

ICS 65.120

CCS B50/59

CI

团体标准

T/CI 087—2023

红藻多糖

Red algal polysaccharide

2023-6-30 发布

2023-6-30 实施

中国国际科技促进会 发布

前言

本文件按照 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》起草。文件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。

本文件由青岛海兴源生物科技有限公司提出。

本文件由中国国际科技促进会归口牵。

本文件起草单位：青岛海兴源生物科技有限公司、威海迪普森生物科技有限公司、中国海洋大学、南京益纤生物科技有限公司、青岛和海生物科技有限公司、国科联盟（北京）国际信息科学研究院。

本文件主要起草人：牟海津、姚闽、朱琳、张斌、朱常亮、李青、王建磊、陈飞扬、李东钰、赵芳萱。

本文件为首次发布。

红藻多糖

1 范围

本文件界定了红藻多糖的生产工艺、技术要求、试验方法、检验规则等。

本文件适用于以麒麟菜、角叉菜、石花菜、龙须菜等红藻为原料，经粉碎、提取、分离、浓缩（或不浓缩）、添加（或不添加）辅料、灭菌、干燥（或不干燥）等工序制得的饲料用红藻多糖。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件，凡是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 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 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

GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的测定

GB/T 14699.1 饲料 采样

《中华人民共和国兽药典》第二部 2321 铅、镉、砷、汞、铜测定法

3 术语和定义

红藻多糖

以麒麟菜、角叉菜、石花菜、龙须菜等红藻为原料，经提取制得的多糖。

4 生产工艺

原料→粉碎→提取→分离→浓缩（或不浓缩）→添加（或不添加）辅料→灭菌→干燥（或不干燥）→包装→检验合格→入库。

5 技术要求

5.1 辅料要求

可添加麦芽糊精、抗结剂、增稠剂等辅料，所添加辅料应符合国家相关标准的规定。

5.2 感官要求

感官要求应符合表 1 的规定。

表 1 感官要求

项 目	要 求	
	红藻多糖	液态红藻多糖
色 泽	具有黄色、棕色、褐色等海藻特征的色泽	具有黄色、棕色、褐色等海藻特征的色泽
气 味	具有海藻应有的气味，无异味	具有海藻应有的气味，无异味
状 态	均匀粉末或颗粒，无肉眼可见杂质	液态，无肉眼可见杂质

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	
		红藻多糖	液态红藻多糖
硫酸基含量，%	≥	6.0	1.5
多糖含量，%	≥	40.0	10.0
固形物含量，%	≥	-	15.0
粗灰分，%	≤	50.0	15.0
水分，%	≤	20.0	-
粒度（40 目标标准筛通过率），%	≥	99.0	-
总砷，mg/kg	≤	3.0	1.5
铅，mg/kg	≤	5.0	3.0

5.4 微生物指标

微生物指标应符合表 3 的规定。

表 3 微生物指标

项 目	指 标	
	红藻多糖	液态红藻多糖
沙门氏菌（/25g）	不得检出	不得检出

6 试验方法

本文件所用试剂和水，除特殊注明外，均指分析纯试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级水，色谱分析中所用水均为符合 GB/T 6682 中规定的一级水。溶液按照 GB/T 603 配制。

6.1 感官要求

取适量试样置于洁净的白色盘（瓷盘或同类容器）中，观察色泽、状态和杂质，闻其气味。

6.2 理化指标

6.2.1 硫酸基含量

按附录 A 规定的方法测定。

6.2.2 多糖含量

按附录 B 规定的方法测定。

6.2.3 固形物含量

取适量样品置于自动水分测定仪中，测其固形物含量。

6.2.4 粗灰分

按 GB/T 6438 规定的方法测定。

6.2.5 水分

按 GB/T 6435 规定的方法测定。

6.2.6 粒度

按 GB/T 5917.1 规定的方法测定。

6.2.7 总砷

方法 1：按 GB/T 13079 规定的方法测定。

方法 2：按《中华人民共和国兽药典》规定的方法测定。

6.2.8 铅

方法 1：按 GB/T 13080 规定的方法测定。

方法 2：按《中华人民共和国兽药典》规定的方法测定。

6.3 微生物指标

按 GB/T 13091 规定的方法测定。

7 检验规则

7.1 批次

以同一班次、同一品种、同一工艺的产品为一个批次。

7.2 采样

按 GB/T 14699.1 进行。

7.3 检验

7.3.1 出厂检验

每批产品应进行出厂检验，红藻多糖的检验项目包括感官要求、硫酸基含量、粗灰分、水分、粒度，液态红藻多糖的检验项目包括感官要求、硫酸基含量、多糖含量、粗灰分、固形物含量。

7.3.2 型式检验

型式检验为全项目检验，每年不得少于一次。如有下列情况时，应进行型式检验：

- a) 主要原、辅材料，配方，生产工艺或设备发生较大改变时；
- b) 停产半年以上再恢复生产时；
- c) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- d) 国家有关部门监督检查与抽查时。

7.4 判定规则

7.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加倍抽样进行复检。复检结果中有一项指标不符合本文件规定时，即判定该批产品不合格。

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

按 GB 10648 执行。

8.2 包装

应采用符合国家相关标准的、无毒的包装材料。

8.3 运输

产品在运输过程中应防止日晒雨淋、包装破损，严禁与有毒、有害物质混装、混运。

8.4 贮存

产品应贮存于避光、干燥处，避免与有毒、有害、易腐、易污染等物品一起堆放。密闭保存。

8.5 销售和召回

销售和召回应符合相关国家标准和有关规定。

附录 A
(规范性)

硫酸基含量的测定

A.1 原理

硫酸根是以硫酸基的形式结合在红藻多糖上的，采用盐酸水解，使硫酸基水解成为游离硫酸根。在酸性条件下加入钡盐沉淀硫酸根，将沉淀洗涤，干燥称重，计算其含量。

A.2 试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯。

A.2.1 水为GB/T 6682 中规定的三级水。

A.2.2 氯化钡。

A.2.3 硝酸银。

A.2.4 1 mol/L盐酸溶液：按照GB/T 601中4.2中规定的方法配制。

A.2.5 10%氯化钡溶液：称取50 g氯化钡用水溶解并定容至500 mL。

A.2.6 0.1 mol/L硝酸银溶液：称取硝酸银1.7 g，用水溶解并定容至100 mL。

A.3 仪器

A.3.1 恒温水浴锅。

A.3.2 分析天平：感量0.0001 g。

A.3.3 电热恒温干燥箱。

A.3.4 水解管：耐压螺盖玻璃管，体积20 mL~30 mL，用水冲洗干净并烘干。

A.3.5 锥形瓶：250 mL。

A.3.6 容量瓶：100 mL、500 mL。

A.4 测定步骤

A.4.1 样品溶液制备

准确称取红藻多糖样品 0.5 g（精确至 0.0001 g），放入水解管中，加 1 mol/L 盐酸溶液 15 mL，封口，在 105℃水解 4 h，冷却至室温，使用快速定量滤纸过滤，收集滤液于 250 mL 锥形瓶中，以少量水洗涤水解管和定量滤纸，收集所有滤液于锥形瓶中。

A.4.2 测定

将锥形瓶中溶液煮沸 1 min 左右，趁热逐滴加入 10%氯化钡溶液 20 mL，再煮沸 3 min~5 min。然后，置于 70°C~80°C恒温水浴中陈化 2 h。用已烘至恒重的玻璃砂芯漏斗抽滤，用水洗涤沉淀至用硝酸银溶液检测无氯离子。将玻璃砂芯漏斗置于 105°C恒温干燥箱中烘至恒重。

A. 4. 3 结果计算

样品中硫酸基含量按式计算，计算结果保留三位有效数字；

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times \frac{96.06}{233.39} \times 100$$

式中：

X—样品中硫酸基的含量，单位为百分率（%）；

m_0 —样品的质量，单位为克（g）；

m_1 —无水硫酸钡的质量，单位为克（g）；

96.06—硫酸根的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

233.39—硫酸钡的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）。

A. 5 重复性

两个平行测定结果的相对偏差不得超过 3%，否则重新测定。

附录 B
(规范性)

多糖含量的测定

B.1 原理

红藻多糖在酸性条件下水解，水解物在硫酸的作用下，迅速脱水生成糖醛衍生物，并与苯酚反应生成橙黄色溶液，反应产物在 490 nm 处比色测定，标准曲线法定量。

B.2 试剂

除另有说明外，所用试剂均为分析纯。

B.2.1 水为GB/T 6682中规定的三级水。

B.2.2 浓硫酸

B.2.3 苯酚

B.2.4 半乳糖

B.2.5 50 g/L苯酚溶液：称取5 g苯酚，用水溶解并定容至100 mL棕色容量瓶中，摇匀，置4°C冰箱中避光贮存。

B.2.6 200 μg/mL半乳糖标准储备溶液：称取半乳糖0.02 g（精确至0.0001 g），用水溶解并定容至100 mL容量瓶中，摇匀，置4°C冰箱中避光贮存。

B.3 仪器

B.3.1 分光光度计。

B.3.2 分析天平：感量0.0001 g。

B.3.3 涡旋混合器。

B.3.4 棕色比色管：25 mL。

B.3.5 移液管：1 mL、5 mL。

B.3.6 容量瓶：100 mL。

B.4 测定步骤

B.4.1 标准曲线的制定

将半乳糖标准储备溶液逐级稀释，配制成浓度为 0 μg/mL、10 μg/mL、20 μg/mL、50 μg/mL、100 μg/mL、200 μg/mL 的半乳糖标准溶液。分别移取上述溶液 1 mL 于 25 mL 比色管中，加入 50 g/L 苯酚溶液 1.0 mL，

然后立即加入浓硫酸 5.0 mL（与液面垂直加入，勿接触试管壁，以便反应液充分混合），静置 10 min，涡旋混匀，室温下静置 20 min，在 490 nm 波长处测定吸光度。以半乳糖质量浓度为横坐标，吸光度为纵坐标，制定标准曲线。

B. 4. 2 测定

称取红藻多糖样品 0.01 g（精确至 0.0001 g），用水溶解并定容至 100 mL 容量瓶中，摇匀。吸取样品溶液 1.0 mL 按 B 4.1 步骤操作，测定吸光度。

B. 4. 3 结果计算

样品中多糖含量按式计算，计算结果保留三位有效数字：

$$X = \frac{m_1 \times V \times 10^{-6}}{m} \times 100$$

式中：

X—样品中多糖的含量，单位为百分率（%）；

m_1 —从标准曲线上查得样品溶液中的含糖量，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V—样品定容的体积，单位为毫升（mL）；

m—样品的质量，单位为克（g）。

B. 5 重复性

两个平行测定结果的相对偏差不得超过 10%，否则重新测定。
