验

取适量的试样放置于清洁、干燥的玻璃平皿或烧杯内，于自然光下、通风良好、无异味的环境中，观察其色泽和形态，并嗅其气味。

### 7.2 鉴别试验

#### 7.2.1 试剂或材料

7.2.1.1 乙腈：色谱纯。

7.2.1.2 三丁酸甘油酯标准品：CAS 号为 60-01-5，纯度≥98.0%。

#### 7.2.2 仪器设备

7.2.2.1 傅里叶变换红外光谱仪。

7.2.2.2 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

7.2.2.3 分析天平：感量 0.000 1 g。

#### 7.2.3 鉴别

##### 7.2.3.1 红外分光光度法

按照《中华人民共和国兽药典》（2020 年版一部附录）规定，采用 KBr 液膜法，用傅里叶变换红外光谱仪在 4 000 cm<sup>-1</sup>~400 cm<sup>-1</sup> 波数范围内录制光谱图。三丁酸甘油酯标准溶液红外光谱图见附录 A。

##### 7.2.3.2 液相色谱法

按 7.3 进行检测，试样溶液中三丁酸甘油酯的保留时间与标准工作溶液中三丁酸甘油酯的保留时间一致，其相对偏差应在±2.5%之内。在重复性条件下，两次独立测定的保留时间绝对误差不大于 0.02 min。三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图见附录 B。

### 7.3 三丁酸甘油酯

### 7.3.1 原理

试样用流动相溶解，用液相色谱仪分离，紫外检测器检测，外标法定量。

### 7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 乙腈：色谱纯。

7.3.2.2 流动相：乙腈+水=80+20。

7.3.2.3 标准储备溶液：准确称取三丁酸甘油酯标准品（CAS 号为 60-01-5，纯度 $\geq$ 98.0%）0.25 g（精确到 0.000 1 g）置于 25 mL 容量瓶中，加流动相（7.3.2.2）约 20 mL，置超声波清洗器中超声 20 min，冷却至室温后用流动相（7.3.2.2）稀释至刻度，充分摇匀。该标准储备溶液浓度为 10.0 mg/mL。于 2 °C~8 °C 保存，有效期为 1 个月。

7.3.2.4 标准溶液：准确移取 1 mL 标准储备溶液（7.3.2.3）置于 10 mL 容量瓶中，用流动相（7.3.2.2）定容至刻度。该标准中间溶液浓度为 1.0 mg/mL，临用现配。

7.3.2.5 标准系列溶液：分别取三丁酸甘油酯标准溶液（7.3.2.4），用流动相（7.3.2.2）稀释为三丁酸甘油酯浓度为 0.1 mg/mL、0.2 mg/mL、0.4 mg/mL、0.6 mg/mL、0.8 mg/mL、1.0 mg/mL 的标准系列溶液。临用现配。上机前过 0.22  $\mu$ m 滤膜。

7.3.2.6 微孔滤膜：孔径 0.22  $\mu$ m，有机系。

### 7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器。

7.3.3.2 电子分析天平：感量为 0.000 1 g。

7.3.3.3 超声波清洗器。

### 7.3.4 试验步骤

#### 7.3.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 0.2 g（精确到 0.000 1 g），置于 25 mL 容量瓶中，加入流动相（7.3.2.2）约 20 mL，超声波振动 20 min 使试样溶解，冷却至室温后用流动相（7.3.2.2）溶液定容至刻度，摇匀，静置，即为试样溶液。取 5 mL 试样溶液置于 50 mL 容量瓶中，用流动相（7.3.2.2）定容到刻度，过 0.22  $\mu$ m 滤膜后，上机测定。

#### 7.3.4.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：十八烷基硅烷键合硅胶柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒度 5  $\mu$ m，或者性能相当者。

b) 流动相：7.3.2.2。

c) 检测波长：210 nm。

d) 流速：1.0 mL/min。

e) 进样量：20  $\mu$ L。

f) 柱温：30 °C。

#### 7.3.4.3 测定

在仪器的最佳条件下，取标准系列溶液（7.3.2.5）及试样溶液（7.3.4.1），分别上机测定。以三丁酸甘油酯标准系列溶液的浓度分别为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不低于 0.995。三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图见附录 B。

### 7.3.5 试验数据处理

试样中三丁酸甘油酯含量以质量分数  $\omega$  计，数值以百分数（%）表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{C \times V \times n}{m \times 1000} \times 100 \dots \dots \dots (1)$$

式中：

*C* ——由标准工作曲线计算出的试样中三丁酸甘油酯的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

*V* ——试样溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

*n* ——稀释倍数；

*m* ——试样质量，单位为克 (g)；

1000 ——换算系数。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

### 7.3.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于 2.0%。

## 7.4 丁酸

### 7.4.1 原理

在气相色谱仪中注入待测试样，经毛细管柱分离，用氢火焰离子化检测器测定，面积归一法计算丁酸含量。

### 7.4.2 仪器设备

7.4.2.1 气相色谱仪：具有氢火焰离子化检测器。

### 7.4.3 试验步骤

#### 7.4.3.1 试样的制备

平行做两份试验。取一定量的试样，过 0.22 μm 滤膜后上机测定。

#### 7.4.3.2 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：HP-5 毛细管柱，柱长 30 m，内径 0.32 mm，膜厚 0.25 μm，或性能相当者。

b) 载气：氮气，1.5 mL/min。

c) 燃烧气：氢气，30 mL/min。

d) 助燃气：空气，300 mL/min。

e) 进样口温度：250 °C。

f) 程序升温：50 °C 保持 1 min，以 20 °C/min 的速率升至 120 °C，保持 1 min，然后以 7 °C/min 的速率升温至 250 °C，保持 4 min。

g) 检测器温度：280 °C。

h) 分流比：30:1。

i) 进样量：0.2 μL。

#### 7.4.3.3 测定

在仪器的最佳条件下，注入试样溶液。

#### 7.4.4 试验数据处理

试样中丁酸的含量以质量分数  $\omega_1$  计，数值以百分数 (%) 表示，按式 (2) 计算：

$$\omega_1 = \frac{A_1}{\sum A_i} \times 100 \dots \dots \dots (2)$$

式中：

$A_1$  ——丁酸峰面积；

$\sum A_i$  ——各组分峰面积之和。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

7.4.5 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%。

7.5 单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和

7.5.1 原理

丁酸和甘油酯化合成三丁酸甘油酯的过程中会伴随生成单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯，总量减去其他成分含量即为单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和。

7.5.2 试验数据处理

试样中单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和以质量分数  $\omega_3$  计，数值以百分数（%）表示，按式（3）计算：

$$\omega_3=100\%-\omega-\omega_1-\omega_2\dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $\omega$  ——试样中三丁酸甘油酯含量（按 7.3 方法执行）；
- $\omega_1$  ——试样中丁酸含量（按 7.4 方法执行）；
- $\omega_2$  ——试样中水分含量（按 7.6 方法执行）。

试验结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

7.6 水分

按 GB/T 26626 规定执行。

7.7 总砷（以 As 计）

按 GB/T 13079 规定执行。

7.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为 1 批，每批产品不得超过 60 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为：外观和性状、三丁酸甘油酯含量、水分。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录 C）方可出厂。

8.3 型式检验

型式检验的项目为第 5 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。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有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

NYSL—1002—2022

8.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本部分规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复验。复验结果中有一项指标不符合本文本规定，即判定该批产品不合格。

8.4.3 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。

## 9 标签、包装、运输、贮存与保质期

### 9.1 标签

按 GB 10648 规定执行，产品标签样式见附录 D。

### 9.2 包装

本品采用高密度聚乙烯包装桶。

### 9.3 运输

运输过程中应防潮、防晒、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。

### 9.4 贮存

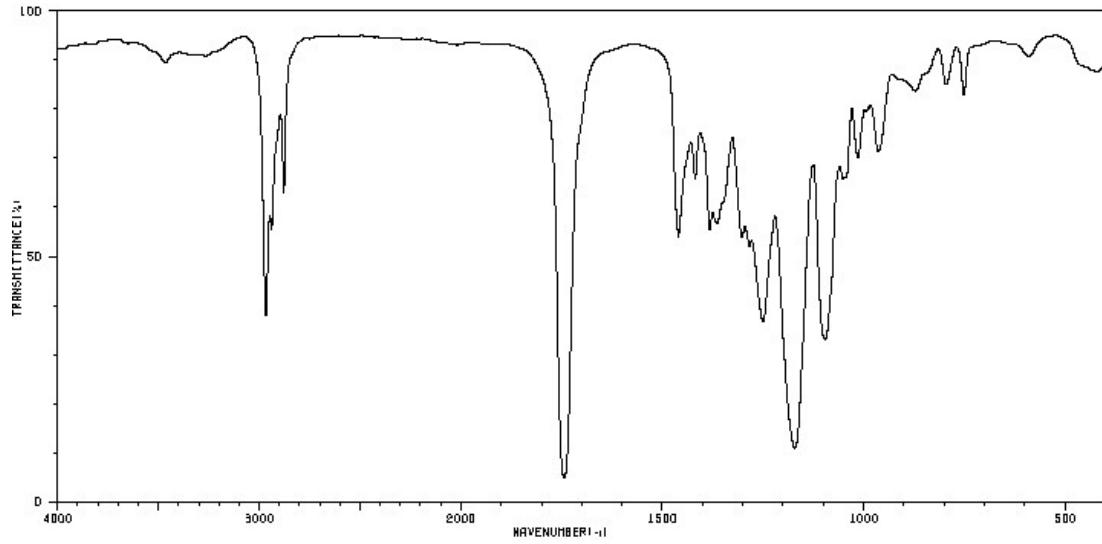
应贮存在干燥、无污染的库房内，防止日晒、雨淋。不得与有毒有害物质混贮。

### 9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起的保质期为 12 个月。

附录 A  
(资料性)  
三丁酸甘油酯标准品红外光谱图

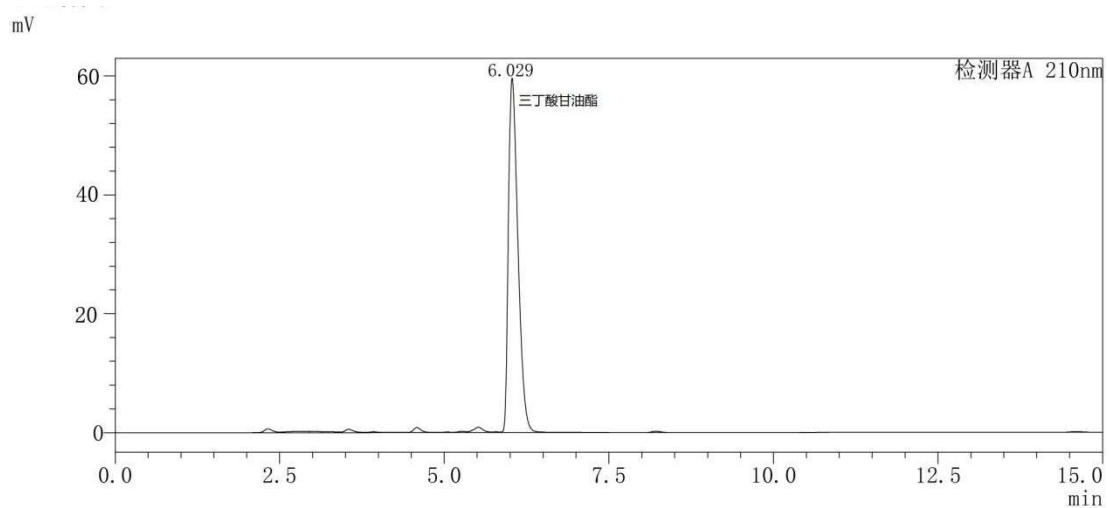
三丁酸甘油酯标准品红外光谱图见图 A. 1。



图A. 1 三丁酸甘油酯标准品红外光谱图

附录 B  
(资料性)  
三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图

三丁酸甘油酯标准溶液液相色谱图见图 B. 1。



图B.1 三丁酸甘油酯标准溶液（浓度 1.0 mg/mL）液相色谱图



附录 C  
(规范性)  
产品使用说明书

【新产品证书号】  
【生产许可证号】  
【产品批准文号】  
【执行标准】

饲料添加剂 三丁酸甘油酯  
使用说明书

【产品名称】三丁酸甘油酯  
【英文名称】Tributyryn  
【有效成分】三丁酸甘油酯(C<sub>15</sub>H<sub>26</sub>O<sub>6</sub>)  
【性 状】无色至微黄色油状液体  
【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
三丁酸甘油酯 (以 C <sub>15</sub> H <sub>26</sub> O <sub>6</sub> 计) / %	≥95.0
单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和 (以 C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O <sub>4</sub> 与 C <sub>11</sub> H <sub>20</sub> O <sub>5</sub> 之和计) / %	≤4.0
丁酸 / %	≤0.5
水分 / %	≤0.5
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤3.0
铅 (Pb) / (mg/kg)	≤2.0

【作用功效】改善肠黏膜形态，促进肠道健康。  
【适用范围】肉仔鸡。  
【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 500~2 000 mg/kg。  
【净含量】  
【保质期】12 个月。  
【贮 运】应贮存在干燥、无污染的库房内，防止日晒、雨淋；不得与有毒有害物质混贮。运输过程中应防潮、防晒、防止包装破损，不得与有毒有害物质混运。  
【生产企业】

地址	邮编
电话	传真
网址	邮箱

附录 D  
(规范性)  
产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂  
三丁酸甘油酯  
Tributylin

【产品名称】三丁酸甘油酯

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
三丁酸甘油酯 (以 $C_{15}H_{26}O_6$ 计) / %	$\geq 95.0$
单丁酸甘油酯与双丁酸甘油酯之和 (以 $C_7H_{14}O_4$ 与 $C_{11}H_{20}O_5$ 之和计) / %	$\leq 4.0$
丁酸 / %	$\leq 0.5$
水分 / %	$\leq 0.5$
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	$\leq 3.0$
铅 (Pb) / (mg/kg)	$\leq 2.0$

【原料组成】三丁酸甘油酯 ( $C_{15}H_{26}O_6$ )。

【作用功效】改善肠黏膜形态, 促进肠道健康。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 500~2 000 mg/kg (以干物质含量为 88% 的配合饲料为基础)

【净含量】

【保质期】12 个月。

【贮 运】应贮存在干燥、无污染的库房内, 防止日晒、雨淋; 不得与有毒有害物质混贮。运输过程中应防潮、防晒、防止包装破损, 不得与有毒有害物质混运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】

附件 4

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1003—2022

---

### 饲料添加剂 万寿菊提取物

（有效成分为槲皮万寿菊素）

Feed additive—Marigold extract (active substance  
Quercetagenin)

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由晨光生物科技集团股份有限公司、河北晨光检测技术服务有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：吴迪、连运河、程远欣、高伟、焦利卫、吴娟娟、钱建瑞。

# 饲料添加剂 万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

## 1 范围

本文件给出了槲皮万寿菊素的化学名称、通用名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）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。

本文件适用于以万寿菊（*Tagetes erecta* L.）或万寿菊渣为原料，用丙酮等溶剂提取、浓缩、干燥等制成的饲料添加剂万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）。

## 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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- 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/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 原子吸收光谱法
- GB/T 14699.1 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 化学名称、通用名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：3, 3', 4', 5, 6, 7-六羟基黄酮

通用名称：槲皮万寿菊素

分子式：C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>

相对分子质量：318.24（按 2018 年国际相对原子质量）

结构式：

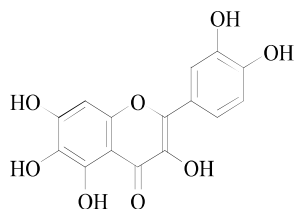


图 1 槲皮万寿菊素结构

## 5 技术要求

### 5.1 外观和性状

黄色粉末，无肉眼可见杂质，具有万寿菊特有气味。

### 5.2 鉴别指标

鉴别指标见表 1。

表 1 鉴别指标

项 目		指 标	
化学鉴别	三氯化铝反应	亮橘黄色	
紫外光谱	最大吸收波长	360 nm、260 nm	
特征图谱	特征峰数	2	
	特征峰相对保留时间	峰1 (1.000) 峰2 (1.325)	±5%以内

### 5.3 理化指标

理化指标应符合表 2 的规定。

表 2 理化指标

项 目	指 标
槲皮万寿菊素（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/%	≥80.0
水分/%	≤5.0
粗灰分/%	≤1.0
粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%	≥90
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤3.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤3.0

## 6 取样

按GB/T 14699.1的规定执行。

## 7 试验方法

除非另有规定，仅使用分析纯试剂，色谱所用水应符合 GB/T 6682 中一级水规定，其他试验用水应符合 GB/T 6682 中二级水规定，试剂和溶液的制备应符合 GB/T 602 和 GB/T 603 的规定。

### 7.1 感官检验

取适量试样置于干净、干燥的白纸上，在自然光下观察其色泽和状态，并嗅其气味。

### 7.2 鉴别试验

按附录 A 规定执行，应满足表 1 规定。

### 7.3 槲皮万寿菊素含量

按附录 B 规定执行。

### 7.4 水分

按 GB/T 6435 规定执行。

### 7.5 粗灰分

按 GB/T 6438 规定执行。

### 7.6 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

### 7.7 总砷

按 GB/T 13079 规定执行。

### 7.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

## 8 检验规则

### 8.1 组批

以相同原料、相同工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批。

### 8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观和性状、水分、粗灰分、粒度、槲皮万寿菊素。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录 C）方可出厂。

### 8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 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，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。

### 8.4 判定规则

8.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果有任何指标不符合本部分规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检，复检结果有一项指标不符合本文件规定，则判定该整批产品不合格。

8.4.3 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。

## 9 标签、包装、运输、贮存和保质期

### 9.1 标签

按 GB 10648 规定执行，标签样式见附录 D。

### 9.2 包装

本品采用铝箔袋等包装。

### 9.3 运输

运输中应保证包装的完整，防止日晒、雨雪侵袭，禁止与有毒有害物质共运。

### 9.4 贮存



应贮存在清洁、干燥、通风处，防潮、防晒、防虫。禁止与有毒有害物质混储。

#### 9.5 保质期

未开启原包装产品在规定的运输和贮存条件下，保质期为 24 个月。

## 附录 A

(规范性)

## 饲料添加剂万寿菊提取物鉴别试验

## A.1 化学鉴别

## A.1.1 试剂或材料

## A.1.1.1 乙醇。

A.1.1.2 三氯化铝乙醇溶液 (10 g/L): 称取 10 g 三氯化铝, 用乙醇溶解后, 转移定容至 1 L 容量瓶中。

## A.1.2 仪器设备

分析天平: 感量 10 mg。

## A.1.3 鉴别方法

称取约 0.1 g 试样, 精确至 10 mg, 溶于 100 mL 的乙醇中。取 1 mL 试样溶液, 滴加 2~3 滴三氯化铝乙醇溶液, 溶液显亮橘黄色。

## A.2 紫外光谱鉴别

## A.2.1 试剂或材料

甲醇: 色谱纯。

## A.2.2 仪器设备

A.2.2.1 紫外可见分光光度计: 波长精度±2 nm。

A.2.2.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

## A.2.3 鉴别方法

称取试样约 15 mg, 精确至 0.1 mg, 溶于 100 mL 甲醇中, 在 200 nm~600 nm 波长范围内进行紫外扫描, 紫外对照图谱如图 A.1 所示。试样溶液的紫外吸收光谱图应与万寿菊提取物(有效成分为槲皮万寿菊素)紫外吸收光谱图一致, 在 360 nm 和 260 nm 波长处应有最大吸收。

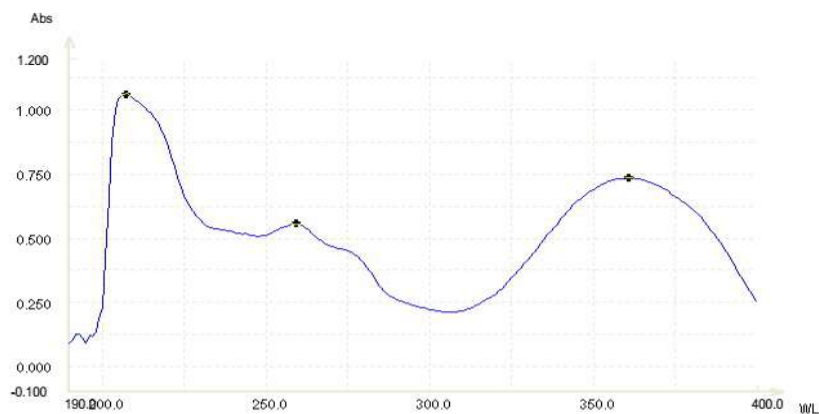


图 A.1 万寿菊提取物(有效成分为槲皮万寿菊素)紫外吸收光谱图

### A.3 特征图谱鉴别

#### A.3.1 试剂或材料

A.3.1.1 乙腈：色谱纯。

A.3.1.2 甲酸：色谱纯。

A.3.1.3 甲醇：色谱纯。

A.3.1.4 0.1%甲酸溶液：取 1 mL 甲酸，用水定容至 1 L 容量瓶中。

A.3.1.5 槲皮万寿菊素标准品：CAS：90-18-6，含量 $\geq$ 95.0%。

#### A.3.2 仪器设备

A.3.2.1 超高效液相色谱仪，配紫外检测器。

A.3.2.2 分析天平：感量 0.1 mg。

A.3.2.3 超声波清洗器。

#### A.3.3 试验步骤

A.3.3.1 标准溶液制备：称取槲皮万寿菊素标准品约 5 mg，精确至 0.1 mg，用甲醇溶解并定容至 10 mL，浓度为 500  $\mu$ g/mL。2  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 保存，有效期为 3 个月。

A.3.3.2 试样溶液制备：称取试样约 0.1 g，精确至 0.1 mg，用甲醇溶解并定容至 100 mL，即得试样溶液。

#### A.3.3.3 测定

##### A.3.3.3.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱： $C_{18}$ 柱，柱长 50 mm，内径 2.1 mm，粒径 1.7  $\mu$ m，或性能相当者。
- b) 流动相：A 相为 0.1%的甲酸溶液，B 相为乙腈；梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 A.1。
- c) 流速：0.3 mL/min。
- d) 柱温：40  $^{\circ}$ C。
- e) 检测波长：260 nm。
- f) 进样量：0.6  $\mu$ L。

表 A.1 梯度洗脱程序

时间 (min)	A 相 (%)	B 相 (%)
0.0	90.0	10.0
1.0	90.0	10.0
12.0	65.0	35.0
12.5	90.0	10.0
15.0	90.0	10.0

##### A.3.3.3.2 标准溶液和试样溶液的测定

在仪器的最佳条件下，分别取试样溶液与标准溶液，过 0.22  $\mu$ m 微孔滤膜，上机测定。

#### A.3.4 试验结果

按照 A. 3. 3 步骤测得的万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）试样溶液图谱应如图 A. 2 所示。试样溶液图谱应呈现与特征图谱中相对应的 2 个特征峰。并且峰 1 应与槲皮万寿菊素标准溶液保留时间一致，将峰 1（槲皮万寿菊素）设定为 S 峰，计算峰 2 与 S 峰的相对保留时间，相对保留时间应在规定值的 $\pm 5\%$ 以内。峰 2 规定值为 1.325。

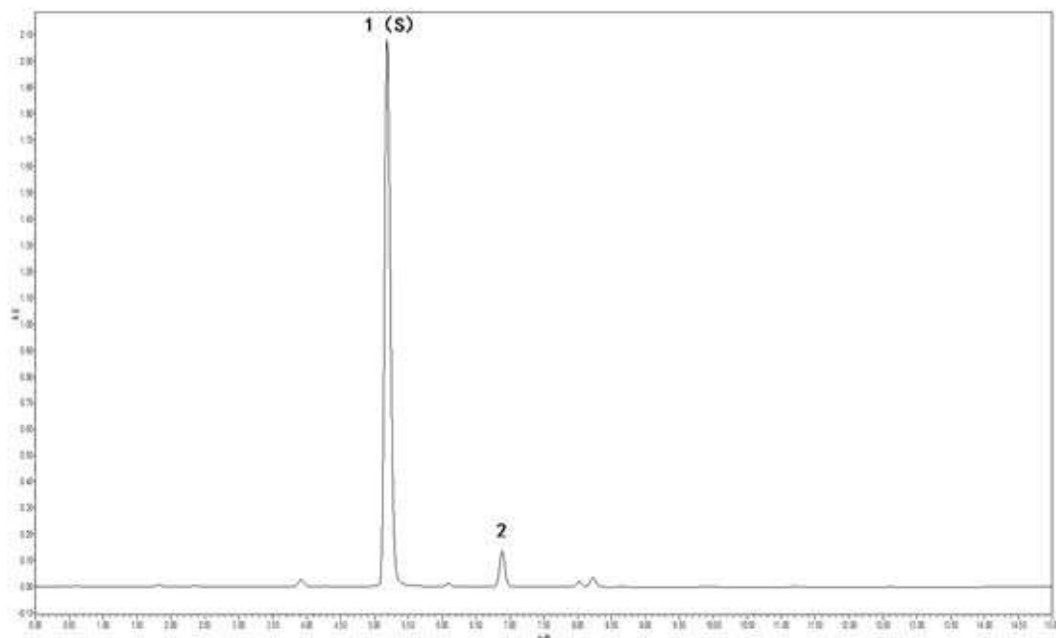


图 A. 2 万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）的特征图谱

峰 1 (S 峰): 槲皮万寿菊素

## 附录 B

(规范性)

## 饲料添加剂万寿菊提取物中槲皮万寿菊素含量测定

## B.1 原理

试样中的槲皮万寿菊素经甲醇溶解，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

## B.2 试剂或材料

B.2.1 乙腈：色谱纯。

B.2.2 甲醇：色谱纯。

B.2.3 0.2%磷酸溶液：取 2 mL 磷酸，用水定容至 1 000 mL 容量瓶中，摇匀。

B.2.4 甲醇溶液：甲醇+水=9+1。

B.2.5 槲皮万寿菊素标准品：CAS：90-18-6，含量 $\geq$ 95.0%。

B.2.6 微孔滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ ，有机系。

## B.3 仪器设备

B.3.1 液相色谱仪：配紫外检测器。

B.3.2 分析天平：感量 0.01 mg 和 0.000 1 g。

B.3.3 超声波清洗器。

## B.4 试验步骤

## B.4.1 标准溶液的制备

B.4.1.1 标准储备溶液：称取槲皮万寿菊素标准品 12.5 mg（精确至 0.01 mg），置于 25 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容，浓度为 500  $\mu\text{g/mL}$ 。2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱保存，有效期 3 个月。

B.4.1.2 标准系列溶液：准确移取标准储备溶液适量，用甲醇稀释成浓度为 10  $\mu\text{g/mL}$ 、20  $\mu\text{g/mL}$ 、50  $\mu\text{g/mL}$ 、100  $\mu\text{g/mL}$ 、200  $\mu\text{g/mL}$  和 500  $\mu\text{g/mL}$  的标准系列溶液。临用现配。

## B.4.2 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 0.06 g~0.07 g（精确至 0.000 1 g），置于 50 mL 容量瓶中，先加入适量甲醇溶液，超声溶解后定容，摇匀。过 0.22  $\mu\text{m}$  微孔滤膜，备用。

## B.4.3 测定

## B.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： $\text{C}_{18}$  柱，柱长 50 mm，内径 4.6 mm，粒径 2.7  $\mu\text{m}$ ，或性能相当者。

b) 流动相：A 相为 0.2 % 的磷酸溶液，B 相为乙腈。梯度洗脱，梯度洗脱程序见表 B.1。

c) 流速：1 mL/min。

NYSL—1003—2022

- d) 柱温: 40 °C。
- e) 检测波长: 260 nm。
- f) 进样量: 2 μL。

表 B.1 梯度洗脱程序

时间/ min	A/ %	B/ %
0.0	88.0	12.0
5.0	88.0	12.0
5.5	10.0	90.0
7.5	10.0	90.0
8.0	88.0	12.0
9.0	88.0	12.0

#### B. 4. 3. 2 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下, 分别取标准系列溶液和试样溶液上机测定。槲皮万寿菊素标准溶液的色谱图参见图 B. 1。

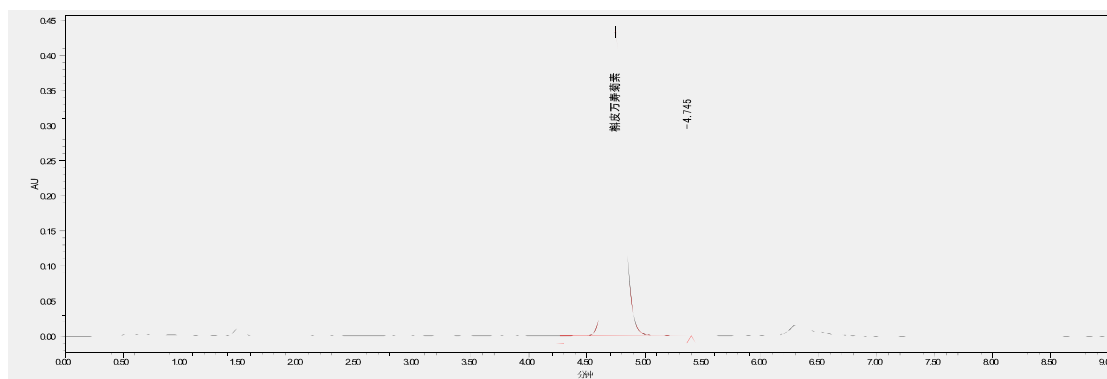


图 B. 1 槲皮万寿菊素标准溶液 (500 μg/mL) 高效液相色谱图

#### B. 4. 3. 3 定量

以标准系列溶液的浓度为横坐标, 色谱峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线, 标准曲线的相关系数不应低于 0.99。试样溶液与标准溶液中槲皮万寿菊素的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

#### B. 4. 4 试验数据处理

试样中槲皮万寿菊素 (以  $C_{15}H_{10}O_8$  干基计) 的含量以质量分数  $\omega$  计, 数值以百分率 (%) 表示, 按公式 (B. 1) 计算:

$$\omega = \frac{\rho \times V}{m \times (1 - \omega_0) \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中:

$\rho$ ——由标准曲线计算得到的试样溶液中槲皮万寿菊素的浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )；

$V$ ——试样溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

$\omega_0$ ——试样水分含量，单位为百分比 (%)；

$m$ ——试样质量，单位为克 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后两位。

#### B. 4. 5 精密度

重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 3%。

## 附录 C

(规范性)

## 产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

## 饲料添加剂 万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

## 使用说明书

【产品名称】万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

【英文名称】Marigold extract (active substance Quercetagenin)

【有效成分】槲皮万寿菊素 (C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>)

【性状】产品为黄色粉末，无肉眼可见杂质，具有万寿菊特有气味。

【产品成分分析保证值】

项 目	指标
槲皮万寿菊素（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/%	≥80.0
水分/%	≤5.0
粗灰分/%	≤1.0
粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%	≥90
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤3.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤3.0

【作用功效】提高机体抗氧化能力，改善生产性能。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 50~60 mg/kg（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 计），最高限量为 80 mg/kg（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 计）。

【净含量】

【保质期】24 个月。

【贮运】不应与有毒有害及其他污染物混贮。仓库保持干燥、通风、非阳光直射，地面有防潮设施，并注意防虫蛀、鼠害、霉变和污染。运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质共运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

网址

邮箱



附录 D

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

**饲料添加剂**  
**万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）**

Marigold extract (active substance Quercetagetin)

【产品名称】万寿菊提取物（有效成分为槲皮万寿菊素）

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
槲皮万寿菊素（以 C <sub>15</sub> H <sub>10</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/%	≥80.0
水分/%	≤5.0
粗灰分/%	≤1.0
粒度（0.59 mm 孔径试验筛通过率）/%	≥90
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤3.0
铅（Pb）/（mg/kg）	≤3.0

【原料组成】槲皮万寿菊素（C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub>）。

【作用功效】提高机体抗氧化能力，改善生产性能。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 50~60 mg/kg（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 计），最高限量为 80 mg/kg（以 C<sub>15</sub>H<sub>10</sub>O<sub>8</sub> 计）。

【净含量】

【保质期】24 个月。

【贮 运】不应与有毒有害及其他污染物混贮。仓库保持干燥、通风、非阳光直射，地面有防潮设施，并注意防虫蛀、鼠害、霉变和污染。运输过程中应防潮、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质共运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】

附件 5

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1004—2022

---

### 饲料添加剂 枯草三十七肽

Feed additive—Sublancin

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由中农颖泰林州生物科技园有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

文件主要起草人：郭柑彤、何涛、赵俊锋、刘扬科、吴金梅、成鹏。

# 饲料添加剂 枯草三十七肽

## 1 范围

本文件给出了枯草三十七肽的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式。规定了饲料添加剂枯草三十七肽的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和有效期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以枯草芽孢杆菌 (*Bacillus subtilis* CGMCC 15404) 为生产菌种，以玉米淀粉或麦芽糊精为载体，经液体发酵、膜分离、浓缩、添加载体进行喷雾干燥生产的饲料添加剂枯草三十七肽。

## 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 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 6437 饲料中总磷的测定 分光光度法

GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定

GB/T 6439 饲料中水溶性氯化物的测定

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 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 13091 饲料中沙门氏菌的测定

GB/T 13092 饲料中霉菌总数测定方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 18869 饲料中大肠菌群的测定

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

GB/T 23877 饲料酸化剂中柠檬酸、富马酸和乳酸的测定 高效液相色谱法

NY/T 2071 饲料中黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮和T-2毒素的测定 液相色谱法-串联质谱法

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

#### 4.1 化学名称

L-甘氨酸-L-亮氨酸-L-甘氨酸-L-赖氨酸-L-丙氨酸-L-α-谷氨酸-L-半胱氨酸-L-丙氨酸-L-丙氨酸-L-亮氨酸-L-色氨酸-L-亮氨酸-L-α-谷氨酸-L-半胱氨酸-L-丙氨酸-L-丝氨酸-L-甘氨酸-L-甘氨酸-L-苏氨酸-L-异亮氨酸-L-甘氨酸-L-半胱氨酸-L-甘氨酸-L-甘氨酸-L-甘氨酸-L-丙氨酸-L-缬氨酸-L-丙氨酸-L-半胱氨酸-L-α-谷氨酸-L-α-天冬氨酸-L-酪氨酸-L-精氨酸-L-α-谷氨酸-L-苯丙氨酸-L-半胱氨酸-L-精氨酸胺

#### 4.2 分子式



#### 4.3 相对分子质量

3879.8（按2018年国际相对原子质量）

#### 4.4 结构式

枯草三十七肽的结构式见图1。

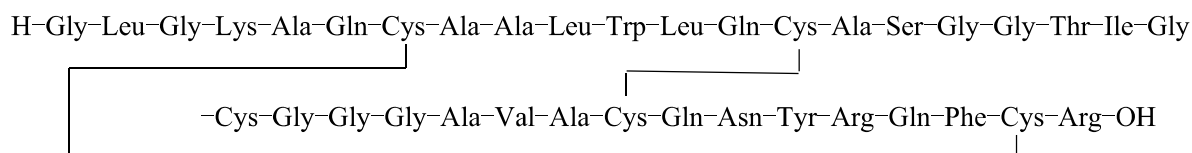


图1 枯草三十七肽的结构式

### 5 技术要求

#### 5.1 外观与性状

淡黄色粉末，无明显成团结块，无异味。

#### 5.2 技术指标

应符合表1中的规定。

表1 技术指标

项目	指标
枯草三十七肽（以干基计）/%	≥1.0
水分/%	≤10.0
粒度（0.42 mm孔径试验筛通过率）/%	≥98
柠檬酸/%	≤20.0
总磷/%	≤2.0
粗灰分/%	≤25.0
水溶性氯化物（以NaCl计）/%	≤1.0
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤2.0

铅/ (mg/kg)	≤5.0
汞/ (mg/kg)	≤0.1
镉/ (mg/kg)	≤0.5
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> / (μg/kg)	≤10.0
玉米赤霉烯酮/ (mg/kg)	≤0.5
霉菌总数/ (CFU/g)	≤2.0×10 <sup>4</sup>
大肠菌群/ (MPN/g)	≤1.0×10 <sup>2</sup>
沙门氏菌 (25 g中)	不得检出

## 6 取样

按 GB/T 14699.1 的规定进行。

## 7 试验方法

### 7.1 感官检验

取适量样品 (约 250 g)，在非阳光直射的情况下，观其色泽、形态，嗅其气味。

### 7.2 枯草三十七肽

按附录 A 规定执行。

### 7.3 水分

按 GB/T 6435 规定执行。

### 7.4 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

### 7.5 柠檬酸

按 GB/T 23877 规定执行。

### 7.6 总磷

按 GB/T 6437 规定执行。

### 7.7 粗灰分

按 GB/T 6438 规定执行。

### 7.8 水溶性氯化物

按 GB/T 6439 规定执行。

### 7.9 总砷

按 GB/T 13079 规定执行。

NYSL—1004—2022

#### 7.10 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

#### 7.11 汞

按 GB/T 13081 规定执行。

#### 7.12 镉

按 GB/T 13082 规定执行。

#### 7.13 黄曲霉毒素B<sub>1</sub>

按 NY/T 2071 规定执行。

#### 7.14 玉米赤霉烯酮

按 NY/T 2071 规定执行。

#### 7.15 霉菌总数

按 GB/T 13092 规定执行。

#### 7.16 大肠菌群

按 GB/T 18869 规定执行。

#### 7.17 沙门氏菌

按 GB/T 13091 规定执行。

### 8 检验规则

#### 8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批。

#### 8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、枯草三十七肽、水分、粒度、铅、总砷、镉。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和使用说明书（按照附录 C 执行）方可出厂。

#### 8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 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。有下列情况之一，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) 停产三个月以上，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。

## 8.4 判定规则

8.4.1 所有项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检测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。复检结果仍不符合本文件规定，即判定该批产品不合格，微生物指标不得复检。

8.4.3 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。

## 9 标签、包装、运输、贮存和保质期

### 9.1 标签

按 GB 10648 的规定执行，标签式样见附录 D。

### 9.2 包装

本品采用复合铝箔袋包装，1kg/袋、5kg/袋、20kg/袋、25kg/袋（或按客户指定规格包装）。

### 9.3 运输

运输过程中应有遮盖物，防止日晒、雨淋、受潮，不得与有毒有害物质或其它有污染的物质混装、混运。

### 9.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋、受潮，不得与有毒有害物质或其它有污染的物质混贮。

## 10 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件，原包装自生产之日起保质期为 24 个月。



## 附录 A

## (规范性)

## 饲料添加剂枯草三十七肽中枯草三十七肽含量的测定

## A.1 原理

试样中的枯草三十七肽经水提取，稀释后用高效液相色谱仪反相色谱系统分离，紫外检测器或二极管阵列检测器测定，外标法定量。

## A.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

A.2.1 水：GB/T 6682，一级。

A.2.2 三氟乙酸：色谱纯。

A.2.3 乙腈：色谱纯。

A.2.4 流动相 A：移取 1 mL 三氟乙酸 (A.2.2)，加入 1 000 mL 水中，过 0.22  $\mu\text{m}$  水相滤膜，脱气 10 min，密封备用。

A.2.5 流动相 B：量取乙腈 (A.2.3) 800 mL，加入 200 mL 水，混匀，再加入三氟乙酸 (A.2.2) 0.85 mL 混匀，过 0.22  $\mu\text{m}$  有机相滤膜，脱气 10 min，密封备用。

A.2.6 枯草三十七肽对照品：含量 86.30% $\pm$ 0.22%。

A.2.7 枯草三十七肽标准储备溶液：准确称取枯草三十七肽对照品 (A.2.6) 50 mg (精确至 0.01 mg)，置于 10 mL 离心管中，加入 5 mL 水，于旋涡混合器上振荡 3 min~5 min，完全溶解后转移至 50 mL 容量瓶中，用水清洗离心管 3 次，清洗液一并移入容量瓶中，继续超声 15 min~30 min，用水定容，摇匀。该溶液枯草三十七肽浓度为 1 000  $\mu\text{g/mL}$ 。2  $^{\circ}\text{C}$ ~8  $^{\circ}\text{C}$  密封保存，有效期 7 d。

A.2.8 枯草三十七肽标准系列溶液：准确量取枯草三十七肽标准储备溶液 (A.2.7) 适量，用水稀释，配制成浓度分别为 62.5  $\mu\text{g/mL}$ 、125  $\mu\text{g/mL}$ 、250  $\mu\text{g/mL}$ 、500  $\mu\text{g/mL}$ 、1 000  $\mu\text{g/mL}$  枯草三十七肽标准系列溶液，临用现配。

A.2.9 滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ ，水相和有机相。

## A.3 仪器设备

A.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.3.2 分析天平：感量为 0.01 mg。

A.3.3 超声波清洗器。

A.3.4 旋涡混合器。

A.3.5 离心机：转速不低于 12 000 r/min。

## A.4 样品

按 GB/T 20195 规定执行，选取有代表性的饲料样品至少 500 g，四分法缩减至 100 g，粉碎通过 0.42 mm 孔径分析筛。

## A.5 试验步骤

### A.5.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样 5 g (精确至 0.000 1 g)，置于 50 mL 离心管中，加入 20 mL 水，于旋涡混合器上振荡 3 min~5 min，完全溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，用水清洗离心管 3 次，清洗液一并移入容量瓶中，再超声 15 min~30 min，用水定容，摇匀。取适量溶液于离心管中，12 000 r/min 离心 2 min，用注射器吸取上清液约 2.5 mL，过 0.22 μm 滤膜，弃去前 1 mL 滤液，接取后续滤液于样品瓶中，供高效液相色谱测定。

### A.5.2 测定

#### A.5.2.1 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C<sub>8</sub> 色谱柱，粒度 5 μm，内径 4.6 mm，柱长 150 mm，或性能相当者。
- b) 流动相：流动相 A：(A.2.4)；流动相 B：(A.2.5)。梯度洗脱，洗脱梯度见表 A.1。
- c) 流速：1.0 mL/min。
- d) 柱温：22 °C。
- e) 进样体积：20 μL。
- f) 检测波长：280 nm。

表 A.1 流动相洗脱梯度表

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	70.0	30.0
1.00	70.0	30.0
15.00	57.0	43.0
15.01	0	100.0
17.00	0	100.0
17.01	70.0	30.0
23.00	70.0	30.0

#### A.5.2.2 标准系列溶液和试样溶液的测定

在仪器的最佳条件下，分别上机测定标准系列溶液和试样溶液。以枯草三十七肽色谱峰面积为横坐标，标准系列溶液的浓度为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不低于 0.995。枯草三十七肽的液相色谱图见附录 B。

### A.6 试验数据处理

试样中枯草三十七肽含量（以干基计）以质量分数  $\omega$  计，数值以百分数（%）表示，按式 (A.1) 计算：

$$\omega = \frac{C \times V}{m \times (1 - X)} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

$C$ ——由标准曲线计算的试样溶液中枯草三十七肽的浓度，单位为微克每毫升 (μg/mL)；

$V$ ——试样溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

$m$ ——试样质量，单位为克 (g)；

NYSL—1004—2022

$X$ ——试样的水分含量，单位为质量百分数（%）；

$10^{-4}$ ——单位换算系数。

测定结果用平行测定值的算数平均值表示，计算结果保留两位有效数字。

#### A.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于该算术平均值的 10.0%。

附录 B

(资料性)

枯草三十七肽标准溶液的高效液相色谱图

枯草三十七肽标准溶液的高效液相色谱图见图B.1。

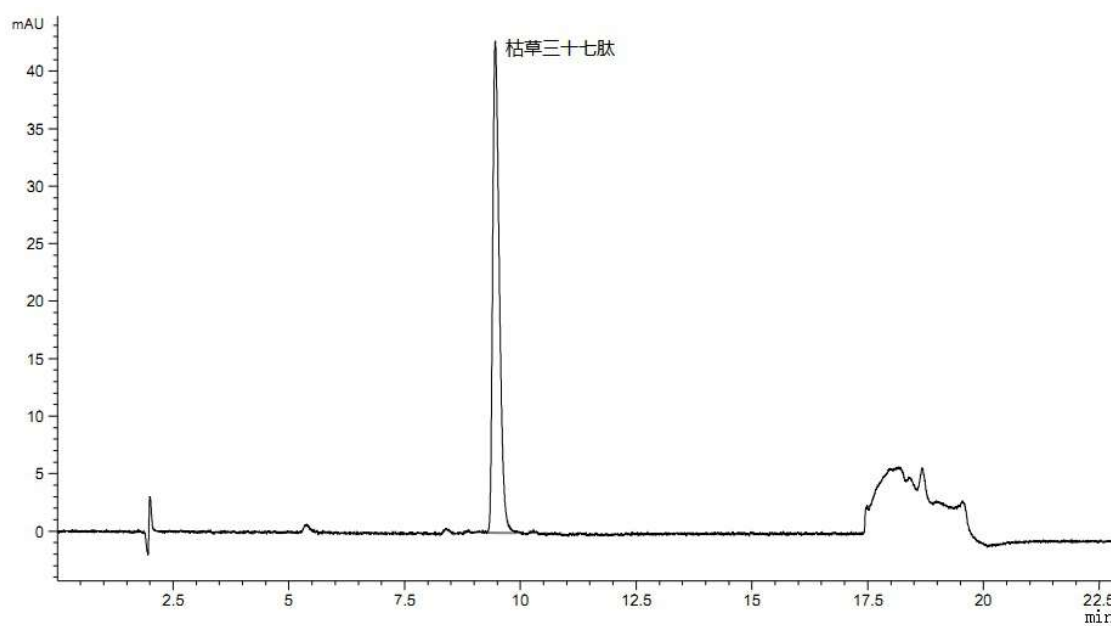


图 B.1 枯草三十七肽标准溶液的高效液相色谱图 (125  $\mu\text{g/mL}$ )

附录 C

(规范性)

产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂 枯草三十七肽

使用说明书

【产品名称】枯草三十七肽

【英文名称】Sublancin

【性状】淡黄色粉末

【产品成分分析保证值】

项目	指标
枯草三十七肽（以干基计）/%	≥1.0
水分/%	≤10.0
粒度（0.42 mm孔径试验筛通过率）/%	≥98
柠檬酸/%	≤20.0
总磷/%	≤2.0
粗灰分/%	≤25.0
水溶性氯化物（以NaCl计）/%	≤1.0
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤2.0
铅/（mg/kg）	≤5.0
汞/（mg/kg）	≤0.1
镉/（mg/kg）	≤0.5
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> /（μg/kg）	≤10.0
玉米赤霉烯酮/（mg/kg）	≤0.5
霉菌总数/（CFU/g）	≤2.0×10 <sup>4</sup>
大肠菌群/（MPN/g）	≤1.0×10 <sup>2</sup>
沙门氏菌（25 g中）	不得检出

【作用功效】可促进生长，增强机体免疫功能，改善肠粘膜形态结构和菌群组成。

【适用范围】肉鸡。

【用法与用量】在肉鸡配合饲料中推荐添加量为 1.5~6.0 mg/kg（以枯草三十七肽计）。

【净含量】

【保质期】24 个月。

【贮运】贮存在干燥、洁净、通风的库房内，防潮、防晒、防雨淋，防止与有毒有害物质混贮混运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

网址

邮箱

## 附录 D

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

## 饲料添加剂

## 枯草三十七肽

Sublancin

【产品名称】枯草三十七肽

【产品成分分析保证值】

项目	指标
枯草三十七肽（以干基计）/%	≥1.0
水分/%	≤10.0
粒度（0.42 mm孔径试验筛通过率）/%	≥98
柠檬酸/%	≤20.0
总磷/%	≤2.0
粗灰分/%	≤25.0
水溶性氯化物（以NaCl计）/%	≤1.0
总砷（以As计）/（mg/kg）	≤2.0
铅/（mg/kg）	≤5.0
汞/（mg/kg）	≤0.1
镉/（mg/kg）	≤0.5
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> /（μg/kg）	≤10.0
玉米赤霉烯酮/mg/kg	≤0.5
霉菌总数/（CFU/g）	≤2.0×10 <sup>4</sup>
大肠菌群/（MPN/g）	≤1.0×10 <sup>2</sup>
沙门氏菌（25 g中）	不得检出

【有效组分】枯草三十七肽。

【作用功效】可促进生长，增强机体免疫功能，改善肠粘膜形态结构和菌群组成。

【适用范围】肉鸡。

【用法与用量】在肉鸡配合饲料中推荐添加量为 1.5~6.0 mg/kg（以枯草三十七肽计）。

【净含量】

【保质期】24 个月。

【贮运】贮存在干燥、洁净、通风的库房内，防潮、防晒、防雨淋，防止与有毒有害物质混贮混运。

【生产企业】地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】

附件 6

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1005—2022

---

### 饲料添加剂 腺苷七肽

Feed additive—Johnisin-C

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由安杰利(重庆)生物科技有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心(北京)复核。

本文件主要起草人：杨贤彬、黄邦俊。



# 饲料添加剂 腺苷七肽

## 1 范围

本文件给出了腺苷七肽的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂腺苷七肽的技术要求、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。

本文件适用于以约氏乳杆菌 (*Lactobacillus johnsonii* CGMCC 19858) 为菌种，以玉米浆粉、酵母粉等为培养基，经液体发酵、提取、添加载体进行喷雾干燥，再添稀释剂制得的饲料添加剂腺苷七肽。

## 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 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 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 原子吸收光谱法
- 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 饲料中沙门氏菌的测定
- GB/T 20195 动物饲料 试样的制备
- GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法
- NY/T 2071 饲料中黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮和 T-2 毒素的测定 液相色谱-串联质谱法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**发酵批** fermentation batch

采用发酵接种日期+发酵罐号+流水号为一个发酵批。

### 3.2

**稀释批** dilution Lot

采用发酵批号+稀释配方流水号为一个稀释批。

#### 4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：甲酰基-丙氨酸磷酸酯腺苷七肽

分子式：C<sub>39</sub>H<sub>62</sub>O<sub>18</sub>N<sub>15</sub>S<sub>1</sub>P<sub>1</sub>

相对分子质量：1091.2（按 2016 年国际相对原子质量）

结构式：腺苷七肽结构式见图 1

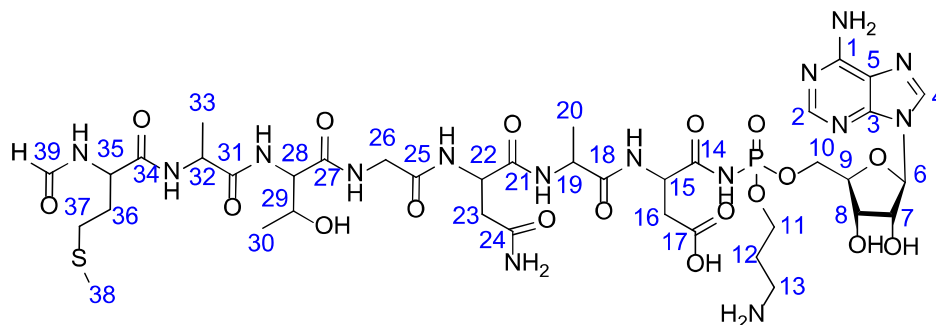


图1 腺苷七肽结构式

#### 5 技术要求

##### 5.1 外观与性状

淡黄色粉末，色泽均匀，无肉眼可见杂质，具有吸湿性及发酵特殊香味。

##### 5.2 技术指标

应符合表1中的规定。

表1 技术指标

项目	指标
腺苷七肽含量/%	≥1.0
水分/%	≤10.0
粒度（1.18 mm孔径试验筛通过率）/%	100
粒度（0.85 mm孔径试验筛通过率）/%	≥90
黄曲霉毒素 B <sub>1</sub> /（μg/kg）	≤10.0
玉米赤霉烯酮/（mg/kg）	≤0.3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇/（mg/kg）	≤1.0
铅/（mg/kg）	≤10.0
砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤2.0
铬/（mg/kg）	≤5.0
镉/（mg/kg）	≤1.0
沙门氏菌（25 g 中）	不得检出

#### 6 取样

##### 6.1 采样原则

样品的采集应遵循随机性、代表性的原则，采样过程应遵循无菌操作程序，防止一切可

能的外来污染。

## 6.2 采样方法

6.2.1 应在同一发酵批或稀释批中采集样品，从容器或包装中采集的样品量应满足微生物指标检验的要求，一般不少于 500 g。

6.2.2 独立包装小于等于 500 g 的产品，取完整包装；独立包装大于 500 g 的产品，应用无菌采样器从同一容器或包装的不同部分分别采取适量样品，放入同一个无菌采样容器内作为一个样品。

## 6.3 采集样品的贮存和运输

6.3.1 应尽快将样品送往实验室检测。

6.3.2 应在运输过程中保持样品完整。

6.3.3 应在接近原有贮存条件下贮存样品，或采取必要措施防止样品吸湿。

## 7 试验方法

### 7.1 感官检验

取适量样品（约 250 g）于无色容器中，按照外观与性状指标，在自然光下，采用目测、鼻嗅的方法进行检验。

### 7.2 腺苷七肽含量

按附录 A 规定执行。

### 7.3 水分

按 GB/T 6435 规定执行。

### 7.4 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

### 7.5 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>

按 NY/T 2071 规定执行。

### 7.6 玉米赤霉烯酮

按 NY/T 2071 规定执行。

### 7.7 呕吐毒素

按 GB/T 30956 规定执行。

### 7.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

### 7.9 砷

按 GB/T 13079 规定执行。

NYSL—1005—2022

#### 7.10 铬

按 GB/T 13088 规定执行。

#### 7.11 镉

按 GB 13082 规定执行。

#### 7.12 沙门氏菌

按 GB/T 13091 规定执行。

### 8 检验规则

#### 8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺，属同一发酵批稀释生产的产品（即稀释批）为一批，每批产品不超过 10 t。

#### 8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、腺苷七肽含量、粒度、水分。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录 C）方可出厂。

#### 8.3 型式检验

型式检验项目为本文件中第 5 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。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，配方或主要原料发生较大改变，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差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出要求时。

#### 8.4 判定规则

8.4.1 所有项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 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，如复检仍不符合本文件规定，则判定该批产品不合格，微生物指标不得复检。

8.4.3 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。

### 9 标签、包装、运输、贮存和保质期

#### 9.1 标签

按 GB 10648 规定执行，产品标签样式见附录 D。

#### 9.2 包装

本品内包装采用铝箔袋密封包装，外包装采用珠光膜编织袋进行包装。

### 9.3 运输

运输工具与车辆必须清洁、卫生，并且有防雨、防晒、防潮措施。搬运装卸时小心轻放，不得与有毒有害污染物混装混运。

### 9.4 贮存

产品应于通风干燥的库房内存放。储存过程中防止鼠咬、虫蛀，勿与有毒、有污染的物品混放。

### 9.5 保质期

产品自生产之日起，在上述包装完好与贮存条件下，保质期为 12 个月。

## 附录 A

### (规范性)

#### 饲料添加剂腺苷七肽中腺苷七肽含量的测定

##### A.1 范围

本文件规定了饲料添加剂腺苷七肽中腺苷七肽含量测定的高效液相色谱法。  
本文件方法检出限为 2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

##### A.2 原理

试样中的腺苷七肽用水经超声提取后，反向色谱分离，紫外检测器测定，外标法定量。

##### A.3 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

A.3.1 水：GB/T 6682，一级。

A.3.2 乙腈：色谱纯。

A.3.3 三氟乙酸：色谱纯。

A.3.4 流动相 A：0.1%三氟乙酸乙腈溶液：量取 1 000 mL 乙腈，加入 1 mL 三氟乙酸，用 0.22  $\mu\text{m}$  有机滤膜过滤，超声脱气 10 min。

A.3.5 流动相 B：0.1%三氟乙酸水溶液：量取 1 000 mL 水，加入 1 mL 三氟乙酸，用 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜过滤，超声脱气 10 min。

A.3.6 腺苷七肽标准储备溶液：准确称取腺苷七肽对照品（纯度大于 90%）0.11 g（精确至 0.000 1g）于 50 mL 容量瓶，加入约 40 mL 水，超声 5 min，待全部溶解后，冷却，用水定容至刻度。此溶液中腺苷七肽浓度为 2 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，2  $^{\circ}\text{C}$ ~8  $^{\circ}\text{C}$  保存，有效期为 1 个月。

A.3.7 腺苷七肽标准系列溶液：准确移取一定体积的腺苷七肽标准储备溶液（A.3.6），用水稀释定容至 50 mL，得到浓度分别为 20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、40  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、400  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准系列溶液。临用现配。

A.3.8 滤膜：0.22  $\mu\text{m}$ ，水系。

##### A.4 仪器设备

A.4.1 高效液相色谱仪：具有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.4.2 分析天平：感量为 0.000 1 g。

A.4.3 超声波提取器。

A.4.4 离心机：转速不低于 3 000 r/min。

##### A.5 样品

按 GB/T 20195 规定执行，选取有代表性的饲料样品至少 500 g，四分法缩减至 100 g，粉碎通过 0.425 mm 孔径分析筛。

##### A.6 试验步骤

###### A.6.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 1 g（精确至 0.000 1g）于 25 mL 容量瓶中，加入 18 mL 水，在超声波提取器（A.4.3）中超声提取 10 min~15 min（中间振摇 1 次以防样品附着于

瓶底)后,待温度降至室温,用水定容至刻度,摇匀。提取液 8 000 rpm,离心 10 min,上清液过膜,供高效液相色谱测定。

**A. 6. 2 测定**

**A. 6. 2. 1 液相色谱参考条件**

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C<sub>18</sub>柱,长 150 mm,内径 4.6 mm,粒度 5 μm。或性能相当者。
- b) 流动相: 流动相 A: (A. 3. 4); 流动相 B: (A. 3. 5), 梯度洗脱。洗脱梯度见表 A. 1。
- c) 流速: 1 mL/min。
- d) 柱温: 25 °C。
- e) 进样体积: 20 μL。
- f) 检测波长: 254 nm。

**表 A. 1 流动相洗脱梯度表**

时间 (min)	A/%	B/%	流速/ (mL/min)
0. 0	5	95	1
5. 0	5	95	1
8. 0	13	87	1
13. 0	13	87	1
18. 0	50	50	1
20. 0	100	0	1
25. 0	100	0	1
30. 0	5	95	1
35. 0	5	95	1

**A. 6. 2. 2 腺苷七肽标准系列溶液的测定:** 将腺苷七肽标准系列溶液过 0. 22 μm 滤膜后,分别注入液相色谱仪,以不同浓度腺苷七肽峰面积为纵坐标,对应的标准溶液浓度为横坐标,绘制标准工作曲线,标准曲线的相关系数不低于 0. 995。腺苷七肽标准溶液的高效液相色谱图见附录 B。

**A. 6. 2. 3 试样溶液的测定:** 将试样溶液 (A. 6. 1) 注入液相色谱仪,以保留时间定性,试样溶液的峰面积代入 A. 6. 2. 2 绘制的标准工作曲线,计算试样中腺苷七肽含量。

**A. 7 试验数据处理**

试样中腺苷七肽的含量以质量分数 ω 计,数值以百分数 (%) 表示,按式 (A. 1) 计算:

$$\omega = \frac{A \times \rho \times V}{A_{st} \times m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- A —— 试样溶液中腺苷七肽峰面积;
- ρ —— 由标准曲线计算得到的试样溶液中腺苷七肽的浓度,单位为微克每毫升 (μg/mL);
- V —— 试样溶液定容体积,单位为毫升 (mL);
- A<sub>st</sub> —— 标准溶液中腺苷七肽峰面积;
- m —— 试样质量,单位为 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留到小数点后一位。

**A. 8 精密度**

在重复性条件下,获得的两次平行测定结果与其算术平均值的差值不大于这两个测定值算术平均值的 5%。



附录 B

(资料性)

腺苷七肽标准溶液的高效液相色谱图

腺苷七肽标准溶液的高效液相色谱图见图 B. 1。

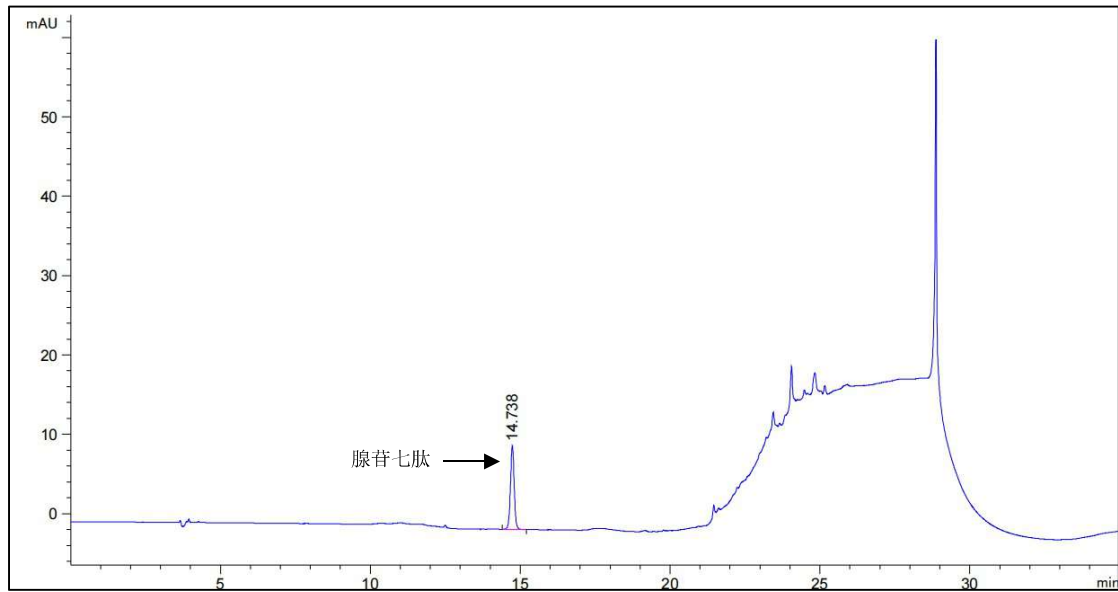


图 B. 1 腺苷七肽标准溶液 (20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 的高效液相色谱图

附录 C

(规范性)

产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【执行标准】

【产品批准文号】

饲料添加剂 腺苷七肽

使用说明书

【产品名称】腺苷七肽

【英文名称】Johnisin-C

【有效成分】腺苷七肽

【性状】淡黄色粉末，具有吸湿性及发酵特殊香味。

【产品成分分析保证值】

项目	指标
腺苷七肽含量/ %	≥1.0
水分/ %	≤10.0
粒度 (1.18 mm孔径试验筛通过率) /%	100
粒度 (0.85 mm孔径试验筛通过率) /%	≥90
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> / (μg/kg)	≤10.0
玉米赤霉烯酮/ (mg/kg)	≤0.3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇/ (mg/kg)	≤1.0
铅/ (mg/kg)	≤10.0
砷 (以As计) / (mg/kg)	≤2.0
铬/ (mg/kg)	≤5.0
镉/ (mg/kg)	≤1.0
沙门氏菌 (25 g中)	不得检出

【作用功效】调节免疫功能，促进动物生长，降低料重比。

【适用范围】断奶仔猪。

【用法用量】在断奶仔猪配合饲料中推荐添加量为 2.5~5.0 mg/kg (以腺苷七肽计)。

【净含量】

【保质期】12个月。

【贮运】储于通风干燥库房内，储存过程中防止鼠咬、虫蛀，勿与有毒、有污染的物品混放。

【生产企业】

地址  
电话  
网址

邮编  
传真  
邮箱

## 附录 D

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【执行标准】

【产品批准文号】

## 饲料添加剂

## 腺苷七肽

Johnisin-C

【产品名称】腺苷七肽

【产品成分分析保证值】

项目	指标
腺苷七肽含量/ %	≥1.0
水分/ %	≤10.0
粒度 (1.18 mm孔径试验筛通过率) /%	100
粒度 (0.85 mm孔径试验筛通过率) /%	≥90
黄曲霉毒素B <sub>1</sub> / (μg/kg)	≤10.0
玉米赤霉烯酮/ (mg/kg)	≤0.3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇/ (mg/kg)	≤1.0
铅/ (mg/kg)	≤10.0
砷 (以As计) / (mg/kg)	≤2.0
铬/ (mg/kg)	≤5.0
镉/ (mg/kg)	≤1.0
沙门氏菌 (25 g中)	不得检出

【有效组分】腺苷七肽。

【作用功效】调节免疫功能，促进动物生长，降低料重比。

【适用范围】断奶仔猪。

【用法与用量】在断奶仔猪配合饲料中推荐添加量为 2.5~5.0 mg/kg (以腺苷七肽计)。

【净含量】

【保质期】12个月。

【贮运】储于通风干燥库房内，储存过程中防止鼠咬、虫蛀，勿与有毒、有污染的物品混放。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】

附件 7

# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1006—2022

---

### 饲料中单宁酸的测定 分光光度法

**Determination of tannin in feeds—Spectrophotometry**

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

中华人民共和国农业农村部 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》的规则起草。

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这些专利的责任。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由广州英赛特生物技术有限公司起草。

本文件主要起草人：彭险峰、覃宗华、区煜荣。

# 饲料中单宁酸的测定 分光光度法

## 1 范围

本文件规定了饲料中单宁酸的分光光度测定方法。

本文件适用于添加了饲料添加剂鞣酸蛋白的配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料中单宁酸含量的测定。

本文件检出限为140 mg/kg，定量限为420 mg/kg。

## 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

用丙酮溶液将鞣酸蛋白中单宁酸与蛋白结合的氢键打开，单宁酸溶于丙酮溶液而蛋白质不溶，经过滤后，取滤液加钨酸钠-磷钼酸混合溶液（福林酚试剂）和碳酸钠溶液，显色后，用分光光度计于760 nm波长处测定吸光值，用单宁酸作标准曲线测定饲料中单宁酸的含量。由于饲料中可能含有还原性物质以及部分饲料原料可能含有少量单宁酸，会与福林酚试剂反应，故测试结果用空白饲料作校正。

## 5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂，水为符合GB/T 6682三级水。

5.1 丙酮溶液（丙酮+水+盐酸=600+400+20）：分别取 600 mL 丙酮、400 mL 水、20 mL 盐酸，混合，摇匀，即得。

5.2 钨酸钠-磷钼酸混合溶液：称取 100.0 g 钨酸钠、20.0 g 磷钼酸，溶于约 750 mL 水中，移入 1 000 mL 回流瓶中，加入 50 mL 磷酸，充分混匀，接上冷凝管，在沸水浴上加热回流 2 h，冷却，转入 1 000 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，过滤，置棕色容量瓶中保存。室温下可保存 14 d。或购买市售福林酚试剂。

## NYSL—1006—2022

5.3 碳酸钠溶液（75 g/L）：称取 37.5 g 无水碳酸钠溶于 250 mL 温水中，混匀，冷却，稀释至 500 mL，过滤到储液瓶中备用。室温下可保存 7 d。

5.4 单宁酸标准品（ $C_{76}H_{52}O_{46}$ ，CAS 号：1401-55-4）：含量 $\geq 95.0\%$ 。

5.5 单宁酸标准储备液（1 mg/mL）：称取单宁酸标准品（5.4）适量（精确至 0.000 1 g），于 100 mL 棕色容量瓶中，用丙酮溶液（5.1）溶解定容。于 4 °C 保存，有效期为 2 d。

5.6 单宁酸标准中间溶液（100  $\mu\text{g/mL}$ ）：准确移取单宁酸标准储备液（5.5）5.00 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，用水定容。临用现配。

## 6 仪器设备

6.1 紫外可见分光光度计：波长精度 $\pm 2$  nm。

6.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

6.3 集热式恒温加热磁力搅拌器：控温精度 $\pm 1$  °C。

6.4 离心机：转速不低于 10 000 r/min。

## 7 样品

按 GB/T 20195 制备样品，粉碎使其全部通过 0.42 mm 孔径的分析筛，充分混匀，备用。选取相同但未添加鞣酸蛋白添加剂的饲料样品作为空白样品。

## 8 试验步骤

### 8.1 提取

#### 8.1.1 试样的提取

平行做两份试验。称取试样 0.5 g~2 g，准确至 0.000 1 g，置于 100 mL 具塞三角瓶中，准确加入 50.00 mL 丙酮溶液（5.1），加塞密封，置于集热式恒温加热磁力搅拌器（6.3）中，于 55 °C 水浴搅拌 1 h，充分冷却后，10 000 r/min 离心 10 min，取上清液备用。

#### 8.1.2 空白饲料的提取

称取空白饲料样品 0.5 g~2 g，准确至 0.000 1 g，置于 100 mL 具塞三角瓶中，准确加入 50.00 mL 丙酮溶液（5.1），加塞密封，置于集热式恒温加热磁力搅拌器（6.3）中，于 55 °C 水浴搅拌 1 h，充分冷却后，10 000 r/min 离心 10 min，取上清液备用。

### 8.2 测定

#### 8.2.1 标准曲线的绘制

准确移取单宁酸标准中间溶液（5.6）0.00 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、2.00 mL、3.00 mL，分别置盛有约 30 mL 水的 50 mL 棕色容量瓶中，摇匀；加钨酸钠-磷钼酸混合溶液（5.2）2.5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液（5.3）7.0 mL，摇匀；分别用水

定容至50 mL，摇匀。单宁酸系列标准溶液浓度分别为：0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.40 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L，放置80 min显色后，以标准曲线0.00 mg/L为空白，在760 nm波长处测定标准溶液的吸光度，以单宁酸浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制标准曲线。

### 8.2.2 试样的测定

准确移取试液（8.1.1）和空白饲料提取液（8.1.2）各0.5 mL，分别置于盛有约30 mL水的50 mL棕色容量瓶中，摇匀；加钨酸钠-磷钼酸混合溶液（5.2）2.5 mL，摇匀；加碳酸钠溶液（5.3）7.0 mL，摇匀；分别用水定容至50 mL，摇匀。放置80 min显色后，以空白饲料显色液为空白，在760 nm波长处测定试样溶液的吸光度，根据标准曲线求出试液（8.1.1）中单宁酸的浓度。如果吸光度值超过6.00 mg/L单宁酸的吸光度时，将试液（8.1.1）用丙酮溶液（5.1）稀释后重新测定。

## 9 试验数据处理

试样中单宁酸以 $\omega$ 表示，数值以毫克每千克（mg/kg）表示。按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{\rho \times V \times D}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

$\rho$  ——由标准曲线得出的试样测定液中单宁酸的质量浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$  ——试样提取溶液的体积，单位为毫升（mL）；

$D$  ——试样稀释倍数；

$m$  ——试样质量，单位为克（g）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留到小数点后一位。

## 10 精密度

在重复性条件下，两次独立测试结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的10%。



# NYSL

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1007—2022

---

### 饲料中槲皮万寿菊素的测定

#### 高效液相色谱法

**Determination of quercetagenin in feeds—**

**High performance liquid chromatography**

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

---

**中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由晨光生物科技集团股份有限公司、河北晨光检测技术服务有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：吴迪、焦利卫、连运河、杨清山、钱建瑞、张晓芳。

# 饲料中槲皮万寿菊素的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本文件描述了饲料中槲皮万寿菊素的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于配合饲料和添加剂预混合饲料中槲皮万寿菊素的测定。

检出限为 3.0 mg/kg，定量限为 9.0 mg/kg。

## 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

试样中的槲皮万寿菊素用含有乙二胺四乙酸二钠（EDTA）和二叔丁基对甲酚（BHT）的甲醇水溶解液经加热回流提取后，高效液相色谱仪测定，外标法定量。

## 5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1 水：GB/T 6682，一级。

5.2 甲醇：色谱纯。

5.3 溶解液：称取 0.2 g EDTA 和 0.5 g BHT，于 100 mL 水中，超声使溶解，加入 1 mL 磷酸，再加入 900 mL 甲醇，混匀，用 0.45 μm 有机系微孔滤膜过滤后备用。

5.4 0.2%磷酸溶液：移取 1 mL 磷酸，加水溶解，定容至 500 mL。用 0.45 μm 水系微孔滤膜过滤后备用。

5.5 槲皮万寿菊素标准品：CAS 号：90-18-6，纯度≥95.0%。

5.6 标准储备溶液（200 μg/mL）：准确称取槲皮万寿菊素标准品（5.5）10 mg（精确至 0.01 mg），置于 50 mL 容量瓶中，用溶解液（5.3）溶解并定容至刻度，摇匀。溶液转移至试剂瓶中，-18 ℃避光保存，有效期为 6 个月。

5.7 标准系列溶液：准确移取适量标准储备溶液（5.6）于 25 mL 容量瓶中，用溶解液（5.3）稀释并定容，配成浓度分别为 0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、2.0 μg/mL、10.0 μg/mL、50.0 μg/mL 的标准系列溶液。临用现配。

5.8 微孔滤膜：0.45 μm，有机系。

## 6 仪器设备

- 6.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 6.2 分析天平：感量为 0.01 mg 和 0.1 mg。
- 6.3 超声波清洗器。
- 6.4 恒温水浴锅：控温精度±2 °C。

## 7 样品

按 GB/T 20195 制备样品，至少 200 g，粉碎使其全部通过 0.425 mm 孔径的分析筛，充分混匀，备用。

## 8 试验步骤

### 8.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取配合饲料试样 5 g（精确至 0.1 mg），添加剂预混合饲料试样 1 g（精确至 0.1 mg），置于 250 mL 磨口锥形瓶中，精密加入溶解液（5.3）150 mL，称量后在 70 °C 水浴锅中回流 45 min，降温补重（质量差异控制在 0.1 g 以内），摇匀后取上清液过微孔滤膜（5.8），备用。

### 8.2 测定

#### 8.2.1 液相色谱参考条件

色谱柱：C<sub>18</sub>柱，柱长 150 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm。或性能相当者。

流动相：A：0.2%磷酸溶液（5.4），B：甲醇（5.2）。梯度洗脱，洗脱程序见表 1。

流速：1.0 mL/min。

柱温：40 °C。

检测波长：360 nm。

进样体积：10 μL。

表 1 洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.0	80	20
3.0	80	20
8.0	58	42
15.0	58	42
16.0	30	70
20.0	30	70
21.0	80	20
23.0	80	20

#### 8.2.2 标准系列工作溶液和试样溶液测定

在仪器最佳条件下，标准系列溶液（5.7）和试样溶液（8.1），分别注入高效液相色谱仪中测定。标准溶液的液相色谱图见附录 A。

### 8.2.3 定量

以标准系列溶液的浓度为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不应低于 0.99。试样溶液与标准溶液中槲皮万寿菊素的响应值均应在仪器检测的线性范围内。如超出线性范围，应将试样溶液用溶解液（5.3）稀释（稀释倍数  $n$ ）至线性范围内，上机测定。

## 9 试验数据处理

试样中槲皮万寿菊素的含量以质量分数  $\omega$  计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，按公式（1）计算：

$$\omega = \frac{\rho \times V \times n}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$ ——由标准曲线计算得到的样品溶液中槲皮万寿菊素的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）；

$V$ ——试样溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

$n$ ——超出线性范围，稀释倍数；

$m$ ——试样质量，单位为克（g）。

测定结果以两次平行测定结果的算术平均值表示，结果保留 3 位有效数字。

## 10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 10%。

附录 A

(资料性)

槲皮万寿菊素标准溶液高效液相色谱图

槲皮万寿菊素标准溶液高效液相色谱图见图 A. 1。

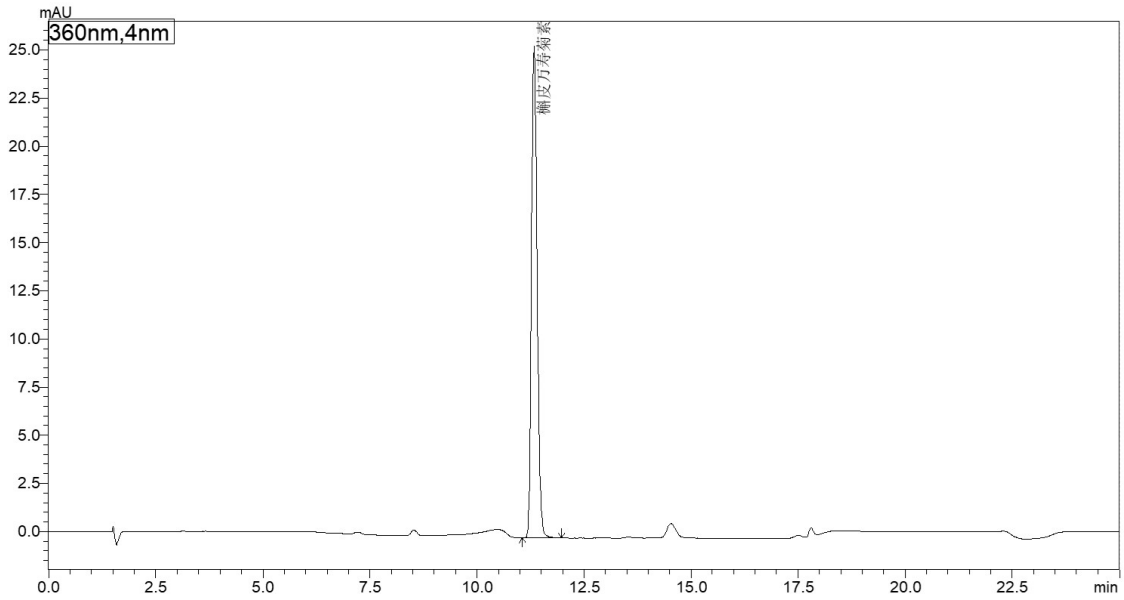


图 A. 1 槲皮万寿菊素标准溶液 (20  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ) 高效液相色谱图

## 附件 9

## 饲料和饲料添加剂产品目录

申请单位	建明（中国）科技有限公司	
通用名称	丙酸铬	
英文名称	Chromium Propionate	
主要成分	丙酸铬 $[\text{Cr}_3(\text{O})(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2)_6(\text{H}_2\text{O})_3]\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$	
产品类别	矿物元素及其络（螯）合物	
产品来源	以重铬酸钠和丙二醇为主要原料，丙酸过量的条件下氧化还原反应制得	
适用动物	肉仔鸡	
在配合饲料中的推荐添加量（以干物质含量为 88% 的配合饲料为基础）	0.2 mg/kg（以铬元素计，单独或与其他有机铬同时使用）	
在配合饲料中的最高限量（以干物质含量为 88% 的配合饲料为基础）	0.2 mg/kg（以铬元素计，单独或与其他有机铬同时使用）	
质量要求	外观与性状	深绿至黑色、粘稠状液体，具刺激性气味
	总铬/%	7.8~8.0
	丙酸铬/%	32.5~35.1

	丙酸/%	$\geq 45.0$
	总砷（以砷元素计）/（mg/kg）	$\leq 1.00$
	铅（Pb）/（mg/kg）	$\leq 0.50$
	汞（Hg）/（mg/kg）	$\leq 0.50$
	镉（Cd）/（mg/kg）	$\leq 1.00$
	六价铬（Cr <sup>6+</sup> ）/（mg/kg）	$\leq 0.50$



附件 10

# NYSL

## 饲料和饲料添加剂产品标准

NYSL—1008—2022

---

### 饲料添加剂 丙酸铬

Feed additive—Chromium propionate

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

中华人民共和国农业农村部 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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由建明（中国）科技有限公司起草，由国家饲料质量检测检验中心（北京）复核。

本文件主要起草人：李宁、刘永才、唐卓、李正、段智勇、黄生树。

## 饲料添加剂 丙酸铬

### 1 范围

本文件给出了丙酸铬的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂丙酸铬的技术要求、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。

本文件适用于以重铬酸钠和丙二醇为主要原料，丙酸过量的条件下氧化还原反应制成的饲料添加剂丙酸铬。

### 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 7467—1987 水质 六价铬的测定 二苯碳酰二肼分光光度法
- 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 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 14699.1 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 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：丙酸铬，CAS 号：85561-43-9

分子式： $C_{21}H_{41}Cr_3O_{18}$

相对分子质量：737.5（按 2016 年国际相对原子质量）

结构式： $[Cr_3(O)(CH_3CH_2CO_2)_6(H_2O)_3]CO_2CH_2CH_3$

### 5 技术要求

#### 5.1 外观与性状

深绿至黑色、粘稠状液体，具刺激性气味。

## 5.2 技术指标

应符合表1的规定。

表1 技术指标

项 目	指 标
总铬/%	7.8~8.0
丙酸铬/%	32.5~35.1
丙酸/%	≥45.0
总砷(以As计)/(mg/kg)	≤1.00
铅(Pb)/(mg/kg)	≤0.50
汞(Hg)/(mg/kg)	≤0.50
镉(Cd)/(mg/kg)	≤1.00
六价铬(Cr <sup>6+</sup> )/(mg/kg)	≤0.50

## 6 取样

按照GB/T 14699.1的规定执行。应采用清洁、干燥、耐腐蚀和密封性能好的容器保存样品。

## 7 试验方法

除非另有规定，本文件所用试剂均指分析纯试剂，水符合GB/T 6682中规定的一级水。试剂和溶液的制备按照GB/T 603的规定执行。

### 7.1 感官检验

取适量样品置于适宜的器皿中，在正常光照、通风良好、无异味的环境下，观察其色泽和形态，并嗅其气味。

### 7.2 鉴别试验

#### 7.2.1 分光光度法

##### 7.2.1.1 试剂或材料

7.2.1.1.1 丙酸铬标准品：CAS号：85561-43-9，含量≥95%。

7.2.1.1.2 丙酸铬标准溶液：称取0.2 g丙酸铬标准品，精确至0.000 1 g，于100 mL容量瓶中，用水溶解，并定容至刻度，摇匀。该溶液浓度为2.0 mg/mL。

##### 7.2.1.2 仪器设备

7.2.1.2.1 分光光度计：波长精度±2 nm。

7.2.1.2.2 分析天平：感量0.000 1 g。

### 7.2.1.3 试验步骤

#### 7.2.1.3.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取0.5 g试样，精确至0.000 1 g，于100 mL容量瓶中，用水溶解定容至刻度，摇匀。

#### 7.2.1.3.2 测定

分别取一定量的丙酸铬标准溶液和试样溶液，以水为空白，在380 nm~780 nm范围进行吸收光谱扫描，得到标准溶液和试样溶液的紫外-可见光吸收光谱图。

将试样溶液与丙酸铬标准溶液紫外-可见分光光谱图进行对比，如果谱图一致，最大吸收波长出现在443 nm，在585 nm处出现特征吸收波长，则可认定试样为丙酸铬。

### 7.2.2 高效液相色谱法

#### 7.2.2.1 试剂或材料

7.2.2.1.1 乙腈：色谱纯。

7.2.2.1.2 1%丙酸水溶液：量取10 mL丙酸于1 000 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。用前过0.22 μm滤膜。

7.2.2.1.3 1%丙酸乙腈溶液：量取10 mL丙酸于1 000 mL容量瓶中，用乙腈（7.2.2.1.1）定容至刻度，摇匀。用前过0.22 μm滤膜。

7.2.2.1.4 丙酸铬标准品：CAS号：85561-43-9，含量≥95%。

7.2.2.1.5 丙酸铬标准溶液：称取1 g丙酸铬标准品（精确至0.000 1 g）和0.5 g丙酸钠（精确至0.000 1 g），于100 mL容量瓶中，加入约30 mL丙酸和约50 mL水，超声波水浴溶解1 h，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液浓度为10 mg/mL。

#### 7.2.2.2 仪器设备

7.2.2.2.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管矩阵检测器。

7.2.2.2.2 分析天平：感量0.000 1 g。

7.2.2.2.3 磁力搅拌器。

7.2.2.2.4 超声波水浴振荡器。

#### 7.2.2.3 试验步骤

##### 7.2.2.3.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取2 g试样，精确至0.000 1 g，于200 mL烧杯中，加入70 mL 1%丙酸水溶液，磁力搅拌溶解后，定容于100 mL容量瓶中，摇匀。得到试样溶液。

##### 7.2.2.3.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：SB-Aq柱<sup>\*</sup>，柱长250 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm，或者性能相当者。
- b) 流速：1.2 mL/min。
- c) 温度：30 °C。

---

1) \*SB-Aq柱：是由Agilent公司提供的产品。这一信息是为了方便本文件的使用者，并不表示对产品的认可。如果其它产品具有相同的效果，那么可使用这些等效产品。

- d) 进样量: 10  $\mu\text{L}$ 。  
 e) 检测波长: 443 nm。  
 f) 流动相: A相为1%丙酸水溶液, B相为1%丙酸乙腈溶液, 梯度洗脱条件见表2。

表2 梯度洗脱条件

时间/min	A相/%	B相/%
0	0	100
8	100	0
8.1	0	100
14	0	100

### 7.2.2.3.3 测定

将丙酸铬标准溶液和试样溶液室温放置 24 h 后, 过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜, 在仪器的最佳条件下, 分别上机测定。丙酸铬标准溶液的液相色谱图见附录 A。

将试样溶液与丙酸铬标准溶液高效液相色谱图进行对比, 如果试样溶液与丙酸铬标准溶液色谱图上丙酸铬保留时间一致, 其相对偏差在  $\pm 2.5\%$  之内, 则可认定其为丙酸铬。

## 7.3 总铬

### 7.3.1 原理

试样中的铬在碱性条件下被过硫酸铵氧化, 生成等量六价铬离子, 六价铬离子在 372 nm 处吸光度与产品中铬含量成正比, 用分光光度计测定六价铬, 计算得出试样中铬的总含量。

### 7.3.2 试剂或材料

7.3.2.1 过硫酸铵。

7.3.2.2 40%氢氧化钠溶液: 称取 40 g 氢氧化钠, 于 200 mL 烧杯中, 用水溶解, 并定容至 100 mL, 摇匀。

7.3.2.3 铬标准储备溶液: CAS 号: 7440-47-3, 1 000  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。购置商品化有证标准溶液。

7.3.2.4 铬标准溶液: 移取 10 mL 铬标准储备溶液 (7.3.2.3) 于 100 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。该溶液浓度为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  密封保存, 有效期 6 个月。

### 7.3.3 仪器设备

7.3.3.1 分光光度计: 波长精度  $\pm 2$  nm。

7.3.3.2 分析天平: 感量 0.000 01 g 和 0.000 1 g。

7.3.3.3 可调加热板。

### 7.3.4 试验步骤

#### 7.3.4.1 铬标准系列工作溶液制备

移取铬标准溶液 (7.3.2.4) 1.2 mL、1.4 mL、1.6 mL、1.8 mL、2.0 mL 于 5 个洁净的 100 mL 烧杯中, 分别各加入 25 mL 水和 1.5 mL 40% 氢氧化钠溶液, 摇匀。称取 0.8 g 过硫酸铵, 精确至 0.000 1 g, 于每个烧杯中。烧杯于加热板上, 保持溶液微沸状态 10 min, 期间, 摇动烧杯二次。10 min 后, 烧杯冷却至室温, 溶液分别移入 100 mL 容量瓶中, 用水稀释并定容。

取部分溶液离心，上清液待测。所得铬标准系列工作溶液浓度分别为1.2 μg/mL、1.4 μg/mL、1.6 μg/mL、1.8 μg/mL、2.0 μg/mL。

#### 7.3.4.2 试样溶液制备

平行做两份试验。称取0.08 g试样，精确至0.000 01 g，于100 mL容量瓶中，用水溶解，并定容。取2.5 mL上述溶液于100 mL烧杯中，从加入25 mL水和1.5 mL 40%氢氧化钠溶液开始，同7.3.4.1操作，得到待测上清液。

用水代替试样同时做空白试验。

#### 7.3.4.3 测定

用空白试液调零，于372 nm处测定标准系列工作溶液和试样溶液的吸光度。

#### 7.3.5 试验数据处理

试样中总铬的含量以质量分数 $X_1$ 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（1）计算：

$$X_1 = \frac{\rho \times V_0 \times V_2}{m \times V_1 \times 1\,000\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$\rho$  —— 由标准曲线计算得到的试样溶液中铬的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

$V_0$  —— 试样提取时定容体积，单位为毫升（mL）；

$V_1$  —— 分取溶液进行氧化反应体积，单位为毫升（mL）；

$V_2$  —— 氧化反应后定容体积，单位为毫升（mL）；

$m$  —— 试样质量，单位为克（g）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留2位有效数字。

#### 7.3.6 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1.0 %。

### 7.4 丙酸铬

#### 7.4.1 方法1 分光光度法

##### 7.4.1.1 原理

试样中的丙酸铬经极性改性苯乙烯-二乙烯基苯聚合物固相萃取柱萃取，于443 nm处测定吸光度，吸光度与丙酸铬含量成正比，以此计算试样中丙酸铬的含量。

##### 7.4.1.2 试剂或材料

7.4.1.2.1 N,N-二甲基甲酰胺：色谱纯。

7.4.1.2.2 乙腈：色谱纯。

7.4.1.2.3 萃取液：量取200 mL N,N-二甲基甲酰胺（7.4.1.2.1）与300 mL水混合均匀。

7.4.1.2.4 洗涤液：量取50 mL N,N-二甲基甲酰胺（7.4.1.2.1）与450 mL水混合均匀。

7.4.1.2.5 洗脱液：量取 250 mL 冰醋酸与 750 mL 乙腈（7.4.1.2.2）混合均匀，用前过 0.22  $\mu\text{m}$  滤膜。

7.4.1.2.6 丙酸铬标准品：CAS 号：85561-43-9，含量 $\geq$ 95%。

7.4.1.2.7 丙酸铬标准储备溶液：称取 0.2 g 丙酸铬标准品，精确至 0.000 1 g，于 50 mL 容量瓶中，加入 5 mL 甲醇轻轻摇晃将其溶解，用洗脱液（7.4.1.2.5）稀释至刻度，摇匀。该溶液浓度为 4 mg/mL。2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  密封储存，有效期 1 个月。

7.4.1.2.8 固相萃取柱：Bond Elut-PPL 柱\*，1 g/6 mL。或性能相当者。

### 7.4.1.3 仪器设备

7.4.1.3.1 分光光度计：波长精度 $\pm$ 2 nm。

7.4.1.3.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

7.4.1.3.3 多点磁力搅拌器。

### 7.4.1.4 试验步骤

#### 7.4.1.4.1 标准系列工作溶液制备

分别移取铬标准储备溶液 2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL，于 10 mL 容量瓶中，用洗脱液（7.4.1.2.5）稀释至刻度，得到浓度为 0.8 mg/mL、1.6 mg/mL、2.4 mg/mL、3.2 mg/mL 的丙酸铬溶液，连同标准储备溶液一起作为标准系列工作溶液。

#### 7.4.1.4.2 试样溶液制备

平行做两份试验。称取 1 g 试样，精确至 0.000 1 g，于 100 mL 烧杯中，加入萃取液（7.4.1.2.3）适量，搅拌溶解 10 min，转移至 50 mL 容量瓶中，定容，摇匀。得到试样溶液。

#### 7.4.1.4.3 测定

用 2 mL 乙腈润湿固相萃取柱（7.4.1.2.8），再加入 4 mL 萃取液（7.4.1.2.3）活化。待萃取液全部流出后，移取 2 mL 试样溶液（7.4.1.4.2），上柱。待试样溶液的液面下降到固相萃取柱填充材料的上表面以下后，加入 4 mL 洗涤液（7.4.1.2.4），至无液体洗出，弃除所有洗出溶液。加入 4 mL 洗脱液（7.4.1.2.5）洗脱，再加入 4 mL 洗脱液重复洗脱 1 次，用 10 mL 容量瓶接收所有洗脱下来的溶液，用洗脱液（7.4.1.2.5）稀释至刻度，摇匀。得到试样测试溶液。

注：如果用减压过柱，液体流速不得超过 2 mL/min。

用洗脱液调零，于 443 nm 处测定标准系列工作溶液和试样测试溶液的吸光度。

用 2 mL 萃取液代替试样同时做空白试验。

### 7.4.1.5 试验数据处理

试样中丙酸铬的含量以质量分数 $\omega$ 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（2）计算：

---

2) \* Bond Elut-PPL 柱：是由 Agilent 公司提供的产品。这一信息是为了方便本文件的使用者，并不表示对产品的认可。如果其它产品具有相同的效果，那么可使用这些等效产品。



$$X_2 = \frac{(\rho - \rho_0) \times V_0 \times V_2 \times 100}{m \times V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$\rho$  —— 由标准曲线计算得到试样溶液中丙酸铬的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$\rho_0$  —— 由标准曲线计算得到空白试样中丙酸铬的浓度，单位为毫克每毫升 (mg/mL)；

$V_0$  —— 试样提取时定容体积，单位为毫升 (mL)；

$V_1$  —— 分取溶液过柱体积，单位为毫升 (mL)；

$V_2$  —— 过柱后定容体积，单位为毫升 (mL)；

$m$  —— 试样质量，单位为克 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

#### 7.4.1.6 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1.0%。

#### 7.4.2 方法2 高效液相色谱法

##### 7.4.2.1 原理

试样用1%丙酸水溶液溶解，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

##### 7.4.2.2 试剂或材料

7.4.2.2.1 乙腈：色谱纯。

7.4.2.2.2 1%丙酸水溶液：量取10 mL 丙酸于1 000 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。用前过0.22  $\mu\text{m}$  滤膜。

7.4.2.2.3 1%丙酸乙腈溶液：量取10 mL 丙酸于1 000 mL 容量瓶中，用乙腈(7.4.2.2.1)定容，摇匀。用前过0.22  $\mu\text{m}$  滤膜。

7.4.2.2.4 丙酸铬标准品：CAS 号：85561-43-9，含量 $\geq$ 95%。

7.4.2.2.5 丙酸铬标准储备溶液：称取1 g 丙酸铬标准品(精确至0.000 1 g)和0.5 g 丙酸钠(精确至0.000 1 g)，置于100 mL 容量瓶中，加入30 mL 丙酸和50 mL 水，超声溶解1 h，用水稀释至刻度，摇匀。该溶液浓度为10 mg/mL。2  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$ 密封储存，有效期1个月。

##### 7.4.2.3 仪器设备

7.4.2.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管矩阵检测器。

7.4.2.3.2 分析天平：感量0.000 1 g。

7.4.2.3.3 超声波水浴振荡器。

7.4.2.3.4 磁力搅拌器。

##### 7.4.2.4 试验步骤

###### 7.4.2.4.1 标准系列工作溶液制备

分别移取丙酸铬标准储备溶液2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL，于10 mL容量瓶中，用1%丙酸水溶液稀释至刻度，得到浓度分别为2.0 mg/mL、4.0 mg/mL、6.0 mg/mL、8.0 mg/mL的丙酸铬标准溶液，与丙酸铬标准储备溶液一起作为标准系列工作溶液。室温放置24 h后测定。

#### 7.4.2.4.2 试样溶液制备

平行做两份试验。称取2 g样品，精确至0.000 1 g，置于100 mL烧杯中，加入50 mL 1%丙酸水溶液，搅拌至完全溶解，转移至100 mL容量瓶，用1%丙酸水溶液定容，摇匀。室温放置24 h后测定。

#### 7.4.2.4.3 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：SB-Aq柱\*，柱长250 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm。
- b) 流速：1.2 mL/min。
- c) 温度：30 °C。
- d) 进样量：10 μL。
- e) 检测波长：443 nm。
- f) 流动相：A相为1%丙酸水溶液，B相为1%丙酸乙腈溶液，梯度洗脱条件见表2。

#### 7.4.2.4.4 测定

室温放置24 h后的标准系列工作溶液和试样溶液，过0.22 μm滤膜，在仪器的最佳条件下，分别上机测定。以丙酸铬标准系列工作溶液的浓度分别为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不低于0.995。丙酸铬标准溶液的液相色谱图见附录A。

#### 7.4.2.5 试验数据处理

试样中丙酸铬的含量以质量分数  $X_3$  计，数值以百分含量(%)表示，按公式(3)计算：

$$X_3 = \frac{\rho \times V}{m \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- $\rho$  ——由标准曲线计算得到测试液中丙酸铬的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；  
 $V$  ——定容体积，单位为毫升(mL)；  
 $m$  ——试样质量，单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

#### 7.4.2.6 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1.0%。

### 7.5 丙酸

---

3) SB-Aq 柱：是由 Agilent 公司提供的产品。这一信息是为了方便本文件的使用者，并不表示对产品的认可。如果其它产品具有相同的效果，那么可使用这些等效产品。

### 7.5.1 原理

试样中丙酸和丙酸盐在酸性条件下用水提取，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

### 7.5.2 试剂或材料

7.5.2.1 4%氢氧化钠溶液：称取 4 g 氢氧化钠，于 200 mL 烧杯中，用水溶解，并定容至 100 mL，摇匀。

7.5.2.2 磷酸缓冲液：称取 2.14 g 正磷酸（含量 $\geq$ 85%），精确至 0.000 1 g，于 1 000 mL 的容量瓶中，用水定容。用 4%氢氧化钠溶液调节 pH 值至 2.5。

7.5.2.3 丙酸标准品：CAS 号：79-09-4，含量 $\geq$ 99%。

7.5.2.4 丙酸标准储备溶液：称取 1 g 丙酸标准品，精确至 0.000 1 g，于 100 mL 容量瓶中，用水稀释定容。该溶液浓度为 10 mg/mL。2 °C~4 °C 密封储存，有效期 1 个月。

### 7.5.3 仪器设备

7.5.3.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器或二极管矩阵检测器。

7.5.3.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

7.5.3.3 磁性搅拌器。

7.5.3.4 酸度计。

### 7.5.4 试验步骤

#### 7.5.4.1 标准系列工作溶液制备

分别移取 1.0 mL、2.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、8.0 mL 的丙酸标准储备溶液，于 10 mL 容量瓶中，用水稀释定容，得到浓度分别为 1.0 mg/mL、2.0 mg/mL、2.5 mg/mL、5.0 mg/mL、8.0 mg/mL 的标准系列工作溶液。

#### 7.5.4.2 试样溶液制备

平行做两份试验。称取 1 g 试样，精确至 0.000 1 g，于 200 mL 的容量瓶中，加入适量水，搅拌 10 min，转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容，摇匀。上清液待测。

#### 7.5.4.3 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

a) 色谱柱：C18 柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5  $\mu$ m，或者性能相当者。

b) 流动相：磷酸缓冲液（7.5.2.2）。

c) 温度：30 °C。

d) 流速：1.0 mL/min。

e) 检测波长：210 nm。

f) 进样量：10  $\mu$ L。

#### 7.5.4.4 测定

标准系列工作溶液和试样溶液过 0.22  $\mu$ m 滤膜，在仪器的最佳条件下，分别上机测定。以丙酸标准系列工作溶液的浓度分别为横坐标，色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，标准曲线的相关系数不低于 0.995。丙酸标准溶液的液相色谱图见附录 A。

### 7.5.5 试验数据处理

试样中丙酸的含量以质量分数 $X_i$ 计，数值以百分含量(%)表示，按公式(4)计算：

$$X_i = \frac{\rho \times V}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

$\rho$  ——由标准曲线计算得到试样溶液中丙酸的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；

$V$  ——定容体积单位为毫升(mL)；

$m$  ——试样质量单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

### 7.5.6 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1.0%。

## 7.6 六价铬

### 7.6.1 原理

在酸性条件下，试样中六价铬与二苯碳酰二肼反应生成紫红色化合物，用分光光度计于波长540 nm处测定。

### 7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 重铬酸钾：优级纯。

7.6.2.2 硫酸：优级纯。

7.6.2.3 磷酸：优级纯。

7.6.2.4 硫酸溶液：硫酸+水=1+1。将硫酸缓缓加入到同体积的水中。

7.6.2.5 磷酸溶液：磷酸+水=1+1。将磷酸与水等体积混合。

7.6.2.6 显色剂：称取二苯碳酰二肼0.2 g，溶于50 mL丙酮中，加水稀释至100 mL，摇匀，贮于棕色试剂瓶，2℃~4℃保存。颜色变深后，不能使用。

7.6.2.7 铬标准贮备溶液：称取于110℃干燥2 h的重铬酸钾0.2829 g，精确至0.0001 g，用水溶解后，移入1 000 mL容量瓶中，用水稀释定容，摇匀。此溶液1 mL含0.10 mg六价铬。

7.6.2.8 铬标准溶液：吸取5.00 mL铬标准贮备溶液(7.6.2.7)置于500 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。此溶液1 mL含1.00 μg六价铬。临用现配。

### 7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 分光光度计：波长精度±2 nm。

7.6.3.2 电子天平：感量为0.0001 g。

### 7.6.4 试验步骤

#### 7.6.4.1 样品的预处理

##### 7.6.4.1.1 溶解

平行做两份试验。称取试样约5 g，精确至0.0001 g，于200 mL容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀。

NYSL—1008—2022

#### 7.6.4.1.2 色度校正

按 GB/T 7467—1987 的 6.1.2 操作。

#### 7.6.4.2 空白试验

按 GB/T 7467—1987 的 6.2 操作。

#### 7.6.4.3 测定

准确移取 50 mL 试样溶液 (7.6.4.1.1)，置于 50 mL 比色管中。从“加入 0.5 mL 硫酸溶液……”起，按 GB/T 7467—1987 的 6.3 操作。

#### 7.6.4.4 校准

按 GB/T 7467—1987 的 6.4 操作。

#### 7.6.5 试验数据处理

试样中六价铬的含量以质量分数  $X_5$  计，数值以百分含量 (%) 表示，按公式 (5) 计算：

$$X_5 = \frac{m_1 \times V_1}{m_2 \times V_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

$m_1$ ——由校准曲线查得的试样溶液中六价铬含量，单位为微克 ( $\mu\text{g}$ )；

$m_2$ ——试样质量，单位为克 (g)；

$V_1$ ——试样溶液体积，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——试样溶液分取体积，单位为毫升 (mL)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 2 位有效数字。

#### 7.6.6 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 20%。

#### 7.7 总砷

按 GB/T 13079 的规定执行。

#### 7.8 铅

按 GB/T 13080 的规定执行。

#### 7.9 汞

按 GB/T 13081 的规定执行。

#### 7.10 镉

按 GB/T 13082 的规定执行。

### 8 检验规则

## 8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺，经连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，但每批产品不应超过1 000 kg。

## 8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、铬、丙酸铬、丙酸及六价铬含量。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录B）方可出厂。

## 8.3 型式检验

型式检验项目为第5章规定的所有项目。在正常生产情况时，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。

## 8.4 判定规则

8.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何指标不符合本标准规定时，可自同批产品中重新加倍采样进行复检。复检结果即使有一项指标不符合本标准规定，则判定该批产品不合格。

8.4.3 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。

## 9 标签、包装、运输、贮存和保质期

### 9.1 标签

按GB 10648规定执行，产品标签样式见附录C。

### 9.2 包装

采用高密度聚乙烯HDPE桶包装，密封。标准规格：25 kg/桶、200 kg/桶、1000 kg/桶，亦可根据客户实际需要进行包装。

### 9.3 运输

在运输过程中应严禁碰撞，防止包装破损，严禁与有毒有害物质混运。

### 9.4 贮存

置于干燥、通风处，勿受阳光直射，用后封口。严禁与有毒有害的物品混贮。

### 9.5 保质期

NYSL—1008—2022

在上述贮存条件及包装完好的情况下，保质期为12个月。

附录 A

(资料性)

丙酸铬和丙酸标准溶液的液相色谱图

A.1 丙酸铬标准溶液的液相色谱图见图 A.1。

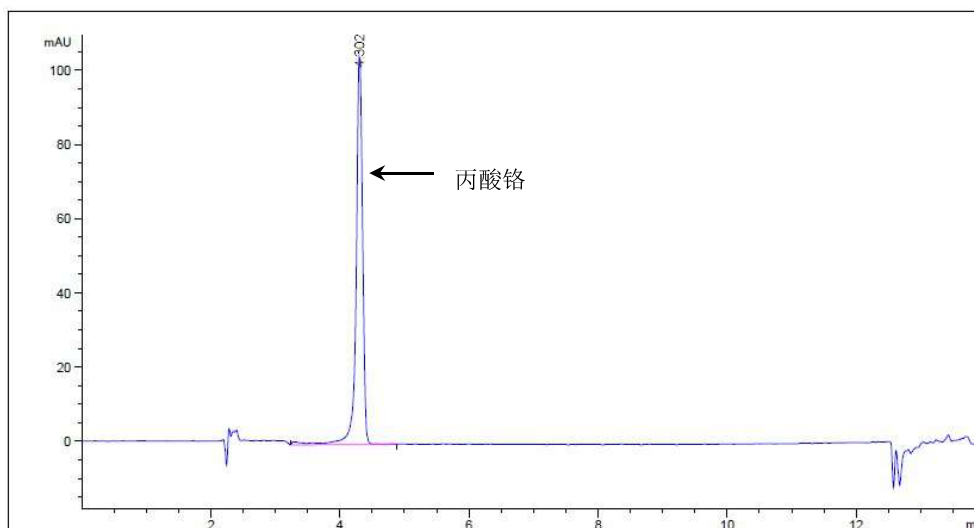
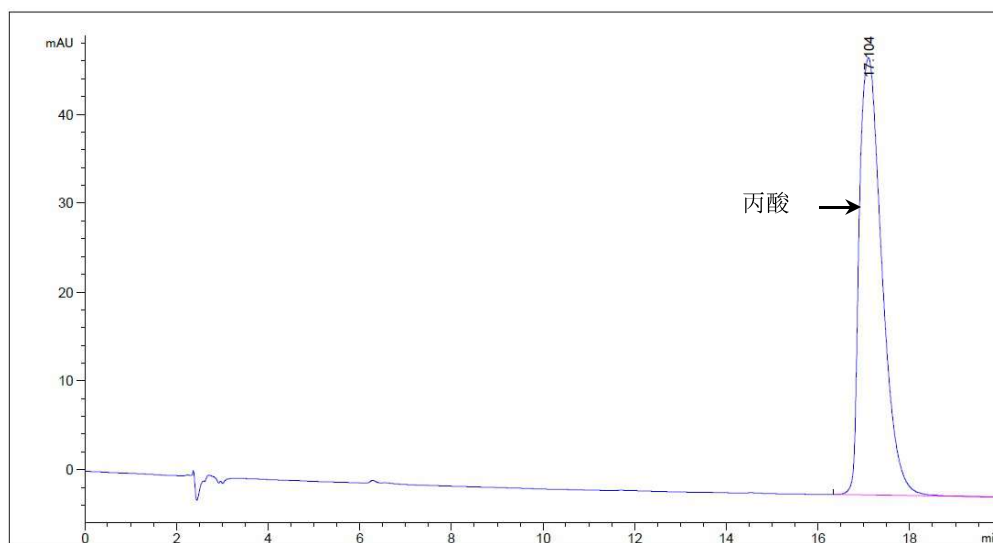


图 A.1 丙酸铬标准溶液 (8 mg/mL) 的液相色谱图

A.2 丙酸标准溶液的液相色谱标准谱图见图A.2。



图A.2 丙酸标准溶液 (2 mg/mL) 的液相色谱图



## 附录 B

(规范性)

## 产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

## 饲料添加剂 丙酸铬

## 使用说明书

【产品名称】丙酸铬

【英文名称】Chromium Propionate

【有效成分】丙酸铬 ( $[\text{Cr}_3(\text{O})(\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}_2)_6(\text{H}_2\text{O})_3]\text{CO}_2\text{CH}_2\text{CH}_3$ )

【性状】深绿至黑色粘稠状液体，具刺激性气味

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
总铬/%	7.8~8.0
丙酸铬/%	32.5~35.1
丙酸/%	≥45.0
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤1.00
铅(Pb)/(mg/kg)	≤0.50
汞(Hg)/(mg/kg)	≤0.50
镉(Cd)/(mg/kg)	≤1.00
六价铬( $\text{Cr}^{6+}$ )/(mg/kg)	≤0.50

【作用功效】缓解肉仔鸡热应激。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 0.2 mg/kg (以铬元素计)，最高限量为 0.2 mg/kg (以铬元素计，单独或与其他有机铬同时使用)。

【净含量】

【保质期】12 个月。

【贮 运】产品须置于干燥、通风处，勿受阳光直射，用后封口。严禁与有毒有害的物品混贮。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

网址

邮箱

附录 C

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【产品批准文号】

【执行标准】

饲料添加剂

丙酸铬

Chromium Propionate

【产品名称】丙酸铬

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
总铬/%	7.8~8.0
丙酸铬/%	32.5~35.1
丙酸/%	≥45.0
总砷(以 As 计)/(mg/kg)	≤1.00
铅(Pb)/(mg/kg)	≤0.50
汞(Hg)/(mg/kg)	≤0.50
镉(Cd)/(mg/kg)	≤1.00
六价铬(Cr <sup>6+</sup> )/(mg/kg)	≤0.50

【作用功效】缓解肉仔鸡热应激。

【适用范围】肉仔鸡。

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中的推荐添加量为 0.2 mg/kg (以铬元素计), 最高限量为 0.2 mg/kg (以铬元素计, 单独或与其他有机铬同时使用)。

【净含量】

【保质期】12 个月。

【贮 运】产品须置于干燥、通风处, 勿受阳光直射, 用后封口。严禁与有毒有害的物品混贮。

【包装规格】

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】

附件 11

《饲料原料目录》修订列表—奇亚籽

原料编号	原料名称	特征描述	强制性标识要求
2.24	其他		
2.24.3	奇亚籽	唇形科鼠尾草属芡欧鼠尾草 ( <i>Salvia hispanica</i> L.) 的种子。	