

ICS 65.120
CCS B 46

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4753—2025

饲料原料 裂壶藻粉

Feed materials—*Schizochytrium* sp. Algae meal

2025-04-27 发布

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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：青岛琅琊台集团股份有限公司、南京师范大学、中国科学院青岛生物能源与过程研究所、黄岛区农业农村局、青岛科源海洋生物有限公司、江苏天凯生物科技有限公司、厦门金达威集团股份有限公司、嘉必优生物技术(武汉)股份有限公司、广东润科生物工程股份有限公司、厦门汇盛生物有限公司、山东悦翔生物有限公司、青岛科海生物有限公司、湖北欣和生物科技有限公司、中国动物卫生与流行病学中心、中粮营养健康研究院有限公司。

本文件主要起草人：李霞、李悦明、黄和、崔球、徐洪清、董婉、胡学超、李丹、唐孝鹏、郑晓辉、钟惠昌、文莉莉、韩萍、徐炳政、梁荣荣、宁兴燕、宋晓金、田丽华、鲁静、刘坤、张晓琳、郭东升、邹球龙、印铁、张忠鑫、阮长明。



饲料原料 裂壶藻粉

1 范围

本文件规定了饲料原料裂壶藻粉的技术要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、储存和保质期，描述了取样。

本文件适用于以裂壶藻(*Schizochytrium* sp.)种为原料,通过发酵、分离、干燥等工艺生产的富含二十二碳六烯酸(docosahexaenoic acid,DHA)的饲料原料裂壶藻粉。

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 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法
- 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 13078 饲料卫生标准
- GB/T 14699 饲料 采样
- GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差
- GB/T 28717 饲料中丙二醛的测定 高效液相色谱法
- GB/T 42959 饲料微生物检验 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 外观与性状

外观与性状指标应符合表 1 的要求。

表 1 外观与性状指标

项目	指标
色泽	浅黄色至棕黄色
气味	具有裂壶藻藻粉独特的气味,无酸败、焦糊等其他异味
杂质	无肉眼可见异物
形态	粉末状或小颗粒状,无霉变性结块

4.2 理化指标

理化指标应符合表 2 的要求。

表 2 理化指标

项目	指标		
	I 级	II 级	III 级
DHA 含量,g/100 g	≥22.0	≥15.0	≥10.0
粗脂肪,%	≥45.0	≥40.0	≥30.0
粗蛋白质,%	≥10.0		
水分,%	≤5.0		
粗灰分,%	≤15.0		
丙二醛(以裂壶藻粉所含粗脂肪为基础计),mg/kg	≤15.0		

4.3 卫生指标

应符合 GB 13078 的要求。

5 取样

以微生物检验为目的的采样按照 GB/T 42959 的规定执行,其他采样按照 GB/T 14699 的规定执行。

6 试验方法

6.1 外观与性状

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在自然光线下观察其色泽、形态和杂质,嗅其气味。

6.2 DHA 含量

按附录 A 的规定执行。

6.3 粗脂肪

按附录 B 的规定执行。

6.4 粗蛋白质

按 GB/T 6432 的规定执行。

6.5 水分

按 GB/T 6435—2014 中 8.2 减压干燥法的规定执行。

6.6 粗灰分

按 GB/T 6438 的规定执行。

6.7 丙二醛

按 GB/T 28717 的规定测定裂壶藻粉中丙二醛,按照附录 C 进行计算。

7 检验规则

7.1 组批

以相同原辅料、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,每批产品不超过 1 t。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、DHA 含量、粗脂肪。

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 1 次型式检验。在有下列情况之一时,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 个月或以上,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。

7.4 判定规则

7.4.1 所检验项目全部合格,判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果中有任何 1 项指标不符合本文件要求时,可自同批次产品中重新加倍采样进行复检。若复检有任何 1 项结果不符合本文件要求,即判定该批次产品不合格。微生物项目不应复检。

7.4.3 质量等级综合判定原则:各项指标均符合本文件规定中某一等级时,则判定所代表的该批次产品为该等级;若有任何 1 项指标不符合该等级标准时,则判定该批次产品不符合本文件中相应等级的要求。抽检样品某 1 项(或几项)指标符合某一等级时,则判定所代表的该批次产品符合该项(或几项)指标的质量等级。

7.4.4 各项指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

7.4.5 理化指标检验结果判定的允许误差按 GB/T 18823 的规定执行(GB/T 18823 未规定的项目除外)。

8 标签、包装、运输、储存和保质期

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。

8.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,不应与有毒有害物质共运。

8.4 储存

在通风干燥处储存,防止日晒、雨淋,不应与有毒有害物品或其他有污染的物品混合储存。

8.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的运输和储存条件下,产品保质期应与标签中标明的保质期一致。

附录 A
(规范性)
DHA 含量的测定

A.1 原理

试样用酸水解、石油醚提取粗脂肪后,在碱性条件下脂肪经皂化、甲酯化生成脂肪酸甲酯,用气相色谱仪测定,内标法定量。

A.2 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析试剂。

- A.2.1 水:GB/T 6682,一级。
- A.2.2 正庚烷[CH₃(CH₂)₅CH₃]:色谱纯。
- A.2.3 甲醇(CH₃OH):色谱纯。
- A.2.4 乙醚(C₄H₁₀O)。
- A.2.5 石油醚:沸程 30℃~60℃。
- A.2.6 焦性没食子酸(C₆H₆O₃)。
- A.2.7 乙醇(C₂H₅OH)。
- A.2.8 无水硫酸钠(Na₂SO₄):150℃烘干 1 h,密封保存。
- A.2.9 三氟化硼甲醇溶液:15%(市售)。
- A.2.10 盐酸溶液(8.3 mol/L):量取 250 mL 盐酸,用 110 mL 水稀释,混匀。有效期 2 个月。
- A.2.11 乙醚-石油醚混合溶液(1+1):取等体积的乙醚和石油醚,混匀。
- A.2.12 2%氢氧化钠甲醇溶液:称取 2 g 氢氧化钠,溶于 100 mL 甲醇中,混匀。
- A.2.13 饱和氯化钠溶液:称取 360 g 氯化钠,加入 1 000 mL 水,搅拌溶解,澄清后备用。
- A.2.14 氢氧化钾甲醇溶液(2 mol/L):称取 13.1 g 氢氧化钾,溶于 100 mL 甲醇中,可轻微加热溶解,加入 2 g 无水硫酸钠干燥、过滤,即得澄清溶液。
- A.2.15 十一碳酸甘油三酯溶液:准确称取 2.5 g(精确至 0.000 1 g)十一碳酸甘油三酯(CAS 号:13552-80-2,含量≥99%)至烧杯中,用甲醇溶解,并定容至 500 mL 容量瓶,混匀。0℃~4℃储存,有效期 1 个月。
- A.2.16 十一碳酸甲酯标准溶液:称取适量十一碳酸甲酯标准品(CAS 号:1731-86-8,含量≥99%。精确至 0.000 1 g)于 10 mL 容量瓶中,用正庚烷稀释并定容,混匀,配制成浓度为 5 mg/mL 的标准溶液。-10℃以下保存,有效期 3 个月。
- A.2.17 DHA 甲酯标准溶液:称取适量 DHA 甲酯标准品(CAS 号:2566-90-7,含量≥99%。精确至 0.000 1 g)于 10 mL 容量瓶中,用正庚烷稀释并定容,混匀,配制成浓度为 5 mg/mL 的标准溶液。-10℃以下保存,有效期 3 个月。
- A.2.18 微孔滤膜:0.22 μm,有机系。

A.3 仪器设备

- A.3.1 分析天平:精度 0.000 1 g。
- A.3.2 气相色谱仪:配有氢火焰离子检测器(FID 检测器)。
- A.3.3 恒温水浴锅:温控范围 40℃~100℃,控温精度±1℃。

A. 3.4 干燥箱:温度可达 150 °C,控温精度±1 °C。

A. 3.5 旋转蒸发仪。

A. 4 试验步骤

A. 4.1 试样水解

平行做 2 份试验。称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g)于 250 mL 具塞平底烧瓶中,准确加入 2 mL 十一碳酸甘油三酯内标溶液(A. 2.15)。加入 100 mg 焦性没食子酸(A. 2.6)、几粒沸石,再加入 2 mL 乙醇(A. 2.7)和 4 mL 水,混匀。加入盐酸溶液(A. 2.10)10 mL,混匀。将烧瓶放入 70 °C~80 °C 水浴中水解 40 min。每 10 min 振摇 1 次,使黏附在烧瓶壁上的颗粒物混入溶液中。水解完成后,取出烧瓶冷却至室温。

A. 4.2 脂肪提取

水解后的试样,加入 10 mL 乙醇(A. 2.7),混匀。将烧瓶中的水解液转移到分液漏斗中,用 50 mL 乙醚-石油醚混合液(A. 2.11)冲洗烧瓶和塞子,洗液并入分液漏斗中,加盖。振摇 5 min,静置 10 min。将乙醚层提取液收集至 250 mL 烧瓶中。按照以上步骤重复提取 3 次,最后用乙醚-石油醚混合液冲洗分液漏斗,洗液一并收集至 250 mL 烧瓶中。旋转蒸发仪浓缩至干,残留物为脂肪提取物。

A. 4.3 脂肪的皂化和脂肪酸的甲酯化

在脂肪提取物中加入 2% 氢氧化钠甲醇溶液(A. 2.12)8 mL,连接回流冷凝器,(80±1)°C 水浴回流 20 min。从冷凝回流器上端加入 15% 三氟化硼甲醇溶液(A. 2.9)7 mL,(80±1)°C 水浴继续回流 5 min 后,用少量水冲洗回流冷凝器。停止加热,从水浴上取下烧瓶,用冰浴迅速冷却至室温。准确加入 10 mL 正庚烷(A. 2.2),振摇 2 min,再加入饱和氯化钠溶液(A. 2.13)2 mL,涡旋混合 30 s,静置分层。吸取上层正庚烷提取溶液 5 mL 于 25 mL 试管中,加入 3 g~5 g 无水硫酸钠(A. 2.8),振摇 1 min,静置 5 min。上层溶液用微孔滤膜(A. 2.18)过滤,待测。

A. 4.4 气相色谱参考条件

气相色谱参考条件如下:

- a) 毛细管色谱柱:聚二氰丙基硅氧烷强极性固定相,长 100 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.2 μm,或性能相当者;
- b) 检测器温度:280 °C;
- c) 进样口温度:270 °C;
- d) 柱温:初始 100 °C,持续 13 min,10 °C/min 升温至 180 °C,保持 6 min;1 °C/min 升温至 200 °C,保持 20 min;4 °C/min 升温至 230 °C,保持 10.5 min;
- e) 进样量:1.0 μL;
- f) 分流比:50:1;
- g) 载气:氮气;
- h) 载气流速:1.0 mL/min;
- i) 尾吹气流速:40 mL/min;
- j) 氢气流速:40 mL/min;
- k) 空气流速:400 mL/min。

A. 5 测定

在仪器的最佳条件下,分别取十一碳酸甲酯标准溶液(A. 2.16)、DHA 甲酯标准溶液(A. 2.17)和试样溶液(A. 4.4)上机测定,以色谱峰峰面积定量。十一碳酸甲酯标准溶液和 DHA 甲酯标准溶液参考色谱图见图 A.1 和图 A.2。

A. 6 试样数据处理

试样中 DHA 含量以质量分数计,数值以百分含量(%)表示。按公式(A.1)计算。二十二碳六烯酸

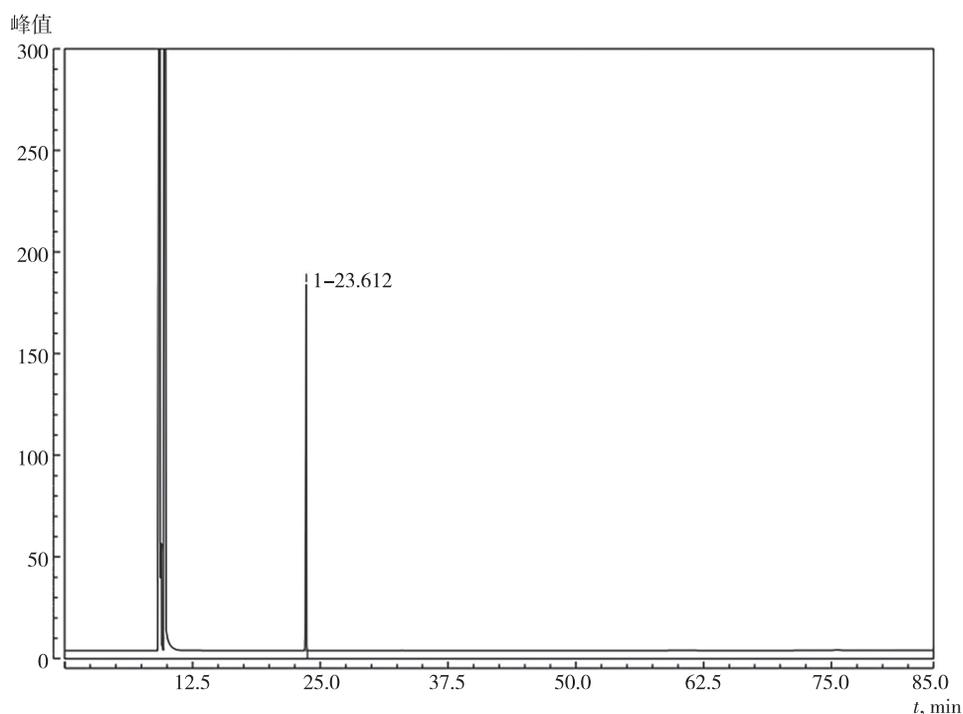


图 A.1 十一碳酸甲酯标准溶液参考色谱图

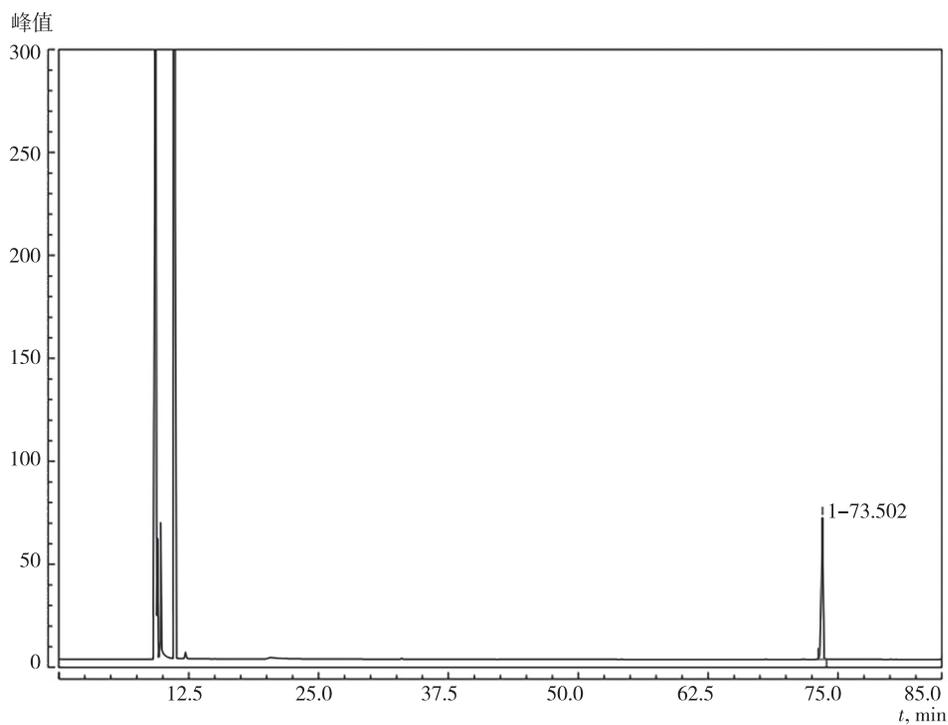


图 A.2 DHA 甲酯标准溶液参考色谱图

甲酯的响应因子按公式(A,2)计算。

$$\omega_1 = 0.959 \times F \times \frac{A_i}{A_{C11}} \times \frac{C_{C11} \times V_{C11} \times 1.0067}{m} \times 100 \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- ω_1 —— 试样中 DHA 含量的数值,单位为克每百克(g/100g)；
- 0.959 —— 二十二碳六烯酸甲酯转换成脂肪酸的系数；
- F —— 二十二碳六烯酸甲酯的响应因子；

- A_i ——试样中二十二碳六烯酸甲酯的峰面积；
 A_{C11} ——试样中加入的内标物十一碳酸甲酯峰面积；
 C_{C11} ——十一碳酸甘油三酯浓度的数值，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
 V_{C11} ——试样中加入十一碳酸甘油三酯体积的数值，单位为毫升(mL)；
 1.006 7 ——十一碳酸甘油三酯转化成十一碳酸甲酯的转换系数；
 m ——试样质量的数值，单位为毫克(mg)；
 100 ——将含量转换为每 100 g 试样中含量的系数。

$$F = \frac{C_s \times A_{11}}{A_s \times C_{11}} \dots\dots\dots (A. 2)$$

- F ——二十二碳六烯酸甲酯的响应因子；
 C_s ——混标液中二十二碳六烯酸甲酯的浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)；
 A_{11} ——十一碳酸甲酯峰面积；
 A_s ——二十二碳六烯酸甲酯的峰面积；
 C_{11} ——混标液中十一碳酸甲酯浓度，单位为毫克每毫升(mg/mL)。
 测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

A.7 精密度

在重复性条件下，2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附 录 B
(规范性)
粗脂肪的测定

B.1 原理

试样中的结合态脂肪用强酸使其游离出来后溶于有机溶剂,经酸水解后用无水乙醚提取,除去溶剂即得游离态和结合态脂肪的总含量。

B.2 试剂

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

B.2.1 水:GB/T 6682,三级。

B.2.2 乙醇(C_2H_5OH)(95%)。

B.2.3 无水乙醚($C_4H_{10}O$)。

B.2.4 盐酸(HCl)。

B.3 仪器设备

B.3.1 分析天平:精度 0.1 g 和 0.001 g。

B.3.2 干燥箱:温度可达 150 °C,控温精度±1 °C。

B.3.3 恒温水浴锅:温控范围 40 °C~100 °C,控温精度±1 °C。

B.4 分析步骤**B.4.1 试样酸水解**

平行做 2 份试验。称取 2 g~5 g,准确至 0.001 g,置于 50 mL 试管内,加入 8 mL 水,混匀后再加 10 mL 盐酸。将试管放入 70 °C~80 °C 水浴中 40 min~50 min。每隔 5 min~10 min 振摇 1 次,至试样消化完全为止。

B.4.2 抽提

取出试管,加入 10 mL 乙醇,混合。冷却后将混合物移入 100 mL 具塞量筒中,以 25 mL 无水乙醚分数次冲洗试管,洗液一并倒入量筒中。加塞振摇 1 min,小心开塞,放出气体,再塞好,静置 12 min,小心开塞,并用无水乙醚冲洗量筒塞及量筒口。静置 10 min~20 min,待上部液体澄清,吸出上清液于已恒重的锥形瓶,再加 5 mL 无水乙醚于具塞量筒内,振摇,静置后,仍将上层乙醚吸出,合并至锥形瓶内。

B.4.3 称量

蒸发无水乙醚,将乙醚提取液在 50 °C 水浴上蒸干,再于(100±5)°C 干燥 1 h,干燥器内冷却 0.5 h 后称量。重复以上操作直至恒重(2 次称量的差不超过 2 mg)。

B.4.4 试验数据处理

试样中脂肪含量以质量分数计,数值以百分含量(%)表示。按公式(B.1)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_1 - m_0}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

ω_2 ——试样中脂肪含量的数值,单位为克每百克(g/100 g);

m_1 ——恒重后接收瓶和脂肪含量的数值,单位为克(g);

m_0 ——接收瓶质量的数值,单位为克(g);

m_2 ——试样质量的数值,单位为克(g);

100 ——换算系数。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后 1 位。

B.5 精密度

在重复性条件下,2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%。

附 录 C
(规范性)
丙二醛的计算

C.1 数据处理

试样中以裂壶藻粉所含粗脂肪为基础的丙二醛的含量以质量分数计,按公式(C.1)计算。

$$\omega_3 = \frac{\chi}{\omega} \times 100 \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

ω_3 ——试样中以裂壶藻粉所含粗脂肪为基础计算的丙二醛含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

χ ——按 GB/T 28717 规定测得的试样中丙二醛含量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

ω ——试样中粗脂肪含量的数值,单位为百分号(%)。

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。

C.2 精密度

在重复性条件下,2 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 15%。

