

DB43

湖 南 省 地 方 标 准

DB43/T 1317—2017

实验动物 垫料

Laboratory animal bedding

2017-09-15发布

2017-11-15 实施

湖南省质量技术监督局 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 原材料	1
5 垫料加工、灭菌方法、标签、包装、运输、贮存	2
6 质量要求	2
7 检测方法	4
8 检测规则	5
附录 A(规范性附录) 含水量测定	6
附录 B(规范性附录) 急性毒性测定	7
附录 C(规范性附录) 垫料甲醛含量测定	9

前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由湖南省科技厅实验动物管理办公室提出并归口。

本标准附录 A、附录 B、附录 C 为规范性附录。

本标准起草单位：湖南斯莱克景达实验动物有限公司、湖南省疾病预防控制中心、湖南省实验动物质量检测二站、湖南省实验动物学会。

本标准主要起草人：梁华栋，黄跃龙，刘建高，刘建琪，袁春晖，魏云，聂晶，罗维，郑慧，毛佳贤，易敏，周松华，陈炜林。

本标准的某些内容可能涉及专利，本标准起草单位、起草人和发布机构不承担识别这些专利的责任。

湖南省质量和标准化研究院

实验动物 垫料

1 范围

本标准规定了实验动物垫料的原材料、加工要求、检测方法、检测规则、标志（标签）、包装、运输、贮存。

本标准适用于实验动物垫料的质量控制。

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，仅所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 10648—2013 饲料标签
- GB 14925—2010 实验动物环境及设施
- GB 2761—2011 食品中真菌毒素限量标准
- GB 2762—2012 食品中污染物限量标准
- GB 2763—2014 食品中农药最大残留限量标准
- GB 5009.12—2017 食品中铅的测定
- GB/T 4789.2—2016 食品微生物学检验 菌落总数测定
- GB/T 4789.3—2016 食品微生物学检验 大肠菌群测定
- GB/T 4789.4—2016 食品微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB/T 4789.15—2016 食品微生物学检验 霉菌和酵母计数
- GB/T 5009.11—2014 食品中总砷的测定方法
- GB/T 5009.15—2014 食品中镉的测定方法
- GB/T 5009.17—2014 食品中总汞的测定方法
- GB/T 5009.19—2008 食品中六六六、滴滴涕的测定方法
- GB/T 5009.22—2010 食品中黄曲霉毒素 B1 的测定方法

3 术语和定义

下列属于和定义适用于本文件。

3.1

垫料 bedding

用于吸收实验动物尿液、粪便等排泄物、为了满足其生活习性、提供舒适生活环境的铺垫物。

4 原材料

4.1 木质材料

吸水性好、无毒、无异味、含极少油脂和特殊挥发性物质的木本植物茎。

4.2 草本植物

吸水性好、无毒、无异味、含极少油脂和芳香物质的草本植物秸秆。

4.3 纸片

吸水性好、无毒、无墨的纸片。

4.4 其他材料

吸水性好、无毒、无异味。

5 垫料加工、灭菌方法、标签、包装、运输、贮存

5.1 垫料加工

5.1.1 片状垫料

按“4 材料”选材，加工成刨花，经 18 目筛过筛。

5.1.2 颗粒垫料

按“4 材料”选材，经粉碎，18 目筛过筛，蒸汽导入杀灭虫卵，软化纤维，高温挤压制粒。

5.2 灭菌方法

宜采用高压消毒灭菌或辐照灭菌。

5.3 标签

按 GB10648-2013 执行。

5.4 包装

宜采用经高压消毒灭菌或辐照灭菌的清洁卫生的材料包装，按 GB/T 14924.1-2010 执行。

5.5 运输

运输工具应清洁、卫生。运输过程应避免日晒雨淋，挤压。不得与有毒有害物品混运，按 GB/T 14924.1-2010 执行。

5.6 贮存

应贮存在清洁、卫生、通风干燥的库房内；不得与有毒有害物品混贮；门窗和里外相通的管道设有防止野生动物、蚊蝇和其它害虫侵入的设施。按 GB/T 14924.1-2010 执行。

6 质量要求

6.1 感官性状

形态一致，色泽均一，柔软、无杂质、无霉变、无异味。

6.2 吸水性能

48 小时吸水量应不小于 100%。

6.3 含水量

颗粒垫料应 $\leq 10\%$ ，片状垫料应 $\leq 20\%$ 。

6.4 急性毒性

无毒。

6.5 微生物指标

6.5.1 灭菌前垫料微生物指标见表 1。

表 1 灭菌前垫料微生物指标

项 目	指 标
菌落总数 (CFU/g)	$\leq 5 \times 10^4$
大肠菌群 (MPN/100g)	< 3.0
霉菌和酵母数 (CFU/g)	≤ 100
沙门氏菌	不得检出

6.5.2 经高压消毒灭菌或辐照灭菌后，灭菌后垫料微生物指标见表 2。

表 2 灭菌后垫料微生物指标

项 目	指 标
菌落总数 (CFU/g)	≤ 10
大肠菌群 (MPN/100g)	< 3.0
霉菌和酵母数 (CFU/g)	≤ 10
沙门氏菌	不得检出

6.6 化学污染物指标

6.6.1 化学污染物指标见表 3。

表 3 化学污染物指标

项 目	指 标
砷 (mg/kg)	≤ 0.7
铅 (mg/kg)	≤ 1.0
镉 (mg/kg)	≤ 0.2
汞 (mg/kg)	≤ 0.02
黄曲霉毒素 B1 ($\mu\text{g/kg}$)	≤ 20.0
滴滴涕 (mg/kg)	≤ 0.3
六六六 (mg/kg)	≤ 0.2
甲醛 (mg/kg)	≤ 75

7 检测方法

7.1 性状

肉眼观察、手触、约 5cm 处嗅闻。

7.2 吸水性能

称取垫料 1.0kg, 浸没于水中, 48h 后捞出, 置于尼龙网袋或其他不吸水网袋中静置 2min, 以网袋内不往下滴水为准, 称重、计算吸水性能。

7.3 含水量

按附录 A 规定进行。

7.4 急性毒性

按附录 B 规定进行。

7.5 甲醛含量

按附录 C 规定进行。

7.6 微生物指标

7.6.1 菌落总数

按 GB/T4789.2 规定进行。

7.6.2 大肠菌群

按 GB/T4789.3 规定进行。

7.6.3 霉菌和酵母数

按 GB/T4789.15 规定进行。

7.6.4 沙门氏菌

按 GB/T4789.4 规定进行。

7.7 化学污染物指标

7.7.1 总砷

按 GB/T5009.11 执行

7.7.2 铅

按 GB/T5009.12 执行

7.7.3 镉

按 GB/T5009.15 执行

7.7.4 总汞

按 GB/T5009.17 执行

7.7.5 六六六、滴滴涕

按 GB/T5009.19 执行

7.7.6 黄曲霉毒素 B1

按 GB/T5009.22 执行

8 检测规则

8.1 出厂检验

同批原料和同种工艺生产的产品为一批，出厂垫料应按批进行物理性质和微生物限量的检验。

8.2 型式检验

型式检验为全项检验。有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 产品生产鉴定时；
- b) 原料、工艺改变可能影响产品质量时；
- c) 正常生产每年进行一次；
- d) 停产半年以上恢复生产时；
- e) 国家相关管理部门提出进行型式检验。

8.3 型式检验项目

性状、吸水性能、含水量、化学污染物、急性毒性和微生物指标。

8.4 组批和抽样

以相同原料生产的产品为一批。按 1% 随机抽取，最终抽样量不小于 2kg。型式检验的样品应从出厂检验合格的产品中随机抽取。

8.5 判定规则

检验项目指标均符合本标准规定则判为合格，并附有产品质量合格证；如产品经检验有不合格项，可取同批样品复检，复检仍不合格的，则该批产品判为不合格。

附录 A
(规范性附录)
含水量测定

A.1 测量仪器

- A.1.1 分析天平：万分之一电子天平。
- A.1.2 称量瓶：由耐腐蚀金属或玻璃制成，带盖。
- A.1.3 电热恒温干燥箱：温度可控制在 $103 \pm 2^\circ\text{C}$ 。
- A.1.4 干燥器：具有干燥剂。

A.2 测定方法

- A.2.1 将称量瓶放入 103°C 干燥箱中干燥 $30 \pm 1\text{min}$ 后取出，放在干燥器中冷却 30min ，至恒重称量其质量，准确至 1mg 。
- A.2.2 称取两份各 5g 试样于称量瓶中，准确至 1mg ，并摊匀。
- A.2.3 将装有试样的称量瓶放入 103°C 干燥箱中干燥 $4 \pm 0.1\text{h}$ 后取出，放在干燥器中冷却 30min 至室温，至恒重称量其质量，准确至 1mg 。

A.3 计算方法

含水量 $X\%$ 按以下公式计算：

$$X\% = [W_1 - (W_3 - W_2)] / W_1 \times 100$$

式中：

W_1 —试样的质量，单位为克 (g)。

W_2 —称量瓶的质量，单位为克 (g)。

W_3 —称量瓶和干燥后试样的质量，单位为克 (g)。

A.4 测定结果

取两次平行测定的算术平均值作为结果，两个平行测定结果的绝对差值不大于 0.2% ，超过 0.2% ，重新测定。结果精确至 0.1% 。

附录 B
(规范性附录)
急性毒性测定

B.1 定义

将一定剂量的供试液给予小鼠经口灌胃，在规定时间内观察小鼠有无毒性反应和死亡情况，以决定供试品是否符合规定的一种方法。

B.2 设备及试剂

压力蒸汽灭菌器、动物天平、0.9%氯化钠注射液。

B.3 试验前准备**B.3.1 器具灭菌**

与供试液接触的所有器具置压力蒸汽灭菌器内 121℃灭菌 30min。

B.3.2 试验动物准备

B.3.2.1 动物试验所使用的动物及其管理应按国务院有关行政主管部门颁布的规定执行。

B.3.2.2 试验用小鼠应来自具有实验动物生产许可证的单位，并饲养在与动物质量相符合的实验环境条件下同品系、雌性无孕、体重(18~22)g，已做过本试验的小鼠不得重复使用。

B.3.2.3 将小鼠随机分为试验组和对照组，每组各 10 只，复试时每组 (18-19) g 小鼠各 20 只。

B.4 检测方法**B.4.1 供试品数量**

取试样 1.0kg。

B.4.2 浸提介质

0.9%氯化钠注射液。

B.4.3 空白对照液

0.9%氯化钠注射液。

B.4.4 供试液制备

B.4.4.1 供试液制备应按无菌操作方法进行。

B.4.4.2 取垫料放入容器内，加入浸提介质，100℃，30min，提取并配制成样品 1g/ml，密封后置压力蒸汽灭菌器内 121℃灭菌 30min。

B.4.4.3 供试液应在制备后 24h 内使用。

B.5 供试液灌胃及灌胃后动物反应观察指标

B.5.1 分别灌胃供试液和空白对照液，剂量为 40ml/kg。

B.5.2 灌胃完毕后，观察小鼠即时反应，并于 4、24、48 和 72h 观察和记录试验组和对照组动物的一般状态，毒性表现和死亡动物数。

B.5.3 注射动物反应观察指标见表 B.1。

表 B.1

程 度	症 状
无	未见毒性症状
轻	轻度症状但无运动减少，呼吸困难或腹部刺激症
中	腹部刺激症状，呼吸困难，运动减少，眼睑下垂，腹泻
重	衰竭、发绀、震颤，严重腹部刺激症状，眼睑下垂，呼吸困难
死亡	灌胃后死亡

B.5.4 注意事项

B.5.4.1 灌胃完毕如发现有供试液外溢现象，此小鼠应弃去，另取小鼠依法操作。

B.5.4.2 试验后观察小鼠喂养方法同试验前。

B.5.4.3 试验用小鼠盒内数量不宜过多，避免造成发热，出汗影响试验结果。

B.5.5 结果判定

B.5.5.1 在 72h 观察期内，试验组动物的反应不大于对照组动物，则判定供试品合格。

B.5.5.2 如试验组动物有 2 只以上出现中重度毒性症状或死亡，则判定供试品不合格。

B.5.5.3 如试验组动物有 2 只以上出现轻度毒性症状，或不超过 1 只动物出现中重度毒性症状或死亡，则另取体重(18~19)g 小白鼠 20 只为一组进行复试，复试结果符合 B.5.5.1 条要求，判定供试品合格。

附录 C
(规范性附录)
垫料甲醛含量测定

C.1 定义

本方法适用于各种材料制作的实验动物垫料中的甲醛测定。

C.2 原理

乙酰丙酮法：样品中的甲醛在 pH 5.5-7.0 的条件下，与乙酰丙酮及铵离子，生成黄色的 3,5-乙酰基-1,4-二氢吡啶二碳酸，颜色深度在一定范围内与样品中甲醛含量成线性关系，用比色法定量。

C.3 试剂

本方法所用试剂均为分析纯，水为纯水。

C.3.1 乙酰-乙酸铵缓冲溶液

称取 15.42g 乙酸铵 (AR) 溶于 300ml 纯水中，加入 2.3ml 冰醋酸，调 pH 值至 5.75，用纯水稀释至 400ml。

C.3.2 乙酰丙酮

吸取 3ml 乙酰丙酮 (AR)，用纯水稀释至 200ml。

C.3.3 甲醛标准溶液 (10 μg/mL)

吸取甲醛标准液 (10mg/ml) 0.1mL，稀释至 100 ml，即得 10 μg/ml 的甲醛标准使用液。

C.4 测量仪器

C.4.1 可见光分光光度计

C.4.2 恒温搅拌循环水箱

C.4.3 分析天平：万分之一电子天平

C.5 分析步骤

C.5.1 试样处理与测定

称取剪碎后的垫料样品约 10 g，置于三角烧瓶中 再加入 100ml 纯水，室温静置，浸提 12 h。吸取样品浸提液 2mL 于 10mL 比色管中，加入 2mL 乙酸-乙酸铵缓冲溶液和 1mL 乙酰丙酮溶液，加水至刻度，混匀，70℃水浴 30 min，取出快速冷却至室温后，用 1cm 比色杯在 412nm 波长处以空白调零，测定吸光度。

C.5.2 标准系列制备与测定

将甲醛标准液稀释成 10 μg/mL 的甲醛标准使用液。分别吸取 0、0.1、0.2、0.4、0.6、0.8、1.2、

2. 0、3.0ml 甲醛标准使用液（相当于甲醛含量为 0、1、2、4、6、8、12、20、30 μg 甲醛）于 10mL 比色管中，以下步骤同样品测定一样，以吸光度和甲醛的含量为纵、横坐标，绘制标准曲线，得到曲线方程。

C.6 结果计算

试样中甲醛的含量按以下公式计算。

$$X(\text{mg/kg}) = \frac{C \times 100}{m \times 2}$$

式中：

X—样品中的甲醛含量 mg/kg ；

C—从标准曲线方程计算得出的甲醛含量 μg 。

m——样品的质量 g

C.7 工作曲线及检出限

本方法有良好的线性关系，标准曲线的相关系数在 0.999 以上。

本方法最低检出限为 4mg/kg 。

C.8 回收率与精密度

本方法回收率在 90~98%。精密度为 1.2~3.5%。