

附件 6

NYSL

新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1005—2022

饲料添加剂 腺苷七肽

Feed additive—Johnisin-C

2022-11-03 发布

2022-11-03 实施

中华人民共和国农业农村部 发布

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。

本文件由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由安杰利(重庆)生物科技有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心(北京)复核。

本文件主要起草人：杨贤彬、黄邦俊。

饲料添加剂 腺苷七肽

1 范围

本文件给出了腺苷七肽的化学名称、分子式、相对分子质量和结构式，规定了饲料添加剂腺苷七肽的技术要求、检验规则、标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了取样和试验方法。

本文件适用于以约氏乳杆菌（*Lactobacillus johnsonii* CGMCC 19858）为菌种，以玉米浆粉、酵母粉等为培养基，经液体发酵、提取、添加载体进行喷雾干燥，再添稀释剂制得的饲料添加剂腺苷七肽。

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 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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

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 原子吸收光谱法

GB/T 13082 饲料中镉的测定方法

GB/T 13088 饲料中铬的测定

GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的测定

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

GB/T 30956 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法

NY/T 2071 饲料中黄曲霉毒素、玉米赤霉烯酮和 T-2 毒素的测定 液相色谱-串联质谱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

发酵批 fermentation batch

采用发酵接种日期+发酵罐号+流水号为一个发酵批。

3.2

稀释批 dilution Lot

采用发酵批号+稀释配方流水号为一个稀释批。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和结构式

化学名称：甲酰基-丙氨酸磷酸酯腺苷七肽
分子式：C₃₉H₆₂O₁₈N₁₅SiP₁
相对分子质量：1091.2（按 2016 年国际相对原子质量）
结构式：腺苷七肽结构式见图 1

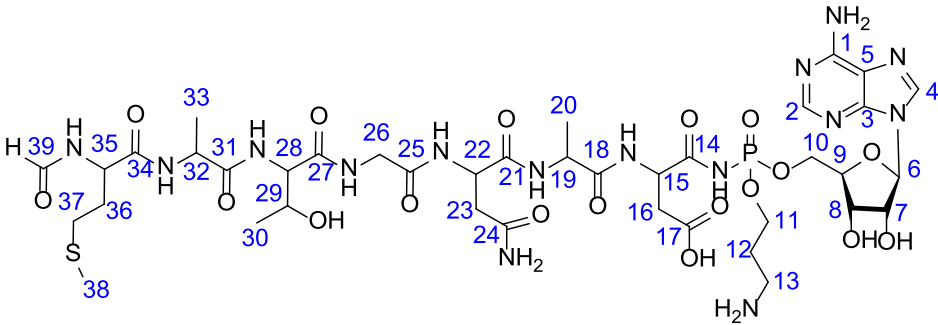


图1 腺苷七肽结构式

5 技术要求

5.1 外观与性状

淡黄色粉末，色泽均匀，无肉眼可见杂质，具有吸湿性及发酵特殊香味。

5.2 技术指标

应符合表1中的规定。

表1 技术指标

项目	指标
腺苷七肽含量/%	≥1.0
水分/%	≤10.0
粒度（1.18 mm孔径试验筛通过率）/%	100
粒度（0.85 mm孔径试验筛通过率）/%	≥90
黄曲霉毒素 B ₁ /（μg/kg）	≤10.0
玉米赤霉烯酮/（mg/kg）	≤0.3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇/（mg/kg）	≤1.0
铅/（mg/kg）	≤10.0
砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤2.0
铬/（mg/kg）	≤5.0
镉/（mg/kg）	≤1.0
沙门氏菌（25 g 中）	不得检出

6 取样

6.1 采样原则

样品的采集应遵循随机性、代表性的原则，采样过程应遵循无菌操作程序，防止一切可

能的外来污染。

6.2 采样方法

6.2.1 应在同一发酵批或稀释批中采集样品，从容器或包装中采集的样品量应满足微生物指标检验的要求，一般不少于 500 g。

6.2.2 独立包装小于等于 500 g 的产品，取完整包装；独立包装大于 500 g 的产品，应用无菌采样器从同一容器或包装的不同部分分别采取适量样品，放入同一个无菌采样容器内作为一个样品。

6.3 采集样品的贮存和运输

6.3.1 应尽快将样品送往实验室检测。

6.3.2 应在运输过程中保持样品完整。

6.3.3 应在接近原有贮存条件下贮存样品，或采取必要措施防止样品吸湿。

7 试验方法

7.1 感官检验

取适量样品（约 250 g）于无色容器中，按照外观与性状指标，在自然光下，采用目测、鼻嗅的方法进行检验。

7.2 腺苷七肽含量

按附录 A 规定执行。

7.3 水分

按 GB/T 6435 规定执行。

7.4 粒度

按 GB/T 5917.1 规定执行。

7.5 黄曲霉毒素 B₁

按 NY/T 2071 规定执行。

7.6 玉米赤霉烯酮

按 NY/T 2071 规定执行。

7.7 呕吐毒素

按 GB/T 30956 规定执行。

7.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

7.9 砷

按 GB/T 13079 规定执行。

NYSL—1005—2022

7.10 铬

按 GB/T 13088 规定执行。

7.11 镉

按 GB 13082 规定执行。

7.12 沙门氏菌

按 GB/T 13091 规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺，属同一发酵批稀释生产的产品（即稀释批）为一批，每批产品不超过 10 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、腺苷七肽含量、粒度、水分。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和产品使用说明书（见附录 C）方可出厂。

8.3 型式检验

型式检验项目为本文件中第 5 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验。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，配方或主要原料发生较大改变，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差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所有项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 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取样进行复检，如复检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。

8.4.3 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。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按 GB 10648 规定执行，产品标签样式见附录 D。

9.2 包装

本品内包装采用铝箔袋密封包装，外包装采用珠光膜编织袋进行包装。

9.3 运输

运输工具与车辆必须清洁、卫生，并且有防雨、防晒、防潮措施。搬运装卸时小心轻放，不得与有毒有害污染物混装混运。

9.4 贮存

产品应于通风干燥的库房内存放。储存过程中防止鼠咬、虫蛀，勿与有毒、有污染的物品混放。

9.5 保质期

产品自生产之日起，在上述包装完好与贮存条件下，保质期为 12 个月。

附录 A

(规范性)

饲料添加剂腺苷七肽中腺苷七肽含量的测定

A.1 范围

本文件规定了饲料添加剂腺苷七肽中腺苷七肽含量测定的高效液相色谱法。

本文件方法检出限为 2 $\mu\text{g/mL}$ 。

A.2 原理

试样中的腺苷七肽用水经超声提取后，反向色谱分离，紫外检测器测定，外标法定量。

A.3 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

A.3.1 水：GB/T 6682，一级。

A.3.2 乙腈：色谱纯。

A.3.3 三氟乙酸：色谱纯。

A.3.4 流动相 A：0.1%三氟乙酸乙腈溶液：量取 1 000 mL 乙腈，加入 1 mL 三氟乙酸，用 0.22 μm 有机滤膜过滤，超声脱气 10 min。

A.3.5 流动相 B：0.1 %三氟乙酸水溶液：量取 1 000 mL 水，加入 1 mL 三氟乙酸，用 0.22 μm 滤膜过滤，超声脱气 10 min。

A.3.6 腺苷七肽标准储备溶液：准确称取腺苷七肽对照品（纯度大于 90%）0.11 g（精确至 0.000 1g）于 50 mL 容量瓶，加入约 40 mL 水，超声 5 min，待全部溶解后，冷却，用水定容至刻度。此溶液中腺苷七肽浓度为 2 000 $\mu\text{g/mL}$ ，2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存，有效期为 1 个月。

A.3.7 腺苷七肽标准系列溶液：准确移取一定体积的腺苷七肽标准储备溶液（A.3.6），用水稀释定容至 50 mL，得到浓度分别为 20 $\mu\text{g/mL}$ 、40 $\mu\text{g/mL}$ 、100 $\mu\text{g/mL}$ 、200 $\mu\text{g/mL}$ 、400 $\mu\text{g/mL}$ 、1 000 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。临用现配。

A.3.8 滤膜：0.22 μm ，水系。

A.4 仪器设备

A.4.1 高效液相色谱仪：具有紫外检测器或二极管阵列检测器。

A.4.2 分析天平：感量为 0.000 1 g。

A.4.3 超声波提取器。

A.4.4 离心机：转速不低于 3 000 r/min。

A.5 样品

按 GB/T 20195 规定执行，选取有代表性的饲料样品至少 500 g，四分法缩减至 100 g，粉碎通过 0.425 mm 孔径分析筛。

A.6 试验步骤

A.6.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 1 g（精确至 0.000 1g）于 25 mL 容量瓶中，加入 18 mL 水，在超声波提取器（A.4.3）中超声提取 10 min~15 min（中间振摇 1 次以防样品附着于

瓶底)后,待温度降至室温,用水定容至刻度,摇匀。提取液 8 000 rpm,离心 10 min,上清液过膜,供高效液相色谱测定。

A. 6. 2 测定

A. 6. 2. 1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈柱,长 150 mm,内径 4.6 mm,粒度 5 μm。或性能相当者。
- b) 流动相: 流动相 A: (A. 3. 4); 流动相 B: (A. 3. 5), 梯度洗脱。洗脱梯度见表 A. 1。
- c) 流速: 1 mL/min。
- d) 柱温: 25 °C。
- e) 进样体积: 20 μL。
- f) 检测波长: 254 nm。

表 A. 1 流动相洗脱梯度表

时间 (min)	A/%	B/%	流速/ (mL/min)
0.0	5	95	1
5.0	5	95	1
8.0	13	87	1
13.0	13	87	1
18.0	50	50	1
20.0	100	0	1
25.0	100	0	1
30.0	5	95	1
35.0	5	95	1

A. 6. 2. 2 腺苷七肽标准系列溶液的测定: 将腺苷七肽标准系列溶液过 0. 22 μm 滤膜后, 分别注入液相色谱仪, 以不同浓度腺苷七肽峰面积为纵坐标, 对应的标准溶液浓度为横坐标, 绘制标准工作曲线, 标准曲线的相关系数不低于 0. 995。腺苷七肽标准溶液的高效液相色谱图见附录 B。

A. 6. 2. 3 试样溶液的测定: 将试样溶液 (A. 6. 1) 注入液相色谱仪, 以保留时间定性, 试样溶液的峰面积代入 A. 6. 2. 2 绘制的标准工作曲线, 计算试样中腺苷七肽含量。

A. 7 试验数据处理

试样中腺苷七肽的含量以质量分数 ω 计, 数值以百分数 (%) 表示, 按式 (A. 1) 计算:

$$\omega = \frac{A \times \rho \times V}{A_{st} \times m \times 1000 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (A. 1)$$

式中:

- A ——试样溶液中腺苷七肽峰面积;
- ρ ——由标准曲线计算得到的试样溶液中腺苷七肽的浓度, 单位为微克每毫升 (μg/mL);
- V ——试样溶液定容体积, 单位为毫升 (mL);
- A_{st} ——标准溶液中腺苷七肽峰面积;
- m ——试样质量, 单位为 (g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示, 保留到小数点后一位。

NYSL—1005—2022

A.8 精密度

在重复性条件下,获得的两次平行测定结果与其算术平均值的差值不大于这两个测定值算术平均值的 5%。

附录 B

(资料性)

腺苷七肽标准溶液的高效液相色谱图

腺苷七肽标准溶液的高效液相色谱图见图 B. 1。

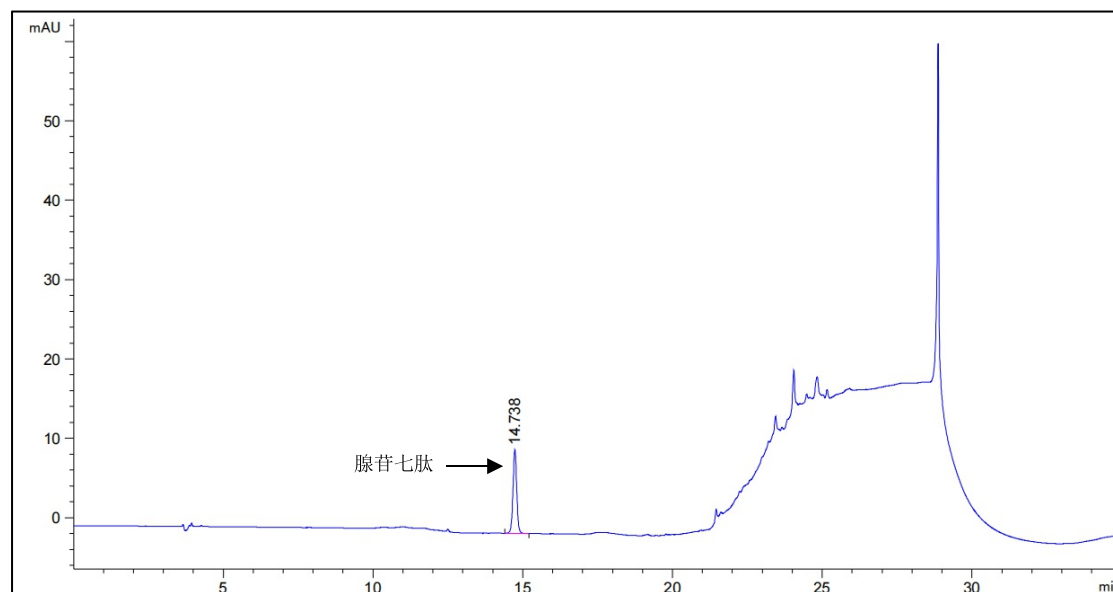


图 B. 1 腺苷七肽标准溶液 (20 $\mu\text{g/mL}$) 的高效液相色谱图

附录 C

(规范性)

产品使用说明书

【生产许可证号】

【产品批准文号】

饲料添加剂 腺苷七肽

使用说明书

【产品名称】腺苷七肽

【英文名称】 Johnisin-C

【有效成分】腺苷七肽

【性状】淡黄色粉末，具有吸湿性及发酵特殊香味。

【产品成分分析保证值】

项目	指标
腺苷七肽含量/ %	≥1.0
水分/ %	≤10.0
粒度（1.18 mm孔径试验筛通过率）/%	100
粒度（0.85 mm孔径试验筛通过率）/%	≥90
黄曲霉毒素B ₁ /（μg/kg）	≤10.0
玉米赤霉烯酮/（mg/kg）	≤0.3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇/（mg/kg）	≤1.0
铅/（mg/kg）	≤10.0
砷（以As计）/（mg/kg）	≤2.0
铬/（mg/kg）	≤5.0
镉/（mg/kg）	≤1.0
沙门氏菌（25 g中）	不得检出

【作用功效】调节免疫功能，促进动物生长，降低料重比。

【适用范围】断奶仔猪。

【用法用量】在断奶仔猪配合饲料中推荐添加量为 2.5~5.0 mg/kg（以腺苷七肽计）。

【净含量】

【保 质 期】12 个月。

【贮运】储于通风干燥库房内，储存过程中防止鼠咬、虫蛀，勿与有毒、有污染的物品混放。

【生产企业】

邮编
传真
邮箱

附 录 D

(规范性)

产品标签

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【执 行 标 准】

【产品批准文号】

饲料添加剂

腺苷七肽

Johnisin-C

【产品名称】腺苷七肽

【产品成分分析保证值】

项目	指标
腺苷七肽含量/ %	≥1.0
水分/ %	≤10.0
粒度（1.18 mm孔径试验筛通过率）/%	100
粒度（0.85 mm孔径试验筛通过率）/%	≥90
黄曲霉毒素B ₁ /（μg/kg）	≤10.0
玉米赤霉烯酮/（mg/kg）	≤0.3
脱氧雪腐镰刀菌烯醇/（mg/kg）	≤1.0
铅/（mg/kg）	≤10.0
砷（以As计）/（mg/kg）	≤2.0
铬/（mg/kg）	≤5.0
镉/（mg/kg）	≤1.0
沙门氏菌（25 g中）	不得检出

【有效组分】腺苷七肽。

【作用功效】调节免疫功能，促进动物生长，降低料重比。

【适用范围】断奶仔猪。

【用法与用量】在断奶仔猪配合饲料中推荐添加量为 2.5～5.0 mg/kg（以腺苷七肽计）。

【净 含 量】

【保 质 期】12 个月。

【贮 运】储于通风干燥库房内，储存过程中防止鼠咬、虫蛀，勿与有毒、有污染的物品混放。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

【生产批号】