

中华人民共和国农业行业标准
《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》
编制说明
(公开征求意见稿)

上海市兽药饲料检测所
上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所
《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》标准编制组

二〇二三年四月

项目名称：《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》

农业行业标准项目计划编号：2019-合同-14

承担单位：上海市兽药饲料检测所、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所

编制组主要成员：黄士新、商军、曹莹、杨海峰、张浩然、田恺、华贤辉、张亦菲、黄家莺、孙冰清、徐汀

目 录

一、工作概况	1
(一) 标准制定背景及任务来源	1
1. 标准制定背景	1
2. 任务来源	1
(二) 主要工作过程	2
1. 成立标准编制小组	2
2. 查询国内外相关标准和文献资料	2
3. 确定标准制定技术路线，制定原则	3
4. 进行论证实验，确定方法主要试验技术内容制定的合理性	3
5. 编写标准征求意见稿	3
6. 定向征求意见	3
7. 组织方法验证	4
8. 组织制定标准的预审，形成公开征求意见稿	4
8.1 组织预审会议	4
8.2 根据预审会议的审查意见，完善标准文本及编制说明，形成公开征求意见稿	4
二、标准编制原则、主要内容及确定依据	6
(一) 标准编制原则	6
2.1.1 规范性	6
2.1.2 适用性	6
2.1.3 客观性	6
2.1.4 协调性	6
2.1.5 易用性	6
(二) 主要技术内容确定的依据	7
2.2.1 本标准与国内外相关重金属限量试验标准的比较	7
2.2.2 范围	11
2.2.3 试验方法确定依据	11

2.2.3.1 显色剂的选择	11
2.2.3.2 试样预处理方法的选择	14
2.2.3.3 显色时间的确定	15
2.2.3.4 铅标准使用溶液（10 µg/mL）取用量的确定	16
三、试验验证的分析	17
3.1 方法性能确认	17
3.1.1 线性与范围	17
3.1.1.1 硫代乙酰胺比浊法	17
3.1.1.2 硫化钠比浊法	19
3.1.2 目视检出限	22
3.1.3 添加重金属试样的目视比浊结果	23
3.1.4 添加不同量重金属试样测定的结果比较	25
3.2 实际试样的测定	27
3.2.1 氨基酸、氨基酸盐及其类似物	27
3.2.2 维生素及类维生素	32
3.2.3 矿物元素及其络(螯)合物	35
3.2.4 酶制剂	39
3.2.5 非蛋白氮	41
3.2.6 抗氧化剂	41
3.2.7 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂	42
3.2.8 着色剂	46
3.2.9 调味和诱食物质	47
3.2.10 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂	48
3.2.11 其他	50
3.3 验证单位试验结果	51
3.4 结论	51
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况	52

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准52

六、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系52

七、重大分歧意见的处理经过和依据52

八、涉及专利的有关说明53

九、贯彻标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议53

十、其他应予说明的事项53

参考文献.....53

附件 1：定向征求意见处理汇总表54

附件 2：预审专家签字表79

附件 3：农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》（预审稿）审查意见80

农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》 制定的编制说明

一、工作概况

（一）标准制定背景及任务来源

1. 标准制定背景

化学上根据金属的密度把金属分成重金属和轻金属，常把密度大于 5g/cm^3 的金属称为重金属，如：金、银、铜、铅、锌、镍、钴、铬、汞、镉等大约 45 种。从环境污染方面所说的重金属是指：汞、镉、铅、铬以及类金属砷等生物毒性显著的重金属，对人和动物毒害最大的有 5 种：铅、汞、铬、砷、镉。砷虽然不是金属，但是因为其毒性和重金属类似，也被列为重金属。铅是饲料添加剂中较易引入的重金属元素，铅易蓄积中毒，故国内外重金属限量试验均以铅（Pb）的限量作为重金属的代表。目前，在制修订饲料添加剂标准中所引用的重金属限量试验方法均不统一，不能科学地界定饲料添加剂重金属污染和超标情况，由于饲料添加剂是饲料的核心，饲料添加剂重金属污染和超标情况将直接影响饲料产品的质量安全。为此，有必要制定饲料添加剂中重金属限量试验标准来规范和统一重金属限量试验方法。

2. 任务来源

根据全国饲料工业标准化技术委员会下达的饲料行业标准制定文件，上海市兽药饲料检测所和上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所承担了农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》的制定工作（农业行业标准制修订项目编号：2019-合同-14），该标准由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

（二）主要工作过程

1. 成立标准编制小组

2020 年 3 月，上海市兽药饲料检测所接到《饲料添加剂中重金属限量试验比浊法》农业行业标准制定任务后，对该标准的具体工作进行了认真研究，确定了总体工作方案，并成立了标准制定工作组。落实人员与分工（具体见表 1）。

表 1 标准编制组成员与分工

姓 名	职称	承担任务
黄士新	研究员	项目主持人，负责项目的全面工作
商 军	高级兽医师	负责方法制定实验技术的论证、标准文本和编制说明的编写
曹 莹	高级畜牧师	检测方法研究、文本和编制说明修改完善
杨海锋	高级畜牧师	检测方法研究、文本和编制说明修改完善
华贤辉	畜牧师	检测方法研究、文本和编制说明修改完善
张浩然	畜牧师	检测方法研究、文本和编制说明修改完善
田 恺	畜牧师	样品采集、数据汇总处理
张亦菲	畜牧师	样品采集、数据汇总处理
黄家莺	畜牧师	样品采集、数据汇总处理
徐 汀	助理畜牧师	采集样品信息汇总、征求各方意见汇总处理
孙冰清	畜牧师	采集样品信息汇总、征求各方意见汇总处理
姜 芹	畜牧师	采集样品信息汇总、征求各方意见汇总处理

2. 查询国内外相关标准和文献资料

2020 年 4 月～5 月，本标准编制组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料，确立了标准制定的指导思想，形成了开题报告和标准草案，并制定了初步

的实验方案。

3. 确定标准制定技术路线，制定原则

2020 年 6 月，上海市兽药饲料所和上海市兽药饲料检测所、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所召开了标准开题论证会，会上标准编制组介绍了对国内外相关分析方法的研究，标准制定的技术路线和技术难点，以及拟开展的主要工作等内容。

4. 进行论证实验，确定方法主要试验技术内容制定的合理性

2020 年 7 月～2020 年 9 月，在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料的基础上，在参照国际和国外先进标准的基础上，结合目前的实际情况，初步确定了标准的制定技术要素和相应的试验方法，形成了以硫代乙酰胺显色法和硫化钠显色法作为饲料添加剂中重金属限量试验的方法。之后，2020 年 9 月～2020 年 12 月，工作组对标准的技术内容进行了多次讨论研究，同时对标准中采用的试验方法进行了研究与方法确认工作，积累了研究数据。

5. 编写标准征求意见稿

2021 年 1 月～2021 年 6 月，对方法研究过程中出现的问题和困难，标准工作组进行了认真研究分析，并得以解决，完善了方法的准确性和可靠性，在此基础上完成了标准文本及编制说明的征求意见稿。

6. 定向征求意见

2021 年 7 月～2021 年 9 月，征求发函了 30 个相关质检单位和企业，其中回函单位和企业 30 个，未回函 0 个；提出意见单位 30 个，无意见单位 0 个。共提出意见 147 条，采纳 121 条，部分采纳或不采纳 26 条。根据征求的相关质检单位和企业的意见基础上，对标准内容进行了补充完善，在此基础上，编写完成了《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》标准文本及编制说明的征求意见稿。

7. 组织方法验证

2022 年 2 月，方法经江苏省畜产品质量检验测试中心、浙江省兽药饲料监察所和上海海关动植物与食品检验检疫技术中心对重金属限量试验方法的线性与范围、目视检出限、添加重金属试样的目视结果的确认以及对由上海市兽药饲料检测所提供的验证样品的实际测定结果的测定。验证结果表明制定的方法适用于饲料添加剂中重金属限量的测定。

8. 组织制定标准的预审，形成公开征求意见稿

8.1 组织预审查会议

2023 年 4 月 20 日，上海市兽药饲料检测所组织专家对上海市兽药饲料检测所、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所起草的农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验比浊法》（预审稿）进行了认真审查。由 8 位专家组成的专家组在听取起草专家汇报的基础上，专家组审查了标准文本及编制说明，提出如下修改意见：（1）第 1 章中增加“本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验”的表述；（2）删除 7.1、8.1 的反应式；（3）增加附录 B（资料性）“饲料添加剂中重金属限量试验方法的实例”；（4）按照 GB/T 1.1-2020、GB/T 20001.4-2015 的要求规范标准文本及编制说明。

与会专家一致同意标准起草单位按照上述意见修改形成公开征求意见稿，报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处。

8.2 根据预审查会议的审查意见，完善标准文本及编制说明，形成公开征求意见稿

预审查意见处理情况：

意见 1：第 1 章中增加“本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验”的表述。

处理：采纳。

由于由一种或一种以上饲料添加剂与载体或稀释剂按一定比例混合的混合

型饲料添加剂采用本文件描述的重金属限量试验的比浊方法会存在一定的干扰，并且多数混合型饲料添加剂的干扰不易消除，故范围的适用界限增加了“本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验。”的表述。见文件第 1 章中的第三段条文。

意见 2：删除 7.1、8.1 的反应式。

处理：采纳。

原理采用条文表述已能清晰、准确的表达，故删除了 7.1、8.1 的反应式。见文件的 7.1 和 8.1。

意见 3：增加附录 B（资料性）“饲料添加剂中重金属限量试验方法的实例”，并在编制说明中补充相关内容。

处理：采纳。

1) 概述：附录 B（资料性）分别给出文件中饲料添加剂中重金属限量试验的硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法实例，有助于文件使用者的理解和使用。见文件附录 B（资料性）给出的表述。

2) 相关内容说明：附录 B（资料性）分别给出了硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法实例，分别以表的形式清晰的表述，在表中饲料添加剂产品标准中的重金属限量试验通过参考文献予以引用，给出了有助于文件使用者的理解和使用资料性信息，分别见文件附录 B（资料性）给出的表述和参考文献给出的信息。

意见 4：按照 GB/T 1.1-2020、GB/T 20001.4-2015 的要求规范标准文本及编制说明。

处理：采纳。

已按 GB/T1.1-2020、GB/T20001.4-2015 的要求及预审意见处理汇总表，对文件进行了相应的结构调整和编辑性改动，规范了文件，并对编制说明进行了完善，如在表 1 中给出了《中国兽药典》和《英国药典》的相关内容表述。

二、标准编制原则、主要内容及确定依据

（一）标准编制原则

2.1.1 规范性

技术要素内容通过充分调研，科学评估、客观评价，以科学技术和实验数据为依据；依据依据 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》和 GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草编制。

2.1.2 适用性

根据我国《饲料添加剂品种目录》（农业部公告 2013 年第 2045 号发布，2014 年 2134 号、2017 年 2634 号、2018 年第 53 号修订）刊载饲料添加剂产品的现状，提出重金属限量试验的合理通用方法。

2.1.3 客观性

广泛征求意见，合理采纳各相关方意见与建议。

2.1.4 协调性

制定的标准与现行有效的标准之间能相互协调，避免重复和不必要的差异。

2.1.5 易用性

标准编制工作组对相关的国内外标准、技术资料进行分析、研究，参考了国内外相关重金属限量试验标准的方法，同时结合国内检测机构及饲料添加剂生产企业的质量控制及检验水平的实际情况制定了该标准。与此同时标准的内容便于检测机构和生产企业使用，并且易于被其他标准引用或剪裁使用。

（二）主要技术内容确定的依据

2.2.1 本标准与国内外相关重金属限量试验标准的比较

目前国内外相关重金属限量试验标准均采用化学检查法，即在规定的试验条件下能与硫代乙酰胺或硫化钠或硫化氢作用显色的金属杂质，通常包括银、铋、砷、镉、铜、汞、钼、铅、锑、锡等。主要是根据比较重金属离子与显色剂形成的硫化物沉淀的颜色来对重金属的限度进行判定。由于在生产过程中遇到铅（Pb）的机会较多，且铅又易在体内积蓄中毒，所以重金属检查时以铅为代表。而重金属在不同饲料添加剂的存在形式不同，故需要采取不同的前处理方法。

本标准与国内外相关重金属限量试验标准的反应条件和试样前处理方法的比较见表 1。由表 1 可见：

（1）除 USP37 版外（规定的标准铅溶液取用量为 2 mL，再根据重金属限度计算试样的取用量），本标准与其它标准一致，根据试样称样量及重金属限度计算标准铅溶液的取用量。

（2）除 GB 5009.74-2014《食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验》的显色剂为硫化氢饱和溶液外，显色剂基本选用硫代乙酰胺溶液和/或硫化钠溶液，本标准选用了两种显色剂法进行比浊，以适应饲料添加剂的种类广泛性。

（3）本标准硫化钠比浊法中碱直接溶解处理法和 ChP 2020 年版中第三法一样显色剂硫化钠在碱性环境下反应，其余标准均在弱酸性环境中反应。

（4）除日本食品添加剂公定书（第 9 版）和 JP 17 采用稀乙酸控制反应环境外，本标准与其余标准均采用 pH 3.5 乙酸盐缓冲溶液控制反应环境。

（5）各标准中试样的前处理方式有所差别，本标准中硫代乙酰胺比浊法的直接溶解处理法与 ChP 2020 年版、USP37 版的第一法一致，均增加了监测溶液，只有监测溶液颜色不浅于对照品溶液颜色时，该方法才有效。若监测溶液颜色浅于对照品溶液颜色，则说明试样重金属可能处于有机结合状态，需要进行破坏再检测；本标准中硫化钠比浊法的碱直接溶解处理法与 ChP 2020 年版的第三法一致，在碱性环境下与硫化钠溶液反应进行直接比色；本标准中硫代乙酰胺和硫化钠比浊法中的炽灼后处理法，按 GB/T 6438 进行炽灼处理，取遗留的残渣，加硝酸和盐酸处理后进行测定。由于饲料添加剂的种类繁多、试样性质差异大，按

不同显色剂采用不同试样处理方法，以适用《饲料添加剂品种目录》中饲料添加剂中重金属限量试验，使制定的标准更为严谨，科学。

表 1 重金属限量试验反应条件和试样前处理方法的比较

标 准	反应条件				试样前处理方法
	标准铅溶液用量	显色剂	反应环境	缓冲溶液	
本标准	一定量	硫代乙酰胺比浊法为硫代乙酰胺溶液（2 mL）、硫化钠比浊法为硫化钠溶液（5 滴）	硫代乙酰胺比浊法为弱酸性环境、硫化钠比浊法分别为碱性环境和弱酸性环境	pH 3.5 的乙酸盐缓冲液	硫代乙酰胺比浊法： （1）直接溶解处理法：25 mL 纳氏比色管 3 支，其中一支为监测溶液管； （2）炽灼后处理法：按 GB/T 6438 进行炽灼处理，取遗留的残渣，加硝酸和盐酸处理后，采用外指示剂法控制，加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液。 硫化钠比浊法： （1）碱直接溶解处理法：碱性环境下与硫化钠溶液反应进行直接比色； （2）炽灼后处理法：按 GB/T 6438 进行炽灼处理，取遗留的残渣，加硝酸和盐酸处理后，采用外指示剂法控制，加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液。
《食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验》（GB5009.74-2014）	一定量	硫化氢饱和溶液（10 mL）	弱酸性环境	pH 3.5 的乙酸盐缓冲液	无机试样： 按各产品质量规格的要求进行溶解或消化处理。 有机样品： （1）湿消解法：硝酸、硫酸处理； （2）干消解法：500℃灰化后，硝酸、硫酸、盐酸处理）； （3）压力消解罐消解法。
日本食品添加物公定书（第 9 版）	一定量	硫化钠溶液（2 滴）	弱酸性环境	1 mol/L 稀乙酸盐溶液	1 法：50 mL 纳氏比色管 2 支。 2 法：采用 500℃~600℃炽灼残渣法处理样品，所用试剂有硫酸、硝酸、盐酸。 3 法：湿法消化，氧化剂为王水。

					4 法：干法消化，助灰化剂为硝酸镁的乙醇溶液，500℃～600℃炽灼。
《中国药典》（ChP 2020 年版）	一定量	一、二法为硫代乙酰胺溶液（2 mL）、第三法为硫化钠试液（5 滴）	弱酸性环境	pH 3.5 的乙酸盐缓冲液	第一法：25 mL 纳氏比色管 3 支，其中一支为监测溶液。 第二法：采用 500℃～600℃炽灼残渣法处理样品，所用试剂有硝酸、盐酸。 第三法：碱性环境下与硫化钠试液反应进行直接比色。
《中国兽药典》（ChVP 2020 版）	一定量	一、二法为硫代乙酰胺溶液（2 mL）、第三法为硫化钠试液（5 滴）	弱酸性环境	pH 3.5 的乙酸盐缓冲液	第一法：25 mL 纳氏比色管 3 支，其中一支为监测溶液管。 第二法：采用 500℃～600℃炽灼残渣法处理样品，所用试剂有硝酸、盐酸。 第三法：碱性环境下与硫化钠试液反应进行直接比色。
《日本药典》（JP 17 版）	一定量	硫化钠溶液（1 滴）	弱酸性环境	1 mol/L 稀乙酸溶液	同日本食品添加物公定书（第 9 版）
《美国药典》（USP 37 版）	2 mL	硫代乙酰胺溶液（1.2 mL）	弱酸性环境	pH 3.5 的乙酸盐缓冲液	一法：50 mL 纳氏比色管 3 支，其中一支为监测溶液。 二法：采用 500℃～600℃炽灼残渣法处理样品，所用试剂有硝酸、盐酸。 三法：湿法消化，硝酸、硫酸作为氧化剂，消化液应澄清无色，否则应再加入过氧化氢进行处理湿法消化。
《英国药典》（BP 2017）	一定量	A 法、C 法、D 法 E 法等为硫代乙酰胺溶液（2 mL）	弱酸性环境	pH 3.5 的乙酸盐缓冲液	A 法：25 mL 纳氏比色管 2 支，无监测溶液管。 C 法、D 法：规定在供试品中加入硫酸簇的硫酸溶液或氧化镉，在 800℃下进行有机破坏，取残渣检查。 E 法：与《中国药典》（2005 年版）中第四法类似（《中国药典》2020 年版已删去）。

2.2.2 范围

本标准描述了饲料添加剂中重金属限量试验的比浊方法：硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法。

本标准中硫代乙酰胺比浊法中直接溶解法适用于溶于水、稀酸或有机溶剂（如乙醇）的饲料添加剂；炽灼后处理法适用于难溶或不溶于水、稀酸或有机溶剂（如乙醇）的饲料添加剂，或受某些因素（如自身有颜色的饲料添加剂、饲料添加剂中的重金属不呈游离状态或重金属离子与饲料添加剂形成配位化合物等）干扰不适宜采用直接溶解法检查的饲料添加剂。

本标准中硫化钠比浊法中碱直接溶解法适用于能溶于碱而不溶于稀酸或在稀酸中即生成沉淀的饲料添加剂；炽灼后处理法适用于难溶或不溶于稀酸或在稀酸中即生成沉淀的饲料添加剂，或受某些因素（如自身有颜色的饲料添加剂、饲料添加剂中的重金属不呈游离状态或重金属离子与饲料添加剂形成配位化合物等）干扰的饲料添加剂。

由于由一种或一种以上饲料添加剂与载体或稀释剂按一定比例混合的混合型饲料添加剂采用本标准描述的重金属限量试验的比浊方法会存在一定的干扰，并且多数混合型饲料添加剂的干扰不易消除，故范围的适用界限增加了“本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验。”的表述。

2.2.3 试验方法确定依据

2.2.3.1 显色剂的选择

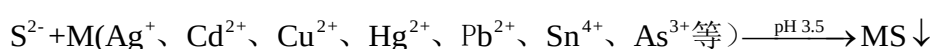
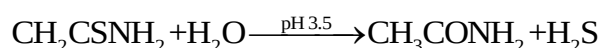
重金属测定方法大都采用硫化物比浊法，即加入沉淀剂提供 S^{2-} ，与试样中的重金属生成沉淀。通过对相关标准的比较发现（见表 1），目前选用显色剂主要有三种：硫代乙酰胺溶液、硫化钠溶液和硫化氢饱和溶液。

目前，食品添加剂国家标准（GB5009.74-2014）中的重金属检查方法采用的是硫化氢饱和溶液作显色剂的比色法，该法污染严重，制备繁琐，且新鲜制备的硫化氢饱和溶液具有强烈的腐蛋臭味，毒性极大，会使人的中枢神经系统中毒，

产生头昏、恶心、呕吐现象，重者丧失意识、昏迷、窒息甚至死亡。为此，本标准参考了各国药典（ChP 2020 年版、USP40 版、JP 17 版）及日本食品添加剂公定书（第 9 版）中采用的毒性小、污染少、制备方便、效果明显的硫代乙酰胺溶液和硫化钠溶液作为显色剂，来检查饲料添加剂中重金属的限量。

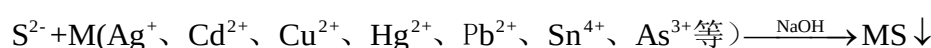
硫代乙酰胺在弱酸性条件下的水解产物 H_2S 可与重金属离子反应，产生金属硫化物均匀混悬液，溶液稳定，反应较快，其方法的原理为：

硫代乙酰胺与重金属反应式为（直接溶解法、炽灼后处理法）：

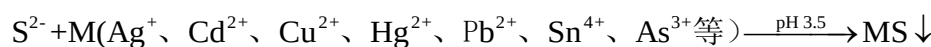


硫化钠分别在强碱性或弱酸性条件下的 S^{2-} 可与重金属离子反应，产生金属硫化物均匀混悬液，溶液稳定，反应较快，其方法的原理为：

硫化钠与重金属反应式为：



或



相关显色图见图 1～图 3。

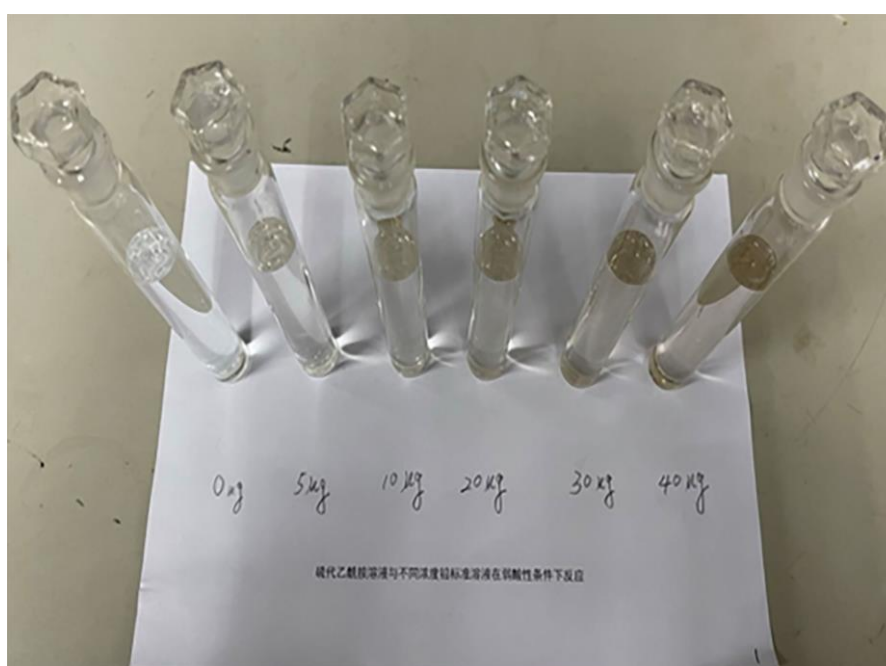


图 1 硫代乙酰胺溶液与不同浓度铅标准溶液在弱酸性条件下反应

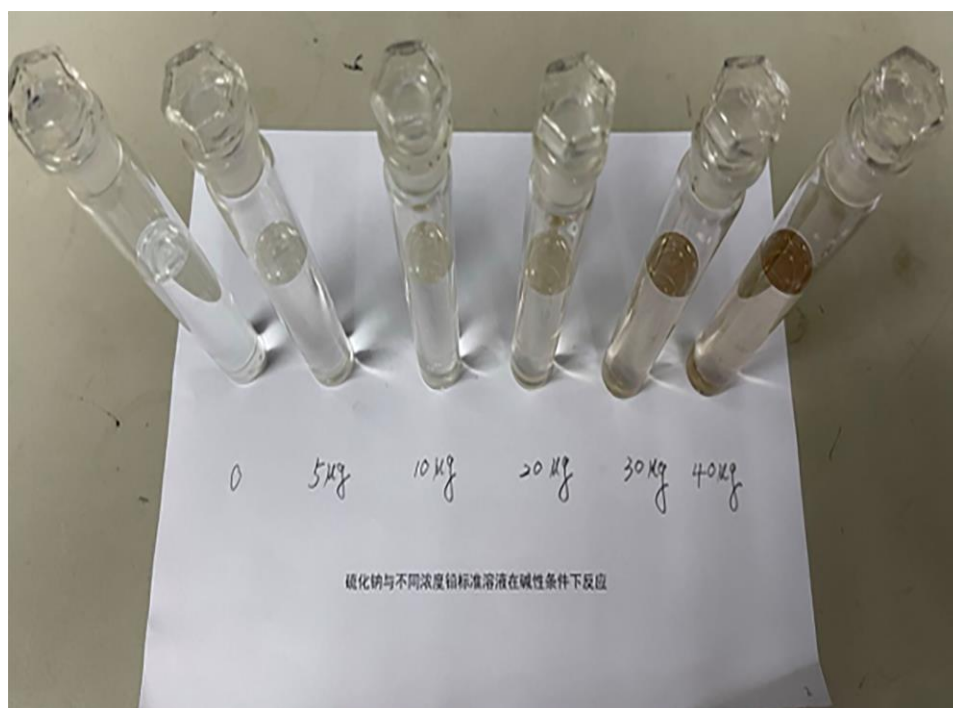


图 2 硫化钠与不同浓度铅标准溶液在碱性条件下反应

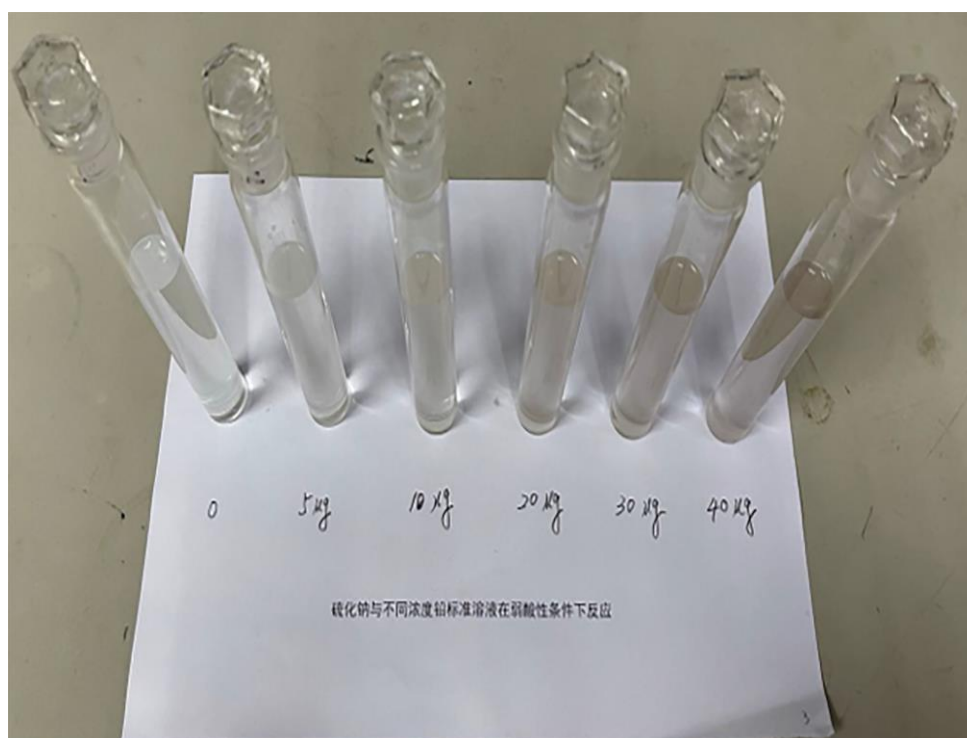


图 3 硫化钠与不同浓度铅标准溶液在弱酸性条件下反应

2.2.3.2 试样预处理方法的选择

由于《饲料添加剂品种目录》中收载的品种繁多，为使制定的标准能适用于多数饲料添加剂品种，为此，我们研究了以硫代乙酰胺溶液作为显色剂的硫代乙酰胺比浊法，分别采用直接溶解处理法和炽灼后处理法；硫化钠溶液作为显色剂的硫化钠比浊法，分别采用碱直接溶解处理法和炽灼后处理法。

2.2.3.2.1 硫代乙酰胺比浊法预处理方法的选择

a) 硫代乙酰胺比浊法中直接溶解处理法，该法适用于在规定的实验条件下，能够溶于水或其他溶剂产生澄清无色溶液的饲料添加剂，加入显色剂后，试样溶液所产生的颜色不得深于含有一定量标准铅溶液的对照溶液所产生的颜色。ChP 2020 年版中第一法、USP 40 版中一法、英国药典（BP 2017 年版）中 A 和 B 法、JP 17 版中第 1 法和日本食品添加物公定书（第 9 版）中 1 法均是采用此法进行检测。但本标准中直接溶解处理法与 ChP 2020 年版中第一法和 USP 40 中一法一样均增加了监测溶液，其中含有规定量的标准铅溶液及试样溶液，只有在监测溶液的颜色不浅于对照溶液时该法才有效，否则说明试样的重金属可能处于有机结合状态，应按照炽灼残渣法进行检查。另外，本标准中对试样中如含高铁盐，需在配制的溶液中加入适量的维生素 C，因为高价铁离子会与 S^{2-} 反应析出单质硫，从而影响溶液的显色而干扰测定，加入维生素 C 可将高价铁离子还原为 Fe^{2+} ，进而排除其干扰。

b) 硫代乙酰胺比浊法中炽灼后处理法，该法适用于在规定的实验条件下不能形成澄清无色溶液的药物，或者由于性质复杂，易干扰硫离子与重金属离子形成沉淀的饲料添加剂，以及含有芳环、杂环等的饲料添加剂。这些饲料添加剂需经炽灼破坏后进行重金属的检查，即先低温炭化，然后在 $500\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至完全灰化后（按 GB/T 6438 进行炽灼处理），取残渣加硝酸、盐酸转化为易溶于水的氯化物后进行检查，其颜色不得深于规定量的标准铅溶液经同法处理后所得的对照溶液的颜色。实验过程中，炽灼温度需控制在 $500\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，若温度在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上时，多数重金属盐都有不同程度的损失。本标准中炽灼后处理法与 ChP 2020 年版中第二法、USP 40 中二法、JP 17 版中 2 法及日本食品添加物公定书（第 9

版) 中 2 法均是采用此法进行检测。

2.2.3.2.2 硫化钠比浊法预处理方法的选择

a) 硫化钠比浊法中碱直接溶解处理法, 该法适用于溶于碱不溶于稀酸或在稀酸中析出沉淀的饲料添加剂, 改法取试样加氢氧化钠溶液和水溶解后, 以硫化钠为显色剂, Pb^{2+} 与 S^{2-} 作用形成 PbS 微粒, 与一定量的标准铅溶液同法处理后所呈颜色进行比较。本标准中硫化钠比浊法与 ChP 2020 年版中第三法均是采用此法进行检测。

b) 硫化钠比浊法中炽灼后处理法, 适用于难溶或不溶于稀酸或在稀酸中即生成沉淀的饲料添加剂, 或受某些因素, 如自身有颜色的饲料添加剂、饲料添加剂中的重金属不呈游离状态或重金属离子与饲料添加剂形成配位化合物等干扰的饲料添加剂。这些饲料添加剂需经炽灼破坏后进行重金属的检查, 即先低温炭化, 然后在 $500\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至完全灰化后 (按 GB/T 6438 进行炽灼处理), 取残渣加硝酸、盐酸转化为易溶于水的氯化物后进行检查, 其颜色不得深于规定量的标准铅溶液经同法处理后所得的对照溶液的颜色。实验过程中, 炽灼温度需控制在 $500\sim 600\text{ }^{\circ}\text{C}$, 若温度在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上时, 多数重金属盐都有不同程度的损失。本标准中炽灼后处理法与 ChP 2020 年版中第二法、USP 40 中二法、JP 17 版中 2 法及日本食品添加物公定书 (第 9 版) 中 2 法均是采用此法进行检测。

2.2.3.3 显色时间的确定

取硫代乙酰胺溶液和硫化钠溶液作为显色剂采用不同的显色时间, 分别对每支纳氏比色管中标准铅含量为 $0\text{ }\mu\text{g}\sim 40\text{ }\mu\text{g}$ 的溶液进行显色, 以确定硫代乙酰胺溶液和硫化钠溶液的最佳显色时间, 结果见表 1。试验结果表明, 硫代乙酰胺溶液作为显色剂对铅标准系列溶液的最佳显色时间为 5 min; 硫化钠溶液作为显色剂在碱性环境和弱酸性环境中, 对铅标准系列溶液的最佳显色时间均为 5 min。

表 2 硫代乙酰胺和硫化钠溶液对铅标准溶液不同显色时间的显色结果

显色剂	显色环境	显色时间 / min	每支纳氏比色管中标准铅含量 / μg					
			0	5	10	20	30	40
硫代乙酰胺	弱酸性 (pH 3.5)	0.5	-	+	++	+++	+++	+++
		2	-	++	+++	+++	+++	++++
		5	-	++	+++	++++	+++++	++++++
		8	-	++	+++	++++	+++++	++++++
硫化钠	碱性	0.5	-	-	-	+	+	++
		2	-	-	+	+++	+++	++++
		5	-	+	+++	++++	+++++	++++++
		8	-	+	+++	++++	+++++	++++++
	弱酸性 (pH 3.5)	0.5	-	-	-	+	+	++
		2	-	-	+	+++	+++	++++
		5	-	+	+++	++++	+++++	++++++
		8	-	+	+++	++++	+++++	++++++
注：“+”、“-” 表示颜色深浅度								

2.2.3.4 铅标准使用溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）取用量的确定

为了便于目视比较，本标准硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法中的铅标准使用溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）取用量以 1.00 mL ~3.00 mL 为宜，小于 1.00 mL 或大于 3.00 mL 呈色太浅或太深，均不利于目视比较，故在检查时，根据铅标准使用溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）的取用量，可适当调整试样的称样量。

三、试验验证的分析

3.1 方法性能确认

3.1.1 线性与范围

3.1.1.1 硫代乙酰胺比浊法

a) 铅标准比色管系列

取 6 支纳氏比色管中，依次分别加铅标准使用溶液（ $10\ \mu\text{g/mL}$ ）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL，依次分别加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL，摇匀，加水稀释成 25 mL；分别依次加硫代乙酰胺溶液各 2 mL，摇匀；依次分别加硫代乙酰胺溶液各 2 mL，摇匀，放置 2 min。以 0 mL 铅标准使用溶液（ $10\ \mu\text{g/mL}$ ）为参比，用 1 cm 比色皿，在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量（C）为横坐标，吸光度值（A）为纵坐标，绘制工作曲线。

b) 直接溶解法添加铅标准溶液比色管系列

称取饲料添加剂 L-精氨酸约 1 g，准确至 0.0001 g，分别置 6 支纳氏比色管中，加水适量溶解后；依次分别加铅标准使用溶液（ $10\ \mu\text{g/mL}$ ）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL，摇匀；依次加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液各 2 mL，加水稀释成 25 mL；分别依次加硫代乙酰胺溶液各 2 mL，摇匀，放置 2 min。以 0 mL 铅标准使用溶液（ $10\ \mu\text{g/mL}$ ）为参比，用 1 cm 比色皿，在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量（C）为横坐标，吸光度值（A）为纵坐标，绘制工作曲线。

c) 炽灼后处理法添加铅标准溶液比色管系列

称取饲料添加剂 L-苏氨酸约 1 g，准确至 0.0001 g，分别置 6 只瓷坩埚中，依次分别加铅标准使用溶液（ $10\ \mu\text{g/mL}$ ）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL，混匀；按 GB/T 6438 进行炽灼处理，取遗留的残渣，依次

分别加硝酸 1 mL~2 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，依次分别加盐酸 2 mL，置水浴上蒸干后，依次分别加水 15 mL，加入酚酞乙醇溶液 1 滴，逐滴加入氨溶液，边加边搅拌，直到溶液刚显微粉红色，再依次分别加 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL，微热，放冷，依次分别过滤至 6 支纳氏比色管中，依次分别加水稀释成 25 mL，摇匀；依次分别加硫代乙酰胺溶液各 2 mL，摇匀，放置 2 min。以 0 mL 铅标准使用溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ）为参比，用 1 cm 比色皿，在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量（ C ）为横坐标，吸光度值（ A ）为纵坐标，绘制工作曲线。

铅标准比色管系列、直接溶解法添加铅标准溶液比色管系列和炽灼后处理法添加铅标准溶液比色管系列的试验结果分别见表 3 和图 4。试验结果表明，比色反应在范围内呈线性，且线性关系均大于 0.99。

表 3 硫代乙酰胺比色法的线性与范围

项 目	线性范围 / μg	线性方程	相关系数 (r^2)
铅标准比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.002939 \times C - 0.000601$	0.99741
直接溶解法添加铅标准溶液比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.002799 \times C + 0.00118$	0.99236
炽灼后处理法添加铅标准溶液比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.003010 \times C + 0.000116$	0.99962

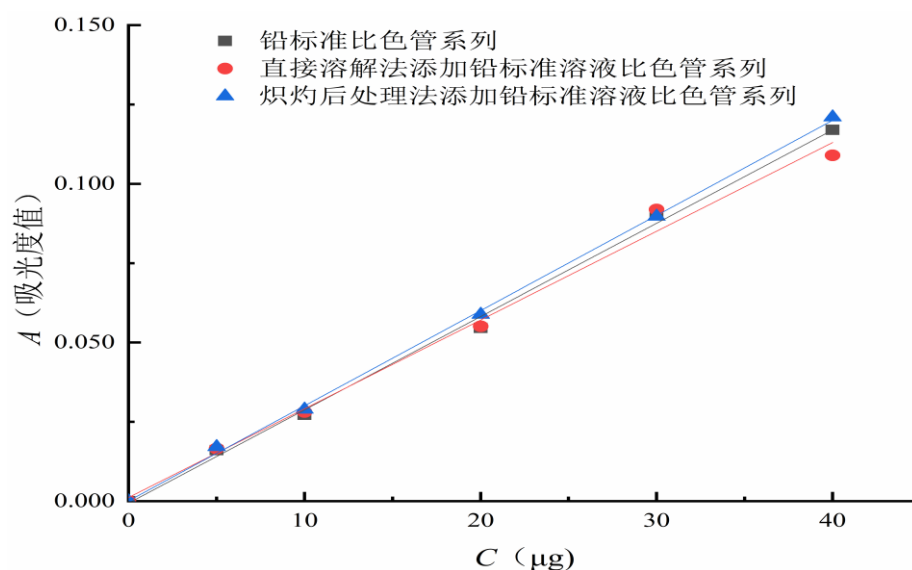


图 4 硫代乙酰胺比浊法的标准曲线

3.1.1.2 硫化钠比浊法

(1) 碱性环境（碱直接溶解处理法）

a) 铅标准比色管系列

取 6 支纳氏比色管中，依次分别加铅标准使用溶液（ $10 \mu\text{g/mL}$ ）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL，依次分别加氢氧化钠溶液 5 mL，再加水稀释使成 25 mL；依次分别加硫化钠溶液 5 滴，摇匀，放置 5 min。以 0 mL 铅标准使用溶液（ $10 \mu\text{g/mL}$ ）为参比，用 1 cm 比色皿，在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量（C）为横坐标，吸光度值（A）为纵坐标，绘制工作曲线。

b) 碱直接溶解法添加铅标准溶液比色管系列

称取饲料添加剂剂丙酸钙约 1 g，准确至 0.0001 g，分别置 6 支纳氏比色管中，依次分别加铅标准使用溶液（ $10 \mu\text{g/mL}$ ）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL，依次分别加水适量溶解，依次加氢氧化钠溶液 5 mL，再加水稀释使成 25 mL；依次分别加硫化钠溶液 5 滴，摇匀，放置 5 min。以 0 mL 铅标准使用溶液（ $10 \mu\text{g/mL}$ ）为参比，用 1 cm 比色皿，在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量（C）为横坐标，吸光度值（A）为纵坐标，绘制工作曲线。

碱性环境中铅标准比色管系列和碱直接溶解法添加铅标准溶液比色管系列的试验结果分别见表 4 和图 5。试验结果表明，比色反应在范围内呈线性，且线性关系均大于 0.99。

表 4 碱环境中硫化钠比浊法的线性与范围

项 目	线性范围 / μg	线性方程	相关系数 (r^2)
铅标准比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.0009776 \times C + 0.000827$	0.99847
碱直接溶解法添加铅 标准溶液比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.001030 \times C + 0.000858$	0.99871

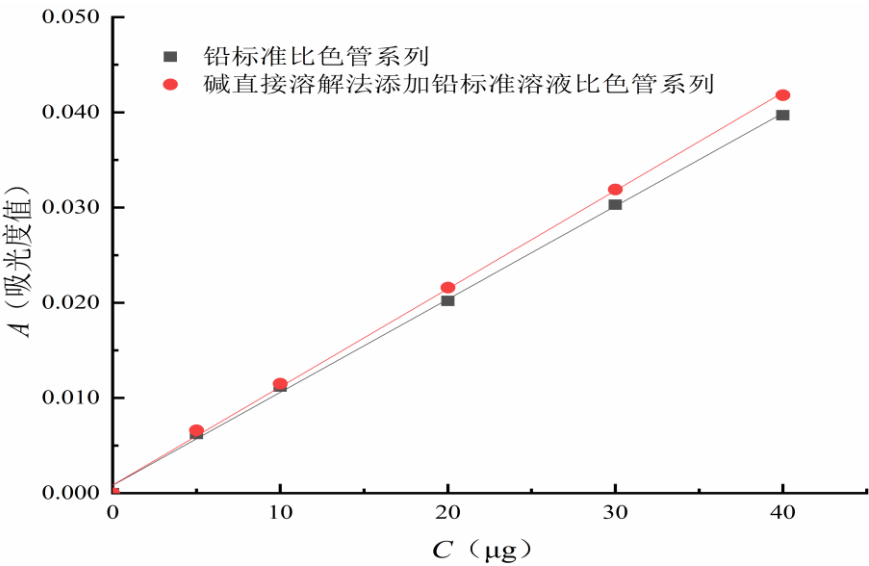


图 5 碱性环境中硫化钠比浊法的标准曲线

(2) 弱酸性环境（炽灼后处理法）

a) 铅标准比色管系列

取 6 支纳氏比色管中，依次分别加铅标准使用溶液（10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL，依次分别加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL，摇匀，再加水稀释成 25 mL；依次分别加硫化钠溶液 5 滴，摇匀，放置 5 min。以 0 mL 铅标准使用溶液（10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）为参比，用 1 cm 比色皿，在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量（C）为横坐标，吸光度值（A）为纵坐标，绘制工作曲线。

b) 炽灼后处理法添加铅标准溶液比色管系列

称取饲料添加剂维生素 D₃ 约 1 g, 准确至 0.0001 g, 分别置 6 只瓷坩埚中, 依次分别加铅标准使用溶液 (10 µg/mL) 0 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL 和 4.00 mL, 混匀; 按 GB/T 6438 进行炽灼处理, 取遗留的残渣, 依次分别加硝酸 1 mL~2 mL, 蒸干至氧化氮蒸气除尽后, 放冷, 依次分别加盐酸 2 mL, 置水浴上蒸干后, 依次分别加水 15 mL, 加入酚酞乙醇溶液 1 滴, 逐滴加入氨溶液, 边加边搅拌, 直到溶液刚显微粉红色, 再依次分别加 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 2 mL, 微热, 放冷, 依次分别过滤至 6 支纳氏比色管中, 依次分别加水稀释成 25 mL, 摇匀; 依次加硫化钠溶液各 5 滴, 摇匀, 放置 5 min。以 0 mL 铅标准使用溶液 (10 µg/mL) 为参比, 用 1 cm 比色皿, 在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以铅含量 (C) 为横坐标, 吸光度值 (A) 为纵坐标, 绘制工作曲线。

弱酸性环境中铅标准比色管系列和炽灼后处理法添加铅标准溶液比色管系列的试验结果分别见表 5 和图 6。试验结果表明, 比色反应在范围内呈线性, 且线性关系均大于 0.99。

表 5 弱酸性环境中硫化钠比浊法的线性与范围

项 目	线性范围 / µg	线性方程	相关系数 (r^2)
铅标准比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.0008213 \times C + 0.000736$	0.99724
炽灼后处理法添加铅 标准溶液比色管系列	0 ~ 40	$A = 0.0008658 \times C + 0.000867$	0.99792

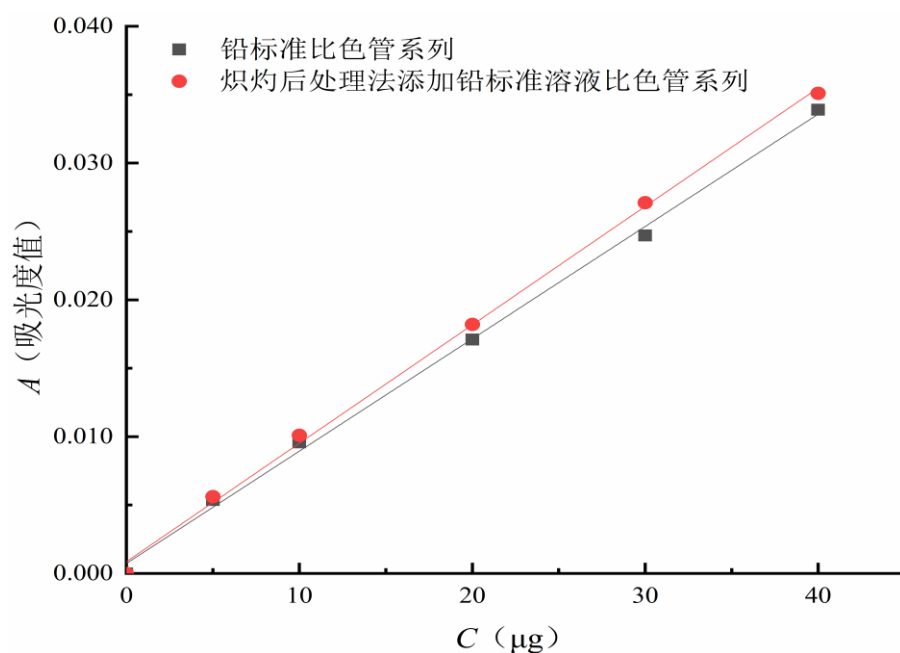


图 6 弱酸性环境中硫化钠比浊法的标准曲线

3.1.2 目视检出限

根据重金属限量试验方法的原理，硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法能够检测 Pb、Bi、Cu、Cd、Sn、Hg 等重金属，目前国内外标准中不需要对这些金属进行特异性评估，需对方法的检出限应进行目视评估。

通过目视检查一系列稀释的标准铅溶液来确定检测限。按本标准的硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法制备成 7 个浓度的试验溶液，每支纳氏比色管中铅含量为 0.2 μg 、0.5 μg 、1 μg 、2 μg 、3 μg 、4 μg 、5 μg 进行试验，试验结果见表 6。试验结果表明，硫代乙酰胺比浊法在弱酸性环境中的目视检出限为每支纳氏比色管中铅含量为 4 μg ；硫化钠比浊法在碱性环境和弱酸性环境中的目视检出限均为每支纳氏比色管中铅含量为 3 μg 。

表 6 硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法的目视检出限

显色剂	显色环境	显色时间 / min	每支纳氏比色管中的标准铅含量 / μg						
			0.2	0.5	1	2	3	4	5
硫代乙酰胺	弱酸性 (pH 3.5)	5	-	-	-	-	-/+	+	++

硫化钠	碱 性	5	-	-	-	-/+	+	+	++
	弱酸性 (pH 3.5)		-	-	-	-/+	+	+	++
注：“+”、“-” 表示颜色深浅度									

3.1.3 添加重金属试样的目视比浊结果

分别选取“3.3 实际试样的测定”中饲料添加剂 L-精氨酸、碳酸氢钠和 *dl*- α -生育酚乙酸酯，分别加入重金属 Cu 10 μ g、Co 5 μ g、Cd 10 μ g、Ni 5 μ g、Hg 10 μ g，其中 L-精氨酸按硫代乙酰胺比浊法中直接溶解处理、碳酸氢钠按硫化钠比浊法中碱直接溶解、富马酸分别按硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法中炽灼后处理法，试验结果见图 7～图 10。试验结果表明，加入上述重金属后的试样经处理后比浊测，比浊结果均超过饲料添加剂 L-精氨酸、碳酸氢钠和富马酸重金属限量规定的要求。

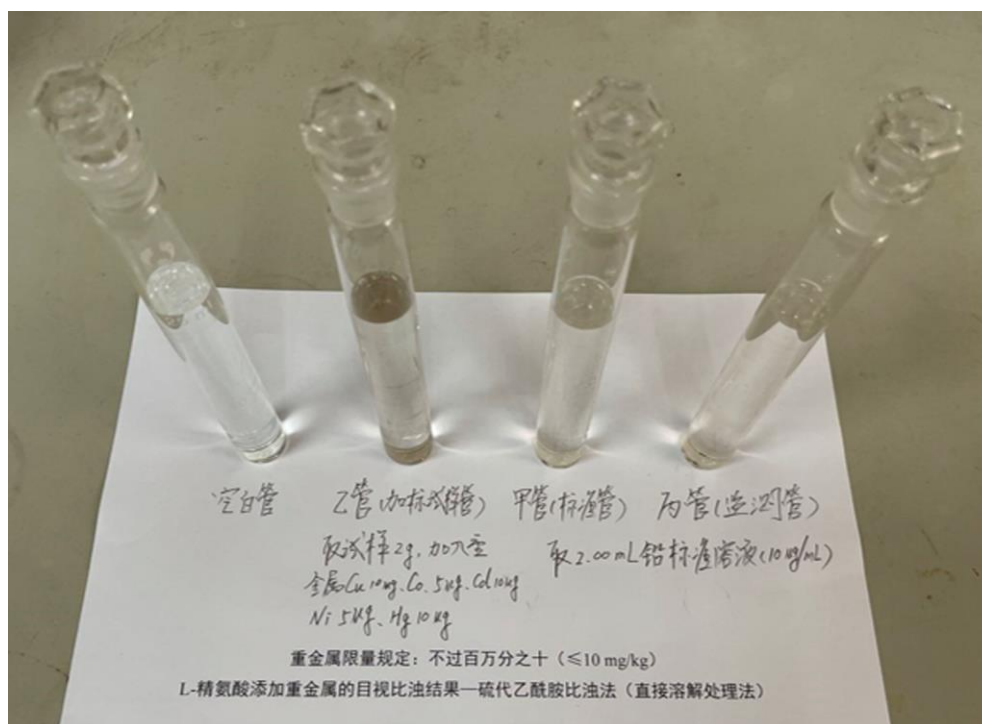


图 7 L-精氨酸添加重金属的目视比浊结果—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）

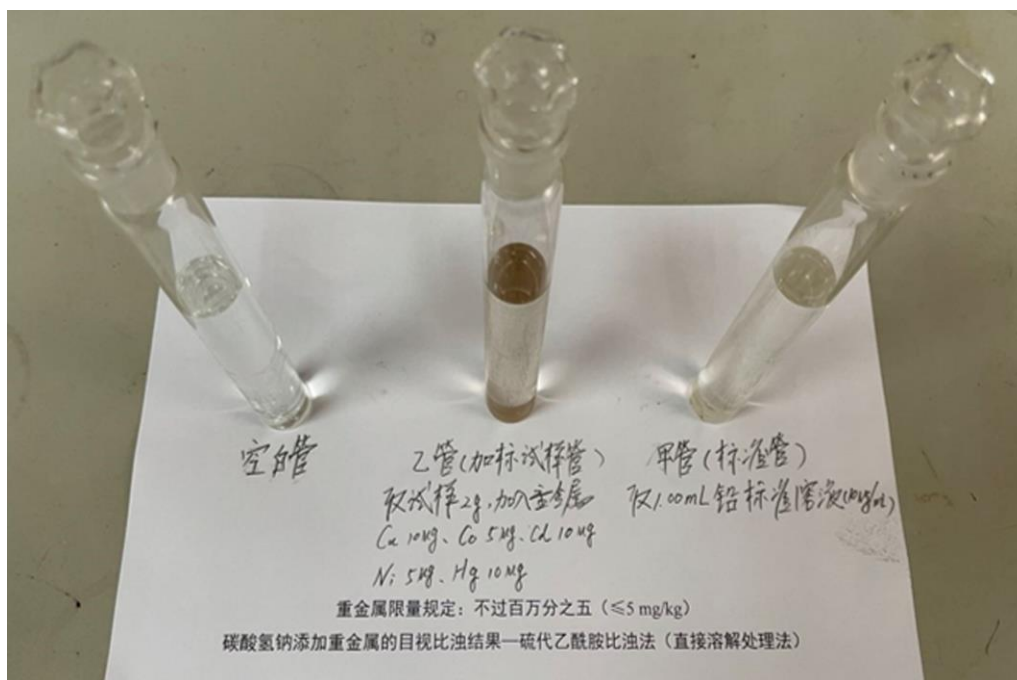


图 8 碳酸氢钠添加重金属的目视比浊结果—硫化钠比浊法（碱直接溶解处理法）



图 9 富马酸添加重金属的目视比浊结果—硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

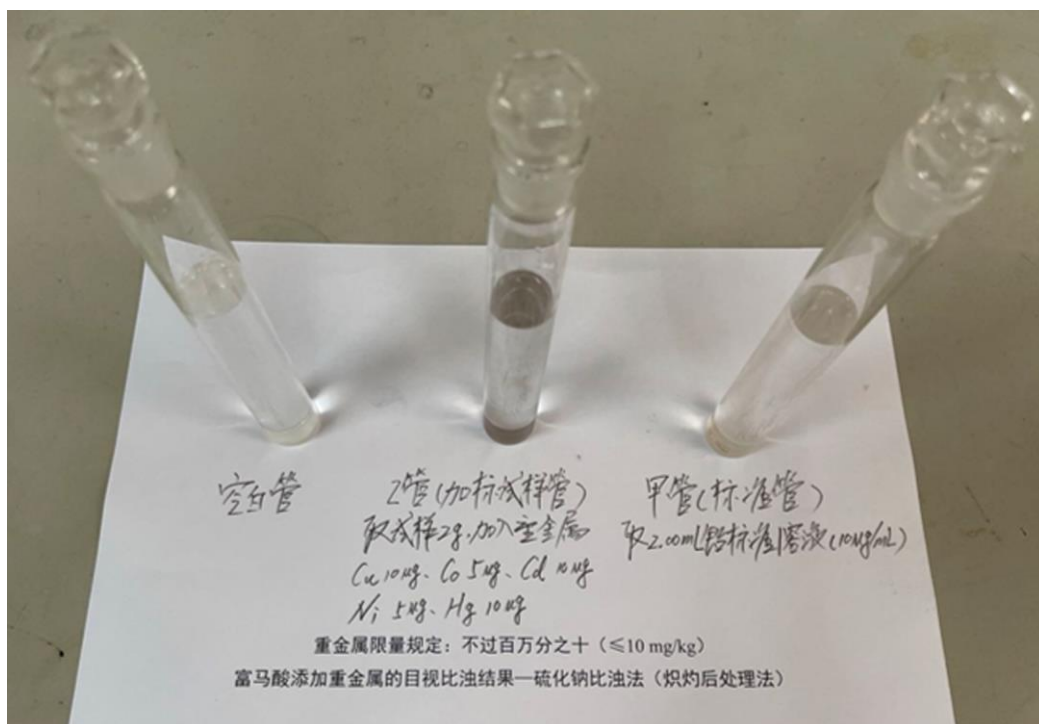


图 10 富马酸添加重金属的目视比浊结果—硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

3.1.4 添加不同量重金属试样测定的结果比较

分别选取“3.3 实际试样的测定”中饲料添加剂 L-抗坏血酸钠、丁酸钠和苹果酸，分别加入不同量的铅标准工作溶液（10 $\mu\text{g/mL}$ ），其中：

（1）L-精氨酸按硫代乙酰胺比浊法中“直接溶解法”处理，重金属限量为 $\leq 20 \text{ mg/kg}$ （不得过百万分之二十）；

（2）丁酸钠按硫化钠比浊法中“碱直接溶解法”处理，重金属限量为 $\leq 20 \text{ mg/kg}$ （不得过百万分之二十）；

（3）苹果酸分别按硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法中“灼烧法”处理，重金属限量为 $\leq 10 \text{ mg/kg}$ （不得过百万分之十）。

试验结果见图 11～图 14。试验结果表明，根据限量要求，不同的添加量均能较好比浊检出。



图 11 L-精氨酸添加不同量重金属硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）测定结果



图 12 丁酸钠添加不同量重金属硫化钠比浊法（碱直接溶解处理法）测定结果

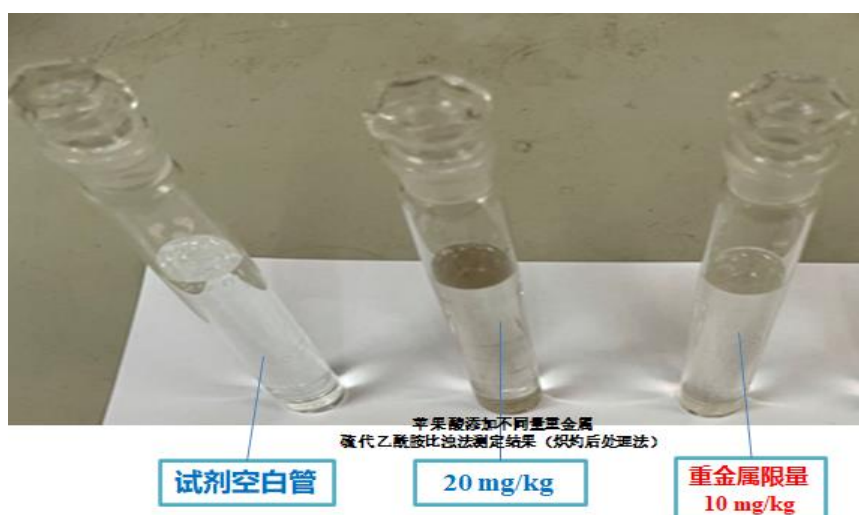


图 13 苹果酸添加不同量重金属硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）测定结果



图 14 苹果酸添加不同量重金属硫化钠比浊法（灼灼后处理法）测定结果

3.2 实际试样的测定

收集了《饲料添加剂品种目录》中 11 类共计 91 个饲料添加剂产品，根据收集饲料添加剂产品相关产品的化学性质，分别采用了本标准中的硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法对收集的饲料添加剂产品进行了金属限量试验。

3.2.1 氨基酸、氨基酸盐及其类似物

对收集的 18 个氨基酸、氨基酸盐及其类似物添加剂产品进行了金属限量试

验，相关的测定结果见表 7，相关典型比浊测定图见图 15～图 18。

表 7 氨基酸、氨基酸盐及其类似物重金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	L-赖氨酸盐酸盐	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
2	L-精氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
3	L-精氨酸盐酸盐	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
4	L-丙氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
5	甘氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
6	L-脯氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
7	丝氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
8	L-组氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
9	L-苏氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
10	L-色氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
11	L-酪氨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法	

			(炽灼后处理法)	
12	天(门)冬氨酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
13	L-亮氨酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
14	异亮氨酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
15	苯丙氨酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
16	L-半胱氨酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
17	胱氨酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
18	牛磺酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

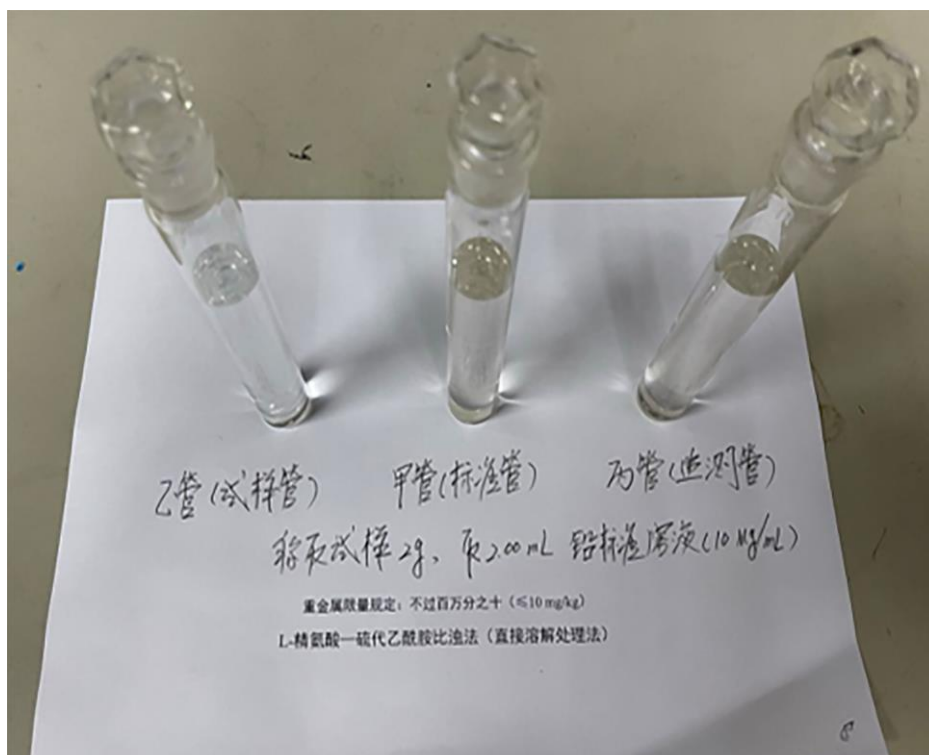


图 15 L-赖氨酸盐—硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)

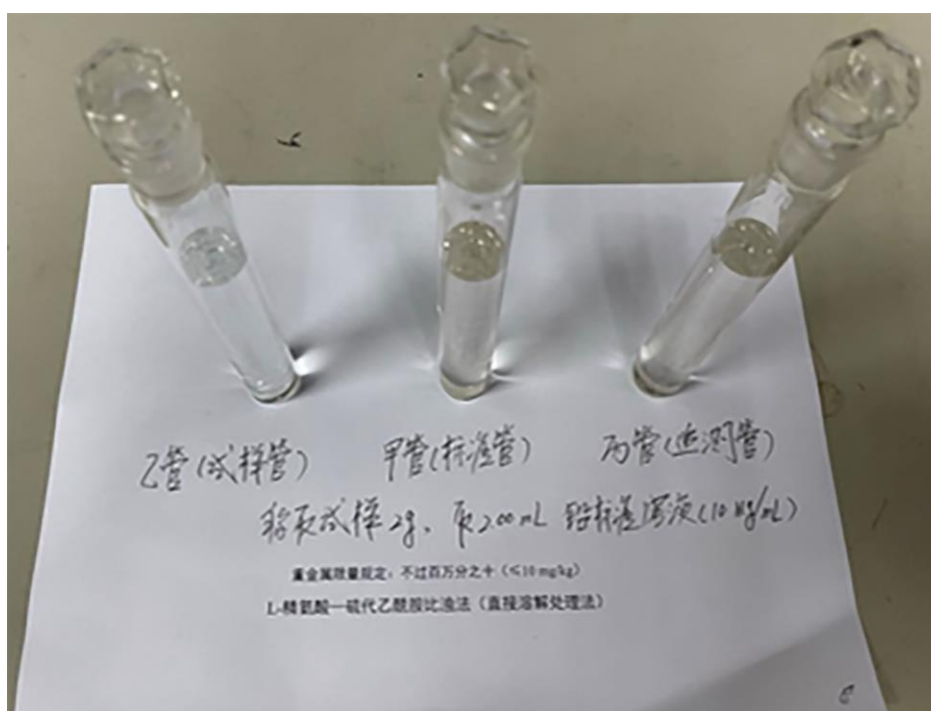
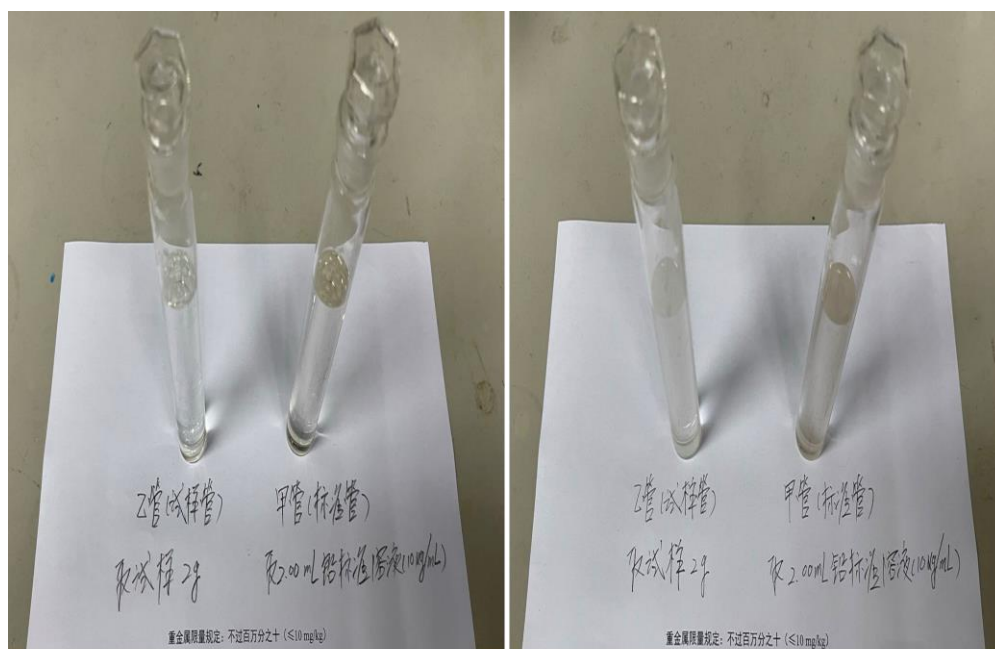


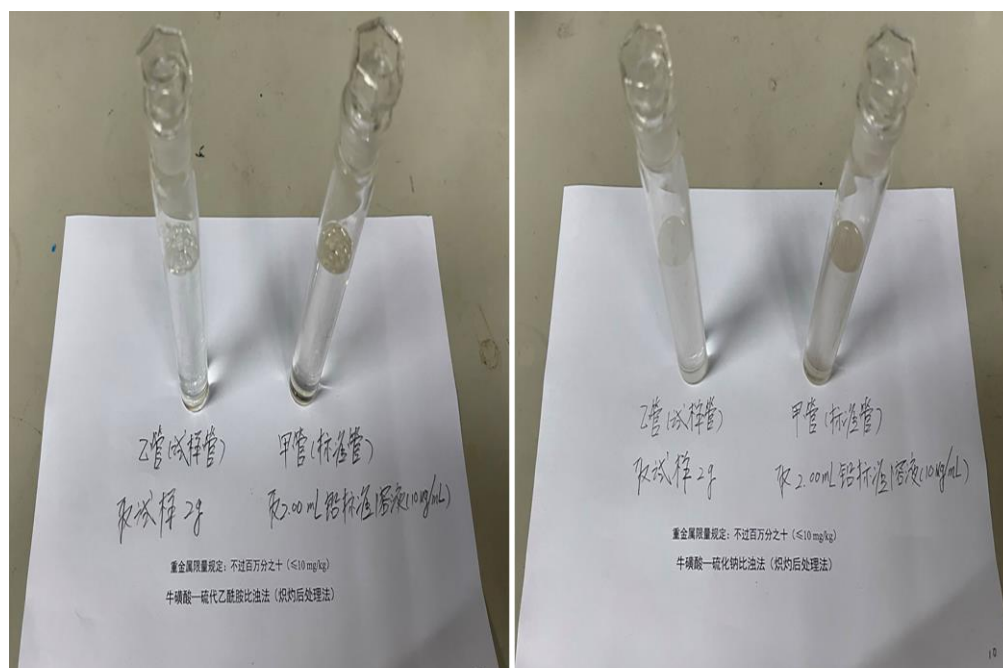
图 16 L-精氨酸—硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)



硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）

硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

图 17 L-苏氨酸—硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）和硫化钠比浊法（炽灼后处理法）



硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）

硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

图 18 牛磺酸——硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）和硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

3.2.2 维生素及类维生素

对收集的 19 个维生素及类维生素添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 8，相关典型比浊测定图见图 19～图 21。

表 8 维生素及类维生素重金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	盐酸硫胺 (维生素 B ₁)	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫化钠比浊法 (碱接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
2	盐酸吡哆醇 (维生素 B ₆)	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
3	L-抗坏血酸	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
4	L-抗坏血酸钠	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
5	L-抗坏血酸钙	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
6	烟酸	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
7	烟酰胺	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
8	D-泛酸钙	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)
9	维生素 D ₃	不得过百万分之十	硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)

			(≤ 10 mg/kg)		
10	肌醇		不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)
11	L-肉碱盐酸盐		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
12	甜菜碱盐酸盐		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
13	dl- α -生育酚乙 酸酯		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
				硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
14	亚硫酸氢钠甲 萘醌 (维生素 K ₃)		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
				硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
15	叶酸		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (≤ 10 mg/kg)
				硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
16	二甲基嘧啶醇 亚硫酸甲萘醌		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
				硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
17	D-生物素		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
				硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
18	氯化 胆碱	水溶性	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
		粉剂		硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
19	甜菜碱		不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
				硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

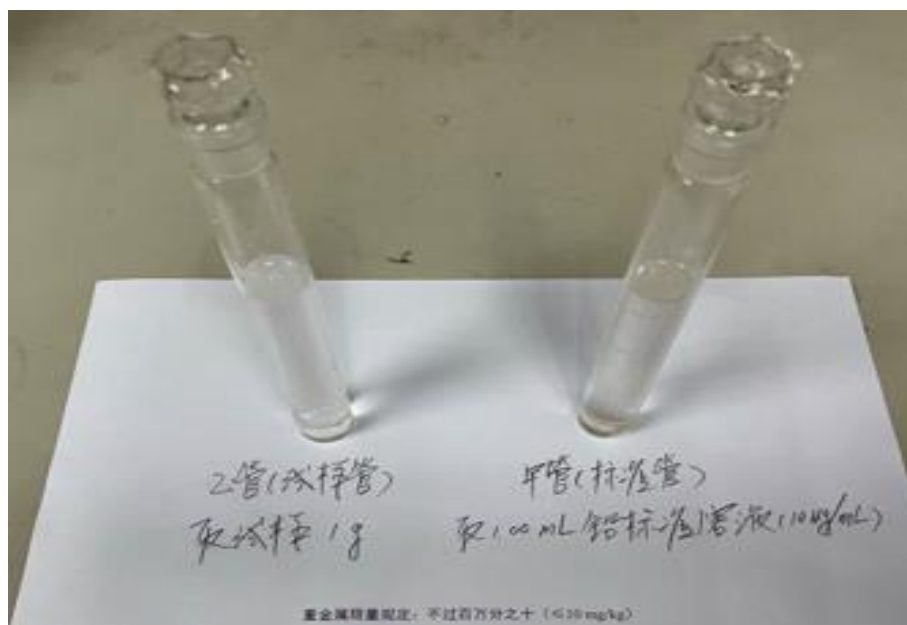


图 19 盐酸硫胺（维生素 B₁）—硫化钠比浊法（碱直接溶解处理法）

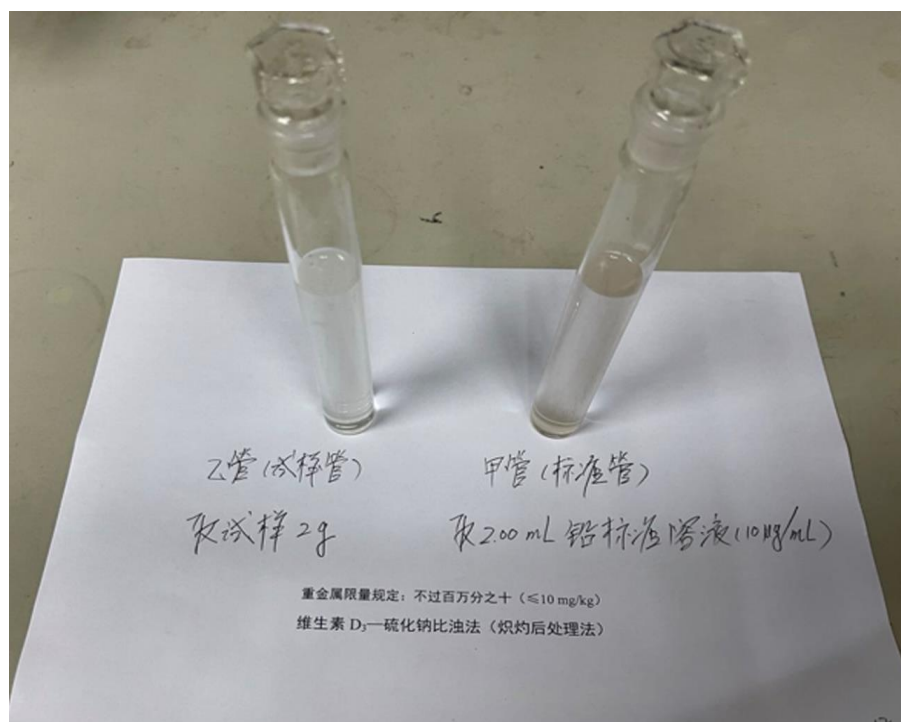
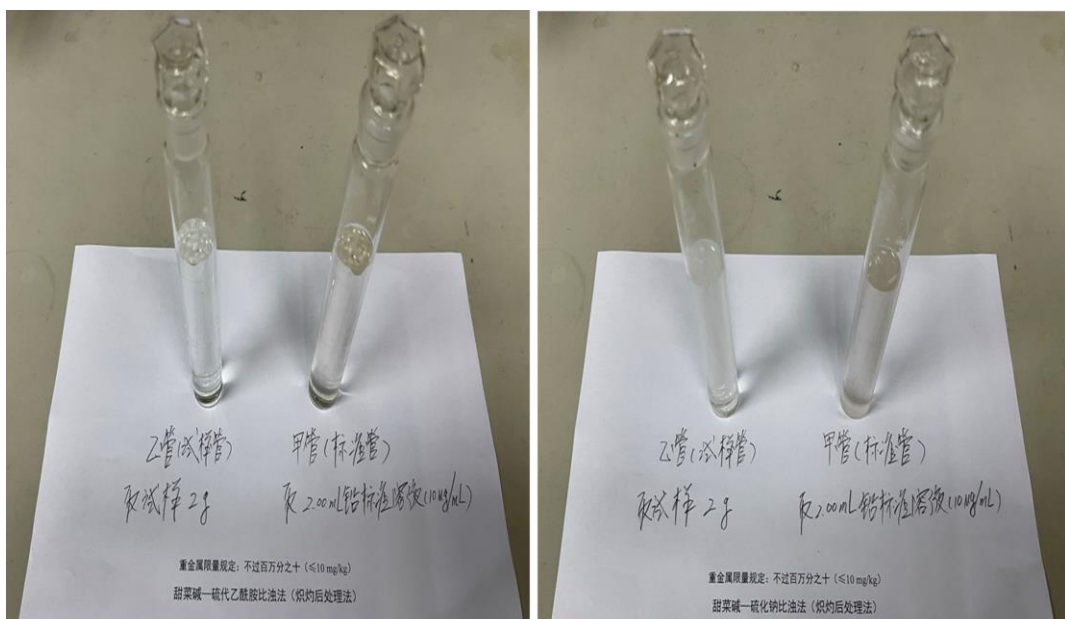


图 20 维生素 D₃—硫化钠比浊法（炽灼后处理法）



硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）

硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

图 21 甜菜碱—硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）和硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

3.2.3 矿物元素及其络(螯)合物

对收集的 15 个矿物元素及其络(螯)合物添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 9，相关典型比浊测定图见图 22～图 25。

表 9 矿物元素及其络(螯)合物金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	氯化钠	不得过百万分之五 ($\leq 5 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之五 ($< 5 \text{ mg/kg}$)
2	硫酸钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
3	磷酸二氢钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
4	磷酸氢二钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)

5	磷酸二氢钾	不得过百万分之五 (≤ 5 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之五 (< 5 mg/kg)
6	磷酸氢二钾	不得过百万分之三十 (≤ 30 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之三十 (< 30 mg/kg)
7	轻质碳酸钙	不得过百万分之三十 (≤ 30 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法) 取本品 0.50 g, 加水 5 ml, 混合均匀, 加稀盐酸 4ml, 煮沸 5 min, 放冷, 滤过, 滤器用少量水洗涤, 合并洗液与滤液, 加酚酞指示液 1 滴, 并滴加适量的氨试液至溶液显淡红色, 加稀醋酸 2ml 与水制成 25ml, 加抗坏血酸 0.5 g, 溶解后, 依法检查。	小于百万分之三十 (< 30 mg/kg)
8	氯化钙	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
9	磷酸氢钙	不得过百万分之三十 (≤ 30 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之三十 (< 30 mg/kg)
10	葡萄糖酸钙	不得过百万分之十五 (≤ 15 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十五 (< 15 mg/kg)
11	硫酸镁	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法) 取本品 2.0 g, 加水 10ml 溶解后, 加醋酸盐缓冲液(pH3.5)2 ml 与水适量使成 25 ml, 加抗坏血酸 0.5 g 溶解后, 依法检查。	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
12	氧化镁	不得过百万分之四十 (≤ 40 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法) 取本品 2.0 g, 加水 10ml 溶解后, 加醋酸盐缓冲液(pH3.5)2 ml	小于百万分之四十 (< 40 mg/kg)

			与水适量使成 25 ml，加抗坏血酸 0.5 g 溶解后，依法检查。	
13	氯化镁	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
14	碘化钠	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
15	碘酸钾	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)

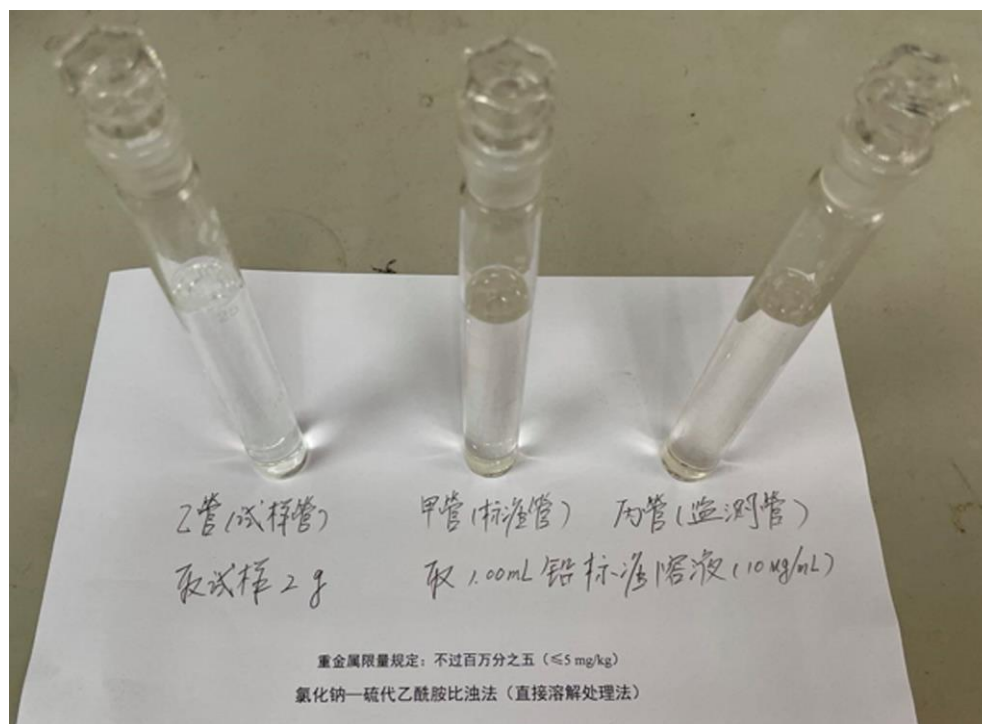


图 22 氯化钠—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）

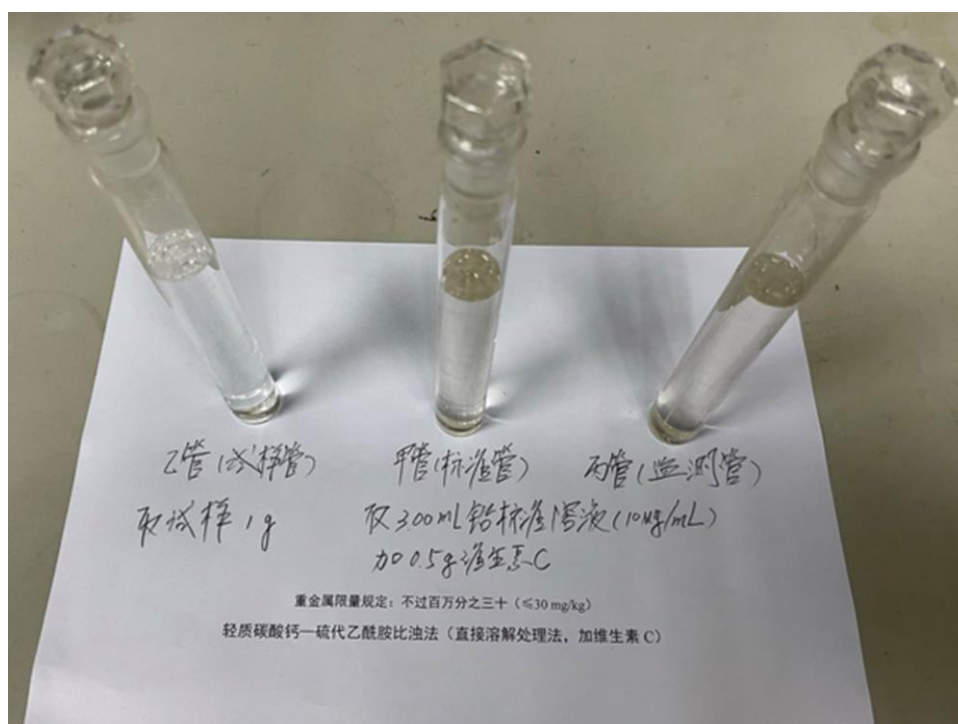


图 23 轻质碳酸钙—硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法, 加维生素 C)

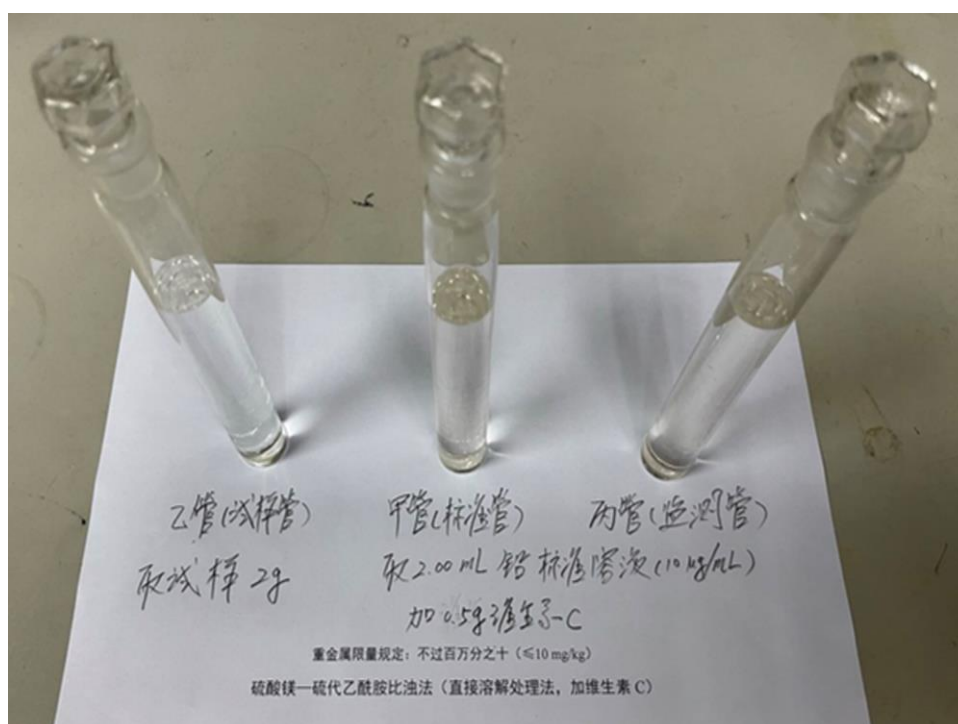


图 24 硫酸镁—硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法, 加维生素 C)

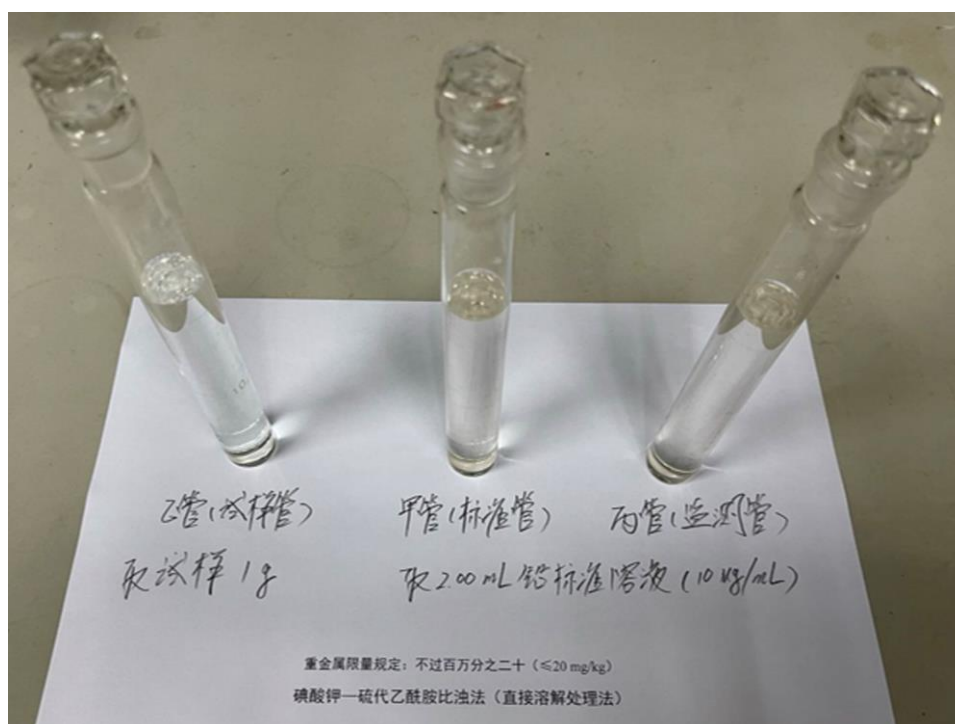


图 25 碘酸钾—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）

3.2.4 酶制剂

对收集的 2 个酶制剂添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 10，相关典型比浊测定图见图 26～图 27。

表 10 酶制剂金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	酸解支链淀粉 芽孢杆菌	不得过百万分之五 (≤ 5 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之五 (< 5 mg/kg)
2	α -半乳糖苷酶 (产自黑曲霉)	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (< 20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

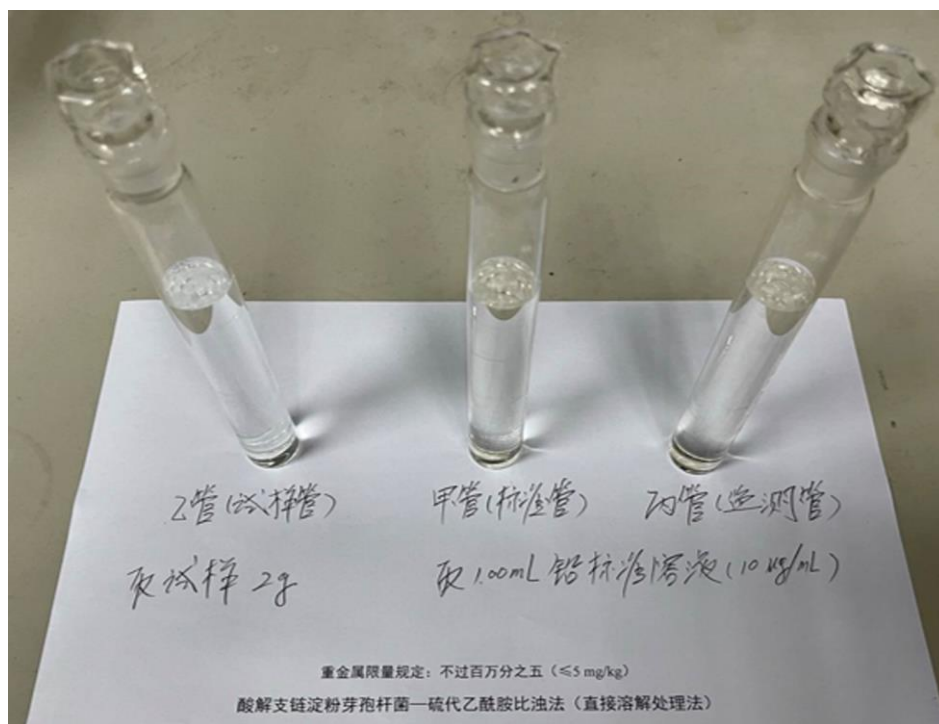
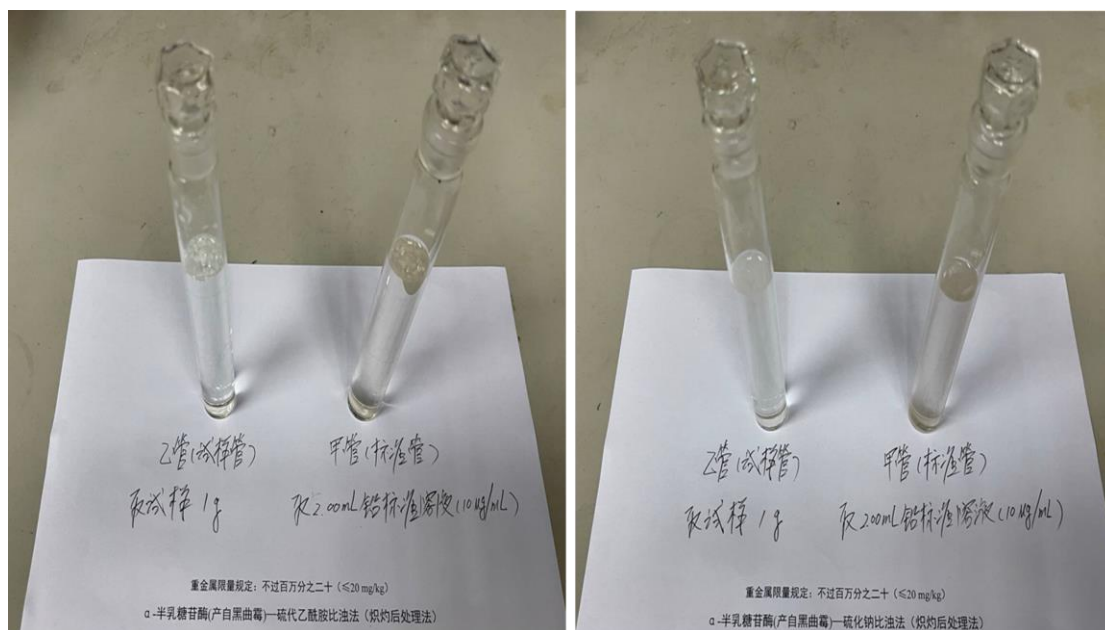


图 26 酸解支链淀粉芽孢杆菌—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）



硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）

硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

图 27 α-半乳糖苷酶(产自黑曲霉)—硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）和硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

3.2.5 非蛋白氮

对收集的 2 个非蛋白氮添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 11，相关典型比浊测定图见图 28。

表 11 非蛋白氮金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	尿素	不得过百万分之二十 ($\leq 20\text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之二十 ($< 20\text{ mg/kg}$)
2	氯化铵	不得过百万分之十 ($\leq 10\text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10\text{ mg/kg}$)

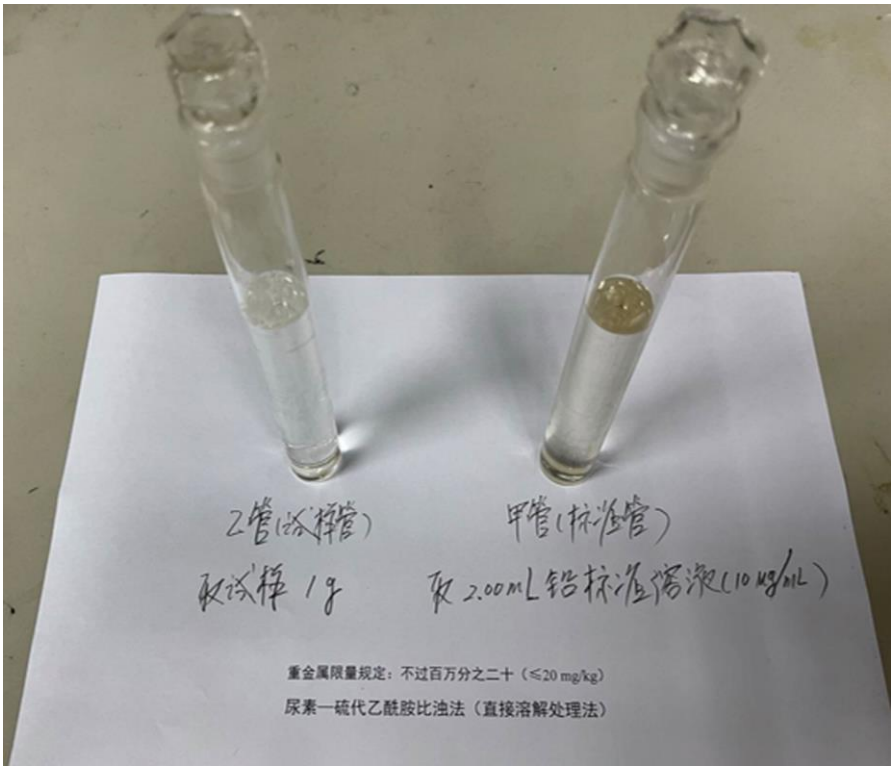


图 28 尿素—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）

3.2.6 抗氧化剂

对收集的 2 个抗氧化剂添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 12，相关典型比浊测定图见图 29。

表 12 抗氧化剂金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	二丁基羟基甲 苯（BHT）	不得过百万分之四 （≤5 mg/kg）	硫代乙酰胺比浊法 （炽灼后处理法）	小于百万分之四 （<5 mg/kg）
			硫化钠比浊法 （炽灼后处理法）	
2	没食子酸丙酯	不得过百万分之二十 （≤20 mg/kg）	硫代乙酰胺比浊法 （炽灼后处理法）	小于百万分之二十 （<20 mg/kg）
			硫化钠比浊法 （炽灼后处理法）	

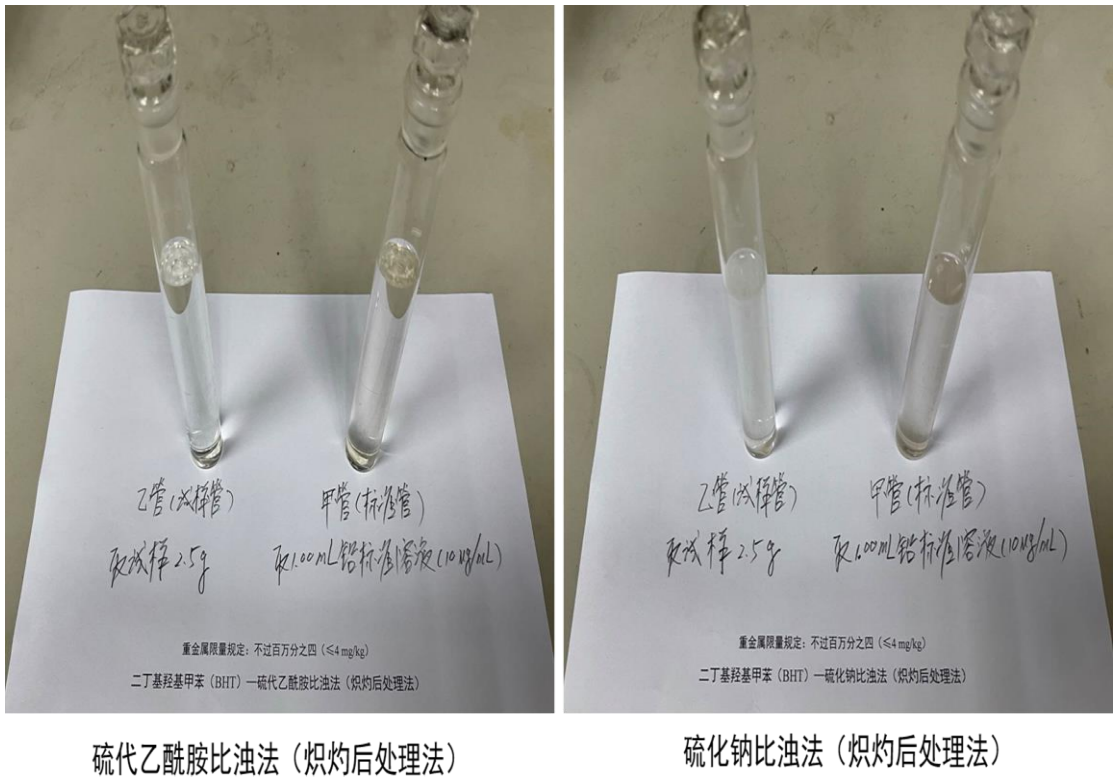


图 29 二丁基羟基甲苯（BHT）—硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）和硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

3.2.7 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂

对收集的 17 个防腐剂、防霉剂和酸度调节剂添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 13，相关典型比浊测定图见图 30～图 32。

表 13 防腐剂、防霉剂和酸度调节剂金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	丙酸钙	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
2	丁酸钠	不得过百万分之二十 ($\leq 20 \text{ mg/kg}$)	硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)	小于百万分之二十 ($< 20 \text{ mg/kg}$)
3	氢氧化钠	不得过百万分之五 ($\leq 5 \text{ mg/kg}$)	硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)	小于百万分之五 ($< 5 \text{ mg/kg}$)
4	碳酸氢钠	不得过百万分之五 ($\leq 5 \text{ mg/kg}$)	硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)	小于百万分之五 ($< 5 \text{ mg/kg}$)
5	乳酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
6	氯化钾	不得过百万分之五 ($\leq 5 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之五 ($< 5 \text{ mg/kg}$)
7	氯化铵	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
8	亚硫酸钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
9	苯甲酸钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
10	山梨酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
11	山梨酸钾	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
12	富马酸	不得过百万分之十	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)

		($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
13	酒石酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
14	苹果酸	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
15	聚磷酸钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
16	六偏磷酸钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
17	焦亚硫酸钠	不得过百万分之五 ($\leq 5 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之五 ($< 5 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

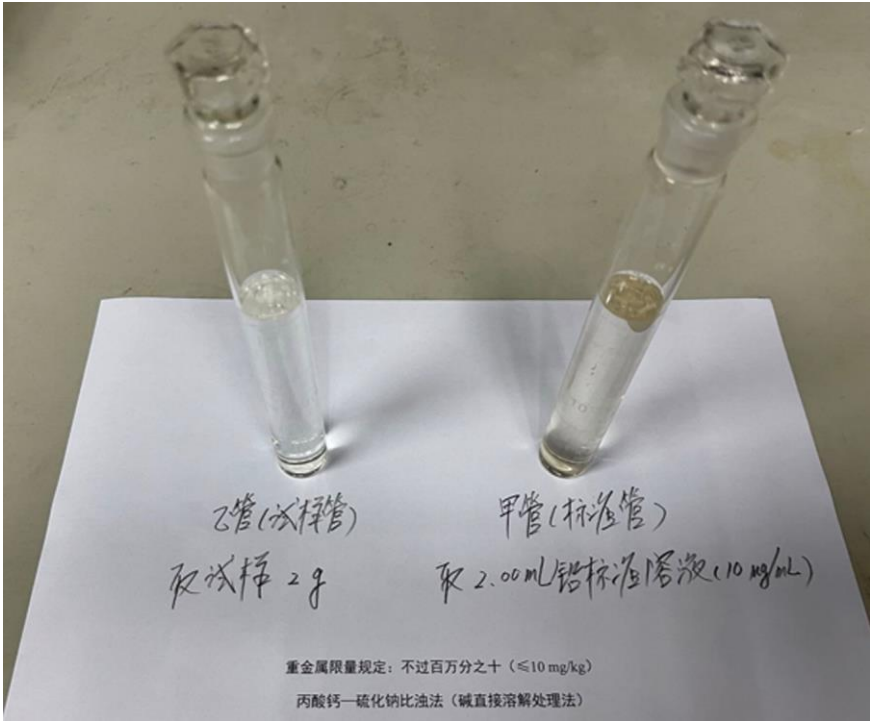


图 30 丙酸钙—硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)

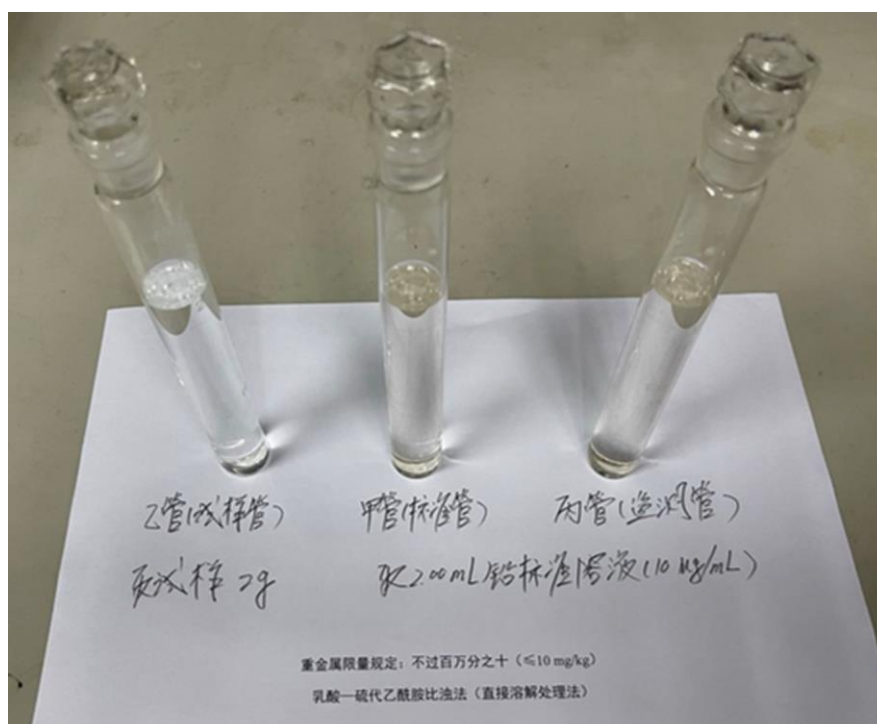
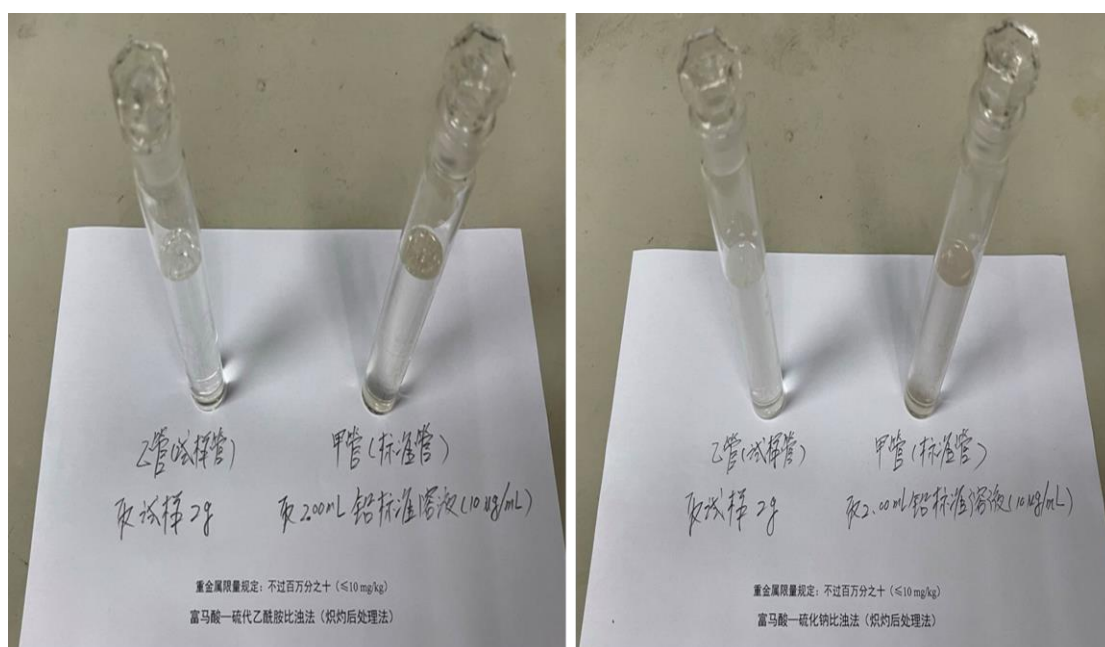


图 31 乳酸—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）



硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）

硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

图 32 富马酸—硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）和硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

3.2.8 着色剂

对收集的 3 个着色剂添加剂产品进行了金属限量试验, 相关的测定结果见表 14, 相关典型比浊测定图见图 33~图 34。

表 14 着色剂金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	β-胡萝卜素	不得过百万分之五 (≤5 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之五 (<5 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
2	诱惑红	不得过百万分之十 (≤10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (<10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
3	亮蓝	不得过百万分之十 (≤10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (<10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

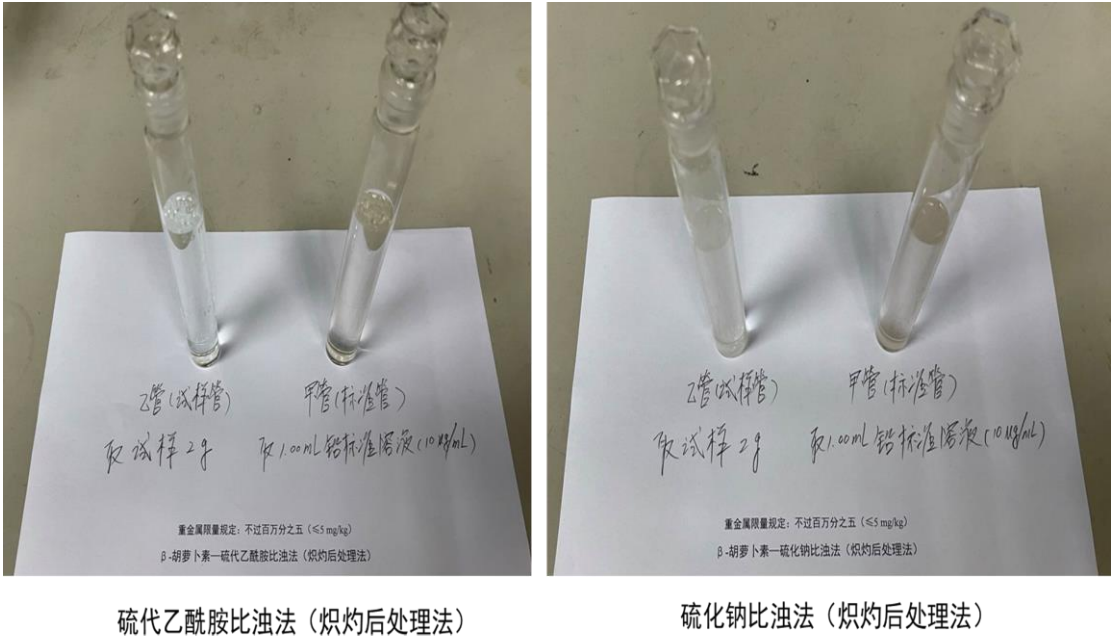
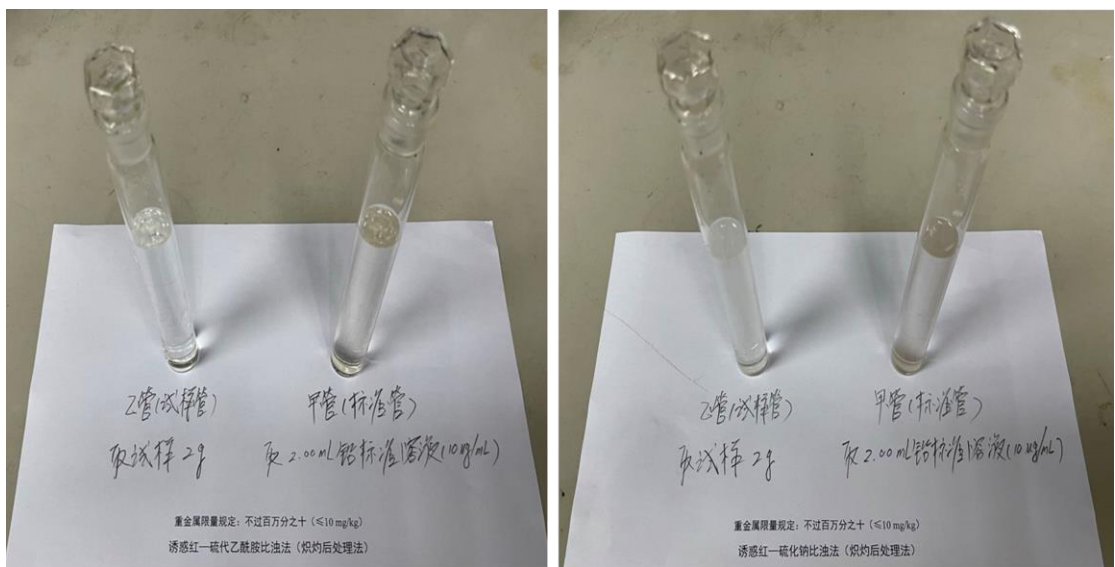


图 33 β-胡萝卜素—硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法) 和硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)



硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）

硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

图 34 诱惑红—硫代乙酰胺比浊法（灼灼后处理法）和硫化钠比浊法（灼灼后处理法）

3.2.9 调味和诱食物质

对收集的 2 个调味和诱食物质添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 15，相关典型比浊测定图见图 35。

表 15 调味和诱食物质金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	谷氨酸钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (直接溶解处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
2	糖精钠	不得过百万分之十 ($\leq 10 \text{ mg/kg}$)	硫代乙酰胺比浊法 (灼灼后处理法)	小于百万分之十 ($< 10 \text{ mg/kg}$)
			硫化钠比浊法 (灼灼后处理法)	

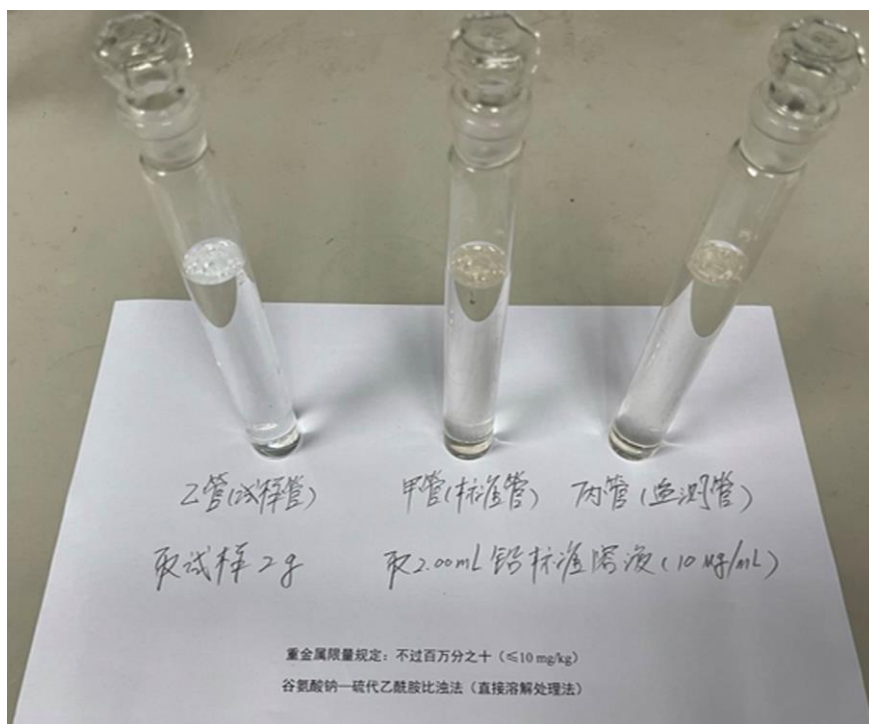


图 35 谷氨酸钠—硫代乙酰胺比浊法（直接溶解处理法）

3.2.10 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂

对收集的 10 个粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表 16，相关典型比浊测定图见图 36～图 37。

表 16 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	硅铝酸钠	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫化钠比浊法 (碱直接溶解处理法)	小于百万分之十 (< 10 mg/kg)
2	聚丙烯酸树脂 II	不得过百万分之三十 (≤ 30 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之三十 (< 30 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
3	卵磷脂	不得过百万分之五 (≤ 5 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之五 (< 5 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
4	海藻酸钠	不得过百万分之二十	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十

		(≤ 20 mg/kg)	硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	(<20 mg/kg)
5	琼脂	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (<20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
6	瓜尔胶	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (<20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
7	黄原胶	不得过百万分之二十 (≤ 20 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之二十 (<20 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
8	羧甲基纤维素钠	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (<10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
9	硬脂酸	不得过百万分之五 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之五 (<10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	
10	果胶	不得过百万分之十 (≤ 10 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之十 (<10 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

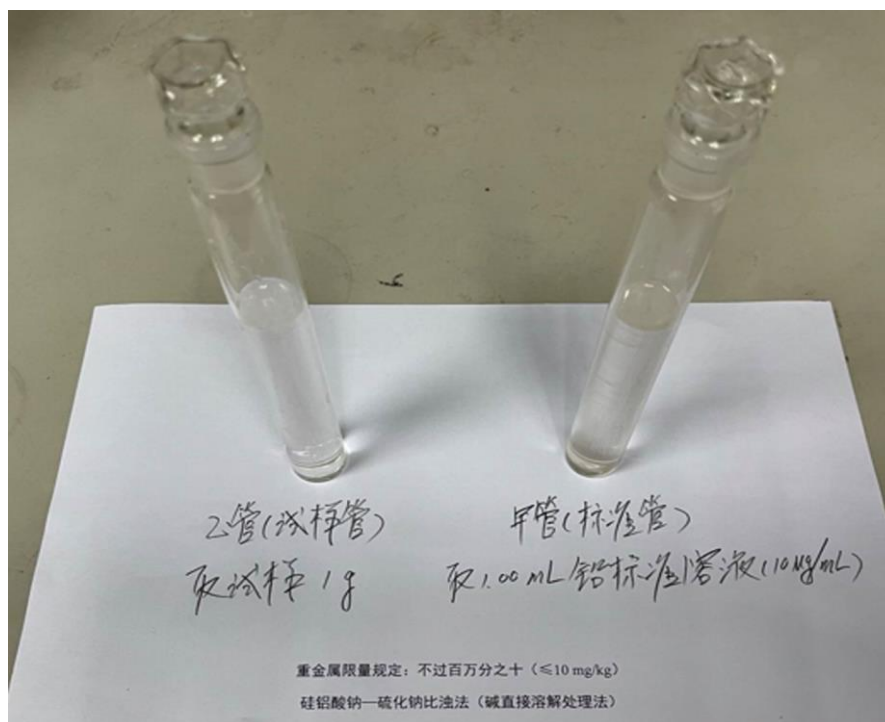
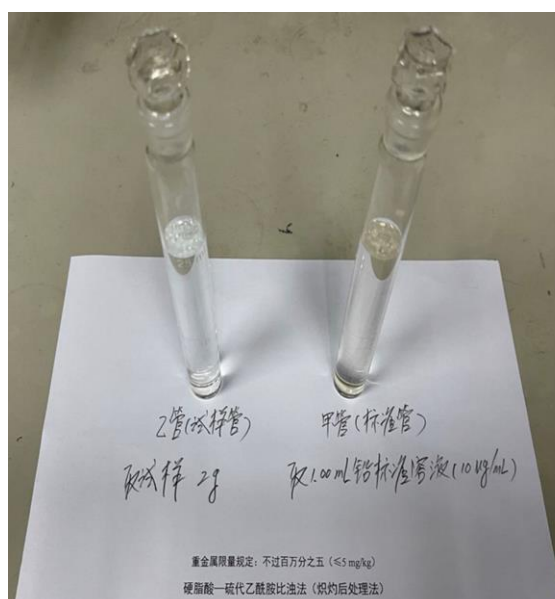
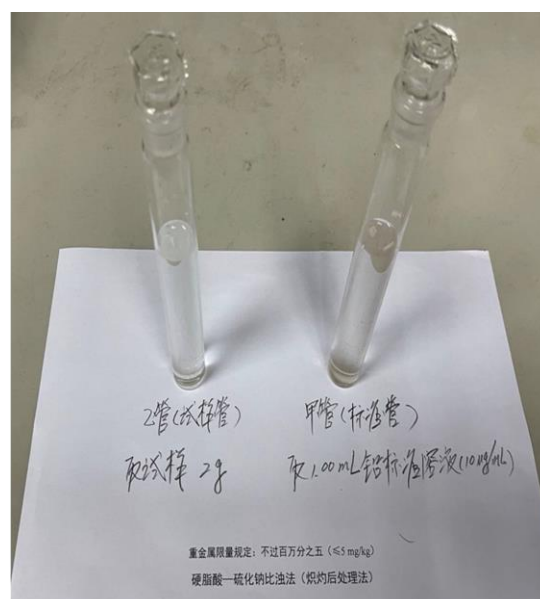


图 36 硅铝酸钠—硫化钠比浊法（碱直接溶解处理法）



硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）



硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

图 37 硬脂酸—硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）和硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

3.2.11 其他

对收集的 1 个其他添加剂产品进行了金属限量试验，相关的测定结果见表

17，相关典型比浊测定图见图 38。

表 17 其他饲料添加剂金属限量试验的测定结果

序号	样品名称	重金属限量	比浊测定方法	比浊结果
1	硫酸软骨素	不得过百万分之五 (≤5 mg/kg)	硫代乙酰胺比浊法 (炽灼后处理法)	小于百万分之五 (<5 mg/kg)
			硫化钠比浊法 (炽灼后处理法)	

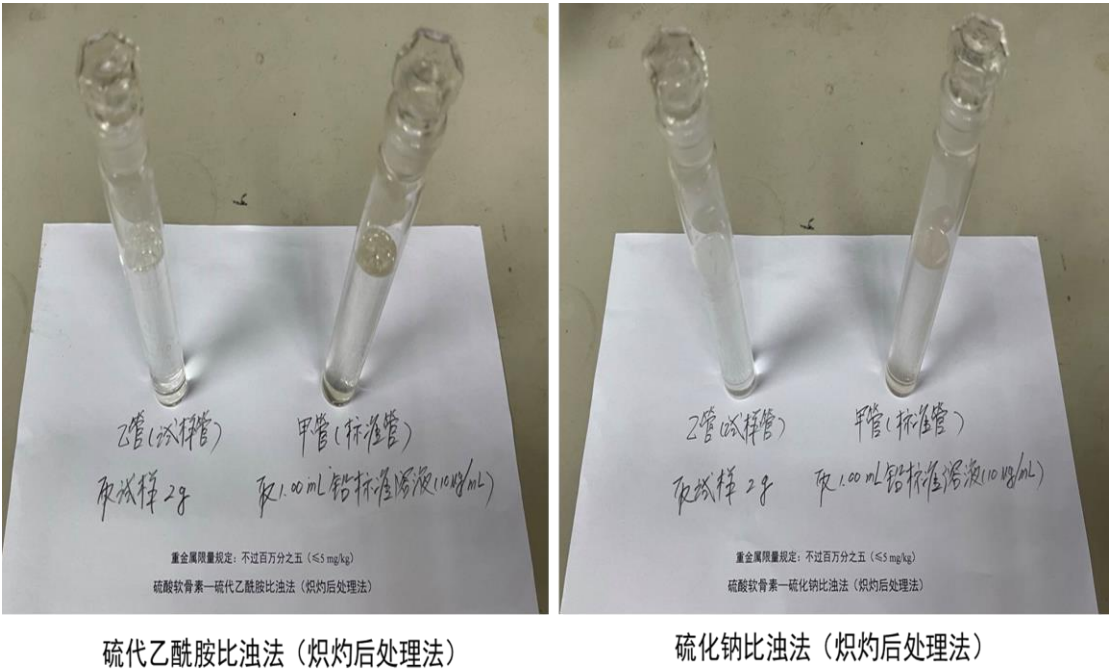


图 38 硫酸软骨素—硫代乙酰胺比浊法（炽灼后处理法）和硫化钠比浊法（炽灼后处理法）

3.3 验证单位试验结果

我所委托浙江省兽药饲料监察所、江苏省畜产品质量检验测试中心、上海海关动植物与食品检验检疫技术中心 3 家单位对标准方法的线性与范围、目视检出限、添加重金属试样目视结果的确认，及对制标单位提供的验证样品的实际测定结果，表明方法可行。

3.4 结论

经对重金属限量试验的显色剂的选择、试样预处理方法的选择、显色时间的

确定及铅标准使用溶液取用量的确定相关试验方法确定；线性与范围、目视检出限相关方法性能确认；以及对收集的《饲料添加剂品种目录》中 11 类共计 91 个饲料添加剂产品的实际试样测定结果，表明制定的标准适用于饲料添加剂中重金属限量试验。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

标准编制工作组根据我国目前饲料工业生产及检验水平的实际情况，未采用相关的国际标准。与国际、国外同类标准技术内容的对比情况见表 1。

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

无。

六、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系

在标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章。与相关的各种基础标准相衔接，遵循政策性和协调统一性的原则。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

标准在制定过程中，标准编制组收集调研了国内外相关信息资料，组织主要生产企业技术专家对标准内容的制定，进行了详细研讨，并达成统一制定方案。无重大分歧意见。

八、涉及专利的有关说明

未涉及专利。

九、贯彻标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会秘书处及时组织标准宣贯、培训。

十、其他应予说明的事项

无。

参考文献

- [1] 饲料添加剂品种目录（农业部公告 2013 年第 2045 号发布、2014 年 2134 号、2017 年 2634 号、2018 年第 53 号修订）
- [2] GB5009.74-2014《食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验》
- [3] 《中国药典》（ChP 2020 年版）：0821 重金属检查法
- [4] 《美国药典》（USP 40-NF35）：<231> HEAVY METALS
- [5] 《日本药典》（JP 17 版）：1.07 Heavy Metals Limit Test
- [6] 《日本食品添加剂物公定书》（第 9 版，2018 年）：Heavy Metals Limit Test

附件：1. 定向征求意见处理汇总表

2. 预审专家签字表

**3. 农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》
（预审稿）审查意见**

附件 1：定向征求意见处理汇总表

定向征求意见处理汇总表

标准名称：饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法 共 16 页

标准项目承担单位：上海市兽药饲料检测所

承办人：张浩然、商军 电话：15821871004、13501871591

填写日期：2021 年 12 月 8~10 日

序号	标准章条 编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	备注
1	标题	建议改为： 饲料添加剂中重金属的限 量测定 比浊法	陕西省畜牧技 术推广总站	不采纳（项目立项名称 为《饲料添加剂中重金 属限量试验 比浊法》）	
2	首页	比浊法建议改为比色法，比 色一般比较溶液颜色的深 浅，而比浊一般比较溶液 的澄清度，该标准更偏于比 色。	重庆市兽药饲 料检测所	不采纳（项目立项名称 为《饲料添加剂中重金 属限量试验 比浊法》）	
3	前言	建议：在“本文件主要起草 人：”后另一行增加“本文 本首次发布。”	黑龙江省农产 品和兽药饲料 技术鉴定站	不采纳（首次颁布的标 准不需要描述）	
4	警示	建议改为： 警示——本文件中所用的 盐酸具有腐蚀性，硝酸具有 腐蚀性和氧化性，操作不当	陕西省畜牧技 术推广总站	不采纳（标准文件中的 警示描述为规范描述）	

		或保护措施不到位可能会导致各种风险，操作者应采取必要的安全防护措施。			
5		本文件中硫代乙酰胺法适用于能直接溶解水、稀酸和乙醇等极性有机溶剂和经灼烧处理的饲料添加剂，而硫化钠法只适用于能溶于碱性溶液的饲料添加剂。	中国农科院质标所	采纳	
6	1	建议适用范围不宜写得太细，建议删除 “本文件中硫代乙酰胺比浊法中直接溶解法适用于溶于水、稀酸或有机溶剂（如乙醇）的饲料添加剂；灼烧后处理法适用于难溶或不溶于水、稀酸或有机溶剂（如乙醇）的饲料添加剂，或受某些因素（如自身有颜色的饲料添加剂、饲料添加剂中的重金属不呈游离状态或重金属离子与饲料添加剂形成配位化合物等）干扰不适宜采用直接溶解法检查的饲料添加剂。 本文件中硫化钠比浊法中碱直接溶解法适用于能溶于碱而不溶于稀酸或在稀	四川威尔检测技术股份有限公司	部分采纳（方法的适用情况的描述放入第 1 章描述，有助于使用者对标准的理解和使用）	

		酸中即生成沉淀的饲料添加剂；灼烧后处理法适用于难溶或不溶于稀酸或在稀酸中即生成沉淀的饲料添加剂，或受某些因素（如自身有颜色的饲料添加剂、饲料添加剂中的重金属不呈游离状态或重金属离子与饲料添加剂形成配位化合物等）干扰的饲料添加剂。” 这部分内容在试验步骤中具体规定，操作性更强			
7		饲料添加剂的溶解现象特别复杂，很难说清，说不清就简单概括分类。 建议改为： 本文件规定了饲料添加剂中重金属（以铅计）比浊法限量测定方法。 本文件适用于饲料添加剂中重金属（以铅计）限量的测定。 本文件硫代乙酰胺比浊法中的直接溶解法适用于溶于水、稀酸或有机溶剂的饲料添加剂；灼烧后处理法适用于难溶或不溶于水、稀酸或有机溶剂的饲料添加剂，	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	

		或受试样中其他因素影响或干扰不适宜用水、稀酸或有机溶剂直接溶解的饲料添加剂。硫化钠比浊法中碱直接溶解法适用于溶于碱而不溶于稀酸或在稀酸中发生沉淀反应的饲料添加剂；灼烧后处理法适用于难溶或不溶于稀酸、稀碱，或在稀酸、稀碱中发生沉淀反应的饲料添加剂，或受试样中其他因素影响或干扰不适宜用稀酸、稀碱直接溶解的饲料添加剂。			
8		建议“本文件适用于饲料添加剂中重金属限量的测定。”改为“本文件适用于饲料添加剂中重金属的限量试验。”。	农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（宁波）	采纳	
9		“直接溶解法检查的饲料添加剂”改为“直接溶解法测定的饲料添加剂”	中国农业大学	采纳	
10		建议将“灼烧后处理法”改为“灼烧法”，更简洁明了。	山东省畜产品质量安全中心	采纳	
11		建议修改为“本文件规定了饲料添加剂中重金属限量试验的比浊方法。”	农业农村部饲料质检中心（成都）	采纳	

12		建议把“比浊方法”改为“目视比浊方法”：规定硫化钠灼烧后处理法意义不大	湖北省兽药监察所	不采纳（由于饲料添加剂的品种多，加入硫化钠灼烧后处理法，使标准能适用于多数的饲料添加剂）	
13	4	商品化试剂，不用标明分子式。	山东省畜产品质量安全中心	采纳	
14		1)“试剂或材料”修改为“试剂和材料” 2) 建议在“试剂或材料”项中加入标准对照品信息（CAS 号）	中国农业科学院饲料研究所	采纳	
15		应增加“抗坏血酸”。因在“7.1.2.1.2”中提及使用抗坏血酸。	河南省兽药饲料监察所	采纳	
16		1) 仅用于配制溶液的的分析纯试剂（4.5~4.9）无需单独列出；2) 7mol/L 应取 58mL 的盐酸加水至 100mL。	中国农科院质标所	采纳	
17	4.2	没有特殊情况（如带结晶水的），建议删除化合物的分子式。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
18	4.3	建议：“HN03”修改为“HN03” 理由：分子式标注不规范。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
19		硝酸的化学式中的数字应 为下标	北京市饲料监察所		

20		硝酸 (HNO_3), 3 下标。	云南省兽药饲料检测所		
21		数字 3 应是下标	浙江省兽药饲料监察所		
22		建议给出质量分数。	农业农村部饲料质检中心 (成都)		
23		没有特殊情况 (如带结晶水的), 建议删除化合物的分子式。	陕西省畜牧技术推广总站		
24	4.4	根据 GB/T20001.4-2015 中 6.6.5 要求, “不应列出仅在制备某试剂和/或材料过程中所使用的试剂和/或材料”, 建议删除, 包括 4.4-4.9	辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院	采纳	
25		没有特殊情况 (如带结晶水的), 建议删除化合物的分子式。	陕西省畜牧技术推广总站		
26	4.5	硫代乙酰胺 (CH_2CSNH_2), 应为 CH_3CSNH_2	云南省兽药饲料检测所	采纳	
27		没有特殊情况 (如带结晶水的), 建议删除化合物的分子式。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
28	4.6-4.8	没有特殊情况 (如带结晶水的), 建议删除化合物的分子式。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	

29	4.9	酚酞 (C ₂₀ H ₁₄ O ₄)，应为 C ₂₀ H ₁₄ O ₄	云南省兽药饲料检测所	采纳	
30		没有特殊情况 (如带结晶水的)，建议删除化合物的分子式。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
31	4.10	建议：“ [Pb (NO ₃) ₂]”修改为： [Pb (NO ₃) ₂] 理由：分子式标注不规范。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
32		硝酸铅 [Pb (NO ₃) ₂] 应为 Pb (NO ₃) ₂	云南省兽药饲料检测所		
33		数字 3 应是下标	浙江省兽药饲料监察所		
34		建议修改为 “纯度不低于 99.99%或具有标准物质证书的标准物质”	农业农村部饲料质检中心 (成都)	采纳	
35		硝酸铅是用来配制铅标准溶液吗？如果是，建议和 4.11 合并，改为“铅标准溶液 (1000 mg/L)”，列出配制方法，或购买有证标准溶液。	四川威尔检测技术股份有限公司	采纳	
36		建议合并 4.10 和 4.11 改为： 铅标准物质：硝酸铅 [Pb (NO ₃) ₂]，基准，或纯度大于 99 %。或者购置市售有证铅标准溶液 (1000 mg/L)。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	

37	4. 11	应对铅标准溶液的纯度、证书等要钱详细化	北京市饲料监察所	采纳	
38	4. 12-4. 14	氢氧化钠需要临用现配吗？ 建议改为： 称取 4.3 g 氢氧化钠(4.7)，加水溶解并稀释至 100 mL，混匀。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
39	4. 15	增加临用现配，因为氨溶液中氨易挥发。	重庆市兽药饲料检测所	采纳	
40		氢氧化钠需要临用现配吗？ 建议改为： 称取 4.3 g 氢氧化钠(4.7)，加水溶解并稀释至 100 mL，混匀。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
41	4. 16	建议：在 4.12 前列出甘油、蔗糖、葡萄糖 3 种试剂。 理由：在 4.16 和 4.21 中使用到了上述 3 种试剂，但是前面试剂中未列出。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
42		其中甘油在试剂中未有规定。	安徽省畜牧技术推广总站	采纳	
43		所用的甘油未列入试剂。	湖北省兽药监察所	采纳	
44		混合液可指明是什么混合液，使内容更加清晰。	重庆市兽药饲料检测所	采纳	

45		氢氧化钠需要临用现配吗? 建议改为: 称取 4.3 g 氢氧化钠 (4.7), 加水溶解并稀释至 100 mL, 混匀。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
46		有效期的确定应该在编制说明中阐述	中国农业大学	采纳	
47	4.17	浓度参与计算称样要准确, 冷藏要有范围。 建议改为: 准确称取 4g(准确至 0.0001 g) 硫代乙酰胺于 100 mL 容量瓶中, 加水溶解并稀释定容, 混匀。于 0~4℃保存, 有效期为 1 个月。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
48		建议删除“临用前”	农业农村部饲料质检中心(成都)	采纳	
49	4.18	水浴上改为水浴中, 不到 100℃的水浴上加热, 很难达到加热效果	浙江省兽药饲料监察所	采纳	
50		不分段 建议改为: 移取混合液 (4.16) 5mL, 准确加入 1 mL 硫代乙酰胺储备溶液(4.17), 置 98℃~	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	

		100℃水浴上加热 20 秒, 取下, 冷却。临用现配。			
51	4. 20	建议修改为“乙酸铵缓冲液: 取乙酸铵 25 g, 用水 25 mL 溶解后, 加 7 mol/L 盐酸溶液 (4. 13) 38 mL,”	农业农村部饲料质检中心 (成都)	采纳	
52		“加 7 mol/L 盐酸溶液 (5. 13) 38 mL,” 建议改为“加 7 mol/L 盐酸溶液 (4. 13) 38 mL,” .	辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院	采纳	
53		7 mol/L 盐酸溶液 (5. 13), 应为 7 mol/L 盐酸溶液 (4. 13)	浙江省兽药饲料监察所	采纳	
54		“加 7 mol/L 盐酸溶液 (5. 13) 38 mL” 应为“加 7 mol/L 盐酸溶液 (4. 13) 38 mL”	福建省农产品质量安全检验检测中心	采纳	
55		建议改为: 乙酸盐缓冲液 (pH 3.5): 称取 25 g 乙酸铵 (4. 8), 加入 25 mL 水溶解, 加入 7 mol/L 盐酸溶液 (5. 13) 38 mL, 混匀。用 2 mol/L 盐酸溶液 (4. 14) 或 5 mol/L 氨溶液 (4. 15) 准确调节 pH 值至 3.5, 再水稀释至 100 mL, 混匀。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	

56	4. 21	建议：在 4. 12 前列出甘油、蔗糖、葡萄糖 3 种试剂。 理由：在 4. 16 和 4. 21 中使用到了上述 3 种试剂，但是前面试剂中未列出。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
57		蔗糖或葡萄糖在试剂中未有规定	安徽省畜牧技术推广总站	采纳	
58		所用的蔗糖或葡萄糖未列入试剂。	湖北省兽药监察所	采纳	
59		建议改为： 乙酸盐缓冲液（pH 3.5）：称取 25 g 乙酸铵（4.8），加入 25 mL 水溶解，加入 7 mol/L 盐酸溶液（5.13）38 mL，混匀。用 2 mol/L 盐酸溶液（4.14）或 5 mol/L 氨溶液（4.15）准确调节 pH 值至 3.5，再水稀释至 100 mL，混匀。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
60	4. 22	所用的乙醇未列入试剂。	湖北省兽药监察所	采纳	
61		建议改为： 乙酸盐缓冲液（pH 3.5）：称取 25 g 乙酸铵（4.8），加入 25 mL 水溶解，加入 7 mol/L 盐酸溶液（5.13）38 mL，混匀。用 2 mol/L 盐酸	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	

		溶液 (4.14) 或 5 mol/L 氨溶液 (4.15) 准确调节 pH 值至 3.5, 再水稀释至 100 mL, 混匀。			
62	4.23	“称取在 105℃干燥至恒重的硝酸铅”建议“称取在 105℃干燥至恒重 (连续两次干燥后称重的差异在 0.3mg 以下) 的硝酸铅”	辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院	采纳	
63		有效期的确定应该在编制说明中阐述	中国农业大学	采纳	
64		铅标准贮备溶液 (100 µg/mL)	中国兽医药品监察所	采纳	
65	4.24	建议修改为“铅标准工作溶液。临用现配。”	农业农村部饲料质检中心 (成都)	采纳	
66	5	建议修改为“用水反复冲洗干净”	农业农村部饲料质检中心 (成都)	采纳	
67		所用玻璃仪器均需以硝酸 (1+4) 浸泡 24 h 以上, 用水反复冲洗, 最后用水冲洗干净。建议 5 “用水反复冲洗”修改为“用自来水反复冲洗”。理由: 以示区别。	湖南省兽药饲料监察所	不采纳 (用自来水反复冲洗会造成污染)	
68		在悬置段中“硝酸 (1+4)”	河南省兽药饲	采纳	

		所指不明确。	料监察所		
69		注释中的硝酸（1+4）应准确标示为体积	北京市饲料监察所	采纳	
70		注：硝酸（1+4）可改为硝酸水溶液（1+4）。	重庆市兽药饲料检测所	采纳	
71		注：硝酸（1+4）配制方法？	安徽省畜牧技术推广总站	采纳	
72	5.1	“质量好”“一定量”这种不定量描述，实操中无法掌握，应尽可能地具有可操作性。	山东省畜产品质量安全中心	采纳	
73		建议将规格无关的描述语句去掉。	江苏省畜产品质量检验测试中心	采纳	
74		建议修改为“纳氏比色管：25 mL，外表面应无划痕，色泽一致，管内径和刻度线高度均匀一致。”	农业农村部饲料质检中心（成都）	采纳	
75		建议删除“选择外表面无划痕，色泽一致，无瑕疵，管的内径和刻度线的高度均匀一致的质量好的玻璃比色管。”直接用“25ml 纳氏比色管”。 理由：简单明了。	湖南省兽药饲料监察所	采纳	
76		比色用纳氏比色管主要应无色且内壁不能划伤，建议	辽宁省农产品及兽药饲料产	采纳	

		再加入“无色（尤其管底），洗涤时避免划伤内壁”	品检验检测院		
77		建议改为： 25 mL 纳氏比色管。	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
78		分析天平的感量不能满足 7.1.2.1.2 的称样称量精度要求。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
79	5.2	“分析天平：感量 0.1 mg”，由于需要称量标准物质硝酸铅，建议改成“分析天平：感量 0.01 mg”。	福建省农产品质量安全检验检测中心	采纳	
80	6	1) “样品”建议应改为“试样的制备” 2) 建议加上“(以干重计)”	中国农业科学院饲料研究所	不采纳（为格式要求）	
81		建议将“灼烧后处理法”改为“灼烧法”，更简洁明了。	山东省畜产品质量安全中心	采纳	
82	7	1) 测定使用的标准品为铅，是否适用于其他的重金属沉淀？有没有相关验证？有的话可附带数据 2) 硫酸铜、碘酸盐等具有强氧化性的饲料添加剂，是否适用？有没有相关验证数据？有的话可附带数据	新希望六和股份有限公司	采纳	
83		判定中“浅于”和“不深于”的表述应该统一	中国农业大学	采纳	
84		删除	陕西省畜牧技	采纳	

			术推广总站		
85	7.1	建议改为： 7. 硫代乙酰胺比浊法	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
86		建议将前处理和比浊测定分开阐述： 7.1.2 试验步骤； 7.1.2.1 试样溶解处理； 7.1.2.1.1 直接溶解法：将能溶解于水、稀酸或乙醇等极性溶剂的试样，但不包括自身有颜色或重金属离子被络合的产品； 7.1.2.1.2 灼烧酸溶法 将 7.1.2.1.1 以外的产品。7.1.3 测定与判定。7.2 同样处理。	中国农科院质标所	采纳	
87		7.1 中应将灼烧改为“灼烧”，因为灼烧是样品要加硫酸，且灼烧的温度较高一般达 600℃~700℃，乃至更高,GB/T6438 一般在 550℃，不超过 600℃。	中国农科院质标所	采纳	
88	7.1.1	建议改为： 7.1 原理	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
89		若直接溶解和灼烧后处理法的反应式一致，建议将“(直接溶解法、灼烧后处理法)”删除。	江苏省畜产品质量检验测试中心	不采纳（反应一致，处理方法不同）	

90		“利用重金属离子与硫代乙酰胺显色剂反应生成不溶性的重金属硫化物微粒”后，建议增加“进行目视比色”	云南省兽药饲料检测所	采纳	
91		“利用重金属离子与硫代乙酰胺显色剂反应生成不溶性的重金属硫化物微粒”难以将两个反应式描述清楚。	农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（宁波）	不采纳（硫代乙酰胺比浊法的原理可以用两个反应式描述清楚）	
92	7.1.2	建议改为： 7.2 试验步骤	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
93	7.1.2.1	“实验步骤”建议改为“分析步骤”	中国农业科学院饲料研究所	采纳	
94		建议改为： 7.2.1 直接溶解处理法 以下步骤排序	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
95	7.1.2.1.1	建议删除“同时按顺序加入试剂，试剂加入量、操作条件等应一致”。 理由：下面接着有具体步骤。	湖南省兽药饲料监察所	不采纳（不易于使用者操作）	
96	7.1.2.1.2	“称取试样适量，准确至0.0001 g，置乙管中，加水或溶解试样的溶剂适量使溶解”一句中，看不到“溶	山东省畜产品质量安全中心	采纳	

		解试样的溶剂”是指哪些试剂？且该段中还有四处“溶解试样的溶剂”，以及“配制试样溶液的试剂”请尽量描述清楚溶剂的种类和浓度。			
97		建议：“直到溶液刚显微粉红色，再加 pH3.5 的乙酸盐缓冲液（4.20）2 mL”中 pH 与 3.5 之间空半个中文字符。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
98		称取试样适量建议制定一个称样量范围。 取配制试样溶液的试剂建议详细标注标准中已出现的标号。 理由：清晰明了，便于操作。	湖南省兽药饲料监察所	不采纳（称量应根据重金属限量确定，已在附录 A 中描述）	
99		在附录 A.2 中给出了铅标准使用溶液的体积范围，因此建议在 7.1.2.1.2 中明确铅标准使用溶液的具体使用量和试样的称样量。	河南省兽药饲料监察所	不采纳（铅标准使用溶液的具体使用量和试样的称样量已在附录 A 中描述）	
100		“加 pH 3.5 的乙酸盐缓冲液（4.20）2 mL”，2ml 是否能满足？是否需要增加一定量？	云南省兽药饲料检测所	不采纳（2 ml 能满足）	
101		... 铅标准使用溶液移取样	中国兽医药品	采纳	

		量的计算见附录 A...。	监察所		
102		溶解试样的溶剂应指明在 4（试剂与材料）中。	重庆市兽药饲料检测所	采纳	
103		改为“样品取样量和铅标准使用溶液取样量的计算见附录 A 的 A.1 和 A.2”。	湖北省兽药监察所	不采纳（样品取样量是根据根据重金属限量来确定）	
104	7.1.2.2.1	不浅于可改为相当或深于，便于理解。	重庆市兽药饲料检测所	采纳	
105	7.1.3	建议改为： 7.2.2 灼烧后处理法 以下步骤按先后排序	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
106		建议引用“GB/T 13080-2018 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法”的灰化步骤，防止铅等重金属的损失。	上海海关动植物与食品检验检疫技术中心	不采纳（各国药典及日本食品添加剂公定书（第 9 版）重金属的灰化测定温度均为 500℃~600℃）	
107	7.1.3.1.1	称取试样适量建议制定一个称样量范围。 取配制试样溶液的试剂建议详细标注标准中已出现的标号。 理由：清晰明了，便于操作。	湖南省兽药饲料监察所	采纳	
108		建议删除“同时按顺序加入试剂，试剂加入量、操作条件等应一致”。 理由：下面接着有具体步骤。	湖南省兽药饲料监察所	不采纳（不易于使用者操作）	

109	7.1.3.1.2	1) “质量好”“一定量”这种不定量描述,实操中无法掌握,应尽可能地具有可操作性。 2) “称取试样适量,准确至0.0001 g,置乙管中,加水或溶解试样的溶剂适量使溶解”一句中,看不到“溶解试样的溶剂”是指哪些试剂?且该段中还有四处“溶解试样的溶剂”,以及“配制试样溶液的试剂”请尽量描述清楚溶剂的种类和浓度。	山东省畜产品质量安全中心	采纳	
110		边加边搅拌,直到溶液刚显微粉红色。建议标准编制说明中增加以硫酸铜为代表的方法验证。 理由:硫酸铜等灼烧后残渣着色的影响。	湖南省兽药饲料监察所	采纳	
111		①、在“加硝酸(5.4)1 mL~2 mL”前,建议增加“加水润湿后,缓慢加入”,避免有些添加剂激烈反应,有外溢或外溅现象,如石粉。 ②、“加硝酸(5.4)1 mL~	云南省兽药饲料检测所	采纳	

		2 mL”，前后不一致，“5.4”在前面是高温炉，若检测碳酸钙这类物质，1 mL~2 mL 稀酸可能会溶解不完全。			
112		加硝酸（5.4）1 mL~2 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸（5.2）2 mL。。。中试剂后编号不对	安徽省畜牧技术推广总站	采纳	
113		... 加硝酸（5.4.3?）1 mL~2 mL，蒸干至...，加盐酸（45.2?）2 mL，置...。... 铅标准使用溶液移取样量的计算见附录 A...。	中国兽医药品监察所	采纳	
114		硝酸（5.4）应为硝酸（4.3）；盐酸（5.2）应为盐酸（4.2）	浙江省兽药饲料监察所	采纳	
115		“加盐酸（5.2）2 mL”应为“加盐酸（4.2）2 mL”	福建省农产品质量安全检验检测中心	采纳	
116	7.2	硫化钠比浊法和硫代乙酰胺比浊法在原理上相同，建议整合与 7.1 整合起来撰写。	河南省兽药饲料监察所	不采纳（为两个比浊方法，整合不利于使用者操作）	
117		建议改为： 8. 硫化钠比浊法 以下步骤按先后排序	陕西省畜牧技术推广总站	采纳	
118	7.2.1	“利用重金属离子与硫代乙酰胺显色剂反应生成不	云南省兽药饲料检测所	采纳	

		溶性的重金属硫化物微粒” 后，建议增加“进行目视比色”			
119	7.2.2.1	“实验步骤”建议改为“分析步骤”	中国农业科学院饲料研究所	采纳	
120	7.2.2.1.1	建议删除“同时按顺序加入试剂，试剂加入量、操作条件等应一致”。 理由：下面接着有具体步骤。	湖南省兽药饲料监察所	不采纳（不易于使用者操作）	
121	7.2.2.1.2	称取试样适量建议制定一个称样量范围。 取配制试样溶液的试剂建议详细标注标准中已出现的标号。 理由：清晰明了，便于操作。	湖南省兽药饲料监察所	采纳	
122		“在甲、乙两管中分别加硫化钠溶液（4.19）5滴”中的“硫化钠溶液5滴”，改为“硫化钠溶液0.25ml”。 理由是滴有大小，建议定量。	上海国龙生物科技有限公司	不采纳（不易于使用者操作）	
123		...铅标准使用溶液移取样量的计算见附录A...。	中国兽医药品监察所	采纳	
124	7.2.2.2	建议增加“注：不能在有色灯光下比较颜色”	云南省兽药饲料检测所	不采纳（“...在有色灯光下...”的描述不明确）	
125	7.2.3.1.1	建议删除“同时按顺序加入	湖南省兽药饲	不采纳（不易于使用者	

		试剂，试剂加入量、操作条件等应一致”。 理由：下面接着有具体步骤。	料监察所	操作)	
126	7.2.3.1.2	建议：“直到溶液刚显微粉红色，再加 pH3.5 的乙酸盐缓冲液 (4.20) 2 mL”中 pH 与 3.5 之间空半个中文字符。	黑龙江省农产品和兽药饲料技术鉴定站	采纳	
127		称取试样适量建议制定一个称样量范围。 取配制试样溶液的试剂建议详细标注标准中已出现的标号。 理由：清晰明了，便于操作。	湖南省兽药饲料监察所	采纳	
128		硝酸 (5.4) 应为硝酸 (4.3)	浙江省兽药饲料监察所	采纳	
129		在甲、乙管中分别硫化钠溶液 (4.19) 各 5 滴。应为在甲、乙管中分别滴加硫化钠溶液 (4.19) 各 5 滴	浙江省兽药饲料监察所	采纳	
130		“在甲、乙两管中分别加硫化钠溶液 (4.19) 5 滴”中的“硫化钠溶液 5 滴”，改为“硫化钠溶液 0.25ml”。 理由是滴有大小，建议定量。	上海国龙生物科技有限公司	不采纳 (不易于使用者操作)	

131		“在甲、乙管中分别硫化钠溶液(4.19)”，“分别加”	中国农业大学	采纳	
132		... 铅标准使用溶液移取样量的计算见附录 A...	中国兽医药品监察所	采纳	
133		“资料性”改为“规范性”	上海海关动植物与食品检验检疫技术中心	采纳	
134	附录 A	称样量应明确称取 1.0g 或 1.00g，准确至 0.0001g 不是非必要。计算限量的时候并不关心实际称样精确到多少位。	浙江省兽药饲料监察所	不采纳（已在附录 A 中描述）	
135		A. 2 铅标准使用溶液移取量以体积 V 计，....	中国兽医药品监察所	采纳	
136		重金属限量应该不是通过铅标准溶液质量浓度和使用体积计算出来的？建议仅保留铅标准使用溶液移取量的计算即可。	农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（宁波）	不采纳（重金属限量的计算需要铅标准工作溶液取样移取量个）	
137	标准文本	建议调整标准结构：1 范围；2 规范性引用文件；3 术语和定义；4 硫代乙酰胺比浊法；5 碱直接溶解处理法 4 和 5 再分别按照原理、试剂或材料、仪器设备、样品、	四川威尔检测技术股份有限公司	不采纳（不利用使用者规范使用标准文件）	

		试验步骤、试验数据处理、 精密度表述			
138		按照 GB/T 1.1-2020、GB/T 20001.4-2015 进一步规范。	农业农村部饲料质检中心 (成都)	采纳	
139		建议正文格式按照按照 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 规定做适当修改	中国农业科学 院饲料研究所	采纳	
140		标准里面的比浊法均应为 比色法，因为该方法是加显 色剂后比较溶液的颜色而 不是浑浊度	湖北新生源生 物工程有限公 司	不采纳（比较试样溶液 和标准铅溶液生成的重 金属硫化物微粒均匀混 悬在溶液中所呈现的颜 色深浅，故为比浊法）	
141		某些矿物元素类添加剂如 硫酸锌等自身可与显色剂 生成不溶性硫化物，应加入 掩蔽剂以避免干扰。请在正 文及编制说明中补充。	辽宁省农产品 及兽药饲料产 品检验检测院	采纳	
142	编制说明 3.2.3	编制说明 3.3 中饲料添加剂 归为 11 个种类，但在 3.2.3 中仅取了 3 种饲料添加剂进 行添加试验，难以代表所有 饲料添加剂。	农业农村部农 产品质量安全 监督检验检测 中心（宁波）	不采纳（该标准并不是 适用于《饲料添加剂品 种目录》中所有饲料添 加剂，而是适用于多数 饲料添加）	
143	编制说明 表 7-表 17	比浊结果：不过百万分之十 和 <10 mg/kg 表述不一致，	浙江省兽药饲 料监察所	采纳	

		建议改为小于百万分之十。			
144	编制说明	里面的比浊法均应为比色法，因为该方法是加显色剂后比较溶液的颜色而不是浑浊度	湖北新生源生物工程有限公司	不采纳（比浊法是规范用法）	
145	编制说明	重金属在灰化过程中易损失，如“GB/T 13082-91 饲料中镉的测定方法”和“GB5009.74-2014 食品安全国家标准 食品添加剂中重金属限量试验”规定的灰化温度均为 500℃，建议在编制说明中对常见重金属在灰化过程的损失进行试验，并确定最佳温度和时间。	上海海关动植物与食品检验检疫技术中心	采纳	
146	编制说明	建议增加同时适用于直接溶解和灼烧前处理的饲料添加剂结果一致性的试验数据。	上海海关动植物与食品检验检疫技术中心	采纳	
147	编制说明	该方法是否适合硫酸锌、丙酸锌等饲料添加剂？	河南省兽药饲料监察所	采纳	

附件 2：预审专家签字表

农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》

预审专家签字表

2023 年 4 月 20 日

序号	姓 名	职务/职称	所在单位	联系方式	签 字
1	李俊玲	研究员	山东省畜产品质量安全中心	13805313306	李俊玲
2	杨秀玉	研究员	中国兽医药品监察所	13241400912	杨秀玉
3	程林丽	副教授	中国农业大学	13520870966	程林丽
4	李 宏	研究员	陕西省畜牧技术推广总站	13572219615	李宏
5	吴银良	正高级工程师	农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（宁波）	13175177967	吴银良
6	张凤枰	教授级高工	四川威尔检测技术股份有限公司	18908078695	张凤枰
7	耿士伟	研究员	江苏省畜产品质量检验检测中心	13951886106	耿士伟
8	张育润	高工	国家标准技术审评中心	18610999798	张育润

附件 3: 农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》(预
审稿) 审查意见

农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法》(预
审稿)

审查意见

2023 年 4 月 20 日, 上海市兽药饲料检测所组织专家对上海市兽药饲料检测所、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所起草的农业行业标准《饲料添加剂中重金属限量试验比浊法》(预审稿) 进行了认真审查。专家组由杨秀玉、李俊玲、程林丽、李宏、吴银良、张凤枰、耿士伟、张育润组成。在听取起草专家汇报的基础上, 专家组审查了标准文本及编制说明, 提出如下修改意见:

1.第 1 章中增加“本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验”的表述。

2.删除 7.1、8.1 的反应式。

3.增加附录 B(资料性)“饲料添加剂中重金属限量试验方法的实例”。

4.按照 GB/T 1.1、GB/T 20001.4 的要求规范标准文本及编制说明。

与会专家一致同意标准起草单位按照上述意见修改形成公开征求意见稿, 报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处。

组长: (签字) 

2023 年 4 月 20 日

预审意见处理汇总表

标准名称：饲料添加剂中重金属限量试验比浊法

共 6 页

标准项目承担单位：上海市兽药饲料检测所、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所

2023 年 4 月 20 日填写

序号	文件章节编号	意见内容	提出单位	处理意见及理由	备注
1	1	1) 更改为“本文件硫代乙酰胺比浊法中直接溶解法适用于溶于水、稀酸或有机溶剂的饲料添加剂，灼烧法适用于其他饲料添加剂；硫化钠比浊法中直接溶解法适用于溶于碱而不溶于稀酸或在稀酸中即生成沉淀的饲料添加剂，灼烧法适用于其他饲料添加剂。”； 2) 增加“本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验。”。	专家组	采纳	
2	4	1) 4.5中的相关内容并入4.16，并删去4.5； 2) 4.16更改为“4.15 铅标准储备溶液（100 μg/mL）：称取在105℃干燥至恒重（连续两次干燥后称重的差异在0.3 mg以下）的硝酸铅（CAS：10099-74-8，纯度不	专家组	采纳	

2

		低于99.99%) 0.1599 g，准确至0.0001 g，置1000 mL容量瓶中，加硝酸5 mL与水50 mL溶解后，用水稀释至刻度，摇匀；或准确移取有证铅标准溶液（质量浓度为1000 mg/L 10 mL，置于100 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。室温下保存，有效期1个月”。			
3	5	“注意”相关内容调至5.6后，并更改为“注：所用玻璃器皿用20%硝酸溶液[V（HNO ₃ ）：V（H ₂ O）=1：5]浸泡24 h 以上，用水反复冲洗干净。”。	专家组	采纳	
4	6	更改为“按GB/T 20195制备试样，至少200 g。固体样品粉碎使其全部通过0.425 mm孔径的试验筛，充分混匀，装入磨口瓶中，备用”。	专家组	采纳	
5	7.1、8.1	删除“判断饲料添加剂中重金属的限量是否符合规定”，并删除反应式。	专家组	采纳	
6	7.2.1.1	更改为“取纳氏比色管三支，编号为甲管（标准管）、乙管（试样管）、丙管（监测管），测定时同步操作。”。	专家组	采纳	
7	7.2.1.2	1) 调整为“根据试样重金属限量要求，按附录 A 计算试样的称取量和铅标准工作溶液（4.16）的移取量。在甲管中，准确加入铅标准工作溶液（4.16）适量，加乙酸盐缓冲液（4.13）2 mL，摇匀，用水或溶解试样的溶剂稀释至 25 mL；在乙管中，加入称取的试样（准确至 0.001 g），加水或溶解试样的溶剂适量使溶解，加乙酸盐缓冲液（4.13）2 mL，摇匀，用水或溶解试样的溶剂稀释至 25 mL；在丙管中，加入与乙管相同质量的试样，	专家组	采纳	

3

		加水溶解试样的溶剂适量使溶解，加与甲管相同量的铅标准工作溶液（4.16）后，加乙酸盐缓冲液（4.13）2 mL，再用水或溶解试样的溶剂稀释至 25 mL（若乙管中试样溶液略带颜色，可在甲管中滴加少量的稀焦糖溶液（4.14），使之与乙管、丙管一致）。”； 2) 调整为“7.2.1.3 甲、乙、丙三管中分别加硫代乙酰胺溶液各 2 mL，摇匀，放置 5 min 后测定”。			
8	7.2.2	1) 调整为“7.2.2.1 甲、乙、丙三管同置白纸上，自上向下透视。丙管显色浅于甲管，试验无效，则按 7.3 重新试验”。 2) 调整为“7.2.2.2 在甲管中滴加稀焦糖溶液，仍不能使颜色一致时，则按 7.3 重新试验”。 3) 调整为“7.2.2.3 丙管显色不浅于甲管时，乙管与甲管比较，乙管显色不深于甲管，则判定样品中重金属符合限量规定”。	专家组	采纳	
9	7.3.1.1	更改为“取纳氏比色管二支，编号为甲管（标准管）、乙管（试样管），测定时同步操作”。	专家组	采纳	
10	7.3.1.2	1) 调整为“7.3.1.2 根据试样重金属限量要求，按附录 A 计算试样的称取量和铅标准工作溶液（4.16）的移取量。试样按 GB/T 6438 进行灼烧处理，冷却，加水润湿，缓慢加入加硝酸（4.3）1 mL~2 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸（4.2）2 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加酚酞乙醇溶液（4.17）1 滴，逐滴滴加氨溶液（4.8）至溶液刚显微粉红色，再加乙	专家组	采纳	

4

		酸盐缓冲液（4.13）2 mL，微热溶解，放冷，过滤至乙管中，用水稀释至 25 mL；取配制试样溶液的试剂，置瓷皿中蒸干后，加乙酸盐缓冲液（4.13）2 mL 与水 15 mL，微热溶解后，放冷，移至甲管中，准确加入铅标准工作溶液（4.16），用水稀释至 25 mL。”； 2) 调整为“7.3.1.3 甲、乙二管中分别加硫代乙酰胺溶液（4.11）各 2 mL，摇匀，放置 5min 后测定。”。			
11	7.3.2	1) 调整为“7.3.2.1 甲、乙二管同置白纸上，自上向下透视。”； 2) 调整为“7.3.2.2 乙管与甲管比较，乙管显色不深于甲管，则判定样品中重金属符合限量规定。”。	专家组	采纳	
12	8.2.1.1	调整为“取纳氏比色管二支，编号为甲管（标准管）、乙管（试样管），测定时同步操作。”。	专家组	采纳	
13	8.2.1.2	1) 调整为“8.2.1.2 根据试样重金属限量要求，按附录 A 的 A.1 称取试样适量，准确至 0.001g，置于乙管中，加氢氧化钠溶液（4.5）5 mL 使溶解，再用水稀释至 25 mL；按附录 A 的 A.2 准确加入铅标准工作溶液（4.16）适量，置甲管中，加氢氧化钠溶液（4.5）5 mL，再用水稀释至 25 mL。”； 2) 调整为“8.2.1.3 “甲、乙二管中分别加硫化钠溶液（4.12）5 滴，摇匀，放置 5 min 后测定。”。	专家组	采纳	
14	8.2.2	1) 调整为“8.2.2.1 甲、乙二管同置白纸上，自上向下透视。”； 2) 调整为“8.2.2.2 乙管与甲管比较，乙管显色不深于	专家组	采纳	

		甲管，则判定样品中重金属符合限量规定。”。			
15	8.3.1.1	调整为“取纳氏比色管二支，编号为甲管（标准管）、乙管（试样管），测定时同步操作。”。	专家组	采纳	
16	8.3.1.2	1) 调整为“8.3.1.2 根据试样重金属限量要求，按附录 A 计算试样的称取质量和铅标准工作溶液（4.16）的移取量。试样按 GB/T 6438 进行灼烧处理，取冷却后的残渣，加水润湿后，缓慢加入加硝酸（4.3）1 mL~2 mL，蒸干至氧化氮蒸气除尽后，放冷，加盐酸（4.2）2 mL，置水浴上蒸干后加水 15 mL，滴加酚酞乙醇溶液（4.17）1 滴，逐滴滴加氨溶液（4.8）至溶液刚显微粉红色，再加乙酸盐缓冲液（4.13）2 mL，微热溶解，放冷，过滤至乙管中，用水稀释至 25 mL；取配制试样溶液的试剂，置瓷皿中蒸干后，加乙酸盐缓冲液（4.13）2 mL 与水 15 mL，微热溶解后，放冷，移至甲管中，准确加入铅标准工作溶液（4.16）适量，用水稀释至 25 mL。”。 2) 调整为“8.3.1.3 甲、乙二管中分别加硫化钠溶液（4.12）5 滴，摇匀，放置 5 min 后测定。”	专家组	采纳	
17	8.3.2	1) 调整为“8.3.2.1 甲、乙二管同置白纸上，自上向下透视。”； 2) 调整为“8.3.2.2 乙管与甲管比较，乙管显色不深于甲管，则判定样品中重金属符合限量规定。”。	专家组	采纳	

6

18	附录 A	1) “试样称取质量”更改为“试样质量”； 2) “1000——换算系数”项放至最后。	专家组	采纳	
19	/	增加附录 B(资料性)“饲料添加剂中重金属限量试验方法的实例”。并在编制说明中补充相关内容。	专家组	采纳	
20	编制说明	将中国兽药典和英国药典的相关内容加入表 1 中，并在相关内容中增加表述。	专家组	采纳	
21	标准文本及编制说明	按照 GB/T 1.1-2020、GB/T 20001.4-2015 的要求规范。	专家组	采纳	

7

