



中华人民共和国国家标准

GB 7300.804—2025



饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂 和酸度调节剂 苯甲酸

Feed additives—Part 8: Preservatives, mildew preventives and
acidity regulators—Benzoic acid

2025-06-30 发布

2026-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 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。

本文件为 GB 7300《饲料添加剂》的第 804 部分。GB 7300 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-苏氨酸(GB 7300.101)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 甘氨酸(GB 7300.102)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 蛋氨酸羟基类似物(GB 7300.103)；
- 第 1 部分：氨基酸、氨基酸盐及其类似物 L-缬氨酸(GB 7300.104)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 L-抗坏血酸-2-磷酸酯盐(GB 7300.201)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 维生素 D₃ 油(GB 7300.202)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱(GB 7300.203)；
- 第 2 部分：维生素及类维生素 甜菜碱盐酸盐(GB 7300.204)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘化钾(GB 7300.301)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 亚硒酸钠(GB 7300.302)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碘酸钾(GB 7300.303)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 甘氨酸铁络合物(GB 7300.304)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 碱式氯化铜(GB 7300.305)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 烟酸铬(GB 7300.306)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 甘氨酸锌(GB 7300.307)；
- 第 3 部分：矿物元素及其络(螯)合物 苏氨酸锌螯合物(GB 7300.308)；
- 第 4 部分：酶制剂 木聚糖酶(GB 7300.401)；
- 第 4 部分：酶制剂 植酸酶(GB 7300.402)；
- 第 4 部分：酶制剂 纤维素酶(GB 7300.403)；
- 第 4 部分：酶制剂 β -甘露聚糖酶(GB 7300.404)；
- 第 4 部分：酶制剂 α -半乳糖苷酶(GB 7300.405)；
- 第 5 部分：微生物 酿酒酵母(GB 7300.501)；
- 第 5 部分：微生物 植物乳杆菌(GB 7300.502)；
- 第 5 部分：微生物 屎肠球菌(GB 7300.503)；
- 第 5 部分：微生物 嗜酸乳杆菌(GB 7300.504)；
- 第 5 部分：微生物 凝结芽孢杆菌(GB 7300.505)；
- 第 6 部分：非蛋白氮 尿素(GB 7300.601)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 碳酸氢钠(GB 7300.801)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 丙酸(GB 7300.802)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 氯化铵(GB 7300.803)；
- 第 8 部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸(GB 7300.804)；
- 第 9 部分：着色剂 β -胡萝卜素粉(GB 7300.901)；
- 第 9 部分：着色剂 β , β -胡萝卜素-4,4-二酮(斑蝥黄)(GB 7300.902)；

- 第 10 部分:调味和诱食物质 谷氨酸钠(GB 7300.1001);
- 第 10 部分:调味和诱食物质 大蒜素(GB 7300.1002);
- 第 10 部分:调味和诱食物质 新甲基橙皮苷二氢查尔酮(GB 7300.1003);
- 第 13 部分:其他 胆汁酸(GB 7300.1301)。

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提出并归口。



引 言

饲料添加剂是指在饲料加工、制作、使用过程中添加的少量或者微量物质,包括营养性饲料添加剂和一般饲料添加剂。为便于使用,按照产品类型,GB 7300《饲料添加剂》分为以下 13 个大类:

- 氨基酸、氨基酸盐及其类似物;
- 维生素及类维生素;
- 矿物元素及其络(螯)合物;
- 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;
- 粘结剂、抗结块剂、稳定剂和乳化剂;
- 多糖和寡糖;
- 其他。

本文件的产品苯甲酸属于第 8 大类防腐剂、防霉剂和酸度调节剂,因苯甲酸是此大类第 4 个发布的产品标准,所以本文件以 GB 7300.804 编号,作为 GB 7300 的第 804 部分。



饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸

1 范围

本文件给出了苯甲酸的化学名称、分子式、相对分子质量和化学结构式，规定了饲料添加剂苯甲酸的技术要求、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。

本文件适用于以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯直接制得的饲料添加剂苯甲酸，或以石油甲苯经催化氧化制得的工业级苯甲酸为原料，经进一步精制制得的饲料添加剂苯甲酸。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
GB/T 617 化学试剂 熔点范围测定通用方法
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 14699 饲料 采样
中华人民共和国药典(2020年版)四部

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 化学名称、分子式、相对分子质量和化学结构式

4.1 化学名称

苯甲酸。

4.2 分子式

$\text{C}_7\text{H}_6\text{O}_2$ 。

4.3 相对分子质量

122.12(按2022年国际相对原子质量计算)。

4.4 化学结构式

苯甲酸的化学结构式见图 1。

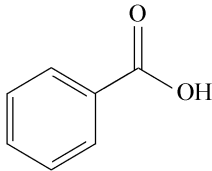


图 1 苯甲酸的化学结构式

5 技术要求

5.1 外观与性状

白色有丝光的鳞片或针状结晶或结晶性粉末,无臭或微臭。

5.2 鉴别

5.2.1 苯甲酸根鉴别

在碱性条件下,试样中苯甲酸根与三氯化铁反应生成赭色沉淀,再加盐酸溶液酸化后应析出白色沉淀。

5.2.2 红外光谱鉴别

试样的红外光谱图应与苯甲酸标准品的红外光谱图一致。

5.3 理化指标

应符合表 1 的要求。

表 1 理化指标

项 目	指 标
苯甲酸(以干基计)/%	99.5~100.5
熔点/℃	121~123
易氧化物	通过试验
易炭化物	通过试验
氯化物(以 Cl 计)/%	≤0.014
水分/%	≤0.5
灼烧残渣/%	≤0.05
邻苯二甲酸/(mg/kg)	≤100
联苯类物质/(mg/kg)	≤100

5.4 卫生指标

应符合表 2 的要求。

表 2 卫生指标

项 目	指 标
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10

6 取样

按 GB/T 14699 的规定执行。

7 试验方法

警示:试验方法中使用的部分试剂具有腐蚀性,操作时需小心谨慎,并采取适当安全和防护措施。

7.1 一般规定

除非另有规定,仅使用分析纯试剂,试验用水为 GB/T 6682 规定的三级水;所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂或制品,应按 GB/T 601、GB/T 602 和 GB/T 603 的规定制备。

7.2 外观与性状

取适量试样置于清洁干净的白磁盘中,在自然光下观察其状态、色泽,嗅其气味。

7.3 鉴别试验

7.3.1 苯甲酸根鉴别

7.3.1.1 试剂或材料

7.3.1.1.1 氢氧化钠溶液:40 g/L。

7.3.1.1.2 三氯化铁溶液:100 g/L。

7.3.1.1.3 盐酸溶液:盐酸+水=1+3。

7.3.1.2 仪器设备

分析天平:精度为 0.01 g。

7.3.1.3 试验步骤

称取 1 g 试样(精确至 0.01 g),溶于 20 mL 氢氧化钠溶液(7.3.1.1.1),加 1 滴三氯化铁溶液(7.3.1.1.2),生成赭色沉淀,再加盐酸溶液(7.3.1.1.3)酸化,析出白色沉淀,则有苯甲酸根。

7.3.2 红外光谱鉴别

7.3.2.1 试剂与材料

溴化钾:光谱纯。



7.3.2.2 仪器设备

红外光谱仪。

7.3.2.3 试验步骤

称取适量试样,加溴化钾(7.3.2.1)研磨均匀,试样和溴化钾的大致比例为 1 : 200,压片,用红外光谱仪在波数 $4\,000\text{ cm}^{-1} \sim 400\text{ cm}^{-1}$ 内录制试样的红外光谱图,试样的红外光谱图应与苯甲酸标准品的红外光谱图(见附录 A)一致。

7.4 苯甲酸

7.4.1 原理

试样用中性乙醇溶液溶解,以酚酞为指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴定,根据消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,计算苯甲酸含量。

7.4.2 试剂或材料

7.4.2.1 中性乙醇溶液:移取 50 mL 95%乙醇,加 50 mL 水,混匀,加 2 滴酚酞指示液,用氢氧化钠标准滴定溶液滴至溶液呈粉红色。

7.4.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液: $c(\text{NaOH})=0.1\text{ mol/L}$ 。

7.4.2.3 酚酞指示液:10 g/L。

7.4.3 仪器设备

7.4.3.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

7.4.3.2 碱式滴定管:25 mL。

7.4.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 0.25 g 试样(精确至 0.1 mg),置于 250 mL 锥形瓶中,用 25 mL 中性乙醇溶液(7.4.2.1)溶解,加 2 滴酚酞指示液(7.4.2.3),用氢氧化钠标准滴定溶液(7.4.2.2)滴定至试样溶液呈粉红色。

7.4.5 试验数据处理

试样中苯甲酸(以干基计)的含量以质量分数 w_1 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{c \times V \times M}{m_1 \times (1 - X) \times 1\,000} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V ——试样溶液消耗氢氧化钠标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

M ——苯甲酸的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol)($M=122.12$);

m_1 ——试样质量,单位为克(g);

X ——试样中水分含量,%。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。计算结果保留至小数点后一位。

7.4.6 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

7.5 熔点

将少量研细的试样装入熔点管中,按 GB/T 617 的规定执行。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2 °C。

7.6 易氧化物

7.6.1 原理

试样中易氧化物与高锰酸钾反应,反应完全后,试样溶液呈高锰酸钾溶液的粉红色时为反应终点,消耗高锰酸钾标准滴定溶液的体积数不应超过 0.5 mL。

7.6.2 试剂或材料

7.6.2.1 硫酸。

7.6.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液: $c(1/5 \text{ KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

7.6.3 仪器设备

7.6.3.1 分析天平:精度为 1 mg。

7.6.3.2 电热板。

7.6.3.3 滴定管:10 mL。

7.6.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 1.0 g 试样(精确至 1 mg)。在 100 mL 水中缓慢加入 1.5 mL 硫酸(7.6.2.1),在电热板上边煮沸边滴加高锰酸钾标准滴定溶液(7.6.2.2)至粉红色,保持 30 s 不褪色。趁热加入已称试样,在溶液约 70 °C 时,用高锰酸钾标准滴定溶液(7.6.2.2)滴定至粉红色,保持 15 s 不褪色,滴定试样溶液所用高锰酸钾标准滴定溶液不超过 0.5 mL 为通过试验。

7.7 易炭化物

7.7.1 原理

硫酸使试样中的易炭化有机物失水、炭化,试样溶液呈现颜色,与标准比色液比较,试样溶液颜色应浅于标准比色液。

7.7.2 试剂或材料

7.7.2.1 硫酸:优级纯。

7.7.2.2 黄色 2 号标准比色液:按《中华人民共和国药典》(2020 年版)四部通用技术要求 0901 溶液颜色检查法的规定配制,或市售黄色 2 号标准比色液。

7.7.3 仪器设备

7.7.3.1 分析天平:精度为 1 mg。

7.7.3.2 纳氏比色管:10 mL。

7.7.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 0.50 g 试样(精确至 1 mg),置于 10 mL 的纳氏比色管中,加 5 mL 硫酸

(7.7.2.1)。振摇混匀,使试样充分溶解后,试样溶液颜色浅于黄色 2 号标准比色液(7.7.2.2)为通过试验。

7.8 氯化物(以 Cl 计)

7.8.1 原理

试样中含有有机氯(芳香族氯化物)和无机氯化物,通过加入碳酸钙,在高温下灼烧,使有机氯转化为氯化钙,与无机氯一起溶入试样溶液。在酸性条件下,试样溶液中的氯离子与硝酸银溶液反应生成氯化银沉淀,其产生的浊度应不大于标准比浊溶液。

7.8.2 试剂或材料

7.8.2.1 碳酸钙。

7.8.2.2 硝酸溶液:硝酸+水=1+9。

7.8.2.3 硝酸银溶液:17 g/L。

7.8.2.4 氯化物(Cl)标准溶液:0.1 mg/mL,或购置有证标准物质。

7.8.3 仪器设备

7.8.3.1 分析天平:精度为 1 mg。

7.8.3.2 恒温干燥箱:控温精度 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.8.3.3 高温炉:控温精度 $\pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.8.3.4 纳氏比色管:50 mL。

7.8.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 0.50 g 试样和约 0.7 g 碳酸钙(7.8.2.1)(精确至 1 mg),置于瓷坩埚内,加少量水混合,100 $^{\circ}\text{C}$ 干燥至无明显湿迹,于 600 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 10 min,冷却,加 20 mL 硝酸溶液(7.8.2.2)溶解残留物,并过滤溶液于 50 mL 纳氏比色管中,用 15 mL 水洗涤不溶物,洗液与滤液合并,用水定容至 50 mL,作为试样溶液。

另称取约 0.7 g 碳酸钙(7.8.2.1)(精确至 1 mg),加 20 mL 硝酸溶液(7.8.2.2)溶解,当有不溶物时过滤,转入 50 mL 纳氏比色管中,加 0.7 mL 氯化物(Cl)标准溶液(7.8.2.4),用水定容至 50 mL,作为标准比浊溶液。

在试样溶液和标准比浊溶液中各加 0.5 mL 硝酸银溶液(7.8.2.3),充分摇匀,放置 5 min,试样溶液的浊度不得大于标准比浊溶液的浊度。

7.9 水分

平行做两份试验。称取 2 g 试样(精确至 0.1 mg),溶于 40 mL 甲醇,按 GB/T 606 的规定执行。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。

7.10 灼烧残渣

7.10.1 试剂或材料

硫酸。

7.10.2 仪器设备

7.10.2.1 分析天平:精度为 0.1 mg。

7.10.2.2 高温炉:控温精度 $\pm 15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7.10.3 试验步骤

平行做两份试验。取洁净的瓷坩埚置于高温炉中,800 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 30 min,取出于干燥器中冷却至室温后称量。再于 800 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 30 min,取出于干燥器中冷却至室温后称量。前后两次质量差不超过 0.5 mg,即为恒量。称取 2 g 试样(精确至 0.1 mg),置于已在 800 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至恒量的瓷坩埚中,在电炉上缓缓灼烧,使试样炭化,冷却后用 0.5 mL~1 mL 硫酸(7.10.1)润湿残渣,慢慢加热至硫酸蒸气逸尽,于 800 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 1.5 h,取出于干燥器中冷却至室温后称量。再于 800 $^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧 30 min,取出于干燥器中冷却至室温后称量。前后两次质量差不超过 0.5 mg,即为恒量。

注:两次恒量值在最后计算中,取质量较小的一次称量值。

7.10.4 试验数据处理

试样中灼烧残渣以质量分数 w_2 计,数值以%表示,按式(2)计算:

$$w_2 = \frac{m_4 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_4 ——灼烧后残渣和瓷坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——瓷坩埚质量,单位为克(g);

m_3 ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。计算结果保留至小数点后两位。

7.10.5 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 20%。

7.11 邻苯二甲酸

7.11.1 原理

试样用甲醇-乙酸混合溶液溶解,液相色谱仪测定,外标法定量。

7.11.2 试剂或材料

7.11.2.1 水:GB/T 6682,一级。

7.11.2.2 甲醇:色谱纯。

7.11.2.3 乙酸:优级纯。

7.11.2.4 乙酸溶液(0.1%,体积分数):取 1 mL 乙酸(7.11.2.3),用水稀释并定容至 1 L。

7.11.2.5 甲醇-乙酸混合溶液:甲醇(7.11.2.2)+乙酸溶液(7.11.2.4)=2+3。

7.11.2.6 标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):称取邻苯二甲酸标准品(CAS 号:88-99-3,纯度不低于 99.0%) 10 mg(精确至 0.01 mg),溶解于 30 mL 甲醇(7.11.2.2)后,用乙酸溶液(7.11.2.4)定容至 100 mL。2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 6 个月。

7.11.2.7 标准中间溶液(10 $\mu\text{g/mL}$):准确移取 5 mL 邻苯二甲酸标准储备溶液(7.11.2.6)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸混合溶液(7.11.2.5)稀释并定容,临用现配。

7.11.2.8 标准系列溶液:准确移取 0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL 邻苯二甲酸标准中间溶液(7.11.2.7)于 10 mL 容量瓶中,用甲醇-乙酸混合溶液(7.11.2.5)稀释并定容,配制成质量浓度

为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准系列溶液。临用现配。

7.11.2.9 微孔滤膜：聚醚砜材质，孔径 0.45 μm 。

7.11.3 仪器设备

7.11.3.1 高效液相色谱仪：具有紫外检测器或二极管阵列检测器。

7.11.3.2 分析天平：精度为 0.1 mg、0.01 mg。

7.11.4 试验步骤

7.11.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取 1 g 试样（精确至 0.1 mg），置于 50 mL 容量瓶中，用 20 mL 甲醇溶解后，用乙酸溶液（7.11.2.4）定容至 50 mL。用微孔滤膜（7.11.2.9）过滤，待测。

7.11.4.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱： C_{18} 柱，柱长 250 mm，内径 4.6 mm，粒径 5 μm ，或性能相当者；
- b) 流动相：甲醇（7.11.2.2）+ 乙酸溶液（7.11.2.4）= 3 + 7；
- c) 柱温：40 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 流速：1.0 mL/min；
- e) 测定波长：228 nm；
- f) 进样量：20 μL 。

7.11.4.3 测定

7.11.4.3.1 标准溶液和试样溶液的测定

在仪器最佳条件下，分别取标准系列溶液（7.11.2.8）和试样溶液（7.11.4.1）上机测定。邻苯二甲酸标准溶液的高效液相色谱图见附录 B。

7.11.4.3.2 定性

以保留时间定性。在相同试验条件下，试样溶液中邻苯二甲酸的保留时间应与标准系列溶液（浓度相当）中邻苯二甲酸的保留时间一致，其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

7.11.4.3.3 定量

外标法定量。以标准溶液中待测物的浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准溶液中待测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。如超出线性范围，用甲醇-乙酸混合溶液（7.11.2.5）稀释后重新测定。单点校准定量时，试样中待测物的浓度与标准溶液浓度相差不超过 30%。

7.11.5 试验数据处理

试样中邻苯二甲酸以质量分数 w_3 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示，多点校准按式（3）计算，单点校准按式（4）计算：

$$w_3 = \frac{\rho_s \times V \times n}{m_5} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

ρ_s ——由标准曲线查得的试样溶液中邻苯二甲酸的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

N ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数;

m_5 ——试样质量,单位为克(g)。

$$w_3 = \frac{A_s \times \rho_{st} \times V \times n}{A_{st} \times m_5} \dots\dots\dots (4)$$

式中:

A_s ——试样溶液中邻苯二甲酸的峰面积;

ρ_{st} ——邻苯二甲酸标准溶液的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液体积,单位为毫升(mL);

n ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数;

A_{st} ——邻苯二甲酸标准溶液的峰面积;

m_5 ——试样质量,单位为克(g)。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。计算结果保留三位有效数字。

7.11.6 精密度

在重复性条件下,两次平行测定结果与其算术平均值的差值不大于该算术平均值的 10%。

7.11.7 方法定量限

方法定量限为 5 mg/kg 。

7.12 联苯类物质

7.12.1 原理

试样中 5 种联苯类物质[联苯(BP)、2-甲基联苯(2-MBP)、3-甲基联苯(3-MBP)、4-甲基联苯(4-MBP)、苯甲酸苄酯(BB)]用 60% 乙腈溶液提取,液相色谱仪测定,外标法定量。

7.12.2 试剂或材料

7.12.2.1 水:GB/T 6682,一级。

7.12.2.2 乙醇:色谱纯。

7.12.2.3 乙腈:色谱纯。

7.12.2.4 乙腈溶液(60%,体积分数):600 mL 乙腈(7.12.2.3)和 400 mL 水,混匀。

7.12.2.5 标准储备溶液(100 $\mu\text{g/mL}$):称取联苯(CAS 号:92-52-4,纯度不低于 99.0%)、2-甲基联苯(CAS 号:648-53-3,纯度不低于 99.0%)、3-甲基联苯(CAS 号:643-93-6,纯度不低于 99.0%)、4-甲基联苯(CAS 号:644-08-6,纯度不低于 99.0%)、苯甲酸苄酯(CAS 号:120-51-4,纯度不低于 99.0%)标准品各 10 mg (精确至 0.01 mg),分别置于 100 mL 容量瓶中,用乙醇(7.12.2.2)溶解并定容。—18 $^{\circ}\text{C}$ 下保存,有效期 6 个月。

7.12.2.6 混合标准中间溶液(10 $\mu\text{g/mL}$):准确移取联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯、4-甲基联苯、苯甲酸苄酯标准储备溶液(7.12.2.5)各 5 mL 于 50 mL 容量瓶中,用乙腈溶液(7.12.2.4)稀释并定容。—18 $^{\circ}\text{C}$

下保存,有效期 3 个月。

7.12.2.7 混合标准系列溶液:移取 0.05 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL 混合标准中间溶液(7.12.2.6)于 10 mL 容量瓶中,用乙腈溶液(7.12.2.4)稀释并定容,配制成质量浓度为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准系列溶液。临用现配。

7.12.2.8 微孔滤膜:有机系,孔径 0.45 μm 。

7.12.3 仪器设备

7.12.3.1 高效液相色谱仪:具有紫外检测器或二极管阵列检测器。

7.12.3.2 分析天平:精度为 0.01 mg、0.1 mg。

7.12.3.3 超声清洗器。

7.12.4 试验步骤

7.12.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取 1 g 试样(精确至 0.1 mg),置于 50 mL 容量瓶中,加入 30 mL 乙腈溶液(7.12.2.4)振摇,超声 10 min,试样全部溶解后,用乙腈溶液(7.12.2.4)稀释并定容,微孔滤膜(7.12.2.8)过滤,待测。

7.12.4.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,填料为高纯硅胶键合十八烷基(全封端),柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μm ,或性能相当者;
- b) 流动相:水+乙腈(7.12.2.3)=50+50;
- c) 柱温:25 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 测定波长:240 nm;
- f) 进样量:20 μL 。

7.12.4.3 测定

7.12.4.3.1 混合标准系列溶液和试样溶液的测定

在仪器最佳条件下,分别取混合标准系列溶液(7.12.2.7)和试样溶液(7.12.4.1)上机测定。联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯、4-甲基联苯、苯甲酸苄酯混合标准溶液的高效液相色谱图见附录 C。

7.12.4.3.2 定性

以保留时间定性。在相同试验条件下,试样溶液中待测物的保留时间应与混合标准系列溶液(浓度相当)中待测物的保留时间一致,其相对偏差在 $\pm 2.5\%$ 之内。

7.12.4.3.3 定量

外标法定量。以标准溶液中待测物的浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,其相关系数应不低于 0.99。试样溶液与标准溶液中待测物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。如超出线性范围,用乙腈溶液(7.12.2.4)稀释后重新测定。单点校准定量时,试样中待测物的浓度与标准溶液浓度相差不超过 30%。

7.12.5 试验数据处理

试样中联苯类物质组分 i ($i = \text{BP}, 2\text{-MBP}, 3\text{-MBP}, 4\text{-MBP}, \text{BB}$) 以质量分数 w_i 计, 数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示, 多点校准按式(5)计算, 单点校准按式(6)计算:

$$w_i = \frac{\rho_{is} \times V \times n}{m_6} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

ρ_{is} ——由标准曲线查得的试样溶液中待测物的质量浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液体积, 单位为毫升 (mL);

n ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数;

m_6 ——试样质量, 单位为克 (g)。

$$w_i = \frac{A_{is} \times \rho_{ist} \times V \times n}{A_{ist} \times m_6} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

A_{is} ——试样溶液中待测物的峰面积;

ρ_{ist} ——标准溶液中待测物的质量浓度, 单位为微克每毫升 ($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样溶液体积, 单位为毫升 (mL);

n ——超出线性范围后试样溶液的稀释倍数;

A_{ist} ——标准溶液中待测物的峰面积;

m_6 ——试样质量, 单位为克 (g)。

试样中联苯类物质总含量以质量分数 w 计, 数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示, 按式(7)计算:

$$w = w_{\text{BP}} + w_{2\text{-MBP}} + w_{3\text{-MBP}} + w_{4\text{-MBP}} + w_{\text{BB}} \dots\dots\dots (7)$$

式中:

w_{BP} ——试样溶液中联苯类物质组分 BP 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$w_{2\text{-MBP}}$ ——试样溶液中联苯类物质组分 2-MBP 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$w_{3\text{-MBP}}$ ——试样溶液中联苯类物质组分 3-MBP 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

$w_{4\text{-MBP}}$ ——试样溶液中联苯类物质组分 4-MBP 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

w_{BB} ——试样溶液中联苯类物质组分 BB 的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg)。

试验结果以两次平行测定结果的算术平均值表示。计算结果保留三位有效数字。

7.12.6 精密度

在重复性条件下, 两次平行测定结果与其算术平均值的差值不大于该算术平均值的 10%。

7.12.7 方法定量限

方法定量限均为 3 mg/kg。

7.13 重金属(以 Pb 计)

7.13.1 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。

7.13.2 试剂或材料

7.13.2.1 乙醇。

7.13.2.2 盐酸溶液 I (6 mol/L): 移取 50 mL 盐酸, 用水稀释并定容至 100 mL, 混匀。

7.13.2.3 盐酸溶液 II (1 mol/L): 移取 8.3 mL 盐酸, 用水稀释并定容至 100 mL, 混匀。

7.13.2.4 氨水溶液 I (6 mol/L): 移取 40 mL 氨水, 用水稀释并定容至 100 mL, 混匀。

7.13.2.5 氨水溶液 II (1 mol/L): 移取 6.7 mL 氨水, 用水稀释并定容至 100 mL, 混匀。

7.13.2.6 乙酸盐缓冲液 (pH 3.5): 称取 25.0 g 乙酸铵溶于 25 mL 水中, 加 45 mL 盐酸溶液 I (7.13.2.2), 用盐酸溶液 II (7.13.2.3)、氨水溶液 I (7.13.2.4) 或氨水溶液 II (7.13.2.5) 调节 pH 至 3.5, 用水稀释至 100 mL。

7.13.2.7 氢氧化钠溶液 (40 g/L): 称取 40 g 氢氧化钠, 用 1 000 mL 水溶解。

7.13.2.8 混合溶液: 取 15.0 mL 氢氧化钠溶液 (7.13.2.7)、5.0 mL 水和 20.0 mL 甘油, 混匀。

7.13.2.9 硫代乙酰胺溶液: 称取 4 g 硫代乙酰胺, 加水溶解, 定容至 100 mL, 置于冰箱中保存。临用前取 5 mL 混合溶液 (7.13.2.8), 1 mL 硫代乙酰胺溶液, 置沸水浴上加热 20 s, 冷却, 立即使用。

7.13.2.10 铅标准储备溶液 (0.1 mg/mL): 准确称取在 105 °C 干燥至恒量的硝酸铅 0.159 9 g, 置于 1 000 mL 容量瓶中, 加 5 mL 硝酸与 50 mL 水溶解, 用水稀释并定容, 摇匀。2 °C ~ 8 °C 保存, 有效期 12 个月。或购置有证标准物质。

7.13.2.11 铅标准工作溶液 (0.01 mg/mL): 准确移取 5 mL 铅标准储备溶液 (7.13.2.10) 于 50 mL 容量瓶中, 用水稀释并定容, 摇匀。临用现配。

7.13.3 仪器设备

7.13.3.1 分析天平: 精度为 1 mg、0.1 mg。

7.13.3.2 恒温干燥箱: 控温精度 ± 2 °C。

7.13.3.3 纳氏比色管: 25 mL。

7.13.4 试验步骤

平行做两份试验。称取 1.0 g 试样 (精确至 1 mg), 置于 50 mL 纳氏比色管中, 加 22 mL 乙醇 (7.13.2.1) 溶解, 加 2 mL 乙酸盐缓冲溶液 (7.13.2.6), 用水定容至 25 mL, 混匀, 作为试样溶液。

另取一支 50 mL 纳氏比色管, 准确加入 1 mL 铅标准工作溶液 (7.13.2.11) 和 2 mL 乙酸盐缓冲溶液 (7.13.2.6), 用水定容至 25 mL, 作为标准比色溶液。

再取一支 50 mL 纳氏比色管, 称取 1.0 g 试样 (精确至 1 mg), 加 22 mL 乙醇 (7.13.2.1) 溶解, 准确加入 1 mL 铅标准工作溶液 (7.13.2.11) 和 2 mL 乙酸盐缓冲溶液 (7.13.2.6), 用水定容至 25 mL, 作为监测溶液。

在试样溶液管、标准比色溶液管和监测溶液管中, 分别加入 2 mL 硫代乙酰胺溶液 (7.13.2.9), 混匀, 放置 5 min 后, 以白色为背景, 从上方和侧方观察比较比色管溶液的颜色, 试样溶液的颜色不得深于标准比色溶液。若监测溶液管显色浅于标准比色溶液管, 试验无效, 需重新测定。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批, 但每一组批产品不应超过 200 t。

8.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、苯甲酸、水分、邻苯二甲酸、联苯类物质。

8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 章规定的所有项目。在正常生产情况下,每半年至少进行 1 次型式检验。有下列情况之一,亦应进行型式检验:

- a) 产品定型投产时;
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变,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较大差异时;
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所验项目全部合格,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。若复检结果仍不符合本文件规定,即判定该批产品不合格。

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。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、密封。

9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋,不应与有毒有害物质共运。

9.4 贮存

贮存于干燥、通风处,防止日晒、雨淋,不应与有毒有害物质混贮。

9.5 保质期

未开启包装的产品,在规定的运输、贮存条件下,产品保质期与标签中标明的保质期一致。

附 录 A

(资料性)

苯甲酸标准品的红外光谱图

苯甲酸标准品的红外光谱图见图 A.1。

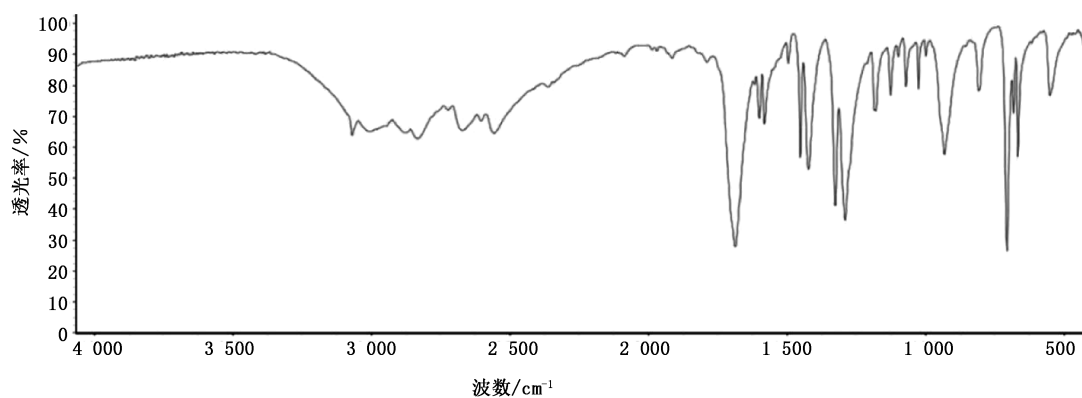
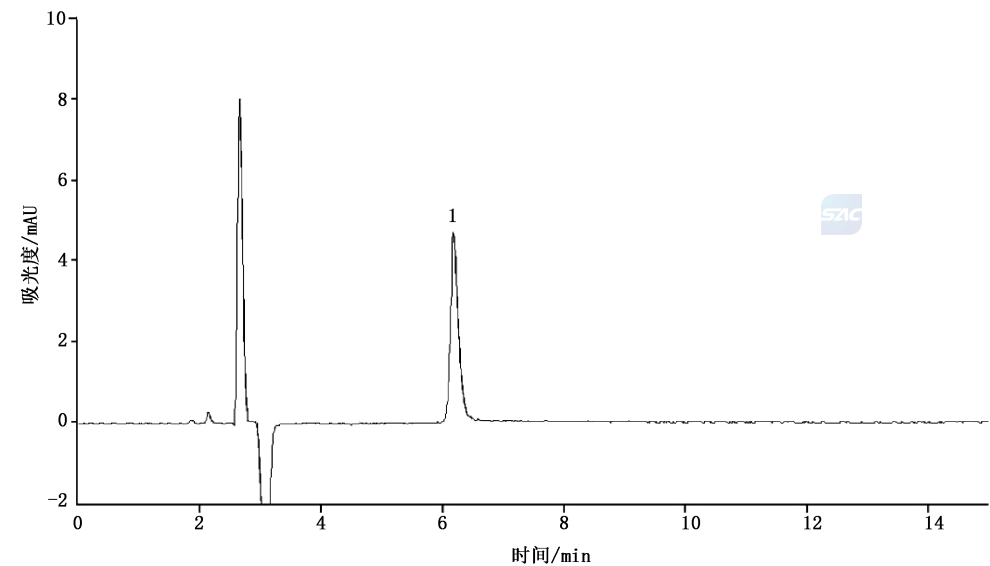


图 A.1 苯甲酸标准品的红外光谱图

附录 B
(资料性)

邻苯二甲酸标准溶液的高效液相色谱图

邻苯二甲酸标准溶液的高效液相色谱图见图 B.1。



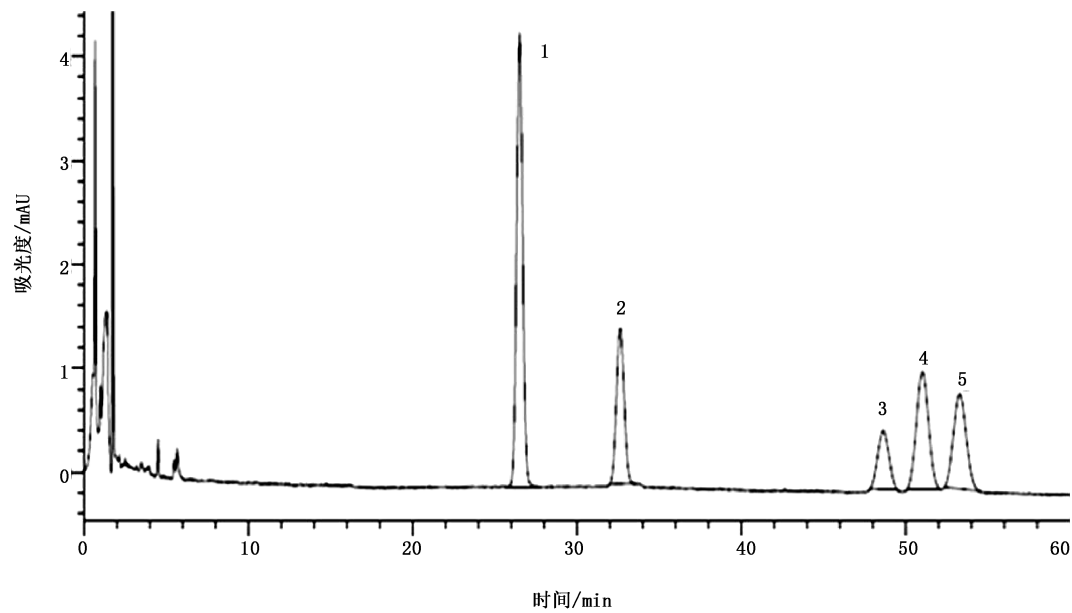
标引序号说明：
1——邻苯二甲酸。

图 B.1 邻苯二甲酸标准溶液(1.0 μg/mL)的高效液相色谱图

附 录 C
(资料性)

联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯、4-甲基联苯、苯甲酸苄酯混合标准溶液的
高效液相色谱图

联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯、4-甲基联苯、苯甲酸苄酯混合标准溶液的高效液相色谱图见图 C.1。



标引序号说明：

- 1——苯甲酸苄酯(BB)；
- 2——联苯(BP)；
- 3——2-甲基联苯(2-MBP)；
- 4——3-甲基联苯(3-MBP)；
- 5——4-甲基联苯(4-MBP)。



图 C.1 联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯、4-甲基联苯、苯甲酸苄酯混合标准溶液
(1.0 μg/mL)的高效液相色谱图