

# 中华人民共和国农业农村部公告

第 465 号

根据《饲料和饲料添加剂管理条例》《新饲料和新饲料添加剂管理办法》，批准北京首朗生物科技有限公司申请的乙醇梭菌蛋白为新饲料；常茂生物化学工程股份有限公司、上海医学生命科学研究中心有限公司联合申请的吡咯并喹啉醌二钠为新饲料添加剂，并准许在中华人民共和国境内生产、经营和使用，核发饲料和饲料添加剂新产品证书（新产品目录见附件 1），同时发布产品标准（含说明书和标签）（见附件 2、3）。产品标准、说明书和标签自发布之日起执行。产品的监测期自发布之日起至 2026 年 8 月底，生产企业应当收集产品的质量稳定性及其对动物产品质量安全的影响等信息，监测期结束后向我部报告。

特此公告。

附件:1. 饲料和饲料添加剂新产品目录(2021-01、2021-02)

2. 乙醇梭菌蛋白产品标准

3. 吡咯并喹啉醌二钠产品标准

农业农村部

2021年8月27日

# 附件 1

## 饲料和饲料添加剂新产品目录 (2021-01)

证书编号	新饲证字 (2021) 01 号	
申请单位	北京首朗生物科技有限公司	
通用名称	乙醇梭菌蛋白	
英文名称	<i>Clostridium autoethanogenum</i> cell protein	
产品类别	利用特定微生物和特定培养基培养获得的菌体蛋白类饲料原料	
特征描述	以乙醇梭菌 ( <i>Clostridium autoethanogenum</i> CICC 11088s) 为发酵菌种, 以钢铁工业转炉气中的 CO 为主要原料, 采用液体发酵, 生产乙醇后的剩余物, 经分离、喷雾干燥等工艺制得。终产品不含生产菌株活细胞。	
适用动物	鱼类	
在配合饲料中的推荐添加量	3 %	
质量要求	外观和性状	淡黄色或褐色; 粉状, 无结块
	粗蛋白质/%	≥80.0
	粗灰分/%	≤7.0
	水分/%	≤12.0
	总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤2.0
	铅 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤5.0

质量要求	镉 (以 Cd 计) / (mg/kg)	$\leq 2.0$
	铬 (以 Cr 计) / (mg/kg)	$\leq 5.0$
	氟 (以 F 计) / (mg/kg)	$\leq 150$
	汞 (以 Hg 计) / (mg/kg)	$\leq 0.1$
	铵盐 (以 $\text{NH}_4^+$ 计) / %	$\leq 1.0$
	沙门氏菌 (25g 中)	不得检出
	霉菌总数 / (CFU/g)	$\leq 2 \times 10^3$
	细菌总数 / (CFU/g)	$\leq 2 \times 10^4$
	其它卫生指标按照 GB 13078 执行	
强制性标识要求	粗蛋白质、粗灰分、水分、铵盐	
其他要求	作为单一饲料管理	

## 饲料和饲料添加剂新产品目录（2021-02）

证书编号	新饲证字（2021）02号	
申请单位	常茂生物化学工程股份有限公司、上海医学生命科学研究 中心有限公司	
通用名称	吡咯并喹啉醌二钠	
英文名称	Pyrroloquinoline Quinone Disodium salt	
主要成分	吡咯并喹啉醌二钠（ $C_{14}H_4N_2Na_2O_8$ ）	
产品类别	其他	
产品来源	以2-甲氧基-5-硝基苯胺盐酸盐、酮戊二酸和甲醇为起 始原料化学合成生产制得。	
适用动物	肉仔鸡	
在配合饲料中的 推荐添加量	0.1~0.2mg/kg	
质量要求	外观和性状	红褐色粉末，无臭
	吡咯并喹啉醌二钠含量（以 $C_{14}H_4N_2Na_2O_8$ 干基计）/%	$\geq 98.0$
	干燥失重/%	$\leq 12.0$
	重金属（以Pb计）/（mg/kg）	$\leq 10$
	总砷（以As计）/（mg/kg）	$\leq 2.0$

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL-1001-2021

---

### 饲料原料 乙醇梭菌蛋白

Feed material — *Clostridium autoethanogenum* cell protein

2021-08-27 发布

2021-08-27 实施

---

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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由北京首朗生物科技有限公司起草，由国家饲料质量监督检验中心（北京）复核。

本文件主要起草人：王晓东、晁伟、莫志朋、范文文、夏楠、邹方起、张春悦。

# 饲料原料 乙醇梭菌蛋白

## 1 范围

本文件规定了饲料原料乙醇梭菌蛋白的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以乙醇梭菌（*Clostridium autoethanogenum* CICC 11088s）为发酵菌种，以钢铁工业转炉气中的CO为主要原料，采用液体发酵，生产乙醇后的剩余物，经分离、喷雾干燥等工艺制得。终产品不含生产菌株活细胞。

## 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 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6438 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 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 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13081 饲料中汞的测定方法
- GB/T 13082 饲料中镉的测定方法
- GB/T 13083 饲料中氟的测定 离子选择性电极法
- GB/T 13088 饲料中铬的测定
- GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的测定
- GB/T 13092 饲料中霉菌总数的测定
- GB/T 13093 饲料中细菌总数的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 技术要求

### 4.1 外观和性状

本品呈淡黄色或褐色；粉状，无结块；具有乙醇梭菌蛋白的特殊气味，无异味，无肉眼可见杂质。

### 4.2 理化指标

乙醇梭菌蛋白的理化指标应符合表1的要求。



表 1 理化指标

项 目	指 标
粗蛋白质/%	≥80.0
粗灰分/%	≤7.0
水分/%	≤12.0
铵盐 (以 NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计) %	≤1.0

#### 4.3 卫生指标

乙醇梭菌蛋白的卫生指标应符合表 2 的要求。

表 2 卫生指标

项 目	指 标
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤2.0
铅 (以 Pb 计) / (mg/kg)	≤5.0
镉 (以 Cd 计) / (mg/kg)	≤2.0
铬 (以 Cr 计) / (mg/kg)	≤5.0
氟 (以 F 计) / (mg/kg)	≤150
汞 (以 Hg 计) / (mg/kg)	≤0.1
霉菌总数/ (CFU/g)	≤2×10 <sup>3</sup>
细菌总数/ (CFU/g)	≤2×10 <sup>4</sup>
沙门氏菌 (25 g 中)	不得检出
其它卫生指标按 GB 13078 执行。	

#### 5 采样

按GB/T 14699.1的规定执行。

#### 6 试验方法

除特别说明外,所用试剂均为分析纯的试剂,色谱分析中所用水应符合GB/T 6682中规定的一级水,其他分析用水应符合GB/T 6682中规定三级水。试剂和溶液的制备按照GB/T 603的规定执行。

##### 6.1 感官检验

取适量样品置于清洁、干燥的白瓷盘中,在正常光照、通风良好、无异味的环境下,通过感官对4.1进行评定。

##### 6.2 粗蛋白质

按GB/T 6432规定的方法进行。

##### 6.3 粗灰分

按GB/T 6438规定的方法进行。

##### 6.4 水分

按GB/T 6435规定的方法执行。

##### 6.5 铵盐 (以 NH<sub>4</sub><sup>+</sup>计)

###### 6.5.1 原理

试样在碱性溶液中加热蒸馏,使氨游离出来,被硼酸溶液吸收,然后用盐酸标准溶液滴定。

###### 6.5.2 试剂或材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

###### 6.5.2.1 氧化镁。

- 6.5.2.2 硼酸。
- 6.5.2.3 甲基红。
- 6.5.2.4 溴甲酚绿。
- 6.5.2.5 乙醇。
- 6.5.2.6 硼酸溶液（20 g/L）：称取 20.0 g 硼酸，加水溶解，稀释至 1000 mL。
- 6.5.2.7 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)]=0.1 mol/L，按 GB/T 601 进行标定。
- 6.5.2.8 混合指示液：甲基红-乙醇溶液（2 g/L）1 份与溴甲酚绿-乙醇溶液（2 g/L）5 份，临用新配。

6.5.3 仪器设备

滴定管。

6.5.4 试验步骤

准确称取约 1 g 试样（精确至 0.001 g），置于 500 mL 蒸馏瓶中，加入 150 mL 蒸馏水及 1.5 g 氧化镁。连接好蒸馏装置，并使冷凝管下端连接弯管伸入接收瓶液面下，吸收瓶内盛有 10 mL 硼酸溶液及 2 滴混合指示剂，加热蒸馏，溶液沸腾约 30 min 即可，用少量水冲洗弯管，以盐酸标准滴定溶液滴定，溶液由蓝绿色变成灰红色为终点。取同量水、氧化镁、硼酸溶液按同一方法作空白实验。

6.5.5 结果分析

试样中铵盐（以 NH<sub>4</sub><sup>+</sup>计）的含量以质量分数 ω 计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$\omega = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 0.017}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- V<sub>1</sub>——试样溶液消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- V<sub>2</sub>——空白溶液消耗盐酸标准溶液的体积，单位为毫升（mL）；
- c ——盐酸标准滴定液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
- 0.017 ——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液[c(HCl)]=0.100 mol/L 相当的铵盐（以氮计）的质量，单位为克每毫摩尔（g/mmol）；
- m ——试样质量，单位为克（g）。

测定结果以两次平行测定的算术平均值表示，保留 2 位有效数字。

6.5.6 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

6.6 总砷（以 As 计）

按 GB/T 13079 的规定执行。

6.7 铅（以 Pb 计）

按 GB/T 13080 的规定执行。

6.8 镉（以 Cd 计）

按 GB/T 13082 的规定执行。

6.9 铬（以 Cr 计）

按 GB/T 13088 的规定执行。

6.10 氟（以 F 计）

按 GB/T 13083 的规定执行。

6.11 汞（以 Hg 计）

按 GB/T 13081 的规定执行。

## 6.12 霉菌总数

按 GB/T 13092 的规定执行。

## 6.13 细菌总数

按 GB/T 13093 的规定执行。

## 6.14 沙门氏菌

按 GB/T 13091 的规定执行。

## 7 检验规则

### 7.1 组批

以相同原料、相同的生产配方、相同的生产工艺和生产条件，同一班次生产的同一规格的产品为一批。

### 7.2 出厂检验

7.2.1 出厂检验项目为：外观和性状、水分、粗蛋白。

7.2.2 每批产品均需经生产单位质量检验部门检验合格，并附合格证后方可出厂。

### 7.3 型式检验

7.3.1 检验项目为本标准第 4 章中规定的全部项目。

7.3.2 型式检验在正常生产情况下至少每半年进行一次，有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 原辅材料或生产工艺有较大变化，有可能影响产品质量时；
- c) 停产三个月以上，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) 饲料行业行政管理部门提出要求时。

### 7.4 判定规则

7.4.1 所检项目检验结果均应符合本标准规定要求，检验结果全部符合标准规定则判定为合格。

7.4.2 微生物指标有一项不符合本标准要求则判定为不合格品。

7.4.3 检验结果中有任何指标不符合本标准规定时，应自同批产品中重新加倍取样进行复检，如复检仍不符合标准，则判定为不合格品，微生物指标不得复检。

7.4.4 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。

7.4.5 检验结果判定的允许误差按 GB/T 18823 的规定执行。

## 8 标签、包装、运输、贮存和保质期

### 8.1 标签

产品标签应符合 GB 10648 的规定。

### 8.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

### 8.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质共运。

### 8.4 贮存

产品应贮存在通风、干燥处，贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储。

#### 8.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，原包装自生产之日起的保质期为 18 个月。

附录 A

(规范性)

产品使用说明书

【新产品证书号】

【生产许可证号】

【执行标准】

## 饲料原料 乙醇梭菌蛋白

### 使用说明书

【产品名称】乙醇梭菌蛋白

【英文名称】*Clostridium autoethanogenum* cell protein

【有效成分】蛋白质

【性状】淡黄至褐色粉末，有乙醇梭菌特殊气味、无异味

【产品成分分析保证值】

项目	指标
粗蛋白质/%	≥80.0
粗灰分/%	≤7.0
水分/%	≤12.0
总砷(以As计)/(mg/kg)	≤2.0
铅(以Pb计)/(mg/kg)	≤5.0
镉(以Cd计)/(mg/kg)	≤2.0
铬(以Cr计)/(mg/kg)	≤5.0
氟(以F计)/(mg/kg)	≤150
汞(以Hg计)/(mg/kg)	≤0.1
铵盐(以NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计)/%	≤1.0
霉菌总数/(CFU/g)	≤2×10 <sup>3</sup>
细菌总数/(CFU/g)	≤2×10 <sup>4</sup>
沙门氏菌(25 g中)	不得检出
其他卫生指标按照GB13078执行	

【作用功效】提供蛋白营养源

【适用范围】鱼类

【用法与用量】直接在鱼类配合饲料中使用，建议使用量为3%

【净含量】

【保质期】18个月

【贮运】产品应贮存在通风、干燥处，贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储；运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质共运。

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

网址

邮箱

附录 B  
(规范性)  
产品标签

【新产品证书号】  
【执行标准】

【生产许可证号】  
【生产批号】

饲料原料  
乙醇梭菌蛋白

*Clostridium autoethanogenum* cell protein

本产品符合饲料卫生标准

【产品名称】乙醇梭菌蛋白

【产品成分分析保证值】

项目	指标
粗蛋白质/%	≥80.0
粗灰分/%	≤7.0
水分/%	≤12.0
总砷(以As计)/(mg/kg)	≤2.0
铅(以Pb计)/(mg/kg)	≤5.0
镉(以Cd计)/(mg/kg)	≤2.0
铬(以Cr计)/(mg/kg)	≤5.0
氟(以F计)/(mg/kg)	≤150
汞(以Hg计)/(mg/kg)	≤0.1
铵盐(以NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> 计)/%	≤1.0
霉菌总数/(CFU/g)	≤2×10 <sup>3</sup>
细菌总数/(CFU/g)	≤2×10 <sup>4</sup>
沙门氏菌(25 g中)	不得检出
其他卫生指标按照GB13078执行	

【作用功效】提供蛋白营养源

【适用范围】鱼类

【用法与用量】在鱼类配合饲料中推荐添加量为3%

【保质期】18个月

【贮运】产品应贮存在通风、干燥处，贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储；运输中防止包装破损、日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质共运。

【净含量】

【生产企业】

地址

邮编

电话

传真

【生产日期】

## 新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL-1002-2021

---

### 饲料添加剂 吡咯并喹啉醌二钠

Feed additive — Pyrroloquinoline quinine disodium salt

2021-08-27 发布

2021-08-27 实施

---

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》给出的规则起草。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由常茂生物化学工程股份有限公司提出并负责起草，由国家饲料质量监督检验中心（北京）复核。

本文件主要起草人：芮丽琴、居春花、高有军。



# 饲料添加剂 吡咯并喹啉醌二钠

## 1 范围

本文件规定了饲料添加剂吡咯并喹啉醌二钠产品的技术要求、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以 2-甲氧基-5-硝基苯胺盐酸盐、酮戊二酸和甲醇为起始原料化学合成生产制得的饲料添加剂吡咯并喹啉醌二钠。

## 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，注日期的应用文件，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 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/T 9735-2008 化学试剂 重金属测定通用方法
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079-2006 饲料中总砷的测定
- GB/T 14699.1 饲料 采样

## 3 化学名称、CAS 号、分子式、相对分子质量和结构式

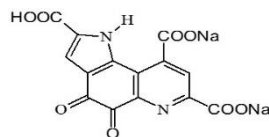
化学名称：吡咯并喹啉醌二钠

CAS 号：122628-50-6

分子式：C<sub>14</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>

相对分子质量：374.17（按 2011 年国际相对原子质量计）

结构式：



## 4 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 5 技术要求

### 5.1 外观和性状

NYSL-1002-2021

红褐色粉末，无臭。

## 5.2 技术指标

产品应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项目	指标
吡咯并喹啉醌二钠含量（以 $C_{14}H_4N_2Na_2O_8$ 干基计）/%	$\geq 98.0$
干燥失重/%	$\leq 12.0$
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	$\leq 10$
总砷（以 As 计）/(mg/kg)	$\leq 2.0$

## 6 采样

按 GB/T 14699.1 的规定进行采样。

## 7 试验方法

本标准所用的试剂在没有注明其它要求时，均为分析纯试剂。本标准所用的水为 GB/T 6682 中三级水规格。本标准所用标准溶液、制剂及制品，在没有注明其它要求时，均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 规定的方法制备。

### 7.1 感官检验

取适量试样置于清洁、干燥的白瓷盘中，在自然光线下观察其色泽和状态，并嗅其味。

### 7.2 鉴别试验

#### 7.2.1 试剂或材料

溴化钾：光谱纯。

#### 7.2.2 仪器设备

红外光谱仪：扫描范围为  $4000\text{ cm}^{-1}$ — $400\text{ cm}^{-1}$ ，最高分辨率 $\geq 4.0\text{ cm}^{-1}$ 。

#### 7.2.3 试验步骤

称取约 2 mg 样品及 200 mg 溴化钾（7.2.1），研磨均匀，压片。录制试样的红外光谱图。试样的红外光谱图与标准品的红外光谱图应一致（图谱参见附录 A 中图 A.1）。

### 7.3 吡咯并喹啉醌二钠含量

#### 7.3.1 方法 1 高效液相色谱法（仲裁法）

##### 7.3.1.1 原理

样品中的吡咯并喹啉醌二钠经纯水溶解，使用带有紫外检测器的高效液相色谱进行检测，用外标法定量。

##### 7.3.1.2 试剂或材料

7.3.1.2.1 水：GB/T 6682，一级。

7.3.1.2.2 三氟乙酸：色谱纯。

7.3.1.2.3 乙腈：色谱纯。

7.3.1.2.4 吡咯并喹啉醌二钠对照品：纯度≥98.0%。

7.3.1.2.5 0.5%三氟乙酸：移取 5 mL 三氟乙酸用纯水稀释至 1 L，混匀，即得。

7.3.1.2.6 吡咯并喹啉醌二钠标准溶液：精密称取吡咯并喹啉醌二钠对照品 10 mg，加水溶解稀释至 100 mL，制成每 1 mL 含本品 100 μg 的溶液。

7.3.1.3 仪器设备

7.3.1.3.1 电子天平：感量为 0.01 mg。

7.3.1.3.2 高效液相色谱仪：配有自动进样器、可变波长的紫外检测器。

7.3.1.4 液相色谱参考条件

色谱柱：Inertsil ODS-3，柱长 150mm，内径 4.6mm，粒径 5 μm，或其他性能相当者。

柱温：30 °C，控制精度±1 °C。

流速：1.0 mL/min。

波长：254 nm。

进样量：10 μL。

流动相 A：0.5%三氟乙酸溶液。

流动相 B：乙腈。

洗脱程序见下表：

时间	A/%	B/%
5	95	5
10	25	75
13	25	75
16	95	5
20	95	5

7.3.1.5 试验步骤

精密称取吡咯并喹啉醌二钠样品 10 mg，加水溶解并稀释至 100 mL，制成每 1 mL 约含本品 100 μg 的溶液。

取标准溶液 10 μL，进样，记录所得的吡咯并喹啉醌二钠对照品图谱（参见附录 A 中图 A.2）。

取试样溶液 10 μL，进样，记录所得的吡咯并喹啉醌二钠试样的图谱。

7.3.1.6 试验数据处理

试样中吡咯并喹啉醌二钠的含量以质量分数 $\omega_1$ 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（1）计算：

$$\omega_1 = \frac{A_1 \times c \times V}{A_2 \times m (1 - \omega_2)} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$A_1$ —— 试样溶液中待测物质的峰面积；

$A_2$ —— 标准溶液中吡咯并喹啉醌二钠的峰面积；

$V$ —— 定容体积，单位为毫升（mL）；

- $c$  —— 标准溶液中吡咯并喹啉酮二钠的浓度，单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g/mL}$ )；
- $m$  —— 试样质量，单位为克 ( $\text{g}$ )；
- $\omega_3$  —— 干燥失重，单位为百分数 (%)。

### 7.3.1.7 结果表示

测定结果以两次平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后一位。

### 7.3.1.8 精密度

在重复性条件下，两次独立测定的绝对差值不大于 2.0 %。

## 7.3.2 方法 2 电位滴定法

### 7.3.2.1 原理

采用电位滴定法，以氢氧化钠标准滴定溶液滴定本品结构中的羧基。

### 7.3.2.2 试剂或材料

氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.05 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 制备和标定。

### 7.3.2.3 仪器设备

7.3.2.3.1 电子天平：感量为 0.1 mg。

7.3.2.3.2 自动电位滴定仪。

### 7.3.2.4 试验步骤

称取 0.25 g 样品，精确到 0.1 mg，加 50 °C 无二氧化碳的水约 150 mL，在磁力搅拌器上搅拌至完全溶解，水浴 50 °C 保温 10~20 min，样品溶液现配在 30 min 内趁热用自动电位滴定仪进行 0.05 mol/L 氢氧化钠标准滴定溶液测定（自动电位滴定仪滴定温度设为 45 °C，并将测定的结果用空白试验校正）。

### 7.3.2.5 试验数据处理

试样中吡咯并喹啉酮二钠的含量以质量分数 $\omega_2$ 计，数值以百分含量 (%) 表示，按公式 (2) 计算：

$$\omega_2 = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.37417}{m \times (1 - \omega_3)} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- $V$  —— 试样消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $V_0$  —— 空白试验消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值，单位为毫升 (mL)；
- $c$  —— 氢氧化钠标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升 (mol/L)；
- 0.37417 —— 与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [ $c(\text{NaOH})=0.1 \text{ mol/L}$ ] 以克表示的吡咯并喹啉酮二钠的质量，单位为克每毫摩尔 (g/mmol)；
- $m$  —— 试样质量，单位为克 (g)；
- $\omega_3$  —— 干燥失重，单位为百分数 (%)。

### 7.3.2.6 结果表示

测定结果以两次平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后一位。

7.3.2.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定的绝对差值不大于0.3 %。

7.4 干燥失重

7.4.1 试验步骤

将洁净的称量瓶放入 180 °C±2 °C干燥箱中，取下称量瓶盖并放在称量瓶边上。干燥 30 min 后盖上称量瓶盖，将称量瓶取出，放在干燥器中冷却至室温（重复操作的冷却时间一定要相同）。称量，精确至 0.1 mg，反复操作，直至恒重。

称取试样约 1 g，精确至 0.1 mg。将试样置于 180 °C干燥恒重的称量瓶中，于 180 °C干燥箱中干燥 4 h，盖上称量瓶盖，将称量瓶取出，放在干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.1 mg，反复操作，直至恒重。重复干燥时间为 30 min。如果两次称量值的变化小于等于试样质量的 0.1 %，则以第一次称量的质量，计算干燥失重的含量。

7.4.2 试验数据处理

试样中干燥失重以质量分数 $\omega_3$ 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（3）计算：

$$\omega_3 = \frac{m_2 - (m_3 - m_1)}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$m_1$ ——称量瓶的质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$m_3$ ——称量瓶和干燥后试料的质量，单位为克（g）。

7.4.3 结果表示

测定结果以两次平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后一位。

7.4.4 精密度

在重复性条件下，两次独立测定的绝对差值不大于 0.2 %。

7.5 重金属

7.5.1 试剂

7.5.1.1 硫酸。

7.5.1.2 硝酸。

7.5.1.3 盐酸。

7.5.1.4 盐酸溶液（6 mol/L）：量取 250 mL 盐酸，倒入适量水中，用水稀释到至 500 mL。

7.5.1.5 硫化钠-丙三醇溶液：称取 5 g 硫化钠，溶于 10 mL 水和 30 mL 丙三醇的混合液中，避光密封保存，有效期一个月。

7.5.1.6 硝酸溶液（100 mL/L）：吸取硝酸 100 mL，缓慢加入到 80 mL 水中，冷却后用水稀释至 1000 mL。

7.5.1.7 铅标准储备溶液（0.1 mg/mL）：称取 0.160 g 硝酸铅，用 10 mL 硝酸溶液（7.5.1.6）溶解，移入 1000 mL 容量瓶中，稀释至刻度。

7.5.1.8 铅标准工作溶液（10 μg/mL）：精密量取铅标准储备溶液（7.5.1.7）1 mL，置于 10 mL 量瓶中，用水稀释至刻度摇匀。

## 7.5.2 测定与结果判定

### 7.5.2.1 试样溶液的制备

称取试样约 1.0 g，精确至 10 mg，置于刚玉坩埚中，加入适量硫酸浸润试样，于电炉上小火炭化后，加 2 mL 硝酸和 5 滴硫酸，小心加热直到白色烟雾挥尽，移入马弗炉中，于 500 °C 灰化完全，冷却后取出，加 2 mL 盐酸溶液（6 mol/L）湿润残渣，于水浴上慢慢蒸发至干。用 1 滴浓盐酸湿润残渣，并加 10 mL 水，于沸水浴上再次加热 2 min，将溶液移入 50 mL 比色管中，如有必要应过滤，用少量水洗涤坩埚和滤器，洗涤液一并移入比色管中，作为试样溶液。在试样灰化同时，另取一坩埚，同时做试剂空白试验。其余按 GB/T 9735-2008 中 5.2 规定的硫化钠-丙三醇比色法进行。

### 7.5.2.2 标准溶液的制备

取铅标准工作溶液（7.5.1.8）1 mL，按试样溶液的制备（7.5.2.1）同法处理。

### 7.5.2.3 结果判定

试样溶液所呈的暗色浅于标准溶液的颜色，判定为符合规定。

## 7.6 总砷

### 7.6.1 试剂

7.6.1.1 盐酸。

7.6.1.2 无砷锌粒。

7.6.1.3 硝酸镁溶液（150 g/L）：称取 30 g 硝酸镁溶于水中，并稀释至 200 mL。

7.6.1.4 盐酸溶液（3 mol/L）：量取 250 mL 盐酸，倒入适量水中，用水稀释到至 1 L。

7.6.1.5 碘化钾溶液（150 g/L）：称取 75 g 碘化钾溶于水中，定容至 500 mL，贮存于棕色瓶中。

7.6.1.6 酸性氯化亚锡溶液（400 g/L）：称取 20 g 氯化亚锡溶于 50 mL 盐酸中，加入数颗金属锡粒，可用一周。

7.6.1.7 二乙胺基二硫代甲酸银（Ag-DDTC）-三乙胺-三氯甲烷吸收液（2.5 g/L）：称取 2.5 g（精确至 0.0001 g）Ag-DDTC 于干燥的烧杯中，加适量三氯甲烷待完全溶解后，转入 1000 mL 容量瓶中，加入 20 mL 三乙胺，用三氯甲烷定容，于棕色瓶中存放在冷暗处。若有沉淀过滤后使用。

7.6.1.8 氢氧化钠溶液：200 g/L。

7.6.1.9 硫酸溶液（60 mL/L）：吸取硫酸 6.0 mL，缓慢加入到 80 mL 水中，冷却后用水稀释至 100 mL。

7.6.1.10 砷标准储备溶液（1.0 mg/mL）：精确称取 0.660 g 三氧化砷（110 °C，干燥 2 h），加 5 mL 氢氧化钠溶液（7.6.1.8）使之溶解，然后加入 25 mL 硫酸溶液（7.6.1.9）中和，定容至 500 mL。此溶液每毫升含 1 mg 砷，于塑料瓶中冷藏贮存。

7.6.1.11 砷标准工作溶液（1.0 μg/mL）：精密量取砷标准储备溶液（7.6.1.10）5.00 mL，置于 100 mL 量瓶中，加水定容，此溶液含砷 50 μg/mL。准确吸取 50 μg/mL 砷标准溶液 2.00 mL，于 100 mL 容量瓶中，加 1 mL 盐酸，加水定容，摇匀，此溶液每毫升相当于 1.0 μg 砷。

### 7.6.2 测定与结果判定

按 GB/T 13079-2006 中 5 规定的银盐法执行，其中试样处理按照 5.4.1.3 干灰化法处理。

## 8 检验规则

产品应由公司质量检验部门进行检验，公司应保证所有出厂产品都符合本标准的要求。每批出

厂的产品必须附有检验合格证明。

### 8.1 组批

以相同材料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的均匀一致的产品为一批。

### 8.2 出厂检验

表 1 项目中，吡咯并喹啉醌二钠含量、干燥失重、重金属、总砷为出厂检验项目。

### 8.3 型式检验

型式检验项目为第 5 章的全部要求。产品正常生产时，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型时；
- b) 生产工艺或原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产三个月以上，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，判定为该批次合格。

8.4.2 检验结果有任何指标不符合本文件规定时，可自同批产品中重新加一倍取样进行复检。复检结果有一项指标不符合本文件规定时，即判定该批产品不合格。

8.4.3 各项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 执行。

### 9.2 包装

采用铝箔袋进行包装，正确称量，封口。

### 9.3 运输

运输中防止包装破损、日晒、雨淋、禁止与有毒有害物质共存。

### 9.4 贮存

贮存在干燥、洁净、通风的库房内，防潮、防晒、防雨淋，防止与有毒有害物质混贮。

### 9.5 保质期

本产品在上述贮存条件以及包装完好的情况下，保质期为 24 个月。

附录 A

(规范性)

吡咯并喹啉醌二钠标准品红外光谱图和液相色谱图

A.1 吡咯并喹啉醌二钠标准品红外光谱图见图 A.1。

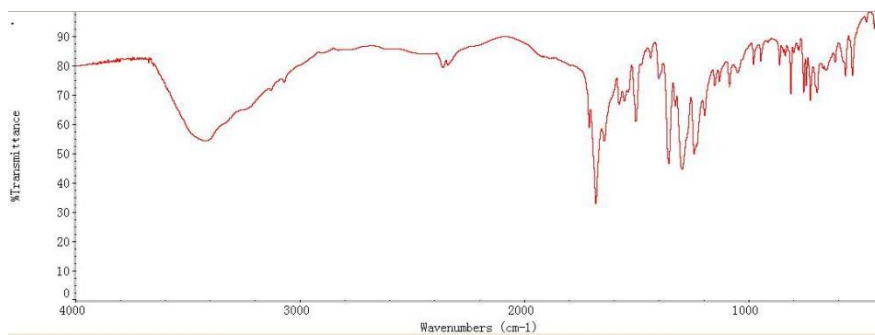


图 A.1 吡咯并喹啉醌二钠标准品红外光谱图

A.2 吡咯并喹啉醌二钠标准品液相色谱图见图 A.2。

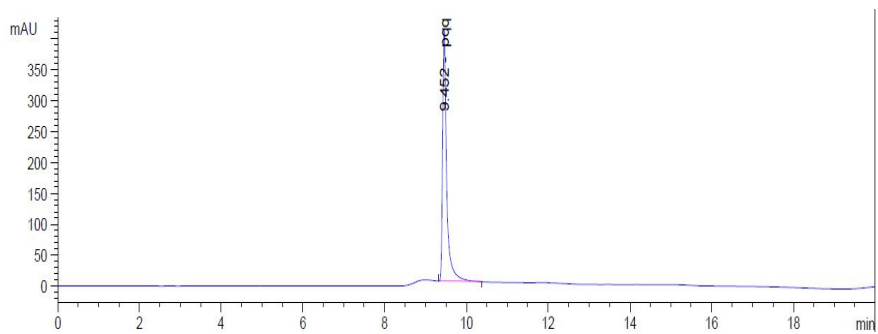


图 A.2 吡咯并喹啉醌二钠标准品液相色谱图



附录 B

(规范性)

产品使用说明书

- 【新产品证书号】
- 【生产许可证号】
- 【产品批准文号】
- 【执行标准】

## 饲料添加剂 吡咯并喹啉醌二钠 使用说明书

- 【产品名称】吡咯并喹啉醌二钠
- 【英文名称】Pyrroloquinoline quinine disodium salt
- 【有效成分】吡咯并喹啉醌二钠 (C<sub>14</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>)
- 【性状】红褐色粉末，无臭
- 【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
吡咯并喹啉醌二钠含量 (以 C <sub>14</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 干基计) /%	≥98.0
干燥失重 / %	≤12.0
重金属(以 Pb 计) / (mg/kg)	≤10
总砷 (以 As 计) / (mg/kg)	≤2.0

- 【作用功效】提高肉仔鸡抗氧化能力
- 【适用范围】肉仔鸡
- 【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中推荐添加 0.1~0.2 mg/kg
- 【净含量】
- 【保质期】24 个月
- 【贮运】贮存在干燥、洁净、通风的库房内，防潮、防晒、防雨淋，防止与有毒有害物质混贮。
- 【生产企业】

地址	邮编
电话	传真
网址	邮箱

附录 C  
(规范性)  
产品标签

【新产品证书号】  
【产品批准文号】

【生产许可证号】  
【执行标准】

饲料添加剂  
吡咯并喹啉醌二钠

Pyrrroloquinoline quinine disodium salt

【产品名称】吡咯并喹啉醌二钠

【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
吡咯并喹啉醌二钠含量（以 C <sub>14</sub> H <sub>4</sub> N <sub>2</sub> Na <sub>2</sub> O <sub>8</sub> 干基计）/%	≥98.0
干燥失重/%	≤12.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤10
总砷（以 As 计）/(mg/kg)	≤2.0

【有效成分】吡咯并喹啉醌二钠（C<sub>14</sub>H<sub>4</sub>N<sub>2</sub>Na<sub>2</sub>O<sub>8</sub>）

【作用功效】提高肉仔鸡抗氧化能力

【适用范围】肉仔鸡

【用法与用量】在肉仔鸡配合饲料中推荐添加 0.1~0.2 mg/kg

【净含量】

【保质期】24 个月

【贮运】贮存在干燥、洁净、通风的库房内，防潮、防晒、防雨淋，防止与有毒有害物质混贮。

【生产企业】

地址  
电话

邮编  
传真

【生产日期】

【生产批号】