

3ICS 65.020.30

CCS B 40

团 体 标 准

T/DALN035-2024

过瘤胃氯化胆碱

Rumen-protected choline chloride

2024-02-18 发布

2024-03-01 实施

辽宁省奶业协会发布

前 言

本文件按 GB/T1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则起草。

本文件由北京东方天合生物技术有限责任公司提出。

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。

本文件由辽宁省奶业协会归口。

本文件起草单位：北京东方天合生物技术有限责任公司、辽宁省奶业协会、安徽东方天合生物技术有限责任公司、中国农业大学、沈阳农业大学动物科学与医学学院、辽宁越秀辉山控股股份有限公司、鞍钢实业集团乳业有限公司。

本文件主要起草人：李寰旭、张晓明、李蒙蒙、卓春艳、王嘉辉、徐天龙、周海鹏、柳德利、张金鑫、刘显军、张海涛、曹彦宗、周丛。

本文件首次发布。

过瘤胃氯化胆碱

1 范围

本文件规定了过瘤胃氯化胆碱的术语与定义、要求、试样采集与制备、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以饲料添加剂氯化胆碱为原料，以棕榈油脂肪粉为包材经包被工艺制得的过瘤胃氯化胆碱。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
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 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB 10648 饲料标签
GB/T 13079 饲料中总砷的测定
GB/T 14699.1 饲料 采样
GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差
GB/T 20195 动物饲料 试样的制备
GB 34462-2017 饲料添加剂 氯化胆碱
HG/T 2941 饲料级 氯化胆碱

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1 氯化胆碱瘤胃降解率 choline chloride rumen degradation rate

样品在瘤胃中停留一定时间后，被降解的氯化胆碱质量占原质量的百分比，用质量百分数（%）表示。

3.2 样品逃逸率 sample escape rate

样品的部分细小颗粒，未经过任何化学变化或微生物转化，以物理的方式通过尼龙袋孔径直接逃逸，逃逸部分占总质量的比值，用质量百分数（%）表示。

4 要求

4.1 原料

氯化胆碱应符合GB 34462-2017的要求，原辅料应为《饲料原料目录》和《饲料添加剂品种目录(2013)》规定的物质。

4.2 外观与性状

乳白色颗粒、无异味。

4.3 质量标准

质量指标见表1。

表1 质量标准

项目		指标
氯化胆碱/%		≥25
水分/%		≤10
粒度		全部通过10目分析筛，12目分析筛上物不应大于10%
氯化胆碱瘤胃降解率/%	8 h	≤15
	24 h	≤25

4.4 卫生指标

卫生指标见表2。

表2 卫生指标

项目	指标
总砷 (As) / (mg/kg)	≤2
重金属 (以Pb计) / (mg/kg)	≤20

5 试样采集与制备

5.1 试样采集

按GB/T 14699.1的规定执行。

5.2 试样制备

按GB/T 20195的规定执行。

6 试验方法

6.1 一般规定

除非另有说明，色谱分析中所用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定，其它分析用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定，所使用的标准滴定溶液按 GB/T 601 的规定制备。

6.2 外观与性状

取适量样品，置于洁净白瓷盘中，在正常光照、通风良好、无异味的的环境下，通过目视、鼻嗅、触摸，观察其色泽和状态。

6.3 氯化胆碱

取样品 100 g，置于粉碎机中，粉碎时间 20 S~30 S，如粉碎未完全，间隔 5 min，再进行粉碎，直至粉碎完全，再按 HG/T 2941 规定的方法进行检测。

6.4 水份

按 GB/T 6435 的规定执行。

6.5 粒度

按 GB/T 5917.1 的规定执行。

6.6 氯化胆碱瘤胃降解率

按附录A的规定执行

6.7 总砷

按 GB/T 13079 的规定执行。

6.8 重金属

按 GB 34462-2017 中 4.11 的规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以相同配方、相同原料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的产品为一批。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为氯化胆碱、水分、粒度。

7.3 定期检验

每3个月至少进行1次氯化胆碱瘤胃降解率的检验。

7.4 型式检验

型式检验项目为本文件第4章规定的全部项目。在正常生产情况下，每半年至少进行1次型式检验。在下列情形之一时，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。

7.5 判定规则

7.5.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.5.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批次产品中重新加倍取样进行复检。复检结果即使有一项指标不符合本文件规定，则判定该产品不合格。

7.5.3 各项成分指标判定合格或验收的允许误差按GB/T 18823的规定执行。

8 标签、包装、运输、贮存、保质期

8.1 标签

按GB 10648中的规定执行。

8.2 包装

采用塑料编织袋包装，袋内另加聚乙烯薄膜衬袋。包装应封口良好，不得破漏，包装材料应清洁卫生、无毒、无害，并能防污染、防潮湿、防泄漏。或按用户要求包装。

8.3 运输

运输工具应清洁卫生、防止污染、能防晒防雨防潮，不应与有毒有害的物品混装混运。

8.4 贮存

产品应贮存在通风、干燥、阴凉的库房内，有防虫、防鼠设施，不应与有毒有害的物品混贮，不得贴地、贴墙码放。

8.5 保质期

在上述储运条件下，产品的保质期为12个月。

附录 A
(规范性)
胆碱瘤胃降解率测定方法

A.1 试验动物和材料

A.1.1 试验动物

安装有永久性瘤胃瘘管的成年牛 4 头（或以上），瘘管内径应大于 100 mm。

A.1.2 尼龙袋

A.1.2.1 选用 350 目的尼龙布，制成长×宽为 8 cm×12 cm 的尼龙袋，用细涤纶线双线缝合尼龙袋，针孔用在瘤胃内不易溶解的胶粘剂粘合，袋底部两角呈钝圆形，散边用烙铁烫平或用酒精灯烤焦。

A.1.2.2 应对尼龙袋进行编号，第一次使用前放入瘤胃内 72 h，取出、洗净、50℃烘干后备用。

A.1.3 半软塑料管

A.1.3.1 半软塑料管的直径应介于 0.5 cm~0.8 cm 之间，长度为 40 cm~50 cm。

A.1.3.2 在塑料管的一端距顶端 1 cm~2 cm 处向远端划出长 2 cm~3 cm 的夹缝，用于固定尼龙袋，在塑料管的另一端距顶端 1 cm~2 cm 处打孔，孔直径约 0.2 cm~0.3 cm，用于系尼龙线，将塑料管固定于瘤胃瘘管盖上。

A.2 仪器设备

A.2.1 分析天平：精度为 0.0001 g

A.2.2 鼓风干燥箱

A.2.3 托盘

A.2.4 粉碎机

A.3 操作步骤

A.3.1 称样和装袋

A.3.1.1 将待测样品置于 50℃鼓风干燥箱内烘干至恒重。

A.3.1.2 将尼龙袋置于 50℃鼓风干燥箱内烘干至恒重。

A.3.1.3 用分析天平称取尼龙袋质量，然后称取 6 g 左右经 50℃恒重的待测样品放入尼龙袋底部。尼龙袋和待测样品质量均精确至 0.0001 g。

A.3.2 固定尼龙袋

分别将两个装有待测样品的平行样尼龙袋口交叉于一根半软塑料管的夹缝内，用橡皮筋缠绕固定。

A.3.3 投放尼龙袋

早晨饲喂前 1 h，打开试验动物的瘤胃瘘管盖，将尼龙袋通过瘤胃瘘管放入瘤胃腹囊中，用塑料管上的尼龙线将塑料管固定于瘘管口部。

A.3.4 待测样品在瘤胃内培养时间

待测样品在瘤胃内的培养时间为：8 h、24 h，每头牛每个时间点设置 2 个重复。

A.3.5 取出尼龙袋

每个培养时间点（8 h、24 h）从每头试验动物瘤胃中各取出 2 个尼龙袋，直至所有尼龙袋全部取出为止。

A.3.6 冲洗尼龙袋

取出的尼龙袋应尽快用自来水冲洗，直至水清为止。在冲洗过程中不应用手挤压袋内样品。

A.3.7 样品校正

称取 6 g 左右经 50℃ 恒重的 2 个待测样品放入尼龙袋底部，作为空白对照，不放入瘤胃内，直接用自来水冲洗，直至水清为止。在冲洗过程中不应用手挤压袋内样品。

A.3.8 烘干尼龙袋

将冲洗过的尼龙袋置于 50℃ 鼓风干燥箱内烘干至恒重。用分析天平称重，精确至 0.0001 g。

A.3.9 空白袋残余物和各培养时间点残余物的氯化胆碱含量测定

分别将各尼龙袋中的残余物完全转移出来，将样品粉碎完全，然后按 HG/T 2941 规定的方法进行检测。

A.4 结果计算

A.4.1 样品逃逸率

样品逃逸率按式 (A.1) 计算：

$$A = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

A ——样品逃逸率，单位为百分数（%）；

m_1 ——空白试验装袋样品干物质质量，单位为克（g）；

m_2 ——空白试验袋中残余物质量，单位为克（g）。

A.4.2 校正装袋样品质量

校正装袋样品质量按式 (A.2) 计算:

$$m_4 = m_3 \times (1-A) \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

m_4 ——校正装袋样品质量, 单位为克 (g);

m_3 ——实际装袋样品质量, 单位为克 (g)。

A.4.3 氯化胆碱瘤胃降解率

氯化胆碱瘤胃降解率按式 (A.3) 计算:

$$B = \frac{(m_4 \times C) - (m_5 \times D)}{m_4 \times C} \times 100\% \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

B ——氯化胆碱瘤胃降解率, 单位为百分数 (%);

C ——空白试验袋中残余物中氯化胆碱含量, 单位为百分数 (%);

m_5 ——袋中残余物质量, 单位为克 (g);

D ——袋中残余物中氯化胆碱含量, 单位为百分数 (%)。