

ICS

CCS

团体标准

T/CI XXX-2023

褐藻酸寡糖

Alginate oligosaccharide

（征求意见稿）

2023-X-X发布

2023-X-X实施

中国国际科技促进会 发布

中国国际科技促进会(CIAPST)是 1988 年经中华人民共和国国务院科技领导小组批准而成立的全国性社会团体。制定团体标准、开展标准国际化和推动团体标准实施,是中国国际科技促进会的工作内容之一。任何团体和个人,均可提出制、修订中国国际科技促进会团体标准的建议并参与有关工作。

中国国际科技促进会标准按《中国国际科技促进会标准化管理办法》进行制定和管理。

中国国际科技促进会征求意见稿经向社会公开征求意见,并得到参加审定会议的 80%以上的专家、成员的投票赞同,方可作为中国国际科技促进会标准予以发布。在本标准实施过程中,如发现需要修改或补充之处,请将意见和有关资料寄给中国国际科技促进会标准化工作委员会,以便修订时参考。

任何团体和个人,均可对本标准征求意见稿提出意见和建议,牵头起草单位联系方式:
1176789697@qq.com。

中国国际科技促进会

地址:北京市海淀区中关村东路 89 号恒兴大厦 13F

邮政编码:100190

电话:010-62652520 传真:010-62652520

网址: <http://www.ciapst.org>

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。

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。

本文件由威海迪普森生物科技有限公司提出。

本文件由本标准由中国国际科技促进会归口。

本文件起草单位：威海迪普森生物科技有限公司、青岛海兴源生物科技有限公司、中国海洋大学、南京益纤生物科技有限公司。

本文件主要起草人：牟海津、姚闽、朱常亮、朱琳、辜自强、王建磊、李东钰

本文件为首次发布。

褐藻酸寡糖

1 范围

本文件界定了褐藻酸寡糖的生产工艺、技术要求、试验方法、检验规则等。

本文件适用于以物理粉碎、高温提取、浓缩、灭菌、干燥而制备的褐藻酸寡糖。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定

GB/T 6435 饲料中水分的测定

GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

GB/T 9724-2007 化学试剂 pH值测定通则

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

GB/T 14648 饲料标签

JJF 1070 定量包装商品净含量 计量检验规则

3 生产工艺

原料→溶解→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。

4 技术要求

4.1 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	
	褐藻酸寡糖	液态褐藻酸寡糖
色 泽	具有本品应有的色泽	具有本品应有的色泽
气 味	具有本品应有的气味，无异味	具有本品应有的气味，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

4.2 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	
	褐藻酸寡糖	液态褐藻酸寡糖
褐藻酸寡糖含量（以半乳糖醛酸计）， %	≥ 50.0	10.0
pH	—	5.0±1.0
粗灰分， %	≤ 20.0	—
水分， %	≤ 10.0	—
粒度（80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

4.3 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	
	褐藻酸寡糖	液态褐藻酸寡糖
沙门氏菌（/25g）	不得检出	不得检出

4.4 净含量

净含量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

5 试验方法

本标准所用试剂和水，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。

5.1 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。

5.2理化指标

5.2.1褐藻酸寡糖含量

按附录A规定的方法测定。

5.2.2 pH值的测定

按GB/T 9724规定的方法测定。

5.2.3粗灰分

按GB/T 6438规定的方法测定。

5.2.4水分

按GB/T 6435规定的方法测定。

5.2.5粒度

按GB/T 5917.1规定的方法测定。

5.2.6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。

5.2.7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。

5.3微生物指标

沙门氏菌

按 GB/T 13091 规定的方法测定。

5.4净含量

按 JJF 1070 规定的方法测定。

6检验规则

6.1批次

以同一班次、同一工艺的产品为一个批次。

6.2采样

按 GB/T 14699.1 进行。

6.3检验

6.3.1 出厂检验

每批产品应进行出厂检验，褐藻酸寡糖的检验项目包括感官要求、褐藻酸寡糖含量、粗灰分、水分、

粒度和净含量。液态褐藻酸寡糖的检验项目包括感官、褐藻酸寡糖含量、pH 和净含量。

6.3.2 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。

6.4 复检规则

产品在检验中如有一项不符合本标准时，应重新加倍抽样进行复检。复检结果中仍有一项指标不符合本标准时，则该批产品为不合格品。

7 标签、包装、运输、贮存和保质期

7.1 标签

按 GB 10648 执行。

7.2 包装

褐藻酸寡糖：产品包装采用铝箔袋，每袋净含量为 500g、1kg；大包装采用编织袋或瓦楞纸箱，每袋或每箱净含量为 5kg、10kg。也可根据用户提出的净含量要求进行包装。其净含量的允许短缺量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

液态褐藻酸寡糖：小包装每瓶净含量 1kg；大包装每桶净含量 10kg-25kg。也可根据用户提出的净含量要求进行包装。其净含量的允许短缺量应符合《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

7.3 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、有害物质混运。

7.4 贮存

产品应贮存于室温、通风、干燥、无污染、无有害物质的地方。

7.5 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)

褐藻酸寡糖含量的测定

A.1 方法原理

褐藻酸寡糖在酸性条件下可以水解生成糖醛酸，糖醛酸在强酸条件下与间羟基联苯（3-phenylphenol）发生缩合反应，生成紫红色衍生物，在波长 525 nm 处和一定浓度范围内，该衍生物的吸收值与糖醛酸浓度呈线性关系。

A.2 试剂和溶液

A.2.1 间羟基联苯

A.2.2 浓硫酸

A.2.3 四硼酸钠

A.2.4 氢氧化钠

A.2.5 半乳糖醛酸标准品

已知质量分数， $\geq 97.0\%$ (m/m)。

A.2.6 半乳糖醛酸标准溶液

准确称取半乳糖醛酸 0.010 g，置于 100 mL 烧杯中，用 25 mL 双蒸水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中，用 25 mL 双蒸水洗涤烧杯内壁，并加入到容量瓶中，重复此步骤 2 次，最后用双蒸水定容至 100 mL，制得 0.100 g/L 半乳糖醛酸标准溶液。

A.2.7 120 mM 四硼酸钠-硫酸溶液

准确称取十水合四硼酸钠 4.576 g，置于 100 mL 烧杯中，用 50 mL 浓硫酸溶解后转移至 100 mL 容量瓶中。用 20 mL 浓硫酸洗涤烧杯内壁，并加入到容量瓶中，重复此步骤 2 次，最后用浓硫酸定容至 100 mL，制得 120 mM 四硼酸钠-硫酸溶液。

A.2.8 0.5%氢氧化钠溶液

称取 0.5 g 氢氧化钠，溶于 100 mL 蒸馏水中。

A.2.9 0.15%间羟基联苯溶液

称取间羟基联苯 0.15 g，溶于 100 mL 0.5%氢氧化钠溶液中，置于棕色瓶中，阴暗处保存。

A.3 仪器和设备

A.3.1 紫外分光光度计

A.3.2 恒温水浴

可控温度在 0-120℃。

A.4 测定步骤

A.4.1 半乳糖醛酸标准曲线制作

取 10mL 带螺旋盖试管，分别加入半乳糖醛酸标准溶液 0, 0.10, 0.20, 0.30, 0.40 mL，再分别用双蒸水补充到总体积为 0.4 mL，混匀，得到浓度为 0, 25, 50, 75, 100 $\mu\text{g/mL}$ 的半乳糖醛酸梯度溶液。将溶液置于冰水浴中，在每个试管中缓慢加入 120 mM 四硼酸钠-硫酸溶液 2.40 mL，加盖，混匀。将试管浸入沸水浴中加热，准确煮沸 20 分钟（自水浴重新煮沸起计时），用自来水冷却，室温放置 10 分钟左右。在每个试管中加入 80 μL 0.15%间羟基联苯溶液作为显色剂，混匀，室温放置 10 分钟，以双蒸水为空白，在 525 nm 波长处比色测定吸光度。以吸光度为纵坐标、每毫升半乳糖醛酸梯度溶液中的糖醛酸含量（微克数）为横坐标，制得标准曲线。

A.4.2 待测样品中糖醛酸含量测定

准确称取固体样品 0.050 g（液态样品称取 0.250 g）（样品质量，记为 m，单位 g），置于 100 mL 烧杯中，用 25 mL 双蒸水溶解后转移至 1000 mL 容量瓶中，用 25 mL 双蒸水洗涤烧杯内壁，并入到容量瓶中，重复此步骤 2 次，最后用双蒸水定容至 1000 mL，制得 0.050 g/L 样品溶液。取该样品溶液 0.40 mL 加入 10 mL 带螺旋盖试管中，置于冰水浴中，缓慢加入四硼酸钠-硫酸溶液 2.40 mL，加盖，混匀。将样品溶液与标准溶液试管一起浸入沸水浴中加热，准确煮沸 20 分钟（自水浴重新煮沸起计时），用自来水冷却，室温放置 10 分钟左右。在每个试管中加入 80 μL 0.15%间羟基联苯，混匀，室温放置 10 分钟，以双蒸水为空白，在 525 nm 波长处比色测定吸光度。以吸光度查标准曲线，得每毫升样品溶液的糖醛酸含量（微克数，记为 C）。

注：半乳糖醛酸只有在浓硫酸中才可使其显色，且颜色深浅与浓硫酸浓度和纯度有关。故在测定样品和制作标准曲线时，应使用同规格、同批号的浓硫酸，以保证其浓度、纯度一致；每次样品测定应同时进行标准曲线的制作。

A.5 结果与计算

褐藻酸寡糖的质量分数 X_1 （%），按下式计算：

$$X_1 = \frac{C \times 10^3}{m \times 10^6} \times 100$$

式中：

C-从标准曲线查得每毫升样品溶液的糖醛酸含量， μg ；

m-称取的样品质量，g；

10³-1 L 体积换算为 1000 mL；

106- μ g 换算为 g。

A.6 允许差

两次平行测定结果相对偏差不超过 5%。
