

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 4689—2025

饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法

Limit test of heavy metals in feed additive—Turbidimetric method

2025-01-09 发布

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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：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。

本文件主要起草人：商军、张浩然、曹莹、田恺、黄土新、杨海锋、刘海燕、华贤辉、张亦菲、黄家莺、孙冰清、徐汀、姜芹、张妤、陶玉洁、方雅红。



饲料添加剂中重金属限量试验 比浊法

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,试验方法中的一些过程可能导致危险情况,操作者应采取适当的安全和防护措施。本文件并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本文件描述了饲料添加剂中重金属(以铅计)限量试验的硫代乙酰胺比浊法和硫化钠比浊法。

本文件适用于以下类别的饲料添加剂中重金属的限量试验:氨基酸、氨基酸盐及其类似物(L-赖氨酸硫酸盐及其发酵副产物除外);维生素及类维生素(氰钴胺除外);酶制剂;微生物;非蛋白氮;抗氧化剂;防腐剂、防霉剂和酸度调节剂;着色剂;调味和诱食物质;黏结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂(三氧化二铝、硅酸钙、硫酸钙、硬脂酸钙、二氧化硅除外);多糖和寡糖;其他(2019年第四次修订的《饲料添加剂品种目录》)。也适用于矿物元素类饲料添加剂中钾盐和钠盐的重金属的限量试验。本文件不适用于混合型饲料添加剂的重金属限量试验。

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 6438—2007 饲料中粗灰分的测定

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 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

4.1 水:水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。

4.2 盐酸:优级纯。

4.3 硝酸:优级纯。

4.4 氢氧化钠溶液:称取氢氧化钠 4.3 g,加 100 mL 水溶解,混匀。临用现配。

4.5 盐酸溶液(7 mol/L):量取盐酸(4.2)58 mL,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.6 盐酸溶液(2 mol/L):量取盐酸(4.2)18 mL,用水稀释至 100 mL,混匀。

4.7 氨溶液(5 mol/L):量取氨水 40 mL,用水稀释至 100 mL,混匀。临用现配。

4.8 混合溶液:量取氢氧化钠溶液(4.4)15 mL、水 5 mL 及甘油 20 mL,混匀。临用现配。

4.9 硫代乙酰胺储备溶液:称取硫代乙酰胺 4 g 于 100 mL 容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,混匀。于 2℃~8℃ 保存,有效期 1 个月。

4.10 硫代乙酰胺溶液:移取混合溶液(4.8)10.0 mL,加硫代乙酰胺储备溶液(4.9)2.0 mL,置沸水浴中加热 20 s,取出,冷却至室温。临用现配。

4.11 硫化钠溶液:称取硫化钠 1 g,加水溶解至 10 mL。临用现配。

4.12 乙酸盐缓冲液(pH 3.5):称取乙酸铵 25 g,加水 25 mL 溶解后,加盐酸溶液(4.5)38 mL,用盐酸溶液(4.6)或 5 mol/L 氨溶液(4.7)调节 pH 至 3.5(pH 计指示),再用水稀释至 100 mL,混匀。

4.13 稀焦糖溶液:称取蔗糖或葡萄糖约 5 g,置瓷坩埚中,在玻璃棒不断搅拌下,加热至呈棕色糊状,取下,放至室温,用水溶解成约 25 mL,过滤,储于滴瓶中备用。

4.14 铅标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):称取在 105 $^{\circ}\text{C}$ 条件下干燥至恒重(连续 2 次干燥后称重的差异在 0.3 mg 以下)的硝酸铅(CAS:10099-74-8,纯度不低于 99.99%)0.159 9 g,精确至 0.000 1 g,置于 1 000 mL 容量瓶中,加硝酸(4.3)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 1 000 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。

4.15 铅标准工作溶液(10 $\mu\text{g/mL}$):准确移取铅标准储备溶液(4.14)10 mL,置于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。临用现配。

4.16 酚酞乙醇溶液(0.01 g/mL):称取酚酞 1 g,加 100 mL 乙醇溶解,混匀。

5 仪器设备

5.1 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。

5.2 分析天平:精度分别为 0.001 g 和 0.000 1 g。

5.3 pH 计:精度为 0.01。

5.4 马弗炉:控温精度为 $\pm 20^{\circ}\text{C}$ 。

5.5 电热干燥箱:控温精度为 $\pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

5.6 可控温电热板:控温精度为 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

注:所用玻璃器皿用 20%硝酸溶液[$V_{(\text{HNO}_3)} : V_{(\text{H}_2\text{O})} = 1 : 4$]浸泡 24 h 以上,用水冲反复洗干净。

6 样品

按 GB/T 20195 的规定制备试样,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。

7 硫代乙酰胺比浊法

7.1 原理

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,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,进行目视比色。

7.2 样品处理

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。

7.3 直接溶解法

7.3.1 试验步骤

7.3.1.1 取纳氏比色管 3 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。

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(4.15)的移取量。在甲管中,准确加入铅标准工作溶液(4.15)适量,加乙酸盐缓冲液(4.12)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其溶解,加乙酸盐缓冲液(4.12)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,加水或溶解试样的溶剂适量使其溶解,加与甲管相同量的铅标准工作溶液(4.15)后,加乙酸盐缓冲液(4.12)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(4.13),使之与乙管、丙管一致]。

7.3.1.3 甲、乙、丙三管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.10)各 2 mL,摇匀,放置 5 min 后测定。实例见附录 B。

7.3.2 结果与判定

7.3.2.1 甲、乙、丙三管同置白纸上,自上向下透视。若丙管显色浅于甲管,则试验无效,需按 7.4 重新试验。

7.3.2.2 在甲管中滴加稀焦糖溶液(4.13),仍不能使颜色一致时,则按 7.4 重新试验。

7.3.2.3 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。

7.4 灼烧法

7.4.1 试验步骤

7.4.1.1 取纳氏比色管 2 支,编号为甲管(标准管)、乙管(试样管),测定时同步操作。

7.4.1.2 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(4.15)的移取量。试样按 GB/T 6438—2007 中第 7 章的规定进行灼烧处理,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(4.16)1 滴,逐滴滴加氨溶液(4.7)至溶液刚显微粉红色,再加乙酸盐缓冲液(4.12)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(4.12)2 mL 与水 15 mL,微热溶解,放冷,移至甲管中,准确加入铅标准工作溶液(4.15)适量,用水稀释至 25 mL。

7.4.1.3 甲、乙二管中分别加硫代乙酰胺溶液(4.10)各 2 mL,摇匀,放置 5 min 后测定。实例见附录 B。

7.4.2 结果与判定

7.4.2.1 甲、乙二管同置白纸上,自上向下透视。

7.4.2.2 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。

8 硫化钠比浊法

8.1 原理

利用重金属离子与硫化钠显色剂反应生成不溶性的重金属硫化物微粒,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,进行目视比色。

8.2 样品处理

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。

8.3 直接溶解法

8.3.1 试验步骤

8.3.1.1 取纳氏比色管 2 支,编号为甲管(标准管)、乙管(试样管),测定时同步操作。

8.3.1.2 根据试样重金属限量要求,按 A.1 计算试样的称取质量,准确至 0.001 g,置于乙管中,加氢氧化钠溶液(4.4)5 mL 使其溶解,再用水稀释至 25 mL;按 A.2 准确加入铅标准工作溶液(4.15)适量,置甲管中,加氢氧化钠溶液(4.4)5 mL,再用水稀释至 25 mL。

8.3.1.3 甲、乙二管中分别加硫化钠溶液(4.11)5 滴,摇匀,放置 5 min 后测定。实例见附录 B。

8.3.2 结果与判定

8.3.2.1 甲、乙二管同置白纸上,自上向下透视。

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。

8.4 灼烧法

8.4.1 试验步骤

8.4.1.1 取纳氏比色管 2 支,编号为甲管(标准管)、乙管(试样管),测定时同步操作。

8.4.1.2 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(4.15)的移取量。试样按 GB/T 6438—2007 中第 7 章的规定进行灼烧处理,冷却,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(4.16)1 滴, 逐滴滴加氨溶液(4.7)至溶液刚显微粉红色, 再加乙酸盐缓冲液(4.12)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(4.12)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(4.15)适量, 用水稀释至 25 mL。

8.4.1.3 甲、乙二管中分别加硫化钠溶液(4.11)5 滴, 摇匀, 放置 5 min 后测定。实例见附录 B。

8.4.2 结果与判定

8.4.2.1 甲、乙二管同置白纸上, 自上向下透视。

8.4.2.2 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。

附 录 A

(规范性)

试样质量和铅标准工作溶液移取量的计算

A.1 试样质量的计算

试样质量以质量 m 计,数值以克(g)表示,按公式(A.1)计算。

$$m = \frac{V \times \rho \times 1\,000}{w \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V —— 铅标准工作溶液取用体积的数值,单位为毫升(mL);

ρ —— 铅标准工作溶液质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

w —— 重金属限量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

1 000 —— 换算系数。

示例:

试验时,重金属限量为 ≤ 20 mg/kg,移取铅标准工作溶液($10 \mu\text{g/mL}$)为 2.00 mL,称取试样质量准确至 0.001 g,按公式(A.1)计算为:

$$m = \frac{2.00 \times 10 \times 1\,000}{20 \times 1\,000} = 1 \text{ g}$$

A.2 铅标准工作溶液移取量的计算

为便于目视比较,铅标准工作溶液($10 \mu\text{g/mL}$)的移取量宜为 1.00 mL~3.00 mL。

铅标准工作溶液移取量以体积 V 计,数值以毫升(mL)表示,按公式(A.2)计算。

$$V = \frac{w \times m \times 1\,000}{\rho \times 1\,000} \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

w —— 重金属限量的数值,单位为毫克每千克(mg/kg);

m —— 试样质量的数值,单位为克(g);

ρ —— 铅标准工作溶液质量浓度的数值,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

1 000 —— 换算系数。

示例:

试验时,称取试样 2 g,准确至 0.001 g,重金属限量为 ≤ 5 mg/kg,铅标准工作溶液($10 \mu\text{g/mL}$)移取量按公式(A.2)计算为:

$$V = \frac{5 \times 2 \times 1\,000}{10 \times 1\,000} = 1.00 \text{ mL}$$

附 录 B
(资料性)

饲料添加剂中重金属限量试验比浊法的实例

饲料添加剂中重金属限量试验比浊法的实例见表 B.1。

表 B.1 饲料添加剂中重金属限量试验比浊法的实例

饲料添加剂名称	重金属(以 Pb 计) ^a mg/kg	试样质量 ^b g	铅标准工作溶液 移取量 mL	试样处理法
L-精氨酸	≤10	1	1.00	7.3.1
甜菜碱盐酸盐	≤10	1	1.00	7.3.1
肌醇	≤20	1	2.00	7.3.1
盐酸硫胺(维生素 B ₁)	≤10	1	1.00	8.3.1
硝酸硫胺(维生素 B ₁)	≤10	1	1.00	8.3.1
甘氨酸	≤20	1	2.00	8.3.1
β-胡萝卜素(化学合成)	≤5	2	1.00	7.4.1
				8.4.1
L-苏氨酸	≤10	1	1.00	7.4.1
				8.4.1
大蒜素	≤10	1	1.00	7.4.1
				8.4.1
叶酸	≤10	1	1.00	7.4.1
				8.4.1
DL- α -生育酚乙酸酯	≤10	2	2.00	7.4.1
				8.4.1
氯化胆碱	≤20	1	2.00	7.4.1
				8.4.1
维生素 D ₃ 油	≤10	1	1.00	7.4.1
				8.4.1
L-抗坏血酸(维生素 C)	≤10	1	1.00	7.4.1
				8.4.1
^a 表中重金属限量见参考文献。				
^b 称取试样质量准确至 0.001 g。				

参 考 文 献

- [1] GB 7295—2018 饲料添加剂 盐酸硫胺(维生素 B₁)
 - [2] GB 7296—2018 饲料添加剂 硝酸硫胺(维生素 B₁)
 - [3] GB 7300.101—2019 饲料添加剂 第1部分:氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸
 - [4] GB 7300.102—2019 饲料添加剂 第1部分:氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸
 - [5] GB 7300.202—2019 饲料添加剂 第2部分:维生素及类维生素 维生素 D₃ 油
 - [6] GB 7300.204—2019 饲料添加剂 第2部分:维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐
 - [7] GB 7300.1002—2022 饲料添加剂 第10部分:调味和诱食物质 大蒜素
 - [8] GB 7302—2018 饲料添加剂 叶酸
 - [9] GB 7303—2018 饲料添加剂 L-抗坏血酸(维生素 C)
 - [10] GB 9454—2017 饲料添加剂 DL- α -生育酚乙酸酯
 - [11] GB/T 23879—2009 饲料添加剂 肌醇
 - [12] GB 34462—2017 饲料添加剂 氯化胆碱
 - [13] GB 34469—2017 饲料添加剂 β -胡萝卜素(化学合成)
 - [14] GB 36897—2018 饲料添加剂 L-精氨酸
-