

DB51

四川省地方标准

DB51/T 3012—2023

饲料添加剂中甘露寡糖的测定

Determination of mannanoligosaccharides in feeds additive

地方标准信息服务平台

2023 - 02 - 07 发布

2023 - 04 - 08 实施

四川省市场监督管理局 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 原理	1
5 试剂或材料	1
6 仪器设备	1
7 样品	2
8 测定步骤	2
9 试验数据处理	2
10 精密度	3
附录 A（规范性） 甘露糖标准溶液液相色谱图	4

地方标准信息服务平台

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。

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。

本标准由四川省农业农村厅提出、归口并解释。

本标准起草单位：四川省饲料工作总站、四川省中安检测有限公司、四川省农产品质量安全中心、广安市饲料管理工作站。

本标准主要起草人：程传民、李云、林涛、张静、魏晓星、蒋福霖、黄建轶、吴亚姗、程大顺、王宇萍、冯波、宋彦琪、沙麟、蒲秋菊、赵立军、樊淑娜、邝婷婷、徐定慧、陈飞、何利梅、夏子晴。

本次为首次发布。

地方标准信息服务平台

饲料添加剂中甘露寡糖的测定

1 范围

本文件描述了饲料添加剂中甘露寡糖的高效液相色谱测定方法。

本文件适用于饲料添加剂中甘露寡糖（以甘露糖计）的测定。

本文件检出限为1g/kg，定量限为2g/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样中的甘露寡糖在酸性和高温高压条件下水解为甘露糖，用高效液相色谱仪测定，外标法定量。

5 试剂或材料

5.1 除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.2 水：GB/T 6682，一级。

5.3 盐酸。

5.4 氢氧化钠溶液（5mol/L）：称取氢氧化钠 20g，加水溶解，稀释、定容至 100mL，混匀。

5.5 标准储备溶液（2mg/mL）：称取甘露糖（CAS：3458-28-4，含量≥98.0%）200mg（精确至 0.1mg），用水溶解，转移至 100 mL 容量瓶中，用水定容，混匀。2℃~8℃保存，有效期 1 个月。

5.6 标准系列溶液：准确移取适量标准储备溶液（5.4）于容量瓶中，用水稀释、定容，混匀。配制成浓度分别为 10μg/mL、50μg/mL、200μg/mL、500μg/mL 和 1000μg/mL 标准系列溶液。临用现配。

5.7 微孔滤膜：0.45μm，水系。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配示差折光检测器。

6.2 分析天平：精度 0.1mg。

- 6.3 涡旋混合器。
- 6.4 分析筛：0.425mm。
- 6.5 恒温水浴锅。
- 6.6 高压灭菌器。

7 样品

按照GB/T 20195制备试样，取样品至少200g，粉碎使其全部通过0.425 mm孔径的分析筛，充分混匀，装入密闭容器中，备用。

8 测定步骤

8.1 试样溶液制备

平行做两份试验。称取试样1g（精确至0.1mg）于10 mL具塞离心管中，加入6.0mL盐酸，放置30 °C水浴中水解45min，期间涡旋振荡2次。全部转入100mL带刻度的试剂瓶中，用60 mL水分3次洗涤离心管，洗涤液并入试剂瓶中，盖上试剂瓶盖。移至高压灭菌器中，于121°C下水解60min，取出冷却至室温，用氢氧化钠溶液调节溶液pH至6~7，转入100 mL容量瓶中，加水定容，混匀，经0.45 μ m微孔滤膜过滤，备用。

8.2 液相色谱参考条件

色谱柱：糖分析柱，基质：磺化聚苯乙烯二乙烯苯，柱长300mm，内径6.5mm，或性能相当者。
柱温：60°C。
流动相：水。
流速：0.5mL/min。
进样量：20 μ L。

8.3 测定

8.3.1 标准系列溶液和试样溶液测定

分别取甘露糖标准系列溶液（5.5）和试样溶液（8.1）上机测定。甘露糖标准溶液的色谱图参见附录A。

8.3.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中甘露糖保留时间应与标准系列溶液中浓度相当者的保留时间一致，其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

8.3.3 定量

以标准系列溶液的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不小于0.99。多点校正法定量时，试样溶液中甘露糖峰面积响应值应在标准系列溶液的线性范围之内，若超出该范围，需将试样溶液用水稀释后，重新进样测定。单点法定量时，试样溶液中甘露糖的峰面积应与标准溶液的响应相近，差异在 $\pm 30\%$ 之内。

9 试验数据处理

试样中甘露寡糖（以甘露糖计）的含量以质量分数 w 计，数值以克每千克（g/kg）表示，多点校正按公式（1）计算，单点校正按公式（2）计算：

$$w = \frac{\rho \times V}{m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ρ ——从标准曲线查得的试样溶液甘露糖的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样定容的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

n ——稀释倍数。

$$w = \frac{A \times \rho_s \times V}{A_s \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A ——试样溶液中甘露糖色谱峰面积；

A_s ——标准溶液中甘露糖的色谱峰面积；

ρ_s ——标准溶液中甘露糖的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——试样定容的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样质量，单位为克（g）；

n ——稀释倍数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

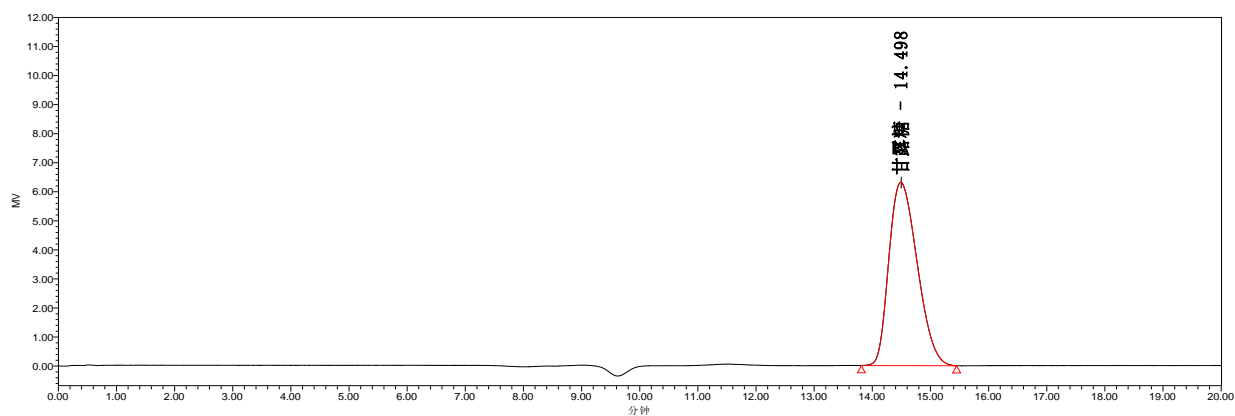
10 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的10%。

地方标准信息平台

附录 A
(规范性)
甘露糖标准溶液液相色谱图

甘露糖标准溶液的液相色谱图见图 A.1。



图A.1 甘露糖标准溶液的液相色谱图

地方标准信息服务平台