



团 体 标 准

T/CSTM 00357—2021

饲料脱霉用矿物材料

Mineral materials for the removal of mycotoxin from feed

2021-07-26 发布

2021-10-26 实施

中关村材料试验技术联盟 发布

前 言

本文件参照 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。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会建筑材料领域委员会(CSTM/FC03)提出。

本文件由中国材料与试验团体标准委员会建筑材料领域委员会非金属矿产品及制品技术委员会(CSTM/FC03/TC12)归口。

饲料脱霉用矿物材料

1 范围

本文件规定了饲料脱霉用矿物材料的术语和定义、分级与标记、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。

本文件适用于脱除饲料中黄曲霉毒素 B1、玉米赤霉烯酮的矿物材料。其他饲料脱霉用矿物材料可参照执行。

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 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

矿物材料 **mineral materials**

以天然非金属矿物或岩石为主要原料,经过加工获得的非金属矿物材料。

3.2

饲料脱霉用矿物材料 **mineral materials for the removal of mycotoxin from feed**

可对饲料中单种或多种霉菌毒素(例如黄曲霉毒素 B1、玉米赤霉烯酮等)具有脱除作用的矿物材料。

3.3

霉菌毒素 **mycotoxin**

霉菌在其所污染的饲料或食品中产生的有毒代谢产物。

3.4

吸附率 **adsorption rate**

将饲料脱霉用矿物材料与霉菌毒素标准液混合,作用一定时间达到平衡后离心分离,上清液霉菌毒素浓度变化量与霉菌毒素标准液浓度的比值为吸附率。

3.5

解吸率 desorptive rate

将饲料脱霉用矿物材料吸附完成后离心分离所得沉淀物与人工肠液混合,作用一定时间达到平衡后离心分离,上清液中霉菌毒素浓度与所吸附霉菌毒素浓度的比值为解吸率。

3.6

粉体细度 fineness of powder

将饲料脱霉用矿物材料通过孔径 0.9 mm 试验筛筛分后,试验筛内剩余材料质量与原材料总质量的比值。

4 分类与标记

4.1 分类

饲料脱霉用矿物材料按脱除霉菌毒素的种类分为脱除黄曲霉毒素 B1 饲料脱霉用矿物材料和脱除玉米赤霉烯酮饲料脱霉用矿物材料两类,代号依次为 HQK 和 YMK。

饲料脱霉用矿物材料按吸附率大小分为 I、II、III 三个规格。

4.2 标记

饲料脱霉用矿物材料标记由产品名称、本标准号、分类号、规格组成。

示例: 脱除黄曲霉毒素 B1 饲料脱霉用矿物材料,产品规格为 II,标记为:饲料脱霉用矿物材料 T/CSTM 00357—2021-HQK-II。

5 要求

5.1 脱霉性能

饲料脱霉用矿物材料脱霉性能应符合表 1 规定。

表 1 饲料脱霉用矿物材料脱霉性能

规 格	HQK、YMK	
	吸附率/%	解吸率/%
I	≥90	≤10
II	≥85	
III	≥80	

5.2 粉体细度

饲料脱霉用矿物材料通过孔径 0.9 mm 试验筛筛分后筛余小于 1%。

5.3 水分

饲料脱霉用矿物材料水分含量不大于 10%。

5.4 有害元素

饲料脱霉用矿物材料中有害元素含量应符合表 2 规定。

表2 有害元素含量

有害元素	要求/ $\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$
砷	≤ 10.0
汞	≤ 0.10
铅	≤ 40.0
镉	≤ 0.75

6 试验方法

6.1 脱霉性能

按照附录 A 的规定执行。

6.2 粉体细度

6.2.1 设备仪器

6.2.1.1 振筛机。

6.2.1.2 标准筛:筛孔尺寸和金属丝直径应符合 GB/T 6003.1 的规定;筛框为直径 200 mm 的原筛框,深度 50 mm。

6.2.1.3 电热干燥箱:调温范围为室温~300 ℃,控温器灵敏度 ± 2 ℃。

6.2.1.4 天平:感量 0.01 g。

6.2.1.5 秒表。

6.2.1.6 毛刷。

6.2.2 试验步骤

6.2.2.1 称取水分小于 10% 的试样 50 g(精确至 0.01 g),倒入孔径 0.9 mm 标准筛内,盖上筛盖在振筛机上进行筛分 20 min。

6.2.2.2 到达筛分规定的时间后停机,取出标准筛(包括筛盖和筛底)倒出筛底内试样,重新装上筛底和筛盖,在振筛机上进行检查筛分 1 min 后,再次取出标准筛,称量筛底试样。如未到达筛分终点,则继续筛分 1 min。如此反复,直至到达筛分终点。然后称量筛余。

6.2.3 结果计算

筛余物含量 X_1 以质量分数(%)计,按公式(1)计算(小数点后保留两位数)。以三次平行测定结果的算术平均值作为报告值,平行测定结果的绝对误差小于 2.0% 则取其算术平均结果。否则,应重新取样试验。

$$X_1 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_1 ——筛余物含量(质量分数),用百分数(%)表示;

m ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——筛余物质量,单位为克(g)。

6.3 水分

6.3.1 仪器设备

6.3.1.1 恒温干燥箱:调温范围为室温~300℃,控温精度不大于±1℃。

6.3.1.2 分析天平:感量不大于0.0001g。

6.3.1.3 瓷坩埚:50 mL。

6.3.1.4 干燥器:内装变色硅胶。

6.3.2 试验步骤

称取约5g(精确至0.0001g)试样,放入预先在110℃已恒重的称量瓶中,将称量瓶放入温度为110℃的恒温干燥箱中,保持2h,取出称量瓶,盖上磨口塞,放入干燥器中冷却至室温。将磨口塞紧密盖好,准确称量干燥后的称量瓶。

6.3.3 结果计算

水分 X_2 按公式(2)计算,以三次平行测定结果的算术平均值作为报告值,平行测定结果的绝对误差小于2.0%则取其算术平均结果。否则,应重新取样试验。

$$X_2 = \frac{m_3 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X_2 ——干燥失重,用百分数(%)表示;

m_2 ——烘干后称量瓶和试样的总质量,单位为克(g);

m_3 ——烘干前称量瓶和试样的总质量,单位为克(g);

m ——称取试样的质量,单位为克(g)。

6.4 有害元素

砷含量按照GB/T 13079的规定执行;铅含量按照GB/T 13080的规定执行;汞含量按照GB/T 13081的规定执行;镉含量按照GB/T 13082的规定执行。

7 检测规则

7.1 检验分类

7.1.1 出厂检验

产品出厂检验项目包括脱霉性能、细度、水分。

7.1.2 型式检验

型式检验包括第5章全部要求。有下列情况之一时,应进行型式检验:

- 新产品投产或产品定型鉴定时;
- 正常生产时,每半年进行一次;
- 原材料、生产工艺、设备等发生较大变化,可能影响产品质量时;
- 停产三个月以上,重新恢复生产时;
- 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时。

7.2 组批原则

同一原料、同一生产工艺、同一品种、同一规格、稳定连续生产的饲料脱霉用矿物材料,以 10 t 为一批次,不足 10 t 仍按一批计。

7.3 抽样方法

抽样方法按 GB/T 6678 的规定进行。

7.4 判定规则

产品各项质量指标符合第 5 章的要求时,判定该批产品合格。当产品的某项质量指标不符合第 5 章的要求时,应加倍抽样复验不合格项,若复验结果符合第 5 章的要求,则仍判定该批产品合格,若复验结果至少有一项不符合第 5 章的要求时,则判定该批产品不合格。

8 标志、包装、运输和贮存

8.1 标志

袋装饲料脱霉用矿物材料产品外包装袋上应标明产品名称、产品标记、净含量、生产单位名称和地址、防雨防潮标识等。

每批产品应附有产品合格证。产品合格证应包括产品标记、产品批号、检验日期、检验结论、生产厂名称和地址,并加盖企业检验部门检验章及检验人员印记。

8.2 包装

袋装饲料脱霉用矿物材料采用涂膜塑料编织袋包装或吨袋包装。涂膜塑料编织袋包装每袋净含量 $10\text{ kg}\pm 0.1\text{ kg}$ 或 $25\text{ kg}\pm 0.25\text{ kg}$,吨袋包装每袋净含量 $1000\text{ kg}\pm 1.0\text{ kg}$ 。需方如有包装特殊要求可按协议进行。

8.3 运输和贮存

8.3.1 产品运输应备有防雨、防潮、防晒、防破损、防污染设施。

8.3.2 产品应贮存于阴凉、通风、干燥处,应备有防止日晒、雨淋、受潮、污染等设施。

附 录 A
(规范性)
脱霉性能测试方法

A.1 仪器和设备

- A.1.1 高效液相色谱仪。
- A.1.2 分析天平:精度 0.1 mg。
- A.1.3 振荡器:往复式。
- A.1.4 离心机:5000 r/min。
- A.1.5 移液器:精度 2 μL 。
- A.1.6 容量瓶:10 mL、100 mL、1 L。
- A.1.7 锥形瓶:250 mL。

A.2 试剂和材料

A.2.1 霉菌毒素

黄曲霉毒素 B1,玉米赤霉烯酮。

警示——凡接触霉菌毒素的容器,需浸入 1%次氯酸钠(NaClO)溶液 12 h,清洗,备用。为了分析人员安全,操作时要带上医用乳胶手套。

A.2.2 胃蛋白酶

1 g 胃蛋白酶中需含有 800~2500 个活度单位。

A.2.3 胰酶

1 g 胰酶中需含有 800~2500 个活度单位。

A.2.4 化学试剂

稀盐酸、磷酸二氢钾、磷酸氢二钠、磷酸二氢钠均为分析纯。

A.2.5 甲醇

色谱纯。

A.2.6 实验用水

分析实验用水应达到 GB/T 6682—2008 中规定的一级水的要求。

A.3 溶液的配制

A.3.1 人工胃液

量取 16.4 mL 0.1 mol/L 稀盐酸,加入到 800 mL 水中,再加入 10.00 g 胃蛋白酶,用振荡器摇匀后,加水定容至 1 L。当溶液 pH 值小于预定值 3.5 时,用磷酸氢二钠缓冲溶液调节 pH 值至预定值;当溶液 pH 值大于预定值 3.5 时,用磷酸二氢钠缓冲溶液调节 pH 值至预定值。

A.3.2 人工肠液

称取磷酸二氢钾 6.80 g,精确至 0.001 g,加水 500 mL 溶解;称取胰酶 10.00 g,精确至 0.001 g,加水 200 mL 溶解,将两溶液混合,再加水定容至 1 L。当溶液 pH 值小于预定值 6.5 时,用磷酸氢二钠缓冲溶液调节 pH 值至预定值;当溶液 pH 值大于预定值 6.5 时,用磷酸二氢钠缓冲溶液调节 pH 值至预定值。

A.3.3 磷酸盐缓冲溶液

A.3.3.1 0.2 mol/L 的磷酸氢二钠缓冲液:称取磷酸氢二钠 71.46 g,加水溶解,定容至 1 L。

A.3.3.2 0.2 mol/L 的磷酸二氢钠缓冲液:称取磷酸二氢钠 31.21 g,加水溶解,定容至 1 L。

A.3.4 黄曲霉毒素 B1 储备液

取黄曲霉毒素 B1 1 mg,加入甲醇定容至 10 mL (100 mg/L)。

A.3.5 玉米赤霉烯酮储备液

取玉米赤霉烯酮 10 mg,加入甲醇定容至 100 mL (100 mg/L)。

A.3.6 黄曲霉毒素 B1 标准液

在黄曲霉毒素 B1 储备液基础上,用所配制的 pH 值为 3.5 的人工胃液和 pH 值为 6.5 的人工肠液中配制黄曲霉毒素 B1 标准液,标准液内黄曲霉毒素 B1 的浓度为 2 mg/L。

A.3.7 玉米赤霉烯酮标准液

在玉米赤霉烯酮储备液的基础上,用所配制的 pH 值为 3.5 的人工胃液和 pH 值为 6.5 的人工肠液中配制玉米赤霉烯酮标准液,标准液内玉米赤霉烯酮的浓度为 5 mg/L。

A.4 吸附试验

称取两份 0.10 g 饲料脱霉用矿物材料,精确至 0.001 g,分别放入两个 250 mL 具塞磨口锥形瓶内,编号 1 和 2。量取 100 mL 霉菌毒素胃液标准液加入 1 号锥形瓶内,同时量取霉菌毒素肠液标准液 100 mL 加入 2 号锥形瓶内。再取两个 250 mL 具塞磨口锥形瓶,编号 3 和 4,3 号锥形瓶加入霉菌毒素胃液标准液,4 号锥形瓶加入霉菌毒素肠液标准液。将四个锥形瓶同时置于 37 °C 恒温振荡器中,以 150 r/min 的频率振荡 4 h。吸附结束后,将锥形瓶内悬浮液倒入离心管内,在 5000 r/min 转速下用离心机离心 10 min。用微量连续可调移液器从 1 和 2 号锥形瓶中分别移取 200 μ L 上清液、从 3 和 4 号锥形瓶中分别移取 200 μ L 霉菌毒素标准液装入进样瓶内,用于高效液相色谱分析。

每个处理均做 3 个平行,以其平均值作为该点测定结果,该测试结果为吸附样品峰面积值,包括霉菌毒素胃液标准液吸附后上清液样品峰面积、霉菌毒素胃液标准液峰面积,以及霉菌毒素肠液标准液吸附后上清液样品峰面积和霉菌毒素肠液标准液峰面积。分别计算样品的人工胃液环境吸附率(A)和人工肠液环境吸附率(B),样品吸附率为最小吸附率 MIN(A,B)。

A.5 解吸试验

将 A.4 吸附试验中 1 号和 2 号锥形瓶离心后的沉淀物分别移至另外两个 250 mL 具塞磨口锥形瓶 5 和 6,分别加入 100 mL 的人工肠液,置于 37 °C 恒温振荡器中,以 150 r/min 的频率振荡 2 h 进行解吸。

解吸结束后,将锥形瓶内悬浮液分别倒入离心管内,在 5000 r/min 转速下用离心机离心 10 min。用移液器移取 200 μL 上清液装入进样瓶内,用于高效液相色谱分析。

每个处理均做 3 个平行,以其平均值作为该点测定结果,该测试结果为解吸后样品峰面积值,包括霉菌毒素胃液标准液解吸后上清液样品峰面积和霉菌毒素肠液标准液解吸后上清液样品峰面积。分别计算人工胃液环境吸附试验沉淀物的霉菌毒素解吸率(C)和人工肠液环境吸附试验沉淀物的霉菌毒素解吸率(D),样品解吸率为最大解吸率 $\text{MAX}(C,D)$ 。

A.6 霉菌毒素的测定

饲料脱霉用矿物材料对黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮吸附和解吸试验测定所需色谱条件列于表 A.1 中。

表 A.1 测定霉菌毒素的高效液相色谱仪参数

色 谱 参 数	黄曲霉毒素 B1	玉米赤霉烯酮
色谱柱	C18, 250 mm $\times$ 4.6 mm	C18, 250 mm $\times$ 4.6 mm
流动相	乙腈:水=60:40	乙腈:水=60:40
温度	室温	室温
进样量	50 μL	50 μL
流速	1 mL/min	1 mL/min
检测波长	360 nm	274 nm

定量测定按照高效液相色谱仪说明书调整各操作参数,向色谱柱内注入霉菌毒素标准液和待测样品溶液,得到色谱峰面积响应值。

A.7 结果计算

A.7.1 吸附率

吸附率 X_3 按公式(A.1)计算,以三次平行测定结果的算术平均值作为报告值。

$$X_3 = \left(1.0 - \frac{A_1}{A}\right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

X_3 ——吸附率,用百分数(%)表示;

A_1 ——霉菌毒素标准液吸附后上清液样品峰面积;

A ——霉菌毒素标准液峰面积。

A.7.2 解吸率

解吸率 X_4 按公式(A.2)计算,以三次平行测定结果的算术平均值作为报告值。

$$X_4 = \left(\frac{A_2}{A - A_1}\right) \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

- X_4 ——解吸率,用百分数(%)表示;
 A_1 ——霉菌毒素标准液吸附后上清液样品峰面积;
 A_2 ——吸附试验沉淀物解吸后上清液样品峰面积;
 A ——霉菌毒素标准液峰面积。

附 录 B

(资料性)

本文件起草单位和主要起草人

本文件起草单位:河北工业大学、济南生禾生物科技有限公司、广西隆安瑞丰工贸有限公司、北京首农畜牧发展有限公司、苏州中材非金属矿工业设计研究院有限公司、中国地质大学(武汉)、奥测世纪(天津)技术有限公司、咸阳非金属矿研究设计院有限公司。

本文件主要起草人:张红、张娜、梁金生、郭春森、马慧、梁福珏、孟军平、王丽娟、田光燕、程飞飞、严春杰、张桂月、韩筱玉、李艳、赵妍、梁福瑜、张红林、郑长文、白萨茹拉。

中关村材料试验技术联盟

团体标准

饲料脱霉用矿物材料

T/CSTM 00357—2021

*

冶金工业出版社出版发行

北京市东城区嵩祝院北巷39号

邮政编码:100009

北京建宏印刷有限公司印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字

2021 年 12 月第一版 2021 年 12 月第一次印刷

*

统一书号:155024·2923 定价:56.00 元

155024·2923



9 715502 429235 >