

团 体 标 准

T/CFIAS 3011—2023

混合型饲料添加剂 乙氧基喹啉（粉）

Feed additives mixture — ethoxyquin powder

2023-06-29 发布

2023-07-29 实施

中国饲料工业协会 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。

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。

本文件由中国饲料工业协会团体标准技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所、全国畜牧总站、泰兴瑞泰化工有限公司、宜兴市天石饲料有限公司、江苏利田科技有限公司、淮安市润龙科技有限公司、江苏省农业科学院畜牧研究所、江苏省畜产品质量检验检测中心。

本文件主要起草人：贾铮、樊霞、李燕松、任云华、严华、周维仁、杨海锋、耿士伟、赵志辉、陈冠雄、付启龙、万伏凯、姚晓峰、闫俊书、储瑞武、罗阳、邹益东、张本田、田静、徐思远、冯玉超、李兰、李慧。

混合型饲料添加剂 乙氧基喹啉（粉）

1 范围

本文件规定了混合型饲料添加剂乙氧基喹啉（粉）的技术要求、取样、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以饲料添加剂乙氧基喹啉为原料，加入石粉、二氧化硅载体制成的乙氧基喹啉含量 $\geq 20\%$ 的混合型饲料添加剂乙氧基喹啉粉剂。

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 606 化学试剂 水分测定通用方法 卡尔·费休法
- GB 1886.225—2016 食品安全国家标准 食品添加剂 乙氧基喹
- GB/T 5917.1 饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法
- 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（含第1号修改单）
- 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
- GB/T 13082 饲料中镉的测定
- GB/T 13083 饲料中氟的测定 离子选择性电极法
- GB T 14699.1 饲料 采样
- 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 技术要求

4.1 外观与性状

淡黄色至深褐色粉末。

4.2 技术指标

技术指标应符合表1的要求。

表1 技术指标

项目	指标
乙氧基喹啉含量（以C ₁₄ H ₁₉ N ₃ O计）/%	≥标示量
乙氧基喹啉单体（C ₁₄ H ₁₉ N ₃ O）含量/%	≥标示量的90%
水分/%	≤4
对氨基苯乙醚/%	≤0.3
非那西丁a/(mg/kg)	≤30
砷(As)/(mg/kg)	≤2.0
铅(Pb)/(mg/kg)	≤10
汞(Hg)/(mg/kg)	≤0.1
镉(Cd)/(mg/kg)	≤0.5
氟(F)/(mg/kg)	≤135
粒度（0.425 mm分析筛通过率）/%	≥90
a 饲料添加剂乙氧基喹啉生产过程中产生的伴生物质。	

5 取样

按GB/T 14699.1的规定执行。

6 试验方法

6.1 外观与性状

取适量试样，在自然光线下观察色泽和性状。

6.2 乙氧基喹啉（以C₁₄H₁₉N₃O计）

6.2.1 原理

在非水条件下，以高氯酸标准滴定溶液滴定试样，进行中和反应，电位计指示终点。

6.2.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

6.2.2.1 冰乙酸。

6.2.2.2 乙酸酐。

6.2.2.3 高氯酸标准滴定溶液： $c(\text{HClO}_4) = 0.1 \text{ mol/L}$ 。按GB/T 601配制和标定。

6.2.3 仪器设备

6.2.3.1 分析天平：精度为 0.1 mg。

6.2.3.2 电位滴定仪。

6.2.4 样品

按GB/T 20195规定制备试样，装入密闭棕色容器中，避光保存。

6.2.5 试验步骤

平行做两份试验。称取试样约0.2 g(精确至0.1 mg)，置于干燥烧杯中，加入50 mL冰乙酸(6.2.2.1)和1 mL乙酸酐(6.2.2.2)，按照电位滴定法，用高氯酸标准滴定溶液(6.2.2.3)滴定。同时做空白试验。

6.2.6 试验数据处理

试样中乙氧基喹啉含量以质量分数 ω_1 计，数值以%表示，按式(1)计算：

$$\omega_1 = \frac{(V - V_0) \times c \times M}{1000 \times m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

- ω_1 —— 乙氧基喹啉含量，单位为百分数(%)；
- V —— 试样消耗高氯酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- V_0 —— 空白试验消耗高氯酸标准溶液的体积，单位为毫升(mL)；
- C —— 高氯酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升(mol/L)；
- M —— 乙氧基喹啉的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol) [$M(C_{14}H_{19}NO) = 217.31$]；
- 1 000 —— 体积换算系数；
- m —— 试样的质量，单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

6.2.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于0.3%。

6.3 乙氧基喹啉单体(C₁₄H₁₉NO)

6.3.1 原理

试样中的乙氧基喹啉单体用乙腈提取，高效液相色谱法测定，外标法定量。

6.3.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

6.3.2.1 水：GB 6682，一级。

6.3.2.2 乙腈：色谱纯。

6.3.2.3 乙酸：色谱纯。

6.3.2.4 2%乙酸溶液：量取 20.0 mL 乙酸，用水稀释至 1 000 mL，摇匀，备用。

6.3.2.5 乙氧基喹啉标准储备溶液（1 mg/mL）：准确称取乙氧基喹啉标准品（CAS：91-53-2，纯度 \geq 95%）0.1 g（精确至 0.1 mg），置于 100 mL 棕色容量瓶中，用乙腈（6.3.2.2）定容，摇匀。0℃~4℃避光保存，有效期 2 周。

6.3.2.6 乙氧基喹啉标准工作溶液（0.1 mg/mL）：准确移取乙氧基喹啉标准储备溶液（6.3.2.5）10 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中，用乙腈（6.3.2.2）定容，摇匀，0℃~4℃避光保存，有效期 2 周。

6.3.2.7 乙氧基喹啉标准系列溶液：准确移取乙氧基喹啉标准工作溶液（6.3.2.6）适量于 25 mL 棕色容量瓶中，用乙腈（6.3.2.2）稀释并定容。配制成乙氧基喹啉浓度为 10 μ g/mL、20 μ g/mL、40 μ g/mL、80 μ g/mL 和 100 μ g/mL 的标准系列溶液。临用现配。

6.3.2.8 微孔滤膜：0.22 μ m，有机相。

6.3.3 仪器设备

6.3.3.1 高效液相色谱仪：配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

6.3.3.2 分析天平：精度为 0.1 mg。

6.3.3.3 超声波清洗器。

6.3.4 样品

按GB/T 20195的规定制备试样，至少200 g，粉碎使其全部通过0.425 mm分析筛，充分混匀，装入密闭棕色容器中，避光保存。

6.3.5 试验步骤

以下操作应注意避光。

6.3.5.1 提取

平行做两份试验。称取试样0.1 g~0.2 g（精确至0.1 mg），置于100 mL棕色容量瓶中，加入60 mL乙腈（6.3.2.2），超声提取30 min，中间振摇1次~2次。冷却至室温，用乙腈（6.3.2.2）定容，摇匀，静置。准确移取5 mL上清液于100 mL棕色容量瓶中，用乙腈（6.3.2.2）定容，摇匀，取上清液过膜（6.3.2.8），待测。

6.3.5.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- 色谱柱：C₁₈柱，柱长250 mm，内径4.6 mm，粒度5 μ m，或性能相当者；
- 流动相：乙腈（6.3.2.2）+乙酸溶液（6.3.2.4）=60+40；
- 波长：228 nm；
- 流速：1.0 mL/min；

- e) 柱温：30 ℃；
f) 进样体积：10 μL。

6.3.6 测定

6.3.6.1 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器最佳条件下，分别取标准系列溶液（6.3.2.7）和试样溶液（6.3.5.1）上机测定。乙氧基喹啉标准溶液的液相色谱图见附录A。

6.3.6.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中乙氧基喹啉的保留时间应与标准系列溶液中所对应的乙氧基喹啉保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内。

6.3.6.3 定量

以乙氧基喹啉标准系列溶液的浓度为横坐标，对应的色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于0.99。试样溶液中乙氧基喹啉的浓度应在标准曲线的线性范围内。如超出范围，应准确量取适量试样溶液（6.3.5.1）用乙腈（6.3.2.2）作相应稀释（ n 倍）后重新测定。单点校准定量时，试样溶液中乙氧基喹啉的浓度与标准溶液浓度相差不超过30%。

6.3.6.4 试验数据处理

试样中乙氧基喹啉的含量以质量分数 ω_2 计，数值以百分含量（%）表示。多点校准按公式（2）计算；单点校准按公式（3）计算：

$$\omega_2 = \frac{\rho \times V \times V_2}{V_1 \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- ω_2 —— 试样中乙氧基喹啉的含量，单位为百分含量（%）；
- ρ —— 由标准曲线查得的试样溶液中乙氧基喹啉的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；
- V —— 试样定容的体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 —— 上清液定容的体积，单位为毫升（mL）；
- n —— 超出标准曲线范围后的稀释倍数；
- V_1 —— 移取上清液的体积，单位为毫升（mL）；
- m —— 试样质量，单位为克（g）；
- 1 000 —— 单位换算系数。

$$\omega_2 = \frac{A \times \rho_s \times V \times V_2}{A_s \times V_1 \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- ω_2 —— 试样中乙氧基喹啉的含量，单位为百分含量（%）；
- A —— 试样溶液中乙氧基喹啉的色谱峰面积；

- ρ_s —— 标准溶液中乙氧基喹琳的质量浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；
- V —— 试样定容的体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 —— 上清液定容的体积，单位为毫升（mL）；
- N —— 超出范围后的稀释倍数；
- A_s —— 标准溶液中乙氧基喹琳的色谱峰面积；
- V_1 —— 移取上清液的体积，单位为毫升（mL）；
- m —— 试样质量，单位为克（g）；
- 1000 —— 换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

6.3.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的5%。

6.4 水分

按 GB/T 606 规定执行。

6.5 对氨基苯乙醚

按 GB 1886.225-2016 附录 A.4 规定执行。

6.6 非那西丁

6.6.1 原理

试样中的非那西丁经乙酸乙酯超声提取，正己烷除脂，液相色谱-串联质谱仪测定，外标法定量。

6.6.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

6.6.2.1 水：GB/T 6682，一级水。

6.6.2.2 甲醇：色谱纯。

6.6.2.3 乙腈：色谱纯。

6.6.2.4 甲酸：色谱纯。

6.6.2.5 正己烷：色谱纯。

6.6.2.6 乙酸乙酯。

6.6.2.7 50%甲醇溶液：移取 100 mL 甲醇（6.6.2.2），加水稀释至 200 mL，混匀。

6.6.2.8 0.1%甲酸溶液：准确移取 1 mL 甲酸（6.6.2.4），加水稀释至 1 000 mL，混匀。

6.6.2.9 非那西丁标准储备溶液（100 $\mu\text{g/mL}$ ）：准确称取非那西丁标准品（CAS：62-44-2，纯度 $\geq 98\%$ ）10 mg（精确至 0.01 mg），置于 100 mL 棕色容量瓶中，用甲醇（6.6.2.2）定容，摇匀。0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存，有效期 6 个月。

6.6.2.10 非那西丁标准中间溶液 (1 $\mu\text{g}/\text{mL}$)：准确移取非那西丁标准储备溶液 (6.6.2.9) 1 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中，用甲醇 (6.6.2.2) 定容，摇匀。0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存，有效期 2 周。

6.6.2.11 非那西丁标准系列溶液：准确移取非那西丁标准中间溶液 (6.6.2.10) 适量于 50 mL 棕色容量瓶中，用甲醇 (6.6.2.2) 稀释并定容。配制成非那西丁浓度为 5 ng/mL 、10 ng/mL 、20 ng/mL 、50 ng/mL 、100 ng/mL 和 200 ng/mL 的标准系列溶液。临用现配。

6.6.2.12 微孔滤膜：0.22 μm ，有机系。

6.6.3 仪器设备

6.6.3.1 液相色谱-串联质谱仪：配备电喷雾离子源 (ESI)。

6.6.3.2 分析天平：精度为 0.01 mg 和 0.1 mg。

6.6.3.3 超声波清洗器。

6.6.3.4 涡旋混匀器。

6.6.3.5 离心机：转速不低于 4 000 r/min。

6.6.3.6 氮吹仪。

6.6.4 样品

按 GB/T 20195 规定制备试样，至少 200 g，粉碎使其全部过 0.425 mm 分析筛，充分混匀，装入密闭棕色容器中，避光保存。

6.6.5 试验步骤

6.6.5.1 提取

平行做两份试验。称取试样 0.25 g (精确至 0.1 mg)，置于 50 mL 的离心管中，准确加入 25 mL 乙酸乙酯，涡旋 1 min，超声提取 20 min，期间振摇 1 次。放至室温，准确移取 2.5 mL 上清液至 15 mL 离心管中，氮吹至近干，准确加入 5 mL 甲醇 (6.6.2.2)，超声 10 min，再准确加入 5 mL 水，混匀后，加入 1 mL 正己烷 (6.6.2.5)，涡旋 1 min，离心 5 min，弃去正己烷层，取下层清液过膜 (6.6.2.12)，待测。

6.6.5.2 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下：

- 色谱柱： C_{18} 柱，柱长 100 mm，内径 2.1 mm，粒度 1.7 μm ，或性能相当者；
- 流动相：A：0.1% 甲酸水溶液 (6.6.2.8)；B：乙腈 (6.6.2.3)。梯度洗脱程序见表 2；
- 柱温：30 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 流速：0.3 mL/min；
- 进样量：10 μL

表2 梯度洗脱程序

时间 min	A %	B %
0.01	95	5
1.0	95	5
2.0	70	30
5.0	20	80
6.0	2	98
8.0	2	98
8.1	95	5
12.0	95	5

6.6.5.3 质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 离子源：电喷雾（ESI）；
- b) 电力模式：正离子；
- c) 扫描方式：多反应监测（MRM）；
- d) 电喷雾电压：4 500 V；
- e) 锥孔电压：30 V；
- f) 去溶剂气流速：400 L/h；
- g) 锥孔气流速：10 L/h；
- h) 去溶剂温度：500 °C；

定量离子对、定性离子对、碰撞能量等质谱参数见表3。

表3 定量离子对、定性离子对、碰撞能量等质谱参数

化合物名称	离子对	碰撞能量 CE/V
非那西丁	180.1>110.1*	18
	180.1>93.1	20
* 定量离子对。		

6.6.6 测定

6.6.6.1 标准系列溶液和试样溶液测定

在仪器的最佳条件下，分别取标准系列溶液（6.6.2.11）和试样溶液（6.6.5.1）上机测定。非那西丁标准溶液定量离子色谱图见附录B。

6.6.6.2 定性

以保留时间定性，试样溶液中非那西丁的保留时间与标准系列工作溶液所对应的非那西丁保留时间一致，其相对偏差在±2.5%之内。根据表3选择的定性离子对，比较试样谱图中非那西丁定性离子的

相对离子丰度与浓度接近的标准系列溶液所对应的定性离子的相对离子丰度，若偏差不超过表4规定的范围，则可判定为样品中存在非那西丁。

表4 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	>20%~50%	>10%~20%	≤10%
允许的相对偏差	±20%	±25%	±30%	±50%

6.6.6.3 定量

以非那西丁标准系列溶液中的浓度为横坐标，对应的色谱峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，其相关系数应不低于0.99。试样溶液中非那西丁的浓度应在标准曲线的线性范围内。如超出范围，应准确量取适量试样溶液（6.6.5.1）用甲醇溶液（6.6.2.7）作相应稀释（ n 倍）后重新测定。单点校准定量时，试样溶液中非那西丁的浓度与标准溶液浓度相差不超过30%。

6.6.6.4 试验数据处理

试样中非那西丁含量以质量分数 ω_3 计，数值以毫克每千克（mg/kg）表示。多点校准按公式（4）计算；单点校准按公式（5）计算：

$$\omega_3 = \frac{\rho \times V \times V_2}{V_1 \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (4)$$

式中：

- ω_3 —— 试样中非那西丁的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- ρ —— 由标准曲线查得的试样溶液中非那西丁的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- V —— 提取液体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 —— 复溶液体积，单位为毫升（mL）；
- n —— 稀释倍数；
- V_1 —— 提取液分取体积，单位为毫升（mL）；
- m —— 试样质量，单位为克（g）；
- 1 000 —— 单位换算系数。

$$\omega_3 = \frac{A \times \rho_s \times V \times V_2}{A_s \times V_1 \times m \times 1000} \times n \dots\dots\dots (5)$$

式中：

- ω_3 —— 试样中非那西丁的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- A —— 试样溶液中非那西丁的色谱峰面积；
- ρ_s —— 非那西丁标准溶液的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；
- V —— 提取液体积，单位为毫升（mL）；
- V_2 —— 复溶液体积，单位为毫升（mL）；
- n —— 稀释倍数；
- A_s —— 标准溶液中非那西丁的色谱峰面积；

V_1 —— 提取液分取体积，单位为毫升（mL）；

m —— 试样质量，单位为克（g）；

1 000 —— 单位换算系数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后1位。

6.6.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的20%。

6.7 砷

按 GB/T 13079规定执行。

6.8 铅

按 GB/T 13080规定执行。

6.9 汞

按 GB/T 13081规定执行。

6.10 镉

按 GB/T 13082规定执行。

6.11 氟

按GB/T 13083规定执行。

6.12 粒度

按 GB/T 5917.1规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以相同原料、相同的生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，但每批产品不得超过40 t。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、水分、乙氧基喹啉（以 $C_{14}H_{19}NO$ 计）。

7.3 型式检验

型式检验项目为第4章规定的全部要求。在正常生产情况下，每半年至少进行一次型式检验，但有下列情况之一时，应进行型式检验：

- a) 新产品投产时；
- b) 原料、设备、加工工艺有较大改变时；
- c) 产品停产3个月以上，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) 饲料管理部门提出型式检验要求时。

7.4 判定规则

7.4.1 所验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.4.2 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。复检结果有一项指标不符合本文件规定，即判定该批产品不合格。

7.4.3 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。

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

按照GB 10648规定执行。

8.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮、防渗透、避光，产品包装应密封、牢固。

8.3 运输

在运输过程中应防潮、防日晒、防高温、防止包装破损，不应与有毒有害物质混运。

8.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混贮。

8.5 保质期

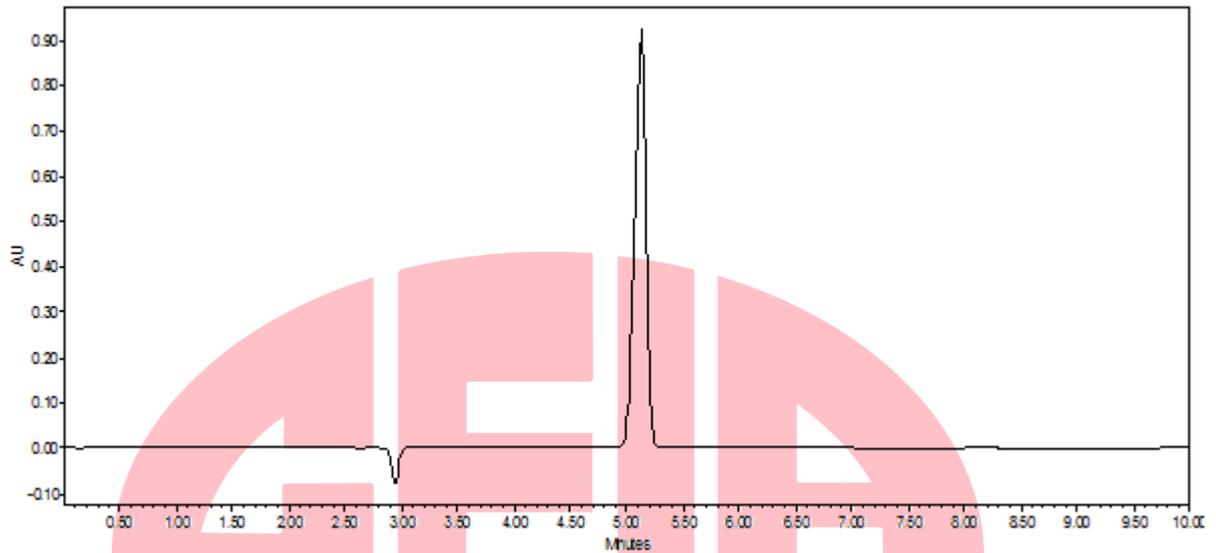
未开启包装的产品，在本文件规定的运输、贮存条件下，产品保质期应与产品标签中标明的保质期一致。

附录 A

(资料性)

乙氧基喹啉标准溶液液相色谱图

乙氧基喹啉标准溶液液相色谱图见图A.1。



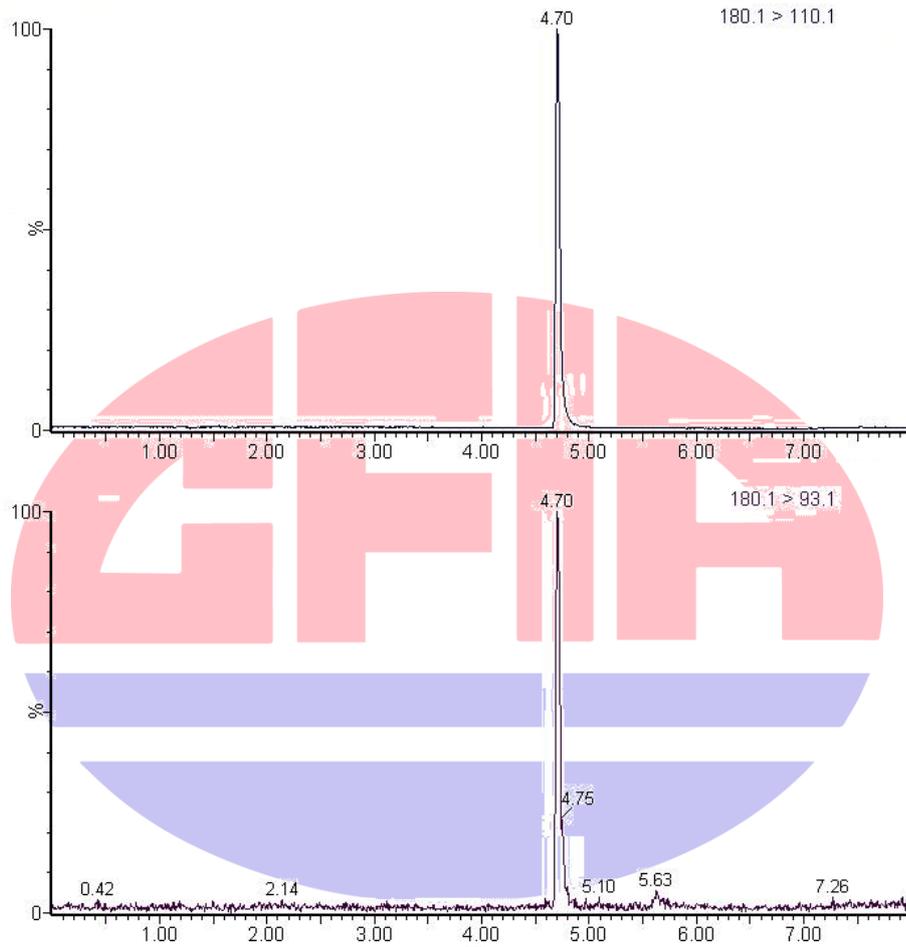
图A.1 乙氧基喹啉标准溶液 (0.1 mg/mL) 液相色谱图

附录 B

(资料性)

非那西丁标准溶液定量离子色谱图

非那西丁标准溶液定量离子色谱图见图B.1。



图B.1 非那西丁标准溶液（100 ng/mL）定量离子色谱图

