

团 体 标 准

T/CFIAS 6026—2025

单胃动物用包被型饲料添加剂释放度
的测定 体外法

Determination of the release rate of coated feed additives for monogastric
animals in vitro method

2025-12-31 发布

2026-01-31 实施

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。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、杭州康德权饲料有限公司、浙江农林大学、扬州大学、浙江省动物疫病预防控制中心（浙江省兽药饲料监察所）、杭州德立望检测技术服务有限公司、浙江省农业科学院畜牧兽医研究所、辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院、中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、浙江大学动物科学学院、北京市兽药饲料监测中心、西北农林科技大学、北京大北农科技集团股份有限公司、四川特驱农牧科技集团有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司。

本文件主要起草人：李阳、李浙烽、樊霞、张倩云、冯玉超、王效、赵威、侯嘉、吴鹏、田静、索德成、陈勇、沈红霞、王翀、赵国琦、刘鸿鹤、张天姝、卢立志、姚婷、赵峰、王迪铭、曹春阳、任建波、栾雪瑶、陈雪、刘贵莲、朱九堡、杨发树。

单胃动物用包被型饲料添加剂释放度的测定 体外法

1 范围

本文件规定了单胃动物用包被型饲料添加剂释放度的测定方法。
本文件适用于单胃动物用包被型饲料添加剂释放度的体外测定。

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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

包被 coating

为实现保护主成分或掩盖主成分不良特性或控制主成分在动物体内释放位置与速度，在特定设备中按特定工艺将包被材料（禁用动物源性包材）涂覆在饲料添加剂表面的过程。

3.2

包被型饲料添加剂 coated feed additives

将饲料添加剂进行包被处理形成的产品。

3.3

释放度测定体外试验 in vitro release assay

通过体外模拟动物消化器官的消化条件，测定包被型饲料添加剂主成分释放度的试验。

3.4

释放介质 release medium

模拟单胃动物的胃和肠道2个消化器官的消化液所配制的用于体外试验的人工胃液和人工肠液。

3.5

单一介质释放试验 single-release medium assay

仅在一种释放介质中进行的包被型饲料添加剂释放度测定体外试验。

3.6

多种介质连续释放试验 multiple-release medium continuous assay

按照人工胃液、人工肠液的先后顺序，采用2种释放介质进行的包被型饲料添加剂释放度测定体外试验。

3.7

缓释 sustained release

包被型饲料添加剂在一种释放介质中非一次性快速释放，而是缓慢、持续释放的过程。

3.8

释放度 release rate

从包被型饲料添加剂中释放的主成分质量占被包被的主成分质量的百分比。

注 1：采用单一介质释放试验时，释放度为介质中释放的主成分质量占包被型饲料添加剂中主成分质量的百分比。

注 2：采用多种介质连续释放试验时，释放度包括总释放度和各介质释放度。总释放度为2种介质中释放的主成分总质量占包被型饲料添加剂中主成分质量的百分比。各介质释放度为各介质中释放的主成分质量占释放前被包被的（包被型饲料添加剂或上一介质释放后残渣中的）主成分质量的百分比。

3.9

漏槽条件 sink condition

模拟包被型饲料添加剂主成分在动物消化器官内溶解后被快速吸收的生理条件。主成分在释放介质中全部释放的计算浓度应低于其饱和浓度的三分之一。

4 原理

包被型饲料添加剂在释放度测定体外试验条件(包括释放介质、温度、时间和转速)下释放主成分,通过测定释放介质或试样残渣中主成分的质量,计算其占被包被主成分质量的百分比。

5 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水:GB/T 6682,三级。

5.2 胃蛋白酶: CAS: 9001-75-6, 酶活力 $1\ 200\ \text{U/g} \pm 50\ \text{U/g}$ 。

5.3 胰酶: CAS: 8049-47-6, 酪蛋白转化力 25.0 ± 2 。

5.4 氢氧化钠溶液(0.1 mol/L): 称取 0.4 g 氢氧化钠,加水 100 mL 溶解,混匀。

5.5 稀盐酸溶液: 量取 234 mL 盐酸,缓慢加水至 1 000 mL,混匀。

5.6 磷酸盐缓冲液(pH 6.8): 称取磷酸二氢钾 13.6 g,溶于 1 000 mL 水中,用 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(5.4)调 pH 至 6.8。

5.7 释放介质

5.7.1 人工胃液: 取稀盐酸溶液(5.5) 16.4 mL,加水约 800 mL 及胃蛋白酶(5.2) 10.0 g,搅匀后,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

5.7.2 人工肠液: 称取胰酶(5.3) 10.0 g,加水适量溶解,加磷酸盐缓冲液(5.6)稀释至 1 000 mL,混匀。

注:若包被型饲料添加剂主成分对释放介质中溶解的空气敏感,可采用减压搅拌 5 min 或减压抽滤方式脱气。

5.8 微孔滤膜: 0.22 μm 、0.45 μm , 尼龙或聚四氟乙烯。

5.9 尼龙袋: 2.00 mm、0.850 mm、0.425 mm、0.250 mm、0.180 mm、0.150 mm。根据试样粒度选择适宜孔径的尼龙袋,0.425 mm 和 0.250 mm 常用。

6 仪器设备

6.1 溶出度测定仪: 至少应满足以下条件。

- 配备转篮(2.00 mm、0.850 mm、0.425 mm、0.250 mm,惰性金属材料制)或桨叶(PTFE 或其他惰性材料涂层);
- 配备 500 mL 或 1 000 mL 溶出杯,具备温控功能,温控精确 $\pm 0.5^\circ\text{C}$;
- 具备消化搅动功能,搅动速率 $0\ \text{r/min} \sim 500\ \text{r/min}$,精度 $\pm 1\ \text{r/min}$ 。

6.2 分析天平: 精度 0.1 mg。

6.3 测定饲料添加剂主成分含量所需仪器设备。

7 样品

至少 200 g 样品,不粉碎,混合均匀,装入密闭容器中,备用。

8 试验方法

8.1 包被型饲料添加剂主成分溶解性和稳定性测定

释放度测定体外试验前,先测定主成分在释放介质(5.7)中的溶解性和稳定性,确认符合漏槽条件且稳定后方可进一步试验。主成分溶解性和稳定性评价按附录 A 执行。

8.2 方法选择

8.2.1 根据试样特性选择篮法或桨法。篮法和桨法装置示意图见附录 B。

8.2.2 浆法：辅料溶解影响转篮通透性且无法通过减少称样量改变的，或主成分难溶解、难扩散、比重大的试样应采用浆法。浆叶应置于溶出杯的固定位置，浆叶底部距溶出杯的内底部 $25\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ 。

8.2.3 篮法：易漂浮的，或其他不适用浆法的，或开展多种介质连续释放试验的试样应采用篮法。转篮应置于溶出杯的固定位置，转篮底部距溶出杯的内底部 $25\text{ mm} \pm 2\text{ mm}$ ；若试样粒径小于 0.250 mm ，可装入 0.180 mm 或 0.150 mm 的尼龙袋后再置于 2.00 mm 转篮。

8.3 取样

根据主成分在释放介质中的溶解性和稳定性选择适宜的取样方式，详见附录A。

8.3.1 释放介质取样

- a) 采用篮法时，在转篮的顶端至液面的中间点，距溶出杯内壁 10 mm 处取样；
- b) 采用浆法时，在浆叶的顶端至液面的中间点，距溶出杯内壁 10 mm 处取样；

8.3.2 残渣取样

取出转篮或尼龙袋，用 20 mL 水分 3 次冲洗转篮或尼龙袋（避免直接冲洗试样）。

8.4 主成分测定方法

8.4.1 公开发布的标准方法

优先采用公开发布的国家标准、行业标准和中國饲料工业协会团体标准测定包被型饲料添加剂中主成分、释放介质或残渣中主成分含量。

8.4.2 自建方法

若无 8.4.1 规定的公开发布的标准方法，可采用经验证的自建检测方法。

8.5 释放试验

8.5.1 单一介质释放试验

8.5.1.1 单次释放

8.5.1.1.1 称样

平行做两份试验。称取 $0.5\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$ 试样 (m_0 ，精确至 0.1 mg)，若辅料溶胀影响转篮通透性可适当减少称样量。

8.5.1.1.2 释放介质预热

在溶出杯中加入 400 mL （无法满足漏槽条件时可采用 900 mL ）释放介质（5.7）。溶出杯置于水浴中预热，测定猪用包被型饲料添加剂预热至 $39^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ ，测定禽用包被型饲料添加剂预热至 $41^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$ ，备用。

8.5.1.1.3 释放

试样转移至转篮，转篮置于溶出杯，或将试样直接转移至溶出杯，开启搅动，保持速率 100 r/min 。测定猪用包被型饲料添加剂，人工胃液（5.7.1）释放 2 h ，人工肠液（5.7.2）释放 12 h ；测定禽用包被型饲料添加剂，人工胃液（5.7.1）释放 1.5 h ，人工肠液（5.7.2）释放 8 h 。

8.5.1.1.4 测定

测定释放介质中主成分释放量 (m_r)，或取出转篮，用 20 mL 水分 3 次冲洗（避免直接冲洗试样）测定残渣中主成分的质量 (m_s)。

8.5.1.2 缓释

8.5.1.2.1 试验原则

8.5.1.2.1.1 选取 n 个 (n 应不少于 5) 取样时间点, 每个取样时间点平行做两个重复。

8.5.1.2.1.2 采用释放介质取样时, 称取 1 组试样在每个时间点取样 1 次测定释放度, 多次取样总体积超过释放介质总体积的 1% 时, 需补充释放介质。

8.5.1.2.1.3 采用残渣取样时, 称取 n 组试样 (n 为取样时间点数), 在每个时间点取 1 组试样残渣测定释放度。

8.5.1.2.1.4 缓释最长时间点为单次释放时间 (8.5.1.1.3)。

8.5.1.2.2 称样

称取 $0.5\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$ 试样 (m_0 , 精确至 0.1 mg), 若辅料溶胀影响转篮通透性可适当减少称样量。

8.5.1.2.3 释放介质预热

在溶出杯中加入 400 mL (无法满足漏槽条件时可采用 900 mL) 释放介质。溶出杯置于水浴中预热, 测定猪用包被型饲料添加剂预热至 $39^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$, 测定禽用包被型饲料添加剂预热至 $41^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$, 备用。

8.5.1.2.4 缓释

试样转移至转篮, 转篮置于溶出杯, 或将试样直接转移至溶出杯, 开启搅动, 保持速率 100 r/min , 进行缓释。

8.5.1.2.5 测定

测定每个取样时间点释放介质中主成分释放量 (m_{rm}), 或在每个取样时间点取出转篮, 用 20 mL 水分 3 次冲洗 (避免直接冲洗试样), 测定残渣中主成分的质量 (m_{sn})。

8.5.2 多种介质连续释放试验

8.5.2.1 试验原则

平行做两份试验。按照人工胃液、人工肠液的先后顺序进行多种介质连续释放试验。

8.5.2.2 称样

分成 2 组。称取 $0.5\text{ g} \sim 1.0\text{ g}$ 试样 (m_{01} 、 m_{02} , 精确至 0.1 mg), 若辅料溶胀影响转篮通透性可适当减少称样量。

8.5.2.3 释放介质预热

在溶出杯中加入 400 mL (无法满足漏槽条件时可采用 900 mL) 释放介质 (5.7)。溶出杯置于水浴中预热, 测定猪用包被型饲料添加剂预热至 $39^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$, 测定禽用包被型饲料添加剂预热至 $41^\circ\text{C} \pm 0.5^\circ\text{C}$, 备用。

8.5.2.4 人工胃液释放和测定

装有试样 (m_{01} 、 m_{02}) 的转篮置于盛有人工胃液 (5.7.1) 的溶出杯中, 100 r/min 搅动。测定猪用包被型饲料添加剂释放 2 h ; 测定禽用包被型饲料添加剂释放 1.5 h 。取出转篮, 用 20 mL 水分 3 次冲洗 (避免直接冲洗试样)。测定试样 (m_{01}) 在人工胃液中主成分释放量 (m_{r1}), 或测定残渣中主成分质量 (m_{s1})。试样 (m_{02}) 继续进行下一步试验。

8.5.2.5 人工肠液释放和测定

装有试样 (m_{02}) 的转篮置于盛有人工肠液 (5.7.2) 的溶出杯中, 100 r/min 搅动。测定猪用包被型饲料添加剂释放 12 h ; 测定禽用包被型饲料添加剂释放 8 h 。取出转篮, 用 20 mL 水分 3 次进行冲洗 (避免直接冲洗试样)。测定试样 (m_{02}) 在人工肠液中主成分释放量 (m_{r2}), 或测定残渣中主成分的质量 (m_{s2})。

注: 释放度测定体外试验结束后, 可添加一定比例的助溶试剂以提高主成分的溶解度, 助溶试剂参考种类和浓度见附录 C。

9 试验数据处理

9.1 单一介质释放量和释放度

9.1.1 单一介质释放量

试样中主成分的释放量以质量 m_r 计，数值以克（g）表示，采用释放介质取样时按式（1）计算，采用残渣取样时按式（2）计算：

$$m_r = \frac{\rho \times V}{1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- ρ ——释放介质中主成分的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V ——释放介质的体积，单位为毫升（mL）；
- 1000 ——换算系数。

$$m_r = m_0 \times X_0 - m_s \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- m_0 ——试样的质量，单位为克（g）；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- m_s ——残渣中主成分的质量，单位为克（g）。

9.1.2 单一介质释放度

试样中主成分在单一释放介质中的释放度以质量分数 w 计，数值以百分比（%）表示，按式（3）计算：

$$w = \frac{m_r}{m_0 \times X_0} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- m_r ——试样中主成分的释放量，单位为克（g）；
- m_0 ——试样的质量，单位为克（g）；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- 100 ——换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后2位。

9.2 多种介质连续释放度

9.2.1 多种介质连续释放总释放量

试样中主成分在 n 种介质中总释放量以质量 m_{tn} 计，数值以克（g）表示，采用释放介质取样时按式（4）计算，采用残渣取样时按式（5）计算：

$$m_{tn} = \sum_1^n m_{rn} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- m_{rn} ——第 n 种介质中主成分的释放量，单位为克（g），按式（1）计算。

$$m_{tn} = m_{0n} \times X_0 - m_{sn} \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- m_{0n} ——用于测定第 n 种介质释放度试样的质量，单位为克（g）；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- m_{sn} ——试样在第 n 种介质中释放后，残渣中主成分的质量，单位为克（g）。

9.2.2 多种介质连续释放试验中总释放度

试样中主成分在n种释放介质中总释放度以质量分数 w_{tn} 计，数值以百分比(%)表示，按式(6)计算：

$$w_{tn} = \frac{m_{tn}}{m_{0n} \times X_0} \times 100 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

- m_{tn} ——试样中主成分在 n 种介质中总释放量，单位为克 (g)；
- m_{0n} ——用于测定第 n 种介质释放度试样的质量，单位为克 (g)；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- 100 ——换算系数。

9.2.3 多种介质连续释放试验中各介质释放度

试样中主成分在第n种释放介质中释放度以质量分数 w_n 计，数值以百分比(%)表示。当n=1时，采用释放介质取样时按式(7)计算，采用残渣取样时按式(8)计算：

$$w_1 = \frac{m_{r1}}{m_{01} \times X_0} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

- m_{r1} ——第 1 种介质中主成分的释放量，单位为克 (g)，按式(1)计算；
- m_{01} ——用于测定第 1 种介质释放度试样的质量，单位为克 (g)；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- 100 ——换算系数。

$$w_1 = \frac{m_{01} \times X_0 - m_{s1}}{m_{01} \times X_0} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中：

- m_{01} ——用于测定第 1 种介质释放度试样的质量，单位为克 (g)；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- m_{s1} ——第 1 种介质中释放后，残渣中主成分的质量，单位为克 (g)；
- 100 ——换算系数。

当n=2时，采用释放介质取样时按式(9)计算，采用残渣取样时按式(10)计算：

$$w_2 = \frac{m_{r2}}{m_{02} \times X_0 - m_{02} \times X_0 \times w_1} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中：

- m_{r2} ——第 2 种介质中主成分的释放量，单位为克 (g)，按式(1)计算；
- m_{02} ——用于测定第 2 种介质释放度试样的质量，单位为克 (g)；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- w_1 ——试样在第 1 种介质中的释放度，%；
- 100 ——换算系数。

$$w_2 = \frac{(m_{02} \times X_0 - m_{02} \times X_0 \times w_1) - m_{s2}}{m_{02} \times X_0 - m_{02} \times X_0 \times w_1} \times 100 \dots\dots\dots (10)$$

式中：

- m_{02} ——用于测定第 2 种介质释放度试样的质量，单位为克 (g)；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- w_1 ——试样在第 1 种介质中的释放度，%；
- m_{s2} ——试样在第 2 种介质中释放后，残渣中主成分的质量，单位为克 (g)；
- 100 ——换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后2位。

9.3 缓释曲线的绘制

9.3.1 各取样点释放量

试样中主成分在第 n 个取样点的释放量以质量 m_{rn} 计，数值以克（g）表示，采用释放介质取样时需进行体积校正，按式（11）计算，采用残渣取样按式（2）计算：

$$m_{rn} = \frac{\rho_n \times V_n + \sum_{i=1}^{n-1} (\rho_i \times V_d)}{1000} \dots\dots\dots (11)$$

式中：

- ρ_n ——第 n 个取样点时释放介质中主成分的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V_n ——第 n 个取样点时释放介质的体积，单位为毫升（mL）；
- ρ_i ——第 n 个取样点之前每个取样点释放介质中主成分的质量浓度，单位为毫克每毫升（mg/mL）；
- V_d ——第 n 个取样点之前每个取样点的取样体积，单位为毫升（mL）；
- 1000 ——换算系数。

9.3.2 各取样点释放度

试样中主成分在第 n 个取样点的释放度以质量分数 sw_n 计，数值以百分比（%）表示，按式（12）计算：

$$sw_n = \frac{m_{rn}}{m_0 \times X_0} \times 100 \dots\dots\dots (12)$$

式中：

- m_{rn} ——试样中主成分在第 n 个取样点的释放量，单位为克（g）；
- m_0 ——试样的质量，单位为克（g）；
- X_0 ——试样中主成分的含量，%；
- 100 ——换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后2位。

9.3.3 释放曲线绘制

以各取样点的释放度为纵坐标，取样时间为横坐标，绘制缓释曲线。

10 精密度

在重复性条件下，获得的两次释放度独立测定结果的绝对差值不大于5%。

附录 A
(规范性)

饲料添加剂主成分在释放介质中的溶解性和稳定性评价

释放度测定体外试验前，用溶出度测定仪测定主成分标准品在释放介质中的溶解性和稳定性，确认主成分的溶解性和稳定性。

A.1 试验

A.1.1 称取标准品适量，一般为释放度试验主成分总量的1.5 ~ 2 倍。每种释放介质至少重复测定3次。

A.1.2 释放介质及体积（400 mL或900 mL）、仪器的温度和取样时间均为释放度测定试验条件。

A.1.3 标准品稀释至分析方法的线性范围内进行测定。

A.2 评价

A.2.1 单一介质

A.2.1.1 若标准品在释放介质中回收率 $\leq 95.0\%$ ，则判定该主成分在该释放介质中难溶或稳定性差，可采用残渣取样。

A.2.1.2 若标准品在释放介质中回收率 $> 95.0\%$ 为易溶，且标准品在释放介质中 24 h 后含量变化 $\leq 5\%$ ，可判定稳定，可采用释放介质取样或残渣取样。

A.2.2 多种介质

A.2.2.1 若标准品在释放介质中回收率均 $\leq 95.0\%$ ，则判定该主成分在释放介质中难溶或稳定性差，可采用残渣取样。

A.2.2.2 若标准品在释放介质中回收率均 $> 95.0\%$ 为易溶，且标准品在释放介质中 24 h 后含量变化均 $\leq 5\%$ ，可判定稳定，可采用释放介质取样或残渣取样。

A.2.2.3 若无法按照 A.2.2.1 或 A.2.2.2 判定时，则分别评价每种释放介质按照 A.2.1 选择取样方式，再综合确定最适取样方式。

附录 B
(资料性)
释放度测定篮法和浆法装置示意图

释放度测定篮法和浆法装置示意图见图B.1。

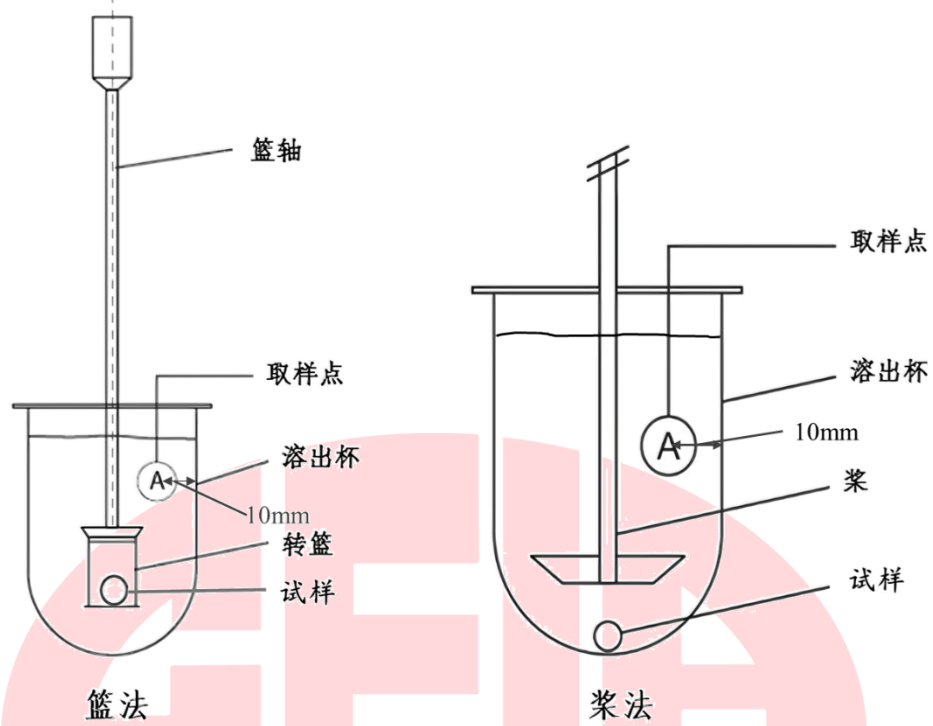


图 B.1 释放度测定篮法（左）和浆法（右）装置示意图

附录 C
(资料性)
助溶剂参考种类和浓度

释放度测定体外试验结束后，可添加一定比例的助溶剂以提高饲料添加剂主成分的溶解度，助溶剂参考种类和浓度见表 C.1。

表 C.1 助溶剂参考种类和浓度

助溶剂		参考浓度 (mmol/L)
阴离子表面活性剂	十二烷基硫酸钠 (SDS)	8.2
阳离子表面活性剂	十六烷基三甲基溴化铵 (CTAB)	0.8
非离子型表面活性剂	聚山梨酯 80 (吐温 80)	0.015
两性离子表面活性剂	十二烷基二甲基氧化胺 (LDAO)	1.0
pH 调节试剂	盐酸或氢氧化钠溶液	调节至适宜 pH



