

T/HEBQIA

团 体 标 准

T/HEBQIA XXXX—2023

天然植物饲料原料 黄芪山楂粗提物（复配型）

Natural plant as feed material astragalus hawthorn crude extract (Compound type)

（征求意见稿）

2023 - XX - XX 发布

2023 - XX - XX 实施

河北省质量信息协会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 技术要求	3
5 取样	4
6 试验方法	4
7 检验规则	5
8 标签、包装、运输、贮存和保质期	6
附录 A（规范性） 枸橼酸含量测定	7
附录 B（规范性） 黄芪甲苷含量测定	8

河北省医药行业协会

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。

本文件由石家庄石牧药业有限公司提出。

本文件由河北省质量信息协会归口。

本文件起草单位：石家庄石牧药业有限公司、石家庄峪口禽业有限公司、河北康博药业有限公司、河北工程大学生命科学与食品工程学院、XXX。

本文件主要起草人：赵海成、刘丽、王海峰、张永彬、未钰杨、王安琪、XXX。

河北省质量信息协会

天然植物饲料原料 黄芪山楂粗提物（复配型）

1 范围

本文件规定了天然植物饲料原料黄芪山楂粗提物（复配型）的技术要求、取样、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以天然植物饲料原料黄芪、山楂为原料，经提取、浓缩制成的黄芪山楂液态粗提物。

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 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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 9724 化学试剂 pH值测定通则

GB/T 10647 饲料工业术语

GB 10648 饲料标签

GB 13078 饲料卫生标准

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 19424—2018 天然植物饲料原料通用要求

JJF 1070 定量包装商品净含量计量检验规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

天然植物 natural plant

自然生长或人工栽培植物的全株或某一特定部位。

[来源：GB/T 19424—2018，3.1]

3.2

饲料 feed

能提供动物所需营养，促进动物生长、生产和健康，且在合理使用下安全、有效的可饲物质。

[来源：GB/T 10647—2008，2.1]

3.3

天然植物干燥物 dried natural plant

天然植物经自然干燥或人工干燥获得的产品。

[来源：GB/T 19424—2018，3.2]

3.4

天然植物粉碎物 natural plant powder

天然植物经干燥、粉碎获得的粉末产品。

[来源：GB/T 19424—2018，3.3]

3.5

天然植物粗提物 crude extract of natural plant

天然植物采用适当的溶剂或其他方法对其中的有效成分进行提取，再经浓缩和（或）干燥，但未经进一步分离纯化获得的产品。

[来源：GB/T 19424—2018，3.4]

3.6

天然植物饲料原料 natural plant as feed material

以植物学纯度不低于95%的单一天然植物干燥物、粉碎物或粗提物为原料，添加或不添加辅料制得的单一型产品；或以2种或2种以上天然植物干燥物、粉碎物或粗提物为原料，添加或不添加辅料，经复配加工而成的复配型产品；或由天然植物粉碎物和粗提物复配而成的混合型产品。

注：包括天然植物干燥物饲料原料（单一型和复配型）、天然植物粉碎物饲料原料（单一型和复配型）、天然植物粗提物饲料原料（单一型和复配型）、混合型天然植物饲料原料。

[来源：GB/T 19424—2018，3.5]

3.7

辅料 adjuvant material

在天然植物饲料原料生产过程中所添加的用于分散、稀释天然植物的物质。

注：在最终产品中无功效。

[来源：GB/T 19424—2018，3.6]

3.8

黄芪 astragalus

本品为豆科植物蒙古黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. var. *mongholicus* (Bge.) Hsiao 或膜荚黄芪 *Astragalus membranaceus* (Fisch.) Bge. 的干燥根。春、秋二季采挖，晒干或切片晒干。

3.9

黄芪干燥物 dried astragalus

以天然植物黄芪采收后经自然干燥或再经初加工切制而获得的干燥物产品。

3.10

黄芪粗提物 astragalus crude extract

以黄芪干燥物为原料，经提取、浓缩、干燥或不干燥获得的饲料产品。

3.11

山楂 hawthorn

本品为蔷薇科山楂属植物山里红 *Crataegus pinnatifida* Bge.var.*major* N.E.Br. 或山楂 *Crataegus pinnatifida* Bge. 的干燥成熟果实为原料经粉碎后的产品。

3.12

山楂干燥物 dried hawthorn

以天然植物山楂采收后经自然干燥或再经初加工切制而获得的干燥物产品。

3.13

山楂粗提物 hawthorn crude extract

以山楂干燥物为原料，经提取、浓缩、干燥或不干燥获得的饲料产品。

3.14

黄芪山楂粗提物（复配型） astragalus hawthorn crude extract (compound type)

以黄芪和山楂干燥物为原料，经复配、提取、浓缩、干燥或不干燥后，按照一定比例与适宜辅料混合而成的饲料产品。

4 技术要求

4.1 天然植物、辅料品种和质量要求

4.1.1 天然植物品种

生产天然植物饲料原料所用的天然植物应为《饲料原料目录》中7.6部分列出的可饲用天然植物。

4.1.2 辅料品种

辅料应使用GB/T 19424—2018附录A中的辅料名单。

4.1.3 质量管理要求

生产天然植物饲料原料所用天然植物和辅料的质量要求应符合国家标准或相关标准的规定。原料采购与管理、生产过程控制、产品质检、运输与储存、追溯与召回、人员与卫生、文件与记录管理应符合《饲料质量安全管理规范》要求。

4.2 安全管理要求

产品遵守《禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录》《食品动物禁用的兽药及其他化合物清单》要求。

4.3 工艺要求

黄芪山楂干燥物→复配→提取→浓缩→黄芪山楂液态粗提物。

4.4 出膏率及当量关系要求

出膏率及当量关系应符合表1的规定。

表1 出膏率及当量关系要求

项目	液态粗提物
出膏率/(%)	—
当量关系	1 mL 液态粗提物相当于黄芪山楂干燥物 0.7 g

4.5 外观与性状

液体均匀，无沉淀或有轻摇即散的沉淀，无发霉和变质。

4.6 理化指标

理化指标应符合表2的规定。

表2 理化指标

项目		技术要求		
		优等品	一等品	二等品
有机溶剂残留		无		
主要活性物质	枸橼酸/(g/L)	≥5.0	≥5.0	≥2.0
	黄芪甲苷/(g/L)	≥0.05	≥0.02	
pH值		4~9		

4.7 卫生指标

卫生指标应符合表3的规定。

表3 卫生指标

项目	限量	
无机污染物	总砷/(mg/kg)	≤4
	铅/(mg/kg)	≤30
真菌毒素	黄曲霉毒素B ₁ /(μg/kg)	≤30
	玉米赤霉烯酮/(mg/kg)	≤1
微生物污染物	霉菌总数/(CFU/g)	<4×10 ⁴
	沙门氏菌(25 g中)	不得检出

4.8 净含量

净含量应符合国家质量监督检验检疫总局令第70号《定量包装商品计量监督管理办法》的规定。

5 取样

按GB/T 14699.1规定执行。

6 试验方法

6.1 感官检验

将样品放置于适宜的器皿中，在光线充足但非直射日光的环境中，目测观察，并嗅其气味。

6.2 理化指标

6.2.1 有机溶剂残留

按《中华人民共和国兽药典》附录0601要求执行。

6.2.2 枸橼酸

按附录A规定的试验方法执行。

6.2.3 黄芪甲苷

按附录B规定的试验方法执行。

6.2.4 pH 值

按GB/T 9724规定的试验方法执行。

6.3 卫生指标

按GB 13078规定的试验方法执行。

6.4 净含量

按JJF 1070的规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以相同材料、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，每批不得超过10t。

7.2 出厂检验

7.2.1 出厂检验项目为外观与性状、理化指标、卫生指标和净含量。

7.2.2 产品出厂时，应经质检部门检验合格，并附有产品质量合格证书后方可出厂。

7.3 型式检验

7.3.1 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。

7.3.2 型式检验由生产企业质检部门或委托法定饲料质检机构进行。

7.4 判定规则

7.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加1倍取样进行复检。若复检结果仍不符合本文件规定，则判定该批产品不合格。微生物指标不得复检。

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

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

按GB 10648规定执行。

8.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮，且牢固严密、不破不漏。

8.3 运输

运输中应防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混运。

8.4 贮存

贮存时应防止日晒、雨淋，禁止与有毒、有害、易腐、易污染的物质混贮，勿靠近火源。

8.5 保质期

在符合规定的包装、运输、贮存条件下，包装完好且未启封的产品的保质期为24个月。

河北省质量信用

附 录 A
(规范性)
枸橼酸含量测定

A.1 测定

本文所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682规定的实验用水。实验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。实验中所用标准滴定溶液、制品，均按照GB/T 603的规定制备。

A.2 仪器

分析天平（感量0.0001 g）、锥形瓶、滴定管、容量瓶。

A.3 材料

A.3.1 试剂

酚酞指示液、氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）、蒸馏水。

A.3.2 样品

供试品。

A.4 操作方法

取供试品细粉约1 g，精密称定，精密加蒸馏水100 mL，室温下浸泡4小时，时时振摇，过滤，精密量取滤液25 mL，加蒸馏水50 mL，加酚酞指示液2滴，用氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）滴定，记录氢氧化钠滴定液用量。每个试样取两平行样测定，以其算术平均值为结果。

A.5 结果计算

按干燥品计算，枸橼酸含量以质量分数w%表示，按计算公式计算。在重复性的条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的100%。

$$w = \frac{(V - V_0) \times T \times C_{\text{氢}} / 0.1 \times \text{稀释倍数}}{W \times 1000} \times 100\%$$

式中：

V —样品的消耗滴定液体积；

V₀ —空白对照消耗滴定液的体积；

T —每1 ml氢氧化钠滴定液（0.1 mol/L）相当于6.404 mg的枸橼酸。（T取6.404）；

C_氢 —氢氧化钠滴定液的实际浓度；

W —精密称定供试品的重量。

附 录 B
(规范性)
黄芪甲苷含量测定

B.1 原理

供试品中黄芪甲苷经提取制成溶液，注入液相色谱仪中，根据对照品与供试品的峰面积计算出样品中的黄芪甲苷含量。

B.2 仪器

容量瓶（25 mL、50 mL）、移液管（1 mL、5 mL、10 mL、20 mL）、高效液相色谱仪、超声波清洗器、电子分析天平。

B.3 材料

B.3.1 试剂

乙腈（色谱纯）、甲醇（分析纯）、正丁醇（分析纯）、乙醇（分析纯）、苯酚（分析纯）、硫酸（分析纯）、无水乙醇（分析纯）、超纯水、0.45 μm有机微孔滤膜和滤芯。

B.3.2 样品

供试品。

B.3.3 对照品

黄芪甲苷。

B.4 色谱条件

固定相：十八烷基键合硅胶色谱柱或同类型色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）。

流动相：以乙腈—水（33：67）为流动相。

流速：1 mL/min。

检测器：蒸发光散射检测器。

漂移管温度：105℃。

空气流速：2.7 L/min。

柱温：30℃。

B.5 操作方法

B.5.1 对照品溶液制备

取黄芪甲苷对照品适量，精密称定，用70%甲醇制成每1 ml含黄芪甲苷1 mg的对照品溶液。

B.5.2 供试品溶液制备

取供试品精密称取4 g，置索氏提取器中，加甲醇40 mL，冷浸过夜，再加甲醇适量，加热回流4小时，提取液回收甲醇并浓缩至干，残渣加水10 mL，微热使溶解，用水饱和的正丁醇振摇提取3次，每次20 mL，合并正丁醇提取液，用氨试液提取2次，每次20 mL，弃去氨液，正丁醇液蒸干，残渣加水3 mL~5 mL使溶解，放冷，通过D101型大孔吸附树脂柱（内径1.5 cm、长12 cm），以水50 mL洗脱，弃去水液，再用40%乙醇30 mL洗脱，弃去40%乙醇洗脱液，继续用70%乙醇50 mL洗脱，收集洗脱液，蒸干，用甲醇溶解并转移至2 mL量瓶中，加甲醇至刻度，摇匀，即得供试品溶液。

B.5.3 测定法

分别精密吸取对照品溶液10 uL、20 uL，供试品溶液20 uL，注入液相色谱仪，测定，以外标两点对方程计算。

B.6 结果计算

供试品中的黄芪甲苷含量以质量分数x%表示，按计算公式计算。

$$x = \frac{A_2 \times m_1 \times w_1}{A_1 \times m_2} \times 100\%$$

式中：

A₁—对照品中黄芪甲苷的峰面积的平均值；

A₂—供试品中黄芪甲苷的峰面积的平均值；

m₁—对照品的质量；

m₂—供试品的质量。

参 考 文 献

- [1] 饲料原料目录（中华人民共和国农业部公告第1773号）
 - [2] 饲料质量安全管理规范（中华人民共和国农业部令（2014年第1号））
 - [3] 禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录（中华人民共和国农业部公告第176号）
 - [4] 食品动物禁用的兽药及其他化合物清单（中华人民共和国农业农村部公告第250号）
 - [5] 定量包装商品计量监督管理办法（国家质量监督检验检疫总局第70号）
 - [6] 中华人民共和国兽药典 二部（2020年）
-

河北省质量信息协会