

养殖业投入品及畜产品 质量安全检测

武晓宏 周战江 杨凤宝 主编



黄河出版传媒集团
阳光出版社

养殖业投入品及畜产品 质量安全检测

武晓宏 周战江 杨凤宝 主编



黄河出版传媒集团
阳光出版社

图书在版编目(CIP)数据

养殖业投入品及畜产品质量安全检测 / 武晓宏, 周战江, 杨凤宝主编. --银川: 阳光出版社, 2009.12

ISBN 978-7-80620-664-5

I. ①养… II. ①武… ②周… ③杨… III. ①饲料—质量检验②畜产品—质量检验 IV. ①S816.17
②TS251.7

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2009)第 112274 号

养殖业投入品及畜产品质量安全检测

武晓宏 周战江 杨凤宝 主编

责任编辑 张燕宁

封面设计 徐国君

责任印制 郭迅生

黄河出版传媒集团
阳光出版社 出版发行

地 址 银川市北京东路 139 号出版大厦(750001)

网 址 www.nxcbn.com

网上书店 www.hh-book.com

电子信箱 nxhhsz@yahoo.cn

邮购电话 0951-5044614

经 销 全国新华书店

印刷装订 宁夏华地彩色印刷厂

印刷委托书号(宁) 0003769

开 本 720mm×980mm 1/16

印 张 17

字 数 380 千

印 数 1000 册

版 次 2009 年 12 月第 1 版

印 次 2009 年 12 月第 1 次印刷

书 号 ISBN 978-7-80620-664-5/S·12

定 价 38.00 元

版权所有 翻印必究

《养殖业投入品及畜产品质量安全检测》

编 委 会

主 任 晁向阳

副主任 吴彦虎 史宁花 谢荣国

编 委(以姓氏笔画为序)

吴春燕 李 莉 杨凤宝 杨俊华

陈卫民 周战江 武晓宏 贺亚雄

主 编 武晓宏 周战江 杨凤宝

副主编 陈卫民

编写人员(以姓氏笔画为序)

牛 峰 王锡琴 冯 鑫 任德新

刘 旭 闫忠耀 吴春燕 张鑫荣

李 莉 杨俊华 陈 娟 周海宁

武继儒 胡凤标 赵 娟 谢红权

强化质量安全监管

保障畜牧业健康发展

周亦宁

二〇〇九年十一月

前言

民以食为天,食以安为先。食品是人类赖以生存和发展的基础。随着社会经济的发展,食品安全越来越受到全社会的高度重视和广泛关注。《中华人民共和国食品安全法》(简称《食品安全法》),于2009年6月1日起开始执行。这是我国出台的第一部针对食品安全保障的法律,《食品安全法》从“卫生”到“安全”表明我国食品安全从立法观念到监管模式的全方位重大转变,充分显示出党和政府治理食品市场、惩治危害食品安全行为的信心和决心。

自我国加入世贸组织后,由兽药残留引发的绿色壁垒使我国畜产品竞争劣势逐渐凸显。养殖业投入品这一环节对畜产品质量安全有着重大影响。随着科学技术的不断进步,养殖业投入品检验技术将不断更新。掌握成熟和完善的兽药、饲料产品质量的检测技术,提升检测技能,做好检测分析,提供科学的检测数据和结果,是加强监管畜产品质量安全建设的一个重点源头工作。

这项工作对进一步规范兽药、饲料企业生产行为,合理使用兽药和饲料,降低兽药残留,提高畜产品质量在国际市场的竞争地位,确保食品安全,保障公众身体健康和生命安全,促进我国兽药、饲料行业持续健康发展,具有重要意义。这项工作同时也作为采取重大法律行动和解决国内、国际贸易纠纷的重要依据。为此,我们汇集国内最新研究、开发并经过确认的方法,博采国外新优资料和一些技术,认真整理、提炼、编写了《养殖业投入品及畜产品质量安全检测》一书。

全书共分三个部分。第一部分为饲料产品及动物源性食品质量安全检测。第二部分为兽药产品质量安全检测。第三部分附中华人民共和国农产品质量安全

法、饲料及饲料添加剂管理条例、饲料卫生标准、饲料添加剂品种目录、兽药管理条例、禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录。

该书检测内容较广,检测项目较全,检测技术由浅入深。从测定常规项目水分和其他挥发性物质、粗蛋白、总磷等到检测违禁药物喹乙醇、三聚氰胺、盐酸克仑特罗等的含量,从常规技术干燥失重测定、氮测定等的运用到现代分析技术紫外分光光度法、气相色谱-质谱法、酶联免疫吸附法等检测,是一部面向基层、重在实用的科技指导工具书。该书的出版可以为兽药、饲料生产企业、检验和监督管理部门提供依据和参考。

由于编者水平有限,书中难免存在遗漏和不妥之处,敬请同行、读者批评指正。

编 者

2009年12月

目 录

第一部分 饲料产品及动物源性食品质量安全检测

1	饲料产品常规检测	003
1.1	饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定	003
1.2	饲料中粗灰分的测定	006
1.3	饲料中粗蛋白的测定	008
1.4	饲料中总磷的测定——分光光度法	011
1.5	饲料中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定方法	014
1.6	饲料中汞的测定——原子荧光光谱分析法	021
1.7	饲料中铅的测定——原子吸收光谱法	024
1.8	饲料中粗脂肪的测定	027
1.9	饲料中维生素 B ₆ 的测定——高效液相色谱法	031
2	饲料产品违禁药物检测	035
2.1	饲料中莱克多巴胺的测定——高效液相色谱法	035
2.2	饲料中盐酸克仑特罗的测定——高效液相色谱法和气相色谱—质谱 联用法	037
2.3	饲料中喹乙醇的测定——高效液相色谱法	042
2.4	饲料中苏丹红染料的测定——高效液相色谱法	044
2.5	饲料中三聚氰胺的测定——高效液相色谱法和气相色谱—质谱联用法	047

2.6	饲料中呋喃唑酮的测定——高效液相色谱法	051
2.7	饲料中地西泮的测定——高效液相色谱法	056
2.8	鱼饲料中孔雀石绿的测定——酶联免疫吸附法	059
2.9	饲料中牛羊源性成分的定性检测——定性聚合酶链式(PCR)反应法	063
3	动物源性食品质量安全检测	069
3.1	动物源食品中盐酸克仑特罗残留检测——酶联免疫吸附法	069
3.2	动物源食品中氯霉素残留检测——酶联免疫吸附法	072
3.3	动物源食品中呋喃唑酮药物残留检测——高效液相色谱法	074
3.4	动物源食品中磺胺类药物残留检测——高效液相色谱法	077
3.5	动物源食品中甲硝唑 / 二甲硝咪唑药物残留检测——高效液相色谱法	081
3.6	动物源食品中阿维菌类药物残留量的测定——高效液相色谱法	084
3.7	动物源性食品中硝基呋喃类药物残留量检测——高效液相色谱 / 串联 质谱法	087
3.8	鸡蛋中氟喹诺酮类药物残留量的测定——高效液相色谱法	093

第二部分 兽药产品质量安全检测

1	物理常数	099
1.1	相对密度测定法	099
1.2	熔点测定法	102
1.3	旋光度测定法	106
1.4	折光率测定法	109

2	理化检查	113
2.1	pH 值测定	113
2.2	维生素 D 测定法(第一法)	116
2.3	氯化物检查法	118
2.4	硫酸盐检查法	120
2.5	铁盐检查	121
2.6	重金属检查	123
2.7	砷盐检查	128
2.8	铵盐检查	132
2.9	干燥失重测定	133
2.10	中药水分测定	136
2.11	炽灼残渣检查	138
2.12	易炭化物检查法	140
2.13	溶液颜色检查	141
2.14	澄清度检查	144
2.15	注射液中不溶性微粒检查法	146
2.16	粒度测定	148
2.17	崩解时限检查	150
2.18	溶出度测定	152
2.19	最低装量检查	156
3	微生物	158
3.1	抗生素微生物检定	158
3.2	异常毒性检查	164
3.3	热原检查法	166
3.4	细菌内毒素检查	169

3.5	无菌检查	176
3.6	微生物限度检查	181
4	仪器分析	190
4.1	紫外分光光度法	190
4.2	红外分光光度法	194
4.3	荧光分光光度法	197
4.4	电位滴定法与永停滴定法	200
4.5	高效液相色谱法	203
4.6	气相色谱法	207
4.7	质谱(GC-MS)法	211
4.8	酶联免疫吸附法	215
4.9	原子吸收光谱法	218

第三部分 附 件

附件 1	中华人民共和国农产品质量安全法	223
附件 2	饲料及饲料添加剂管理条例	230
附件 3	饲料卫生标准	235
附件 4	饲料添加剂品种目录(2006)	239
附件 5	兽药管理条例	242
附件 6	禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录	255

第一部分

饲料产品及动物源性食品 质量安全检测

1 饲料产品常规检测

1.1 饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定

1.1.1 适用范围

适用于动物饲料,但以下情况除外:

- a) 奶制品;
- b) 矿物质;
- c) 含有相当数量的奶制品和矿物质的混合物,如代乳品;
- d) 含有保湿剂(如丙二醇)的动物饲料;
- e) 下列单一动物饲料:
 - 1) 动植物油脂(按 ISO 662 的方法 A 测定);
 - 2) 油料子实(按 GB/T 14489.1 的方法测定);
 - 3) 油料子实粕饼(按 GB/T 10358 的方法测定);
 - 4) 谷物,不包括玉米及谷类产品(按 ISO 712 的方法测定);
 - 5) 玉米(按 GB/T 10362《玉米水分测定法》的方法测定)。

1.1.2 原理

根据样品性质的不同,在特定条件下对试样进行干燥所损失的质量在试样中所占的比例。

1.1.3 仪器和材料

1.1.3.1 分析天平:感量 1mg。

1.1.3.2 称量瓶:由耐腐蚀金属或玻璃制成,带盖。其表面积能使样品铺开约 $0.3\text{g}/\text{cm}^2$ 。

1.1.3.3 电热鼓风干燥箱:温度可控制在 $(103\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

1.1.3.4 电热真空干燥箱:温度可控制在 $(80\pm 2)^\circ\text{C}$,真空度可达 13kPa。

应备有通入干燥空气导入装置或以氧化钙(CaO)为干燥剂的装置。(20 个样

品需 300g 氧化钙)。

1.1.3.5 干燥器:具有干燥剂。

1.1.3.6 砂:经酸洗。

1.1.4 分析步骤

1.1.4.1 试样。样品应具有代表性,在运输和储存过程中避免发生损坏和变质。

1. 液体、黏稠饲料和以油脂为主要成分的饲料。称量瓶内放一薄层砂和一根玻璃棒。将称量瓶及内容物和盖一并放入 103℃的干燥箱内干燥(30±1)min。盖好称量瓶盖,从干燥箱中取出,放在干燥器中冷却至室温。称量,准确至 1mg。

称取 10g 试样于称量瓶中,准确至 1mg。用玻璃棒将试样与砂充分混合,玻璃棒留在称量瓶中,按 1.1.4.2 操作。

2. 其他饲料。将称量瓶放入 103℃干燥箱中干燥(30±1)min 后取出,放在干燥器中冷却至室温。称量,准确至 1mg。

称取 5g 试样于称量瓶中,准确至 1mg,并摊匀。

1.1.4.2 测定。将称量瓶盖放在下面或边上,与称量瓶一同放入 103℃干燥箱中,建议平均每升干燥箱空间最多放一个称量瓶。

当干燥箱温度达 103℃后,干燥(4±0.1)h。将盖盖上,从干燥箱中取出,在干燥器中冷却至室温。称量,准确至 1mg。

以油脂为主要成分的饲料应在 103℃干燥箱中再干燥(30±1)min。两次称量的结果相差不应大于试样质量的 0.1%,如果大于 0.1%,按 1.1.4.3 操作。

1.1.4.3 检查试验。为了检查在干燥过程中是否有因化学反应而造成不可接受的质量变化,作如下检查。

在干燥箱中于 103℃再次干燥称量瓶和试样,时间为(2±0.1)h。在干燥器中冷却至室温。称量,准确至 1mg。如果经第二次干燥后质量变化大于试样质量的 0.2%,就可能发生了化学反应。在这种情况下按 1.1.4.4 所述步骤操作。

注:此处试样质量 0.2%的变化不应与 1.1.6.1 所说的重复性限相混淆。后者涉及的是在重复性条件下两个独立试验结果的绝对偏差。而前者是基于检查再次加热前后同一试样的称量结果差别,以确定是否发生了不可接受的化学变化。

1.1.4.4 发生不可接受质量变化的样品。按 1.1.4.1 取试样,将称量瓶瓶盖放在下面或边上与称量瓶一同放入 80℃的真空干燥箱中,减压至 13kPa。通入干燥空气或放置干燥剂干燥试样。在放置干燥剂的情况下,当达到设定的压力后断开真空泵。在干燥过程中保持所设定的压力。当干燥箱温度达到 80℃后,加热(4±0.1)h。小心地将干燥箱恢复至常压。打开干燥箱,立即将称量瓶瓶盖盖上,从干

燥箱中取出,放入干燥器中冷却至室温称量,准确至 1mg。

将试样再次放入 80℃的真空干燥箱中干燥(30±1)min,直至连续两次干燥质量变化之差小于其质量的 0.2%。

1.1.4.5 测定次数。同一试样进行两个平行测定。

1.1.5 计算

1.1.5.1 未作预处理的样品。未作预处理的样品,其水分和其他挥发性物质的含量 W_1 以质量分数表示,数值以%计,按式(1)计算:

$$W_1 = \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times 100\% \quad (1)$$

式中 m_3 ——试样的质量,单位为克(g);

m_4 ——称量瓶(包括盖)的质量,如使用砂和玻璃棒,也包括砂和玻璃棒的质量,单位为克(g);

m_5 ——称量瓶(包括盖)和干燥后试样的质量,如使用砂和玻璃棒,也包括砂和玻璃棒的质量,单位为克(g)。

1.1.5.2 经过预处理的样品。

注:对于难以粉碎的样品见 GB/T 20195。

1. 样品水分含量高于 17%,脂肪含量低于 120g/kg,只需预干燥的样品,其水分和其他挥发性物质的含量 W_2 以质量分数表示,数值以%计,按式(2)计算:

$$W_2 = \left[\frac{m_0 - m_1}{m_0} + \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right] \times 100\% \quad (2)$$

式中 m_0 ——试样经提取和/或空气风干前的质量,单位为克(g);

m_1 ——试样经提取和/或空气风干后的质量,单位为克(g);

式中其他符号的含义同 1.1.5.1。

2. 脱脂的高脂肪低水分试样及经脱脂和预干燥的高脂肪高水分试样,其水分和其他挥发性物质的含量 W_3 ,以质量分数表示,数值以%计,按式(3)计算:

$$W_3 = \left[\frac{m_0 - m_1 - m_2}{m_0} + \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right] \times 100\% \quad (3)$$

式中 m_2 ——从试样中提取脂肪的质量(见 GB/T 20195),单位为克(g)。

式中其他符号的含义同 1.1.5.2。

1.1.5.3 结果表示。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%。如超过 0.2%,须重新测定。结果精确至 0.1%。

1.1.6 精密度

1.1.6.1 重复性。在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,在短时间内,对同一被测试样相互独立进行测定获得的两个测定结果的绝对差值,超过表 1-1 所给出的重复性限 r 的情况不大于 5%。

表 1-1 重复性限(r)和再现性限(R)

样 品	水分和其他挥发性物质的含量(%)	重复性限(%)	再现性限(%)
配合饲料	11.43	0.71	1.99
浓缩饲料	10.20	0.55	1.57
糖蜜饲料	7.92	1.49	2.46
干牧草	11.77	0.78	3.00
甜菜渣	86.05	0.95	3.50
苜蓿(紫花苜蓿)	80.30	1.27	2.91

1.1.6.2 再现性。在不同实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测定方法、对同一被测试样相互独立进行测定获得的两个测试结果的绝对差值,超过上表所给出的再现性限(R)的情况不大于 5%。

1.2 饲料中粗灰分的测定

1.2.1 适用范围

适用于动物饲料中粗灰分的测定。粗灰分系指在本方法规定的条件下,经 550℃灼烧所得的残渣。

1.2.2 原理

试样中的有机质经灼烧分解,对所得的灰分称量。

注:灰分用质量分数表示。

1.2.3 仪器设备

除常用实验室设备外,其他仪器设备如下。

1.2.3.1 分析天平:感量为 0.001g。

1.2.3.2 马弗炉:电加热,可控制温度,带高温计。马弗炉中摆放煅烧盘的地方,在 550℃时温差不超过 20℃。

1.2.3.3 干燥箱:温度控制在 (103 ± 2) ℃。