

ICS 65.120

CCS X 04

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

生乳生产技术规范

Technical specification for the production of raw milk

(公开征求意见稿)

(本稿完成日期: 2021.05)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

生乳生产技术规范

1 范围

本文件规定了生乳生产相关的术语和定义、从业人员健康与卫生、养殖环境、奶畜、感官控制、理化指标控制、污染物控制、真菌毒素控制、微生物控制、体细胞数控制、农药残留和兽药残留控制、监控的技术要求。

本文件适用于生乳生产及其牧场管理。

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 19525.2—2004 畜禽场环境质量评价准则

GB/T 20014.8 良好农业规范 第8部分：奶牛控制点与符合性规范

GB/T 27342 危害分析与关键点（HACCP）体系 乳制品生产企业要求

NY/T 34 奶牛饲养标准

NY/T 388 畜禽场环境质量标准

NY/T 1242 奶牛场 HACCP 饲养管理规范

NY/T 3314 生乳中黄曲霉毒素 M1 控制技术规范

NY/T 3462 全株玉米青贮霉菌毒素控制技术规范

NY/T 5030 无公害农产品 兽药使用准则

NY 5032 无公害食品 畜禽饲料和饲料添加剂使用准则

NY 5047 无公害食品 奶牛饲养兽医防疫准则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

生乳 raw milk

从健康泌乳期的奶畜乳房中挤出的无任何提取或添加的常乳。

注：产犊后 7 d 内的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用作生乳。

[来源：GB 19301—2010，3.1，有修改]

4 从业人员健康与卫生

4.1 人员健康

4.1.1 患有传染性疾病、化脓性或渗出性皮肤病、以及其他有碍食品卫生疾病的人员，不应从事生乳相关的生产工作。

4.1.2 应持有健康合格证，方可上岗；应至少每年进行健康体检并建立档案。

4.1.3 应建立并实施日常从业人员健康和卫生的管理制度，确保从业人员健康的有效性。

4.1.4 其他应符合 NY/T 1242 中人员的规定。

4.2 人员卫生

4.2.1 应穿戴整洁合适的工作服；挤奶员工应额外佩戴工作帽、不应涂抹化妆品、不应喷洒或涂抹香水等散发气味的物品。

4.2.2 不应在生产区抽烟和喝酒。

4.2.3 与生乳有接触的员工，手和臂应清洁和干燥。

4.2.4 有外伤的挤奶员工，应暂时调离岗位。

4.2.5 其他应符合 GB/T 20014.8 的规定。

5 养殖环境

5.1 场址和布局

5.1.1 防疫应符合 NY 5047 的规定。

5.1.2 场址环境和卫生应符合 GB 16568 和 NY/T 388 的规定。

5.2 水源

应满足清洁和饮用的需要，水源质量应符合 GB 5749 的规定。

5.3 环境卫生

应达到 GB/T 19525.2—2004 中 III 级（安全级）以上。

6 奶畜

6.1 健康

应健康无疫病，结核病、布鲁氏菌病等疫病的监测应符合《2014 年国家动物疫病监测与流行病学调查计划》的规定。

6.2 调运

——调入奶畜来源地应 6 个月内无疫病；

——运输前，应隔离饲养 30 d 以上，并且经过当地管理部门检疫合格；

——运输过程不应与其他畜禽接触，不应在疫区车站、港口和机场装填饲草料、饮水和其他物资；

——并群饲养前，应隔离饲养 30 d 以上，经过当地管理部门检疫合格。

7 感官控制

7.1 色泽

7.1.1 患乳房炎奶畜不应与健康奶畜在同一挤奶台挤奶。

7.1.2 不应过度挤奶，导致乳头破裂，血液混入贮奶罐。

7.1.3 清洗用水，应无肉眼可见变化颜色、新鲜、无异味。

7.1.4 管道、贮奶罐和运奶罐不应残留有清洗用酸液和碱液。

7.2 滋味和气味

7.2.1 贮奶间

7.2.1.1 应处于牧场的上风向。

7.2.1.2 应远离堆粪棚、氧化塘和青贮饲料存储区域。

7.2.1.3 不应放置酸液、碱液等化学品和其他有气味的设备设施。

7.2.1.4 门、窗应装配完整、严密；通风良好，宜强制通风。

7.2.1.5 下水道应保持通畅，清洁无异味，无其他废弃物流入或浊气逸出。

7.2.2 挤奶

- 7.2.2.1 应按照前药浴、三把奶、擦拭、上杯、后药浴等操作规范执行。
- 7.2.2.2 宜使用一次性纸巾擦拭；选用毛巾擦拭，应每班次对毛巾进行清洗消毒。
- 7.2.2.3 乳头擦拭应规范，不应漏擦拭和擦拭不彻底。
- 7.2.2.4 挤奶时，畜舍内或挤奶厅内不应进行消毒或化学性灭蝇工作。

7.2.3 设备设施

- 7.2.3.1 与生乳直接接触的管道、连接件、泵、橡胶件等设施设备应使用食品级材质。
- 7.2.3.2 挤奶管道、运输管道、贮奶罐等与生乳接触的设备设施，新安装或是改造后，应对与生乳接触的内管壁进行检查，焊接点、内壁、弯道连接处等应无毛刺、无凸点、无凹点。
- 7.2.3.3 每班次挤奶结束后，应对奶水分离器及其上方真空管道进行清洗，无奶垢残留，无异味。
- 7.2.3.4 真空盛气筒应每月检查，无废液，无异味。
- 7.2.3.5 每班次挤奶结束后，应对与生乳接触的设备设施进行清洗、消毒。

7.2.4 贮存运输

- 7.2.4.1 生乳入贮奶罐方式，应从贮奶罐专用孔道进入贮奶罐，挤奶时不应将输奶管直接放到贮奶罐下方；挤奶结束后，专用孔道应用不锈钢孔盖或食品级塞子密封。
- 7.2.4.2 贮奶罐上方罐盖，应处于密闭状态。
- 7.2.4.3 贮奶罐配备搅拌设施，贮存生乳期间，不应停止搅拌。

7.3 组织状态

生乳入贮奶罐前，应通过直径0.150 mm（100目）的滤网；每班次挤奶前，应更换滤网。

8 理化指标控制

8.1 冰点和相对密度

- 8.1.1 不应向生乳中兑水。
- 8.1.2 贮奶罐、管道和运奶罐等与生乳接触的设施设备，不应残留水。

8.2 蛋白质和脂肪

8.2.1 饲料与营养

- 8.2.1.1 选用的饲料原料，应符合农业农村部《饲料原料目录》的要求。

- 8.2.1.2 选用的饲料添加剂，应符合农业农村部《饲料添加剂品种目录》的要求。
- 8.2.1.3 饲料卫生应符合 GB 13078 的规定。
- 8.2.1.4 饲料及饲料添加剂的使用，应符合 NY 5032 的规定。
- 8.2.1.5 不同饲养阶段的奶畜，应制定相对应的营养配方，日粮配方宜符合 NY/T 34 的规定。
- 8.2.1.6 温湿度指数大于 72 时，应执行防暑降温程序。
- 8.2.1.7 热应激时，应适当提高日粮营养浓度，增加优质粗饲料比例，降低粗饲料的切碎长度；宜降低饮水和喷淋用水的温度。

8.2.2 管理

应减少奶畜的应激，维持瘤胃微生物稳态。

9 污染物控制

9.1 通用要求

应建立污染物控制检查考核制度。

9.2 饮用水

贮水塔等贮水设施应每季度清洗消毒 1 次，不应受到外源污染物污染；饮水槽应每日清洗，不应有外源污染物污染。

9.3 饲料

饲料原料使用前，应检查污染物含量，符合 GB 13078 的规定。

9.4 环境

奶畜舍应通风良好，无氨气等异味蓄积，应符合 GB 3095 的规定。

10 真菌毒素控制

10.1 通用要求

应符合 NY/T 3314 和 NY/T 3462 的规定。包括但不限于如下要求。

10.2 饲料

10.2.1 水分含量要求

植物性能量饲料原料水分含量应小于等于 13 %，植物性蛋白饲料原料水分含量应小于等于 12 %，秸秆、干草等粗饲料水分含量应小于等于 14 %。

10.2.2 黄曲霉毒素 B1 含量要求

10.2.2.1 应符合 GB 13078 的规定。

10.2.2.2 泌乳期精料补充料中黄曲霉毒素 B1 的含量应小于等于 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （以干物质计）。

10.2.2.3 青贮饲料中黄曲霉毒素 B1 的含量应小于等于 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （以干物质计）。

10.2.2.4 TMR 日粮中黄曲霉毒素 B1 的含量应小于等于 15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （以干物质计）。

10.2.2.5 湿酒糟和湿果渣等湿料原料，宜在 1 d~2 d 内使用完毕。

11 微生物控制

11.1 清洗消毒

11.1.1 通用要求

对挤奶、生乳储存和运输设备设施，牧场应制定和执行清洗消毒制度与管理操作程序。包括但不限于如下要求。

11.1.2 挤奶设施

11.1.2.1 挤奶操作前，应进行消毒，消毒用热水温度应达到 80 $^{\circ}\text{C}$ 以上。

11.1.2.2 挤奶操作后，应每班次进行碱洗，碱洗后，清洗管道排出的水应无碱液残留，pH 值呈中性。

11.1.2.3 挤奶设施宜每 3 d 进行一次酸洗，酸洗后，清洗管道排出的水应无酸液残留，pH 值呈中性。

11.1.3 储存设施和运输设备

11.1.3.1 储存设施和运输设备宜配备原位清洗（CIP）系统，并符合 GB/T 27342 的规定。

11.1.3.2 每次使用前，应进行清洗消毒，消毒用热水温度进口应达到 80 $^{\circ}\text{C}$ 以上，出口应不低于 40 $^{\circ}\text{C}$ 。

11.1.3.3 贮奶罐应每天清空，清洗、消毒。

11.2 挤奶

11.2.1 前三把奶发现异常的奶畜，应隔离检查。

11.2.2 药浴液应现配现用。

11.2.3 使用药浴杯的牧场，宜使用止回流药浴杯；宜每 20 头牛更换一次清洗后的药浴杯，且药浴杯

的容积宜越小越好。

11.3 储存

11.3.1 宜安装温度自动监控记录仪；应定期校正温度计精度。

11.3.2 生乳挤出后，应在 2 h 内降温至 0 ℃~4 ℃，宜选用速冷设备进行冷却；24 h 内，奶温升高不宜超过 2 ℃。

11.3.3 冷却后的生乳与刚挤出的生乳混合后的温度不应超过 10 ℃，混合后 1 h 内降温至 0 ℃~4 ℃。

11.3.4 应每班次对贮存容器进行温度验证，当实际采样测试奶温与奶缸显示温度差异 1 ℃以上时，应查找原因，并及时纠偏。

11.4 运输

11.4.1 运输车罐体材质和保温性能应符合食品安全要求。

11.4.2 生乳从挤奶到运抵乳品加工企业不宜超过 24 h。

11.4.3 运输过程中生乳温度应控制在 0 ℃~6 ℃。

12 体细胞数控制

12.1 乳房炎控制

应建立个体泌乳奶畜的隐性乳房炎和临床乳房炎揭发制度，及时治疗隐性乳房炎检测结果呈强阳性的奶畜。

12.2 奶畜的淘汰和隔离

宜淘汰连续 3 个月以上体细胞数超过 100 万个/mL，且无乳链球菌和金黄色葡萄球菌检测阳性的泌乳奶畜，宜隔离治疗连续 3 个月以上体细胞数超过 50 万个/mL 的泌乳奶畜。

13 农药残留和兽药残留控制

13.1 农药

饲料原料的农药残留量应符合 GB 13078 的规定。

13.2 兽药

13.2.1 兽药选用

应符合 GB 31650、NY/T 5030、《兽用处方药品种目录》《乡村兽医基本用药目录》等的相关规定，不应标签外用药或使用人用药。

13.2.2 休药期

13.2.2.1 休药期见《兽药国家标准和部分品种的停药期规定》。

13.2.2.2 未规定休药期的品种，应遵守休药期不短于 7 d 的规定。

13.2.2.3 休药期内泌乳奶畜应隔离挤奶，挤出的奶应废弃处理。

14 监控

14.1 组批

以装载在同一贮奶单元中的产品为同一组批。

14.2 抽样方式

在贮奶单元搅拌均匀后，分别从上部、中部、底部等量随机抽取，或在奶槽车出料时前、中、后等量抽取，混合后分成两份，密封包装，交由检测单位进行检测。

14.3 纠偏

应根据奶畜场实际情况，设立相应指标的预警值、内控制和标准值，并且建立预警纠偏措施管理办法。

14.4 核实

采取纠偏措施后，应连续 3 d 监控超过预警值的指标，核实措施应用效果。

14.5 记录

从业人员健康与卫生、养殖环境、奶畜、感官控制、理化指标控制、污染物控制、真菌毒素控制、微生物控制、体细胞数控制、农药残留和兽药残留控制等可量化的关键点应记录，记录保存至少 2 年。

农业行业标准
《生乳生产技术规范》

Technical specification for the production of raw milk

标准编制说明
(公开征求意见稿)

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所
农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）
农业农村部奶及奶制品质量监督检验测试中心（北京）

2021 年 05 月

《生乳生产技术规范》

标准编制说明

一、背景及任务来源

（一）背景及意义

《生乳》国标自 2010 年公布以来，为我国奶业发展作出了重大的贡献。但是一直以来，没有与《生乳》国标相配套的过程控制技术规范标准，为生乳的生产提供具体的操作规程。2018 年，《国务院办公厅关于推进奶业振兴保障乳品质量安全的意见》（国办发[2018]43 号）明确提出加强乳品生产全程管控，建立健全养殖……等全过程乳品质量安全追溯体系，因此，制定《生乳生产技术规范》，配套《生乳》国标，能更好的服务奶牛产业健康发展。

本规范的意义在于着眼于生乳的生产与牧场管理技术，保障生乳品质达到国家标准及以上水平，为保障生乳质量安全提供技术支持。

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所从 1983 年起，一直从事生乳安全控制和质量控制技术研究，2012 年，“优质乳生产的奶牛营养调控与规范化饲养关键技术研究及应用”获得国家科技进步奖二等奖；2014 年，“生鲜乳质量安全控制关键技术及应用”获得河北省科技进步奖一等奖，2019 年，优质生乳生产技术已经在全国 25 个省 55 家企业应用，技术应用后，生乳质量水平显著提升，超过欧盟等奶业发达国家先进水平；中国农业科学院北京畜牧兽医研究所具备制定标准《生乳生产技术规范》的工作基础。

（二）任务来源

本项目为 2018 年农业财政项目指南中“农业行业标准制定与修订”项目中的农办质[2018]20 号（2018-20-3）《生乳生产操作规程》，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所在填报了标准制定项目任务书，叙述了制定该规范的计划、内容、实施步骤等事宜，在得到农业农村部确认和批准后进入实施阶段。起草单位包括中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）、农业农村部奶及奶制品质量监督检验测

试中心（北京）。

二、主要工作过程

在接到标准制定任务后，制标单位于 2018 年 1 月成立了标准制定小组，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所王加启研究员和张养东副研究员负责制定工作计划、项目分工和工作总结；农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）郑楠研究员、赵圣国副研究员负责标准关键点的验证工作。昆明雪兰牛奶有限责任公司，杭州新希望双峰乳业有限公司，四川新华西乳业有限公司，青岛新希望琴牌乳业有限公司，河北新希望天香乳业有限公司，新希望双喜乳业（苏州）有限公司，西昌新希望三牧乳业有限公司，安徽新希望白帝乳业有限公司，湖南新希望南山液态乳业有限公司，现代牧业（蚌埠）有限公司，现代牧业（塞北）有限公司，福建长富乳品有限公司，辽宁辉山乳业集团有限公司，重庆市天友乳业股份有限公司，中垦华山牧乳业有限公司，上海乳品四厂有限公司，光明乳业股份有限公司华东中心工厂，上海永安乳品有限公司，浙江省杭江牛奶公司乳品厂，南京光明乳品有限公司，武汉光明乳品有限公司，广州光明乳品有限公司，北京光明健能乳业有限公司，成都光明乳业有限公司，广东燕塘乳业股份有限公司，广州风行乳业股份有限公司，山东得益乳业股份有限公司，南京卫岗乳业有限公司，河南花花牛乳业集团股份有限公司，广东温氏乳业有限公司，贵州好一多乳业有限公司，新疆天润乳业股份有限公司，云南乍甸乳业有限责任公司，广泽乳业有限公司，湖北俏牛儿牧业有限公司，杭州味全食品有限公司，天津海河乳业有限公司，山西九牛牧业有限公司，湖南优卓食品科技有限公司，君乐宝乳业有限公司，贵阳三联乳业有限公司，浙江一鸣食品股份有限公司，临沂格瑞食品有限公司，甘肃祁牧乳业有限责任公司，大同市牧同乳业有限公司，扬州市扬大康源乳业有限公司，黑龙江飞鹤乳业有限公司，安徽曦强乳业集团有限公司，中宁县黄河乳制品有限公司，邯郸市康诺食品有限公司，湛江燕塘乳业有限公司，皇氏集团湖南优氏乳业有限公司，城步彝牧牧业有限公司，山东德正乳业股份有限公司，兰州庄园牧场股份有限公司等全国 25 个省 55 家企业，提供了关键环节和关键指标的验证工作。

本规范制定工作分以下几个阶段进行：

（一）文献检索与收集

对目前国内外关于生乳的标准进行整理，收集整理如下：

1. GB 13078 饲料卫生标准
2. GB 19301 食品安全国家标准 生乳
3. GB/T 16568 奶牛场卫生规范
4. GB/T 19525.2 畜禽场环境质量评价准则
5. GB/T 20014.8 良好农业规范 第 8 部分：奶牛控制点与符合性规范
6. GB 3095 环境空气质量标准
7. GB 5749 生活饮用水卫生标准
8. NY/T 1242 奶牛场 HACCP 饲养管理规范
9. NY/T 3314 生乳中黄曲霉毒素 M1 控制技术规范
10. NY/T 3462 全株玉米青贮霉菌毒素控制技术规范
11. NY/T 388 畜禽场环境质量标准
12. NY/T 5030 无公害农产品 兽药使用准则
13. NY 5032 无公害食品 畜禽饲料和饲料添加剂使用准则
14. NY 5047 无公害食品 奶牛饲养兽医防疫准则
15. T/TDSTIA 002 特优级生乳
16. T/TDSTIA 003 优级生乳
17. 中华人民共和国国务院令第 536 号 乳品质量监督管理条例
18. 中华人民共和国农业部令第 15 号 生鲜乳生产收购管理办法
19. 中华人民共和国农业部农办牧〔2008〕3 号 奶牛标准化规模养殖生产技术规范(试行)
20. 中华人民共和国农业部农办牧〔2011〕13 号 生鲜乳生产收购记录和进货查验制度
21. 美国, Grade “A” Pasteurizaion Milk Ordinance, 2013; CFR: Title 7 Agriculture PART 58 GRADING AND INSPECTION, GENERAL SPECIFICATIONS FOR APPROVED PLANTS AND STANDARDS FOR GRADES OF DAIRY PRODUCTS
22. 欧盟, Regulation (EC) No 853/2004 of the European Parliament and of the Council of 29 April 2004 laying down specific hygiene rules for food of animal origin, Official Journal of the European Union
23. 新西兰, 新西兰-DPC2: Animal Products (Dairy) Approved Criteria for Farm Dairies,

New Zealand Food Safety Authority

24. 澳大利亚, Dairy Produce Regulations 1986 Food Standards- Standard 2.5.1 Milk

25. 日本, Ministerial Ordinance on Milk and Milk products Concerning Compositional Standards; 日本乳及び乳製品の成分規格等に関する省令; 食品表示基準(平成 27 年 3 月 20 日内閣府令第 10 号), 別表第十九(第四条、第五条関係)

26. 加拿大, Canadian Food Inspection System. National Dairy Code Production and Processing Requirements. 7th ed (Part I)

27. 印度, Food safety and standards (food products standards and food additives) regulations, 2011

28. 肯尼亚, DKS 2062: 2016 Pasteurized camel milk — Specification 2016

29. 中国台湾, CNS 3055 N5092 生乳, 2015 年 2 月经济部标准检验局印行

(二) 起草标准文本

在查阅文献材料和制标单位前期工作结果基础上,完成了技术规范文本的征求意见稿与编制说明。

(三) 征求意见及送审

起草小组在完成标准初稿后,先后 4 次征求全国奶业同行专家的意见,2 次函审,2 次会议讨论。经汇总,共收到意见 107 条,其中采纳 91 条,不采纳 16 条。

征求意见完成后,形成《生乳生产技术规范》送审稿,报请全国畜牧业标准化技术委员会批准后,召开送审稿讨论会 1 次,经专家组审阅评审,建议尽快按照专家意见修改完成材料后,将材料报送全国畜牧业标准化技术委员会审定。

2019 年 10 月 10 日,第一次征求全国同行意见,发送《征求意见稿》24 份,收到《征求意见稿》后,回函 20 份;收到《征求意见稿》后,回函并有建议或意见的 18 份,无建议的 2 份;意见共计 53 条,其中采纳 45 条,不采纳 9 条。

2019 年 12 月 15 日,第一次会议讨论,张宗城、顾佳升、张书义、施正香、周振峰、屈雪寅、李琴、杨菊香、王丽芳、陈贺、蒋士龙、王典、王孟辉、孙丽生、王加启、张养东、刘慧敏等 17 人,讨论了标准的框架、标准的各个条款的关键环节和关键点。

2020年8月1日，第二次征求全国同行意见，发送《征求意见稿》32份，收到《征求意见稿》后，回函20份；收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的14份，无建议的6份；意见共计54条，其中采纳47条，不采纳7条。

2020年10月7日，第二次会议讨论征求意见稿，王加启、郑楠、张养东、赵圣国、刘慧敏、孟璐、柳梅等7人，讨论了标准的框架、标准的各个条款的关键环节和关键点。

2020年11月3日，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所在北京组织标准、营养、检验、教学、加工等领域的有关专家召开农业行业标准《生乳生产技术规范》预审会。农业农村部乳品质量监督检验测试中心高级工程师张宗城、中国标准化研究院研究员姚晓静、全国畜牧总站苏美丞、中国奶业协会副秘书长周振峰、农业农村部食物与营养发展研究所研究员郭燕枝、中国农业大学食品学院教授毛学英、北京工商大学教授杨贞耐、内蒙古农产品质量安全综合检测中心主任王丽芳、农业农村部乳品质量监督检验测试中心（哈尔滨）主任李琴、农业农村部乳品质量监督检验测试中心研究员刘壮、农业农村部食品质量监督检验测试中心（上海）高级工程师韩奕奕、农业农村部食品质量监督检验测试中心（佳木斯）高级农艺师贺显书、光明乳业法规总监杨菊香、长富乳业总监娜日斯等专家参加了预审。由张宗城高级工程师任专家组组长。标准起草单位中国农业科学院北京畜牧兽医研究所汇报了预审标准及编制说明。专家组在听取汇报的基础上，对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真细致的审查和充分讨论，预审意见如下：一、标准的编写符合GB/T 1.1-2020的规定，与我国现行的有关食品安全的法规和标准协调。二、该标准是在充分查阅国内外相关文献和科学研究的基础上，针对《食品安全国家标准 生乳》无过程控制技术规格而制定的。该标准制订的内容叙述正确、简明、易懂，内容编排和层次划分清晰。三、标准在制订过程中对技术标准的要求进行了充分的调查研究和科学试验，并广泛征求和采纳了国内相关领域专家的意见和建议，所制定的标准适合我国国情，具有先进性、科学性、实用性和可操作性。四、标准全面地对生乳国标中的6项技术指标的过程控制技术作了明确的规定，为生乳高质量生产提供了技术依据。五、专家组建议：（1）同意标准名称由《生乳生产操作规程》更改为《生乳生产技术规范》。（2）范围按照章标题排列。规范性引用文件，引用具体技术细节部分加年代号。（3）按照GB/T 1.1-2020的要求，修改文本中引用规章政策的表述。

专家组一致认为，该标准制定的技术内容达到任务书的要求，同意通过预审，并建议起草单位按专家意见修改后提交标委会审定。

（四）标准的名称

本标准立项时，标准名称为《生乳生产技术规程》，第一次征求专家意见时，专家建议修改标准名称为《生乳生产技术规范》。2020年11月3日，送审稿讨论会时，专家组认为生乳生产涉及产业链条较多，如果形成规程，不能完整的表述出生乳生产的操作步骤，只需要针对生乳国标要求的关键指标，提出相应的过程控制技术要求即可，因此一致同意标准名称由《生乳生产技术规程》改为《生乳生产技术规范》。

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

（一）标准制定过程遵循的基本原则

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。

（二）主要内容确定的依据

本标准文本共分为14章，分别为第一章范围、第二章规范性引用文件、第三章术语和定义、第四章从业人员健康与卫生、第五章养殖环境、第六章奶畜、第七章感官控制、第八章理化指标控制、第九章污染物控制、第十章真菌毒素控制、第十一章微生物控制、第十二章体细胞数控制、第十三章农药残留和兽药残留、第十四章监控。

第四章至第六章，为生乳生产的基础要求。第七章至第十四章，为《生乳》国标中指标相配套的过程控制技术措施。

1、范围

本文件规定了生乳的感官、理化、污染物、真菌毒素、微生物、农药残留和兽药残留过程控制的技术要求。

本文件适用于生乳生产及其牧场管理，尤其是从事牧场管理的生产者和质量管控者。

2、术语与定义

本章节对生乳做出了定义，在定义中，明确了生乳处理过程和指标要求。将生乳术语改为了“从健康泌乳期的奶畜乳房中挤出的无任何提取或添加的常乳。产犊后七天的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用作生乳”。

制定依据：在起草过程中，对国内外现有生乳相关的法律法规和标准进行了比较，引用了 GB 19301 的术语和定义，同时结合了欧盟等国外标准。

表 1 国内历年生乳国家标准中关于生乳的定义

标准名称	年代	有效性	定义
食品安全国家标准生乳 GB19301-2010（现行有效）	2010	现行	从符合国家有关要求的健康奶畜乳房中挤出的无任何成分改变的常乳。产犊后七天的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用作生乳。
鲜乳卫生标准 GB19301-2003（已废止）	2003	作废	本标准适用于从符合国家有关要求牛（羊）的乳房中挤出的分泌物，无食品添加剂未从其中提取任何成分。
生鲜牛乳收购标准 GB 6914-1986（已废止）	1986	作废	收购的生鲜牛乳系指从正常饲养的、无传染病和乳房炎的健康母牛乳房内挤出的常乳。
新鲜生牛乳卫生标准 GB1133-1977（已废止）	1977	作废	新鲜生牛乳系指从正常饲养的乳牛挤取的乳汁。

表 2 国外奶业发达国家标准中关于生乳的定义

国家、地区或组织	法规名称	年代	有效性	定义
欧盟	Regulation (EC) No 853/2004	2004	现行	由未经加热至 40℃或任何具有同等效果的处理的养殖动物的乳腺分泌产生的奶。
	Regulation (EC) No 1662/2006	2006	现行	“初乳”是指分娩后三至五天内产乳动物的乳腺分泌的液体，其含有丰富的抗体和矿物质，并且在生乳的生产之前。

	Regulation (EU) No1308/2013	2013	现行	指未经过 40℃ 以上或同等效果热处理的乳
澳大利亚	Food Standards- Standard 2.5.1 Milk	2015	现行	乳是指 (a) 从一种或多种泌乳动物获得的乳腺分泌物, 作为液体乳或进一步加工后用于消费, 但不包括初乳; 或者 (b) 添加植物甾醇, 植物甾烷醇及其酯的产品。
加拿大	National Dairy Code Production and Processing Requirements	2015	现行	指未经过 40℃ 以上的加热或其他具有相等效果处理的乳
中国台湾	CNS 3055- N5092	2015	现行	健康泌乳期的牛或羊挤出, 经过冷却未经其他处理的乳汁

征求意见时, 有些专家提出将“产犊七天内”改为“产犊五天内”, 可以避免产犊 6~7 天的乳弃之不用造成的浪费。起草组查阅了国外标准, 欧盟规定的“初乳”是分娩后三至五天内产乳动物的乳腺分泌的液体。但经过多次研讨, 最终改回“七天”, 主要原因是我国《乳品质量安全监督管理条例》规定的初乳为 7 天。

3、从业人员健康与卫生

3.1 人员健康

健康是从事奶业生产的基础。牧场从业人员都应有健康合格证, 这是从业的基础要求; 在此基础上, 构建管理制度, 是确保从业人员健康有效性的关键。

患有传染性疾病、化脓性或渗出性皮肤病、以及其他有碍食品卫生的疾病等人员, 不应从事生乳相关的生产工作。这也是防止食源性疾病和传染病传播的关键。

本环节参阅了《奶牛场 HACCP 饲养管理规范》《食品安全国家标准 乳制品良好生产规范》的人员健康要求。

《奶牛场 HACCP 饲养管理规范》(NY/T 1242) 中关于人员健康的要求为患有下列病症之一者不得从事饲草、饲料收购、加工、饲养和挤奶工作, a) 痢疾、伤寒、弯杆菌病、病毒性肝炎等消化道传染病 (包括病原携带者); b) 活动性肺结核、布鲁氏菌病; c) 化脓性或渗出性皮肤病; d) 其他有碍食品卫生、人畜共患的疾病等。场内职工应取得健康合格证后方可上岗工作, 定期进行健康检查并建立健康档案, 确保在岗人员健康。

《食品安全国家标准 乳制品良好生产规范》（GB 12693）中关于人员健康的要求为企业应建立并执行从业人员健康管理制度；乳制品加工人员每年应进行健康检查，取得健康证明后方可参加工作；患有痢疾、伤寒、甲型病毒性肝炎、戊型病毒性肝炎等消化道传染病的人员，以及患有活动性肺结核、化脓性或者渗出性皮肤病等有碍食品安全疾病的人员，以及皮肤有未愈合伤口的人员，企业应将其调整到其他不影响食品安全的工作岗位。

3.2 人员卫生

因生乳易于吸附气味，是微生物生长的温床。因此如何有效隔离不恰当的气味和防止外源污染物进入生乳，给生乳质量安全带来隐患，也是控制生乳质量的关键环节。

本环节参阅《良好农业规范 第 8 部分：奶牛控制点与符合性规范》人员卫生要求。《良好农业规范 第 8 部分：奶牛控制点与符合性规范》中关于卫生的规定为：奶站员工每年至少进行一次有效体检，有关部门应建立员工健康档案；参与挤奶的员工应穿戴清洁合适的工作服、工作帽和工作鞋（靴）。挤奶员上岗时不得佩戴饰物和涂抹化妆品，并经常修剪指甲；有外伤的挤奶员应暂时调离工作岗位；应登记患有传染病的员工，禁止其参与奶牛场的任何工作；挤奶员或直接接触牛奶的员工的手臂应清洁卫生；奶站内应禁止吸烟；建立文件化的奶站相关卫生管理规范。

凝练总结了 4 个关键点，分别为 1、应穿戴整洁合适的工作服；挤奶员工应额外佩戴工作帽、不应涂抹化妆品、不应喷洒或涂抹香水等散发气味的物品。2、不应在生产区抽烟和喝酒。3、与生乳有接触的员工，手和臂应清洁和干燥。4、有外伤的挤奶员工，应暂时调离岗位。

4、养殖环境

环境是防疫关键，是保障水源等投入品充足的基础条件。

因此，本环节凝练了 3 个关键点。

第一个关键点，场址和布局，因 GB 16568、NY/T 388、NY 5047 和政府相继出台了很多关于场址和布局的文件规定，本文件直接引用。

第二个关键点，水源，《奶牛场 HACCP 饲养管理规范》和《良好农业规范 第 8 部分：奶牛控制点与符合性规范》，以及国家的相关文件要求，水源应符合 GB 5749 的规定，并且应能满足奶畜的清洁和饮用的需要。本文件也直接引用。

第三个关键点，环境卫生，GB/T 19525.2 明确要求奶畜生产环境质量应满足 III 级（安全级）以上，本文件直接应用条款内容。

5、奶畜

本环节是生乳生产的基础。奶畜的健康与否是关键点。

本环节设置 2 个关键点，保障奶畜无传染性疾病。

第一个关键点，健康，主要是指无传染性疾病，国家很多法规文件和标准都有规定，凝练总结为应健康无疫病，结核病、布鲁氏菌病等疫病的监测应符合《2014 年国家动物疫病监测与流行病学调查计划》和国家相关部门的规定。《2014 年国家动物疫病监测与流行病学调查计划》明确规定国家重点开展口蹄疫、高致病性禽流感、布鲁氏菌病和马鼻疽马传贫等优先防治动物疫病的监测与流行病学调查工作，血吸虫病、包虫病等人畜共患病的监测工作，以及非洲猪瘟、疯牛病等重点防范外来动物疫病的监测和巡查工作，文件中详细规定了具体监测方案。

第二个关键点，调运，也是控制传染性疾病引用的关键。本关键点根据调运的全流程，凝练为调入奶畜来源地应 6 个月内无疫病；运输前，应隔离饲养 30 d 以上，并且经过当地管理部门检疫合格；运输过程不应与其他畜禽接触，不应在疫区车站、港口和机场装填饲草料、饮水和其他物资；并群饲养前，应隔离饲养 30 d 以上，经过当地管理部门检疫合格。

制定依据：主要参考《中华人民共和国动物防疫法》和《无公害食品 奶牛饲养兽医防疫准则》的要求。

《中华人民共和国动物防疫法》中明确规定动物、动物产品的运载工具、垫料、包装物、容器等应当符合国务院兽医主管部门规定的动物防疫要求。染疫动物及其排泄物、染疫动物产品，病死或者死因不明的动物尸体，运载工具中的动物排泄物以及垫料、包装物、容器等污染物，应当按照国务院兽医主管部门的规定处理，不得随意处置。

《无公害食品 奶牛饲养兽医防疫准则》中明确规定不得从有牛海绵状脑病的国家引进牛只；外来货购入的奶牛需要有兽医检疫部门的检疫合格证，并经隔离观察和检疫后，确认无传染病时方可并群饲养。

关键参数的确定，借鉴了奶牛进出口程序的要求，进出口程序中要求，通过牧场检疫的种牛被送往中心隔离场进行再次检疫，为期至少 30 天。

6、感官控制

《食品安全国家标准 生乳》（GB 19301）对感官有 3 个关键点，一是色泽，二是滋味和气味，三是组织状态。因此，本章节针对这 3 个关键点而制定的控制技术规范。

6.1 色泽控制

《食品安全国家标准 生乳》（GB 19301）中规定色泽为呈乳白色或微黄色。

因生乳是乳白色和微黄色，因此外源的颜色很容易引起生乳颜色的改变。因此如何控制外源颜色污染是色泽控制的关键。

梳理外源污染源和内源污染源，凝练 4 个关键控制点。分别为

- 1、患乳房炎奶牛不应与健康牛在同一挤奶台挤奶。因为患乳房炎奶牛挤出的生乳，颜色发生了变化，因此不应将患乳房炎的奶畜与健康奶畜共同挤奶。
- 2、不应过度挤奶，导致乳头破裂，血液混入贮奶罐。
- 3、清洗用水，应无肉眼可见变化颜色、新鲜、无异味。
- 4、管道、贮奶罐和运奶罐不应有清洗用酸液和碱液残留。

6.2 滋味和气味

《食品安全国家标准 生乳》（GB 19301）中规定滋味和气味为具有乳固有的香味，无异味。

生乳特别容易吸附外源气味。因此，控制生乳接触外源空气是关键，梳理生乳能与外届接触的环节，一共有 4 个，分别为贮奶间、挤奶、设备设施和贮存运输等 4 个关键环节。

贮奶间有 5 个关键点。分别为

- 1、应处于牧场的上风向。
- 2、应远离堆粪棚、氧化塘和青贮饲料存储区域。
- 3、不应放置酸液、碱液等化学品和其他有气味的设备设施。
- 4、门、窗应装配完整、严密；通风良好，宜强制通风。
- 5、下水道应保持通畅，清洁无异味，无其他废弃物流入或浊气逸出。

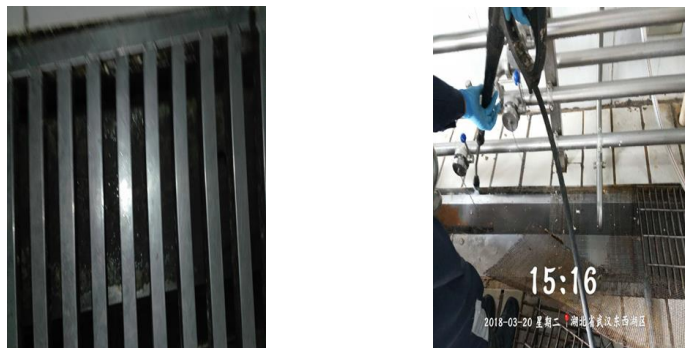


图 1 下水道检查

挤奶有 4 个关键点。分别为

- 1、应严格按照前药浴、三把奶、擦拭、上杯、后药浴等操作规范执行。

- 2、宜使用一次性纸巾擦拭；选用毛巾擦拭，应每班次对毛巾进行清洗消毒。
- 3、乳头擦拭应规范，不应漏擦拭和擦拭不彻底。
- 4、挤奶时，牛舍内或挤奶厅内不应进行消毒或灭蝇工作。

设备设施有 5 个关键点，分别为

- 1、与生乳直接接触的任何管道、连接件、泵、橡胶件等设施设备应使用食品级材质。
- 2、挤奶管道、运输管道、贮奶罐等与生乳接触的设备设施，新安装或是改造后，应对与生乳接触的内管壁进行检查，焊接点、内壁、弯道连接处等应无毛刺、无凸点、无凹点。

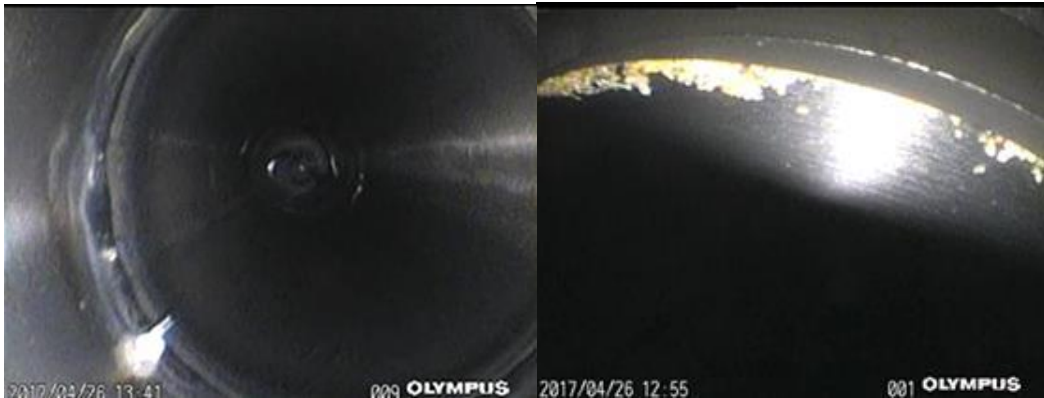


图 2 输送奶管道焊接处检查

- 3、每班次挤奶结束后，应对奶水分离器及其上方真空管道进行清洗，无奶垢残留，无异味。



图 3 缸盖内侧、缸盖垫圈、缸盖透气阀、奶罐喷头、卸奶口管道接口检查

- 4、真空盛气筒应每月检查，无废液，无异味。



图4 真空盛气筒和奶水分离器检查

5、每班次挤奶结束后，应对与生乳接触的设备设施进行清洗、消毒。

贮存运输有2个关键点，分别为

1、生乳入贮奶罐方式，应从贮奶罐上方或是下方的专用孔道进入贮奶罐，不应挤奶时，将输奶管直接放到贮奶罐下方；挤奶结束后，专用孔道应用不锈钢孔盖或食品级塞子密封。



图5 生乳入缸方式

2、贮奶罐上方罐盖，应常处于密闭状态。

上海光明乳业应用上述关键措施后，生乳的滋味和气味合格率显著提高。

见下图。

口感滋气味特优级生奶占比

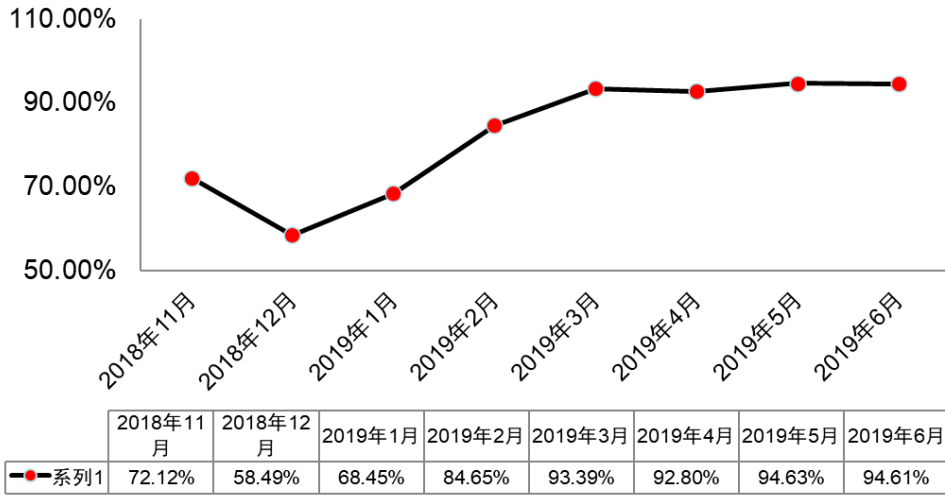


图 6 光明乳业滋气味提升效果

6.3 组织状态

组织状态要求，无沉淀、无异物等，因此主要是控制外源杂质进入污染生乳。因此，生乳入贮奶罐前，应通过直径 0.150 mm（100 目）的滤网；每班次挤奶前，应更换滤网。这也是每个生乳生产企业必须做的一项工作。

7、理化指标控制

7.1 冰点和相对密度

冰点是正常生鲜乳结冰时的温度，由于乳中含一定浓度的乳糖及氯化物等盐类，因此正常生鲜乳的冰点低于正常情况下水的结冰点（0℃）。当乳中掺入水后，其乳糖及盐类浓度下降，从而引起乳冰点的上升。因此生鲜乳冰点的检测通常用来鉴别乳中是否被人为掺水。

表 3 国内外生乳标准中关于冰点的技术要求

国家、地区或组织	法规名称	年代	有效性	有无原文	限量值
中国	GB 19301-2010	2010	现行	有	-0.500℃ ~-0.560℃
欧盟	Regulation (EU) No1308/2013	2013	现行	有	冰点与原料奶收集地记录生乳冰点平均值接近。
新西兰	DPC2: Animal Products (Dairy) Approved Criteria for Farm Dairies	2008	现行	有	≤-0.512℃
加拿大	National Dairy Code Production and Processing Requirements	2015	现行	有	≤0.507℃

相对密度的定义为物质的质量与同体积同温度纯水质量的比值，用 d 表示。

表 4 国内外生乳标准中关于相对密度的技术要求

国家、地区 或组织	法规名称	年代	有效性	有无 原文	限量值
中国	GB 19301-2010	2010	现行	有	≥ 1.027 (20℃ /4℃)
欧盟	Regulation (EU) No1308/2013	2013	现行	有	$\geq 1028\text{g/L}$ (20℃)
日本	乳及び乳製品の成分規格等に関する省令	2016	现行	有	1.028 以上 (15℃)
中国台湾	CNS 3055-2015	2015	现行	有	1.028~1.034 (15℃)

冰点和相对密度，关键是不向生乳中引入外源水。

因此，控制的关键是不应向生乳中兑水；贮奶罐、管道和运奶罐等与生乳接触的设备，不应残留水。

7.2 蛋白质和脂肪

蛋白质和脂肪都是营养调控指标，并且受应激的影响较大。因此，在管控上，主要有三个关键环节，一是饲料，二是营养，三是管理。

在饲料环节上，主要参考农业农村部《饲料原料目录》《饲料添加剂目录》《无公害食品 畜禽饲料和饲料添加剂使用准则》、《生乳中黄曲霉毒素 M1 控制技术规范》、《全株玉米青贮霉菌毒素控制技术规范》的要求。

在营养环节上，主要参考《奶牛饲养标准》的要求；同时考虑到夏季生乳生产时，热应激显著影响泌乳奶牛的乳蛋白率，在营养需求上，参考企业实践经验，根据现有日粮配方，适当提高精料比例和脂肪添加量。

乳的乳脂率、乳蛋白率、乳糖率及非脂固体均可因高温而下降。Regan 和 Richardson(1938)认为，气温达 21.1℃时奶牛乳脂率有下降趋势。Suchanek 和 Gajdusek (1989)对 10 个品种的奶牛研究发现：在高温环境条件下，各品种奶牛乳脂、乳蛋白、乳糖、乳干物质、非脂干物质和灰分均有所下降。Lindmark 等 (1991)认为对于各种类型的牛，其冬天乳蛋白、乳脂、乳中干物质、氨基酸和矿物质均高于夏天。Moore 等 (1992)发现产前 60 天的热应激对奶牛泌乳早期和中期乳脂的影响显著。宋金东等 (2005)发现大庆地区 1-2 月乳脂率为 3.82%，而 7-8 月乳脂率为 3.01%。金明功等 (1992)对 1250 份巴氏消毒奶样的分析结果明

表明，南京地区第3季度的瓶装奶含脂率比第1、4季度平均低0.1个百分点，且乳成分中单链脂肪酸下降，长链脂肪酸增加。

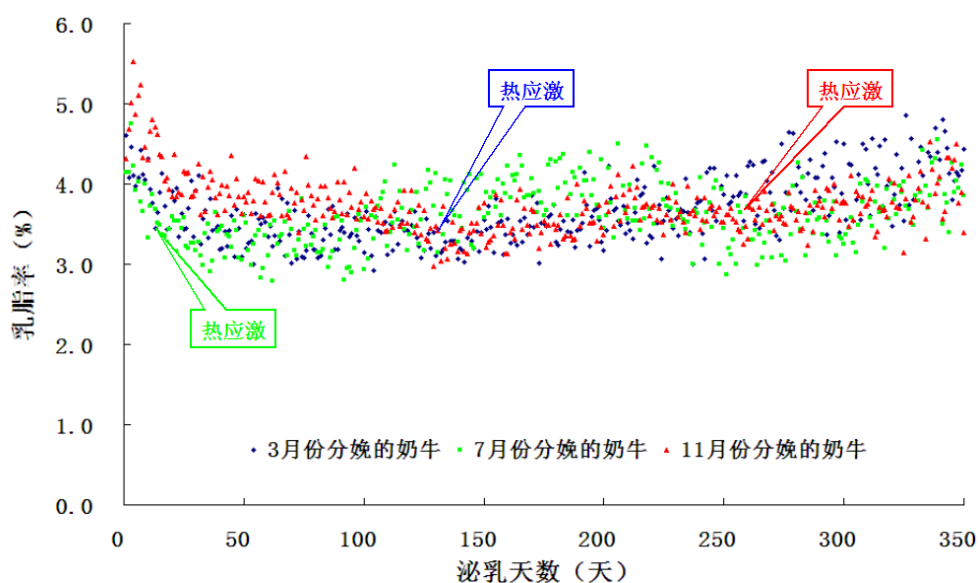


图7 2008年上海地区不同分娩月份乳脂率受热应激影响程度分析

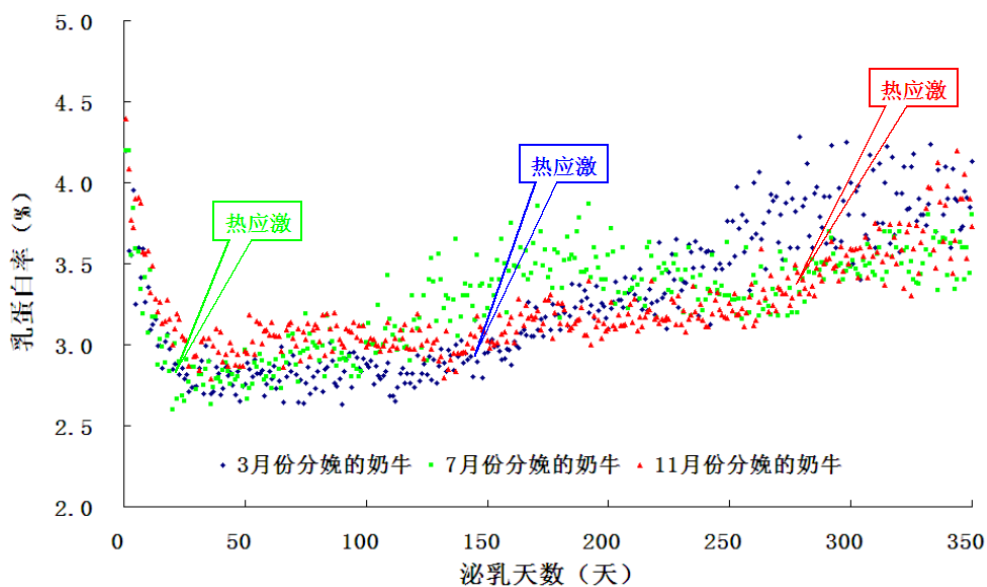


图8 2008年上海地区不同分娩月份乳蛋白率受热应激影响程度分析

标准起草单位对热应激期间引起的乳脂肪和乳蛋白降低调控技术进行了系列研究，根据研究结果，凝练总结为温湿度指数大于72时，应执行防暑降温程序。热应激时，应适当提高日粮营养浓度，增加优质粗饲料比例，降低粗饲料的切碎长度；宜降低饮水和喷淋用水的温度。

1) 脂肪调控技术的研究

选择产后30-100天的中国荷斯坦母牛24头，产后150-210天的中国荷斯坦母牛24头。根据产奶量、分娩时间和胎次，按照进行随机区组设计分为3组，以干物质为基础，在基础日粮基础上（对照组）分别添加日粮1.5%（SFA1.5）和3.0%（SFA3）的饱和脂肪酸，60天的试验结果表明：

(1) 饱和脂肪酸对产奶量的影响

热应激条件下，与对照组相比（26.55kg/d），SFA1.5组产奶量（28.87kg/d）和SFA3组产奶量（28.91kg/d）显著提高（ $P < 0.05$ ），SFA1.5和SFA3组间差异不显著。见图9。

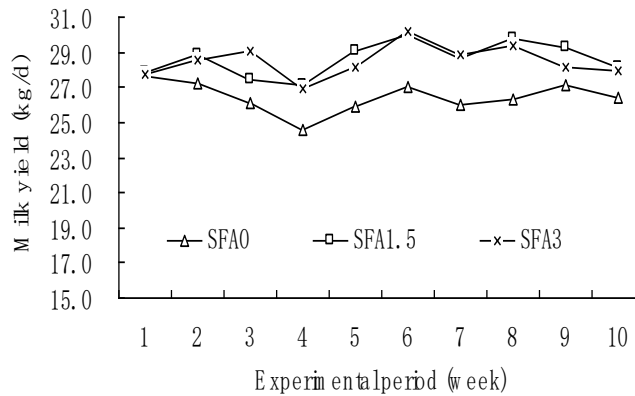


图9 试验期间产奶量比较图

(2) 饱和脂肪酸对乳品质的影响

乳脂率和总固形物，3.0%组显著高于对照组（ $P < 0.05$ ），1.5%组与对照组和3.0%组间差异均不显著。乳蛋白、乳糖、乳尿氮和乳中体细胞评分试验组与对照组间差异均不显著。日粮脂肪添加量对乳脂（ $P = 0.02$ ）和乳总固形物（ $P = 0.02$ ）有线性增加的作用，对乳蛋白含量为二次增加的作用（ $P = 0.05$ ）（表5）。

表5 试验期间乳的组成

乳组成 Components	处理 Treatment		
	对照 Control	1.5%	3.0%
乳脂 Milk fat, %	3.39 ^b	3.67 ^{ab}	3.81 ^a
乳蛋白 Milk protein, %	3.06	2.92	3.07
乳糖 Milk lactose, %	4.83	4.82	4.91
总固形物 Total milk solids, %	12.56 ^b	12.74 ^{ab}	13.09 ^a

乳尿氮 Milk urea nitrogen, mg/dl	15.0	15.6	15.2
体细胞评分 SCS	3.68	2.88	2.92

注：同一行中有不同小写字母表示差异显著，有不同大写字母者表示差异极显著。

(3) 饱和脂肪酸含量对干物质采食量的影响

饱和脂肪对DM、CP和CF的采食量无影响。产乳净能和粗脂肪采食量，试验组牛均极显著高于对照组 ($P < 0.01$)；3.0%脂肪组极显著高于 ($P < 0.01$) 1.5%脂肪组。净能转化效率，3.0%脂肪组和1.5%脂肪组分别比对照组提高3.55和3.77个百分点；蛋白质转化效率，3.0%脂肪组和1.5%脂肪组分别提高2.01和1.47，但差异均不显著。不同的统计比较结果表明，脂肪添加量对净能和脂肪采食影响显著 ($P < 0.01$)，对粗蛋白转化效率的影响大于对净能的影响(表6)。各组牛干物质采食量变化见图10。

表 6 饱和脂肪酸对采食量和转化率的影响

项目 Item	处理 Treatment		
	对照组 Control	1.5%	3.0%
干物质采食量 Dry matter intake, kg/d	20.08	20.03	20.21
净能采食量 Net energy intake, Kcal/d	30.92C	32.04B	33.74A
粗蛋白采食量 CP intake, /kg/d	3.37	3.37	3.39
酸洗纤维采食量 ADF intake, kg/d	4.34	4.32	4.34
中洗纤维采食量 NDF intake, kg/d	7.37	7.32	7.34
粗脂肪采食量 EE intake, kg/d	0.92C	1.19B	1.51A
净能转化效率 Net energy conversion efficiency, %	62.38	66.15	65.93
粗蛋白转化效率 CP conversion efficiency, %	23.71	25.18	25.72

注：同一行中有不同小写字母表示差异显著，有不同大写字母者表示差异极显著。

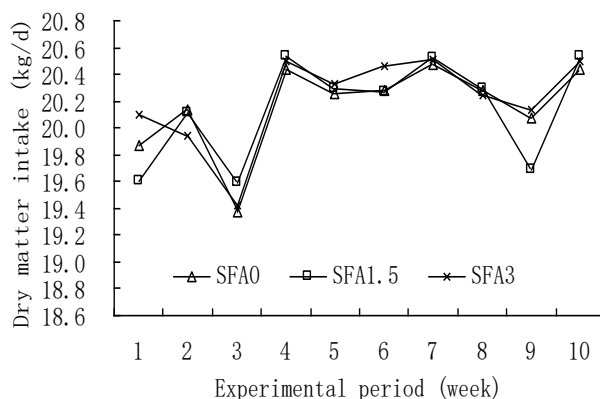


图 10 饱和脂肪酸对采食量的影响

(4) 饱和脂肪对直肠温度的影响

日粮添加饱和脂肪对奶牛直肠温度的影响见表7。处理之间的直肠温度均差异不显著。从直肠温度测定结果的数值来看, 1.5%处理组奶牛低于3.0%和对照组, 3.0%处理组奶牛低于对照组。对日粮饱和脂肪添加量的效应进行线性和二次方分析, 添加量对1400h奶牛的直肠温度的效应呈显著的二次关系 ($P < 0.05$)。添加量对2200h和总评直肠温度的效应有二次关系的趋势 ($P = 0.06$)。试验期间各组牛在0730h、1400h、2200h和平均直肠温度变化分别见图11、图12、图13和图14。

表 7 饱和脂肪对奶牛直肠温度的影响

Table 7 The effect of fat supplementation on the rectal temperature of dairy cows

测定时间 Measuring time	处理 Treatment			SEM	P-值 P-value		
	对照 Control	1.5%	3.0%		Trt	L	Q
0730	39.1	38.8	38.9	0.1	0.70	0.27	0.41
1400	39.3	39.0	39.2	0.1	0.02	0.72	0.05
2200	39.2	38.9	39.2	0.1	0.15	0.65	0.06
Total	39.2	38.9	39.1	0.1	0.14	0.69	0.06

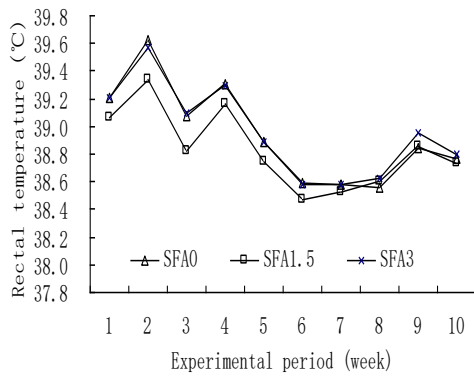


图 11 奶牛 0730h 的直肠温度
Fig 11 Rectal temperature at 0730h

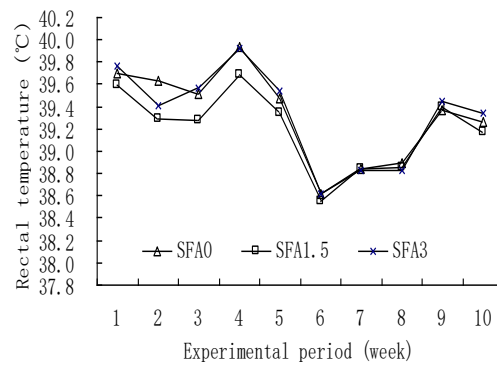


图 12 奶牛 1400h 的直肠温度
Fig 12 Rectal temperature at 1400h

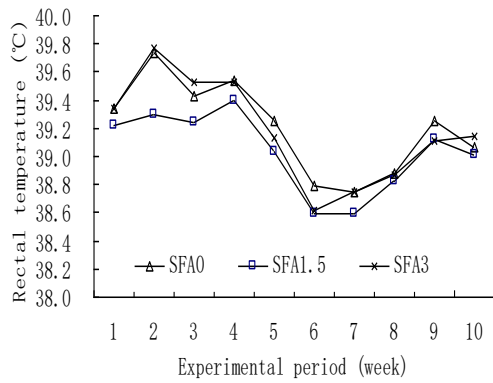


图 13 奶牛 2200h 的直肠温度
Fig 13 Rectal temperature at 2200h

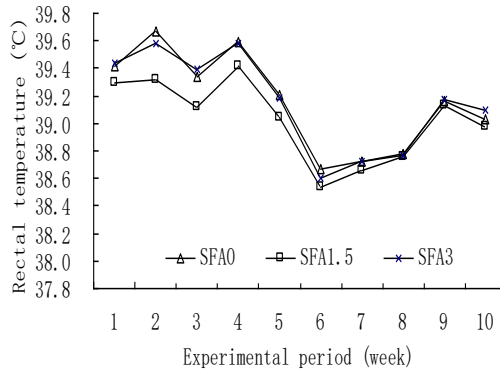


图 14 试验期间奶牛平均直肠温度
Fig 14 Average rectal temperature

(5) 饱和脂肪对呼吸的影响

日粮添加饱和脂肪对奶牛呼吸的影响见表8。处理之间的呼吸频率均差异不显著。对日粮饱和脂肪添加量的效应进行线性和二次方分析，添加量对奶牛呼吸频率的效应无显著关系。但从数值上看，1.5%处理组奶牛呼吸频率较高，对照组呼吸频率较低。试验期间各组牛在0730h、1400h、2200h和呼吸频率变化分别见图15、图16、图17和图18。

表 8 饱和脂肪对呼吸频率的影响

Table 8 The effect of fat supplementation on the respiration rate of dairy cows

测定时间 Sample time	实验处理 Treatment				P-值 P-value		
	SFA0	1.5%	3.0%	SEM	Trt	L	Q
0730	56	60	59	2	0.35	0.19	0.25
1400	65	67	67	2	0.86	0.60	0.70
2200	61	65	64	2	0.28	0.19	0.16
Total	61	64	63	2	0.41	0.31	0.21

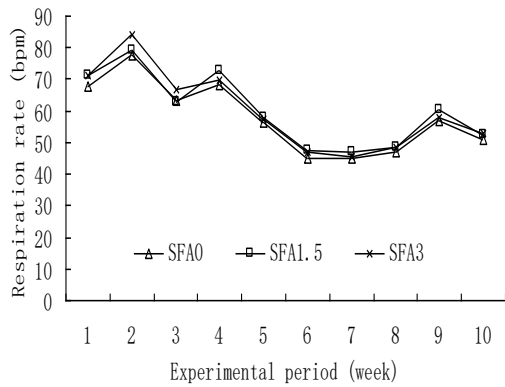


图 15 奶牛 0730h 的呼吸频率
Fig15 Respiration rate at 0730h

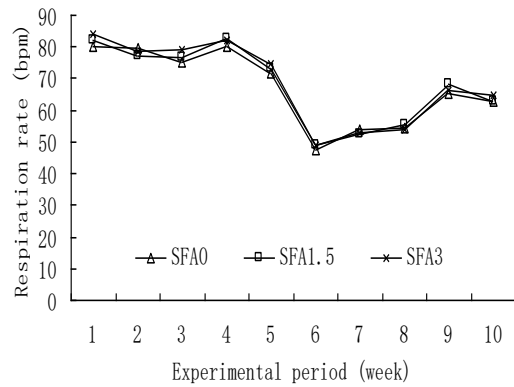


图 16 奶牛 1400h 的呼吸频率
Fig16 Respiration rate at 1400h

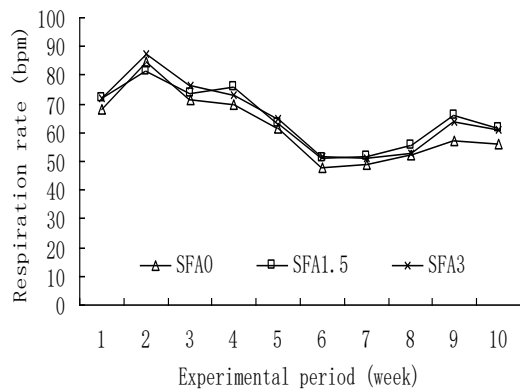


图 17 奶牛 2200h 的呼吸频率
Fig17 Respiration rate at 2200h

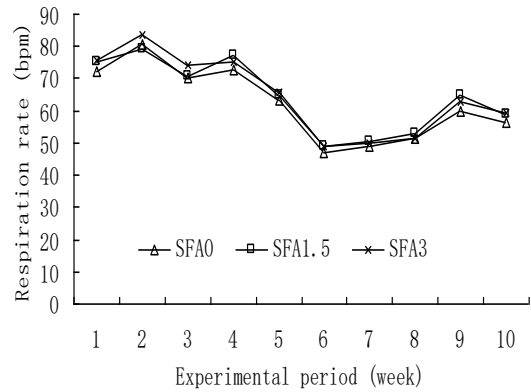


图 18 试验期间奶牛平均呼吸频率
Fig18 Average respiration rate

(6) 饱和脂肪对能量平衡的影响

试验期间计算的能量平衡SFA0、1.5%和3.0%组分别为1.49 Mcal/d、0.27 Mcal/d和1.22 Mcal/d，各组之间差异不显著。对日粮饱和脂肪添加量的效应进行线性和二次方分析，添加量对奶牛能量平衡的效应无显著关系。试验期间各组牛能量平衡变化见图19。对照组的能量平衡处于一个相对稳定的变化之中，而添加饱和脂肪组均存在一个能量平衡下降的过程，然后又恢复的过程。特别是1.5%组在4-6 wk出现了能量负平衡。

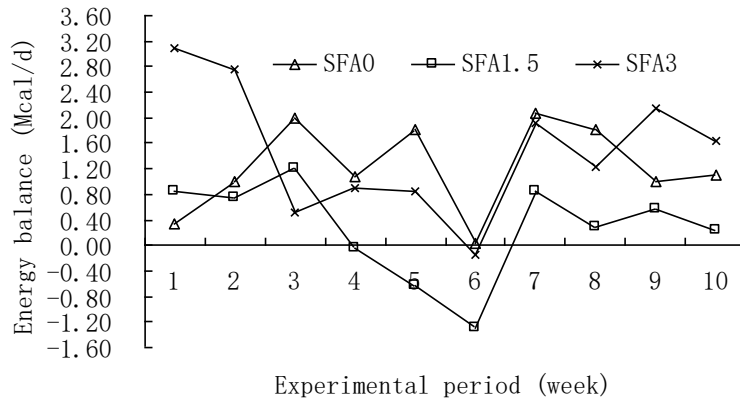


图 19 试验期间奶牛的总评呼吸频率

Fig19 The energy balance of cows during experimental periods

(7) 饱和脂肪对代谢产物和激素的影响

日粮添加脂肪对代谢产物和激素的影响见表9。血清中代谢产物非酯化脂肪酸 (Non-esterified fatty acid, NEFA) 含量3.0%脂肪组显著低于 ($P < 0.05$) 对照组, 血糖和 β 羟基丁酸 (β -Hydroxybutyric acid, BHBA) 的浓度各组间差异不显著。从数值上看, 随日粮脂肪添加量的增多, 血清中NEFA和血糖的浓度降低, BHBA的浓度升高。NEFA源于体内脂肪分解, 在三羧酸循环中被氧化分解供能, 血液中NEFA降低, 说明日粮添加脂肪有利于热应激奶牛的能量平衡。代谢激素胆固醇和胰岛素也未受日粮脂肪的影响, 说明饱和脂肪对能量代谢无明显影响。

表 9 添加脂肪对代谢产物和激素的影响

Table 9 Effects of fat supplementation on metabolites and hormones

项目 Item	处理 Treatment				P 值 P value		
	对照组 Control	1.5%	3.0%	SEM	Trt	L	Q
血糖 Blood glucose, mg/dl	55.2	54.92	53.74	1.14	0.65	0.38	0.86
胆固醇 Triacylglycerol, mg/dl	176.86	175.34	192.41	7.85	0.25	0.17	0.89
游离脂肪酸 Free fatty acid, mmol/l	0.38a	0.36ab	0.33b	0.01	0.05	0.19	0.34
β -羟基丁酸 β -Hydroxybutyric acid, mmol/l	0.68	0.69	0.73	0.02	0.39	0.22	1.00
胰岛素 Insulin, μ IU/ml	15.03	16.23	16.26	1.10	0.35	0.44	0.15

(8) 日粮饱和脂肪酸含量可增加经济收益

试验期间玉米、豆粕和脂肪酸按牛场提供的9月份进价分别为每吨1730元, 3400元和8500元计, 在相同喂料情况下, SFA3每天多饲喂脂肪0.68kg、豆粕0.16kg; SFA1.5每天多饲喂脂肪0.34kg、豆粕0.08kg、玉米0.42kg; 对照组多饲喂玉米0.84kg, SFA3和2组比对照组每牛多投入4.87元和2.43元。试验期间牛奶按光明公司的内部结算价每吨2840元计, SFA3和2组比对照组每天平均多产2.32kg和2.36kg, 每天多收入6.6元和6.7元。SFA3和2组比对照组相比可分别增加净收入4.4元/头·天和1.8元/头·天。

(9) 小结

综上所述, 热应激奶牛日粮中添加饱和脂肪酸可以显著提高产奶量, 提高乳品质, 对采食量无明显影响。SFA1.5和SFA3组比对照组相比可分别增加净收入4.4元/头·天和1.8元/头·天。日粮添加1.5%饱和脂肪酸为宜。

2) 过瘤胃淀粉和脂肪组合调控能量技术的研究

配制不同比例过瘤胃淀粉与脂肪日粮进行研究。选择产后100-200天的中国荷斯坦奶牛54头。根据产奶量、分娩时间和胎次, 采用随机区组设计分为3组, 分别饲喂高过瘤胃淀粉低饱和脂肪酸日粮 (HSLF, PS/F=3.9); 中过瘤胃淀粉中饱和脂肪酸日粮 (MSMF, PS/F=3.5) 和低过瘤胃淀粉高饱和脂肪酸日粮 (LSHF, PS/F=3.1)。三组试验牛日粮等能等氮, 精粗比50:50。结果整个热应激试验期间早晨(7:30)、中午(14:00)和夜间(22:00)牛舍的平均温度分别为27.0、29.9和26.7℃, 平均THI分别为78.0、80.7和77.6。奶牛的平均产奶量分别为: HSLF为28.53kg/d, MSMF为29.13kg/d, LSHF为30.14kg/d, 三组间差异不显著。试验期间各组产奶量变化见图20。

根据产奶量的变化, 6月16日至7月1日(前期)HSLF组产奶量高, 7月8日至7月27日(中期)三组产奶量处于交叉过程, 8月4日后(后期)LSHF组产奶量高, 结合环境THI变化, 前期是THI上升期, 中期是THI高峰期, 后期THI降低期(图21)。因此将数据分阶段进行分析, 结果如下。

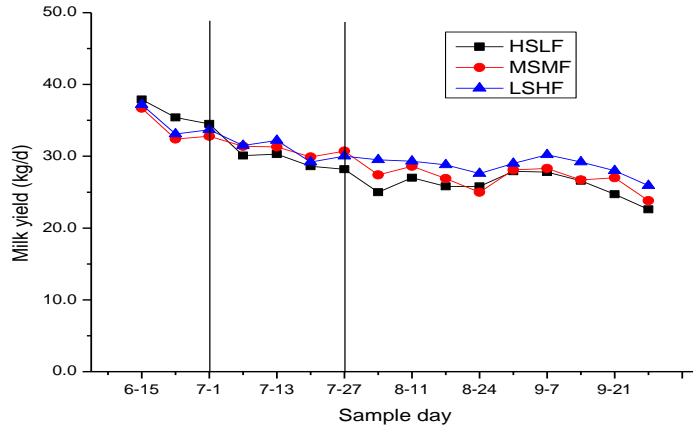


图 20 试验期间产奶量比较图

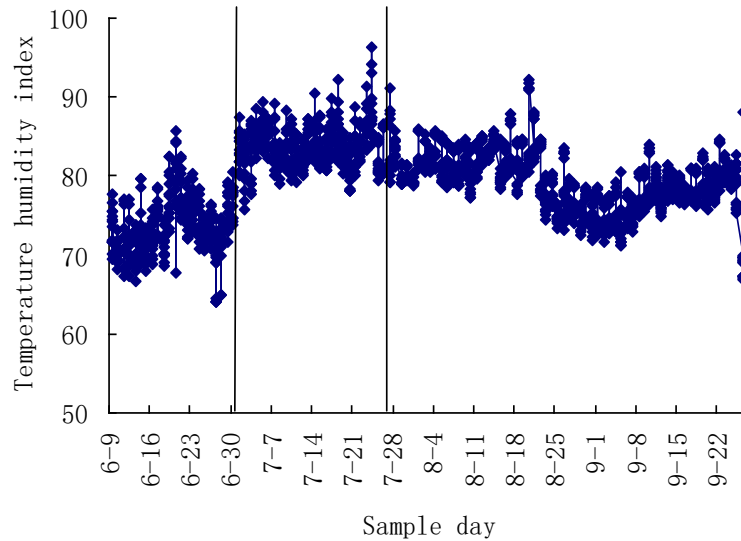


图 21 试验期间牛舍 THI 变化

(1) 对4%校正产奶量的影响

前期：HSLF平均产奶量为35.9kg/d，MSMF为 33.9kg/d，LSHF为34.7kg/d；HSLF比MSMF平均每天高出2.0kg，差异显著。中期：HSLF平均产奶量为29.3kg/d，MSMF为30.8kg/d，LSHF为30.7kg/d，各组差异不显著。后期：HSLF平均产奶量为25.9 kg/d，MSMF为26.9 kg/d，LSHF为28.6 kg/d，LSHF显著高于HSLF和MSMF。

(2) 对奶牛乳组成的影响

整个试验期，各处理组的乳组成差异不显著，但在试验前期HSLF的乳脂显著高于MSMF和LSHF ($P < 0.05$)，结果见表10。

表 10 各试验组乳成分的变化

处理	HSLF	MSMF	LSHF
乳脂 (%)			
试验前期	4.2 ^a	3.7 ^b	3.8 ^b
试验中期	4.1	3.9	3.9
试验后期	3.8	3.8	3.8
整个试验期	4.0	3.8	3.8
乳蛋白 (%)			
试验前期	2.98	2.94	2.90
试验中期	2.94	2.93	2.91
试验后期	3.23	3.26	3.22
整个试验期	3.05	3.04	3.01
乳糖 (%)			
试验前期	5.11	5.13	5.19
试验中期	4.94	4.96	5.00
试验后期	4.86	4.82	4.86
整个试验期	4.97	4.97	5.02
总固 (%)			
试验前期	13.22	12.77	12.87
试验中期	13.08	12.93	12.90
试验后期	13.33	13.25	13.28
整个试验期	13.21	12.98	13.02
乳尿氮 (%)			
试验前期	12.37	12.91	11.97
试验中期	25.13	23.45	24.40
试验后期	26.97	27.68	25.22
整个试验期	23.15	21.35	20.53
体细胞 (10 ³ 个)			
试验前期	265.76	273.36	285.02
试验中期	240.54	323.85	231.04
试验后期	343.39	350.18	304.08
整个试验期	300.44	327.79	280.79

(3) 对奶牛的采食量和体况的影响

整个热应激试验期间，各试验组采食量差异不显著；体况评分HSLF显著高于LSHF ($p < 0.05$)，LSHF显著高于MSMF ($p < 0.05$)，结果见表11。

表 11 干物质采食量、体况评分、呼吸率和体温

处理	HSLF	MSMF	LSHF
干物质采食量 (kg)			

试验前期	22.36	22.5	22.37
试验中期	20.99	21.05	20.87
试验后期	20.03	20.11	20.1
整个试验期	21.13	21.22	21.11
体况评分			
试验前期	2.86a	2.77b	2.86a
试验中期	2.79a	2.70b	2.73b
试验后期	2.71a	2.62b	2.66b
整个试验期	2.79a	2.70c	2.75 b

(4) 对奶牛呼吸和体温的影响

呼吸率、直肠温度和体表温度在整个试验期间均没有差异，结果见表12。

表 12 呼吸率和体温

呼吸率 (次/min)	HSLF	MSMF	LSHF
试验前期	48.85	47.83	49.28
试验中期	73.55	72.65	74.43
试验后期	58.93	57.76	56.69
整个试验期	60.45	59.41	60.13
直肠温度 (°C)			
试验前期	38.73	38.77	38.75
试验中期	39.91	39.92	39.8
试验后期	38.95	38.99	38.8
整个试验期	39.2	39.23	39.12
体表温度 (°C)			
试验前期	36.48	36.55	36.48
试验中期	37.42	37.32	37.29
试验后期	37.29	37.43	37.39
整个试验期	37.06	37.1	37.05

(5) 对奶牛瘤胃功能的影响

试验的78天（9月1号）采集瘤胃液，测定瘤胃发酵参数和利用real time PCR定量主要微生物。结果瘤胃氨氮和乙酸外、pH三组之间有一定差异外，丙酸、丁酸、异戊酸、戊酸、VFA、乙酸/丙酸比例均为受影响。氨氮和乙酸可能系采样先后顺序所致。试验结果见表13。

表 13 奶牛瘤胃发酵参数的比较 (mmol/L)

处理	Treatment			SEM	P
	HSLF	MSMF	LSHF		
pH	6.74	6.73	6.76	0.23	0.99
氨氮 (mg/mL)	8.10	8.90	7.57	2.76	0.44
乙酸	61.02	52.94	63.26	10.21	0.76
丙酸	20.32	21.93	19.82	3.94	0.93
丁酸	19.25	13.93	15.22	3.28	0.53
异戊酸)	1.61	1.51	1.35	0.31	0.84
戊酸	1.42	1.44	1.47	0.27	0.99
总挥发酸	103.61	91.75	101.12	17.46	0.88
乙酸丙酸比	3.03	2.37	3.27	0.26	0.11

结果瘤胃液琥珀酸丝状杆菌、溶纤维丁酸弧菌、脂解厌氧菌、黄色瘤胃球菌、总普雷沃氏菌、总球菌、栖瘤胃普雷沃氏菌、白色瘤胃球菌、反刍兽新月形单胞菌、嗜淀粉瘤胃杆菌差异均不显著。试验结果见表14。

表 14 奶牛瘤胃发酵参数的比较

lg

项目	Treatment			SEM	P
	HSLF	MSMF	LSHF		
琥珀酸丝状杆菌	6.77	6.34	6.77	0.20	0.28
溶纤维丁酸弧菌	6.89	6.26	6.55	0.19	0.15
脂解厌氧菌	8.37	7.67	8.02	0.12	0.02
黄色瘤胃球菌	6.66	3.87	4.68	0.92	0.17
总普雷沃氏菌	12.71	12.41	12.36	0.34	0.74
总球菌	9.98	9.29	9.64	0.30	0.34
栖瘤胃普雷沃氏菌	9.79	7.22	8.31	0.86	0.19
白色瘤胃球菌	7.91	7.52	7.37	0.36	0.58
反刍兽新月形单胞菌	8.74	7.75	7.92	0.35	0.18
嗜淀粉瘤胃杆菌	5.74	4.35	4.73	0.48	0.19

(6) 对奶牛经济效益的影响

在热应激前期3周饲喂HSLF日粮可提高产奶量2kg/d、中期4周饲喂MSMF日粮可提高产奶量1kg/d、后期9周饲喂LSHF日粮可提高产奶量2.7kg/d，通过加权计算，该技术可提高产奶量2.14kg/d，以每公斤牛奶售价3元计，可增加收入6.72元。

(7) 小结

在热应激前期饲喂HSLF日粮、中期饲喂MSMF日粮、后期饲喂LSHF日粮，有提高产奶量的效果，对其他参数无明显影响。该技术方案可增加收入6.72元/头·天。

3) 精粗比调控技术的研究

选用4头体重为(483±21)kg,泌乳日龄为(175±6)d,健康且装有永久性瘤胃瘘管的荷斯坦奶牛。以玉米、豆粕、麦麸、青贮、苜蓿干草及羊草为主要原料配制精粗比为30:70CW、30:70CCW、50:50CCW、65:35CCW 4种日粮,其中30:70CW日粮仅由羊草组成,后3种CCW日粮粗料由羊草、玉米青贮及苜蓿干草组成。日喂2次(07:30和19:30),采食后供以充足饮水。日挤奶2次(06:00和18:00)。采用4×4拉丁方设计,每期23d,其中14d预饲期,9d采样期。每期试验第15天的07:30、09:30、11:30、13:30、15:30、17:30及19:30分别采集瘤胃液100mL,4层纱布过滤后用pH计立即测定pH。取10mL,用次氯酸钠2苯酚法测定NH₃-N浓度。另取20mL,-20℃保存,测定VFA。每天记录产奶量,每期试验第13~17天采集乳样,测定乳脂率、乳蛋白率及非乳脂固形物含量。结果如下:

(1) 对产奶量的影响

高精料65:35CCW日粮组产奶量较50:50CCW及30:70CCW日粮组分别高1.23kg/d(P<0.01)及3.28kg/d(P<0.01),见图22。

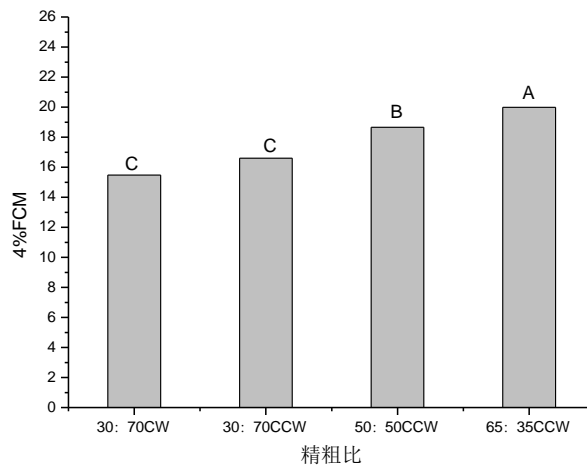


图22不同精粗比日粮对奶牛生产性能的影响

(2) 对乳组成的影响

30:70CW组乳脂率显著低于CCW3种处理组(P<0.01);不同CCW日粮组间乳脂率差异不显著。日粮精粗比提高乳蛋白含量和NFS显著增加(P<0.01),见图23。

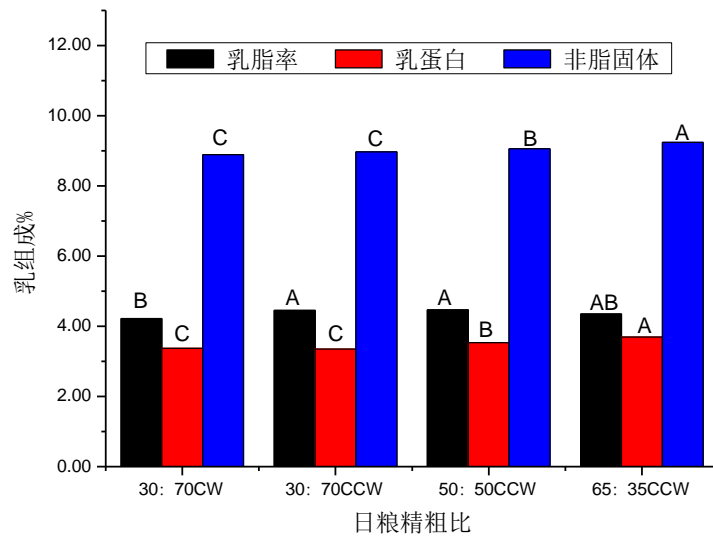


图23不同精粗比日粮对乳组成的影响

(3) 对奶牛采食量的影响

30:70CCW组的DMI和OMI显著低于其它3种处理组 ($P < 0.01$) ;不同CCW日粮组间的DMI和OMI随精粗比的增加而显著增加 ($P < 0.01$) ,见图24。净能采食量随日粮精粗比的增加而显著增加 ($P < 0.01$) ,见图25。

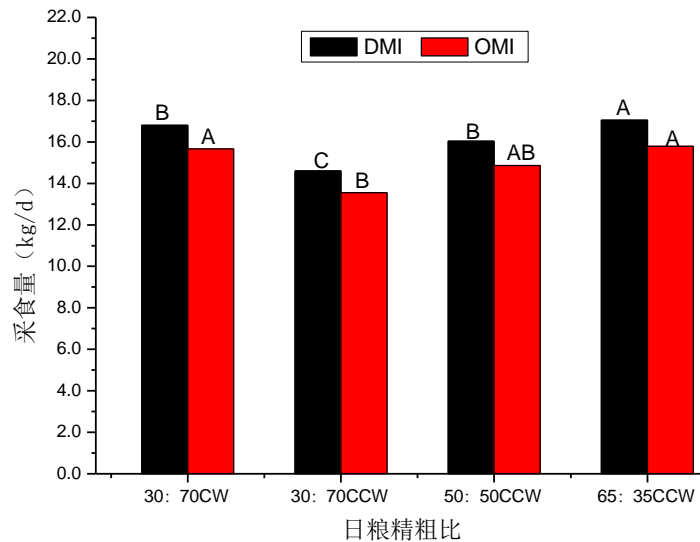


图24不同精粗比日粮对DMI和OMI的影响

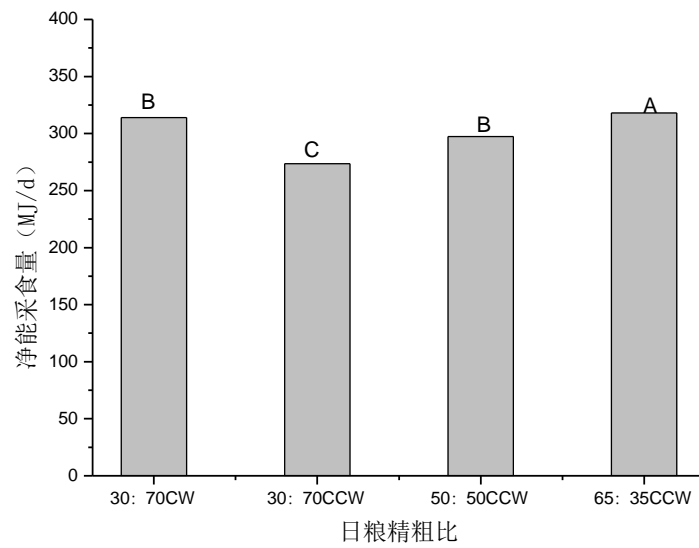


图25不同精粗比日粮对NEI的影响

(4) 对消化率的影响

30:70CW组的DMI、OMI和能量消化率显著低于其它3种处理组 ($P < 0.05$) ;不同CCW日粮组间的DMI、OMI和能量消化率随精粗比的增加而显著增加 ($P < 0.05$) , 见图26。

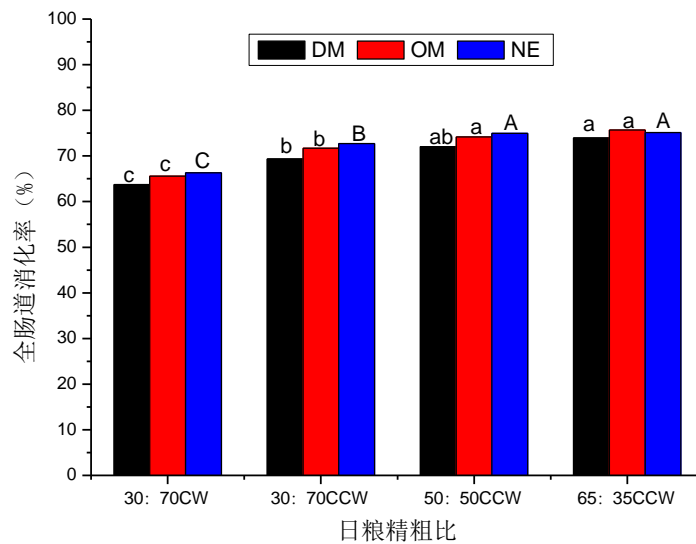


图26不同精粗比日粮对消化率的影响

(5) 对采食行为的影响

采食时间30:70CW组低于30:70CCW组 ($P < 0.01$), 不同CCW日粮组间随精粗比的增加而显著降低 ($P < 0.01$); 反刍时间30:70CW组的采食时间高于30:70CCW组 ($P < 0.01$), 不同CCW日粮组间, 50:50CCW组最长, 65:35CCW组最短 ($P < 0.01$); 咀嚼时间随日粮精粗比的增加而显著降低, 见图27。

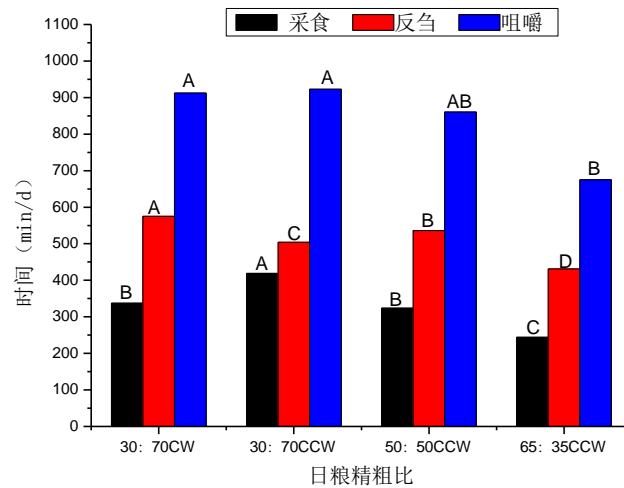


图27不同精粗比日粮对采食行为的影响

按照每公斤干物质采食量计算的采食时间, 30:70CW组低于30:70CCW组 ($P < 0.01$), 不同CCW日粮组间随精粗比的增加而显著降低 ($P < 0.01$); 反刍时间, 30:70CW组与30:70CCW组一致, 不同CCW日粮组间, 65:35CCW组最短 ($P < 0.01$); 咀嚼时间30:70CW组低于30:70CCW组 ($P < 0.01$), CCW组间随日粮精粗比的增加而显著降低, 见图28。

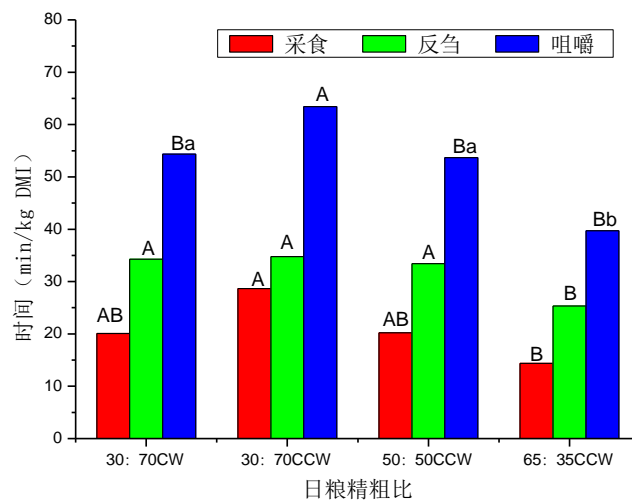


图28不同精粗比日粮对采食每公斤干物质行为的影响

按照每公斤NDF采食量计算的采食时间，30:70CW组低于30:70CCW组 ($P < 0.01$)，不同CCW日粮组间无差异；反刍时间，30:70CW组的低于与30:70CCW组一致，不同CCW日粮组间，50:50CCW组最长 ($P < 0.01$)；咀嚼时间，30:70CW组与30:70CCW组无差异，但低于高精粗比组 ($P < 0.05$)，CCW组间无差异，见图29。

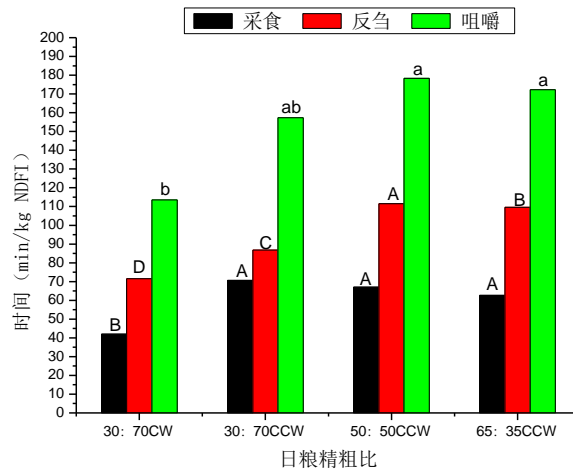


图29不同精粗比日粮对采食每公斤NDF行为的影响

(6) 对瘤胃pH的动态影响

不同试验日粮之间奶牛瘤胃内pH差异显著 ($P < 0.105$)，随日粮精料水平提高，pH降低；65:35CCW日粮组瘤胃内pH 极显著低于其它处理组 ($P < 0.01$)。根据瘤胃12h动态曲线变化趋势发现，各处理组奶牛在进食后2~6h瘤胃pH达到最低水平，见图30。

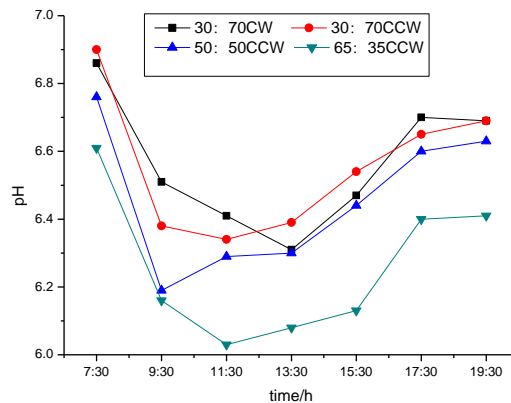


图30不同精粗比日粮对瘤胃pH的影响

(7) 对瘤胃NH₃-N的影响

不同处理组奶牛瘤胃液氨氮浓度差异极显著 ($P < 0.01$), 50:50CCW及65:35CCW日粮组氨氮浓度显著高于30:70CW及30:70CCW日粮组 ($P < 0.01$), 而在低精料30:70日粮中, 30:70CW日粮组氨氮浓度显著低于30:70CCW组 ($P < 0.01$)。各处理组瘤胃氨氮浓度均在采食后2h达到最高, 采食后8h降到最低水平, 见图31。

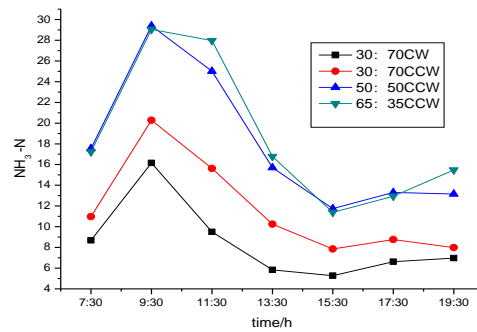


图31不同精粗比日粮对瘤胃NH₃-N的影响

(8) 对瘤胃VFA的影响

不同处理奶牛瘤胃对瘤胃VFA的影响见图32。乙酸浓度随精料水平的提高有降低的趋势 ($P = 0.10$)。丙酸浓度显著提高 ($P < 0.01$), 50:50CCW及65:35CCW日粮组丙酸浓度较低精料日粮组高 ($P < 0.01$), 在低精料30:70日粮组中, 30:70CCW组丙酸浓度高于30:70CW组 ($P < 0.01$)。高精料组丁酸浓度显著高于低精料30:70组 ($P < 0.01$)。高精料组 (50:50CCW及65:35CCW) 瘤胃乙酸/丙酸值低于其它两种处理, 差异极显著 ($P < 0.01$), 30:70CW组乙酸丙酸比例高于30:70CCW组 ($P < 0.01$)。乙酸、丙酸、丁酸、乙酸/丙酸及总VFA的变化见图33 (A、B、C、D、E)。

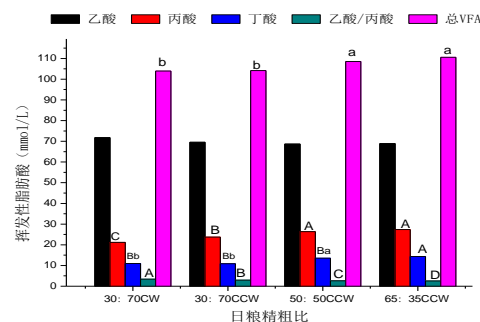
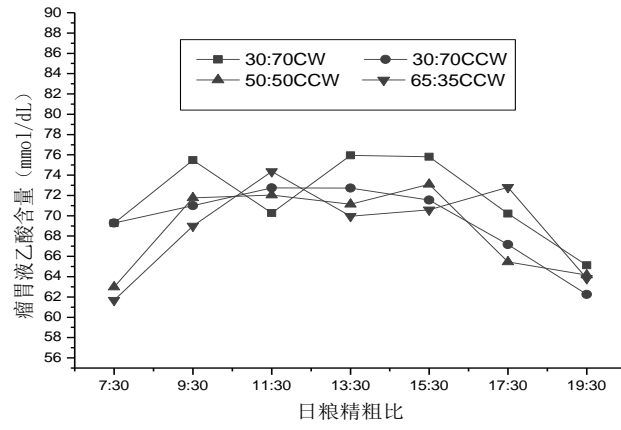
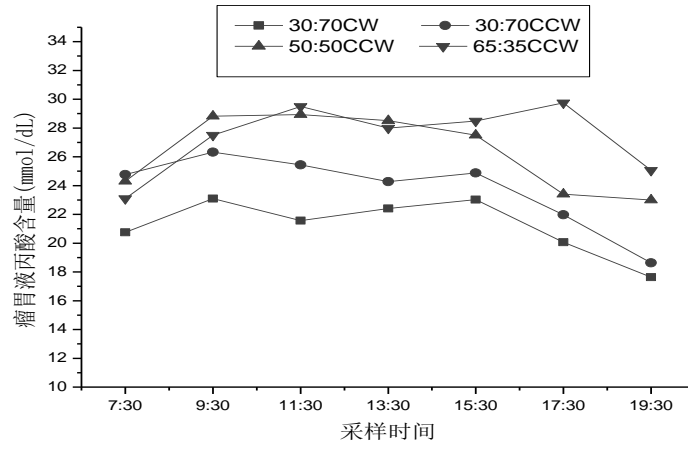


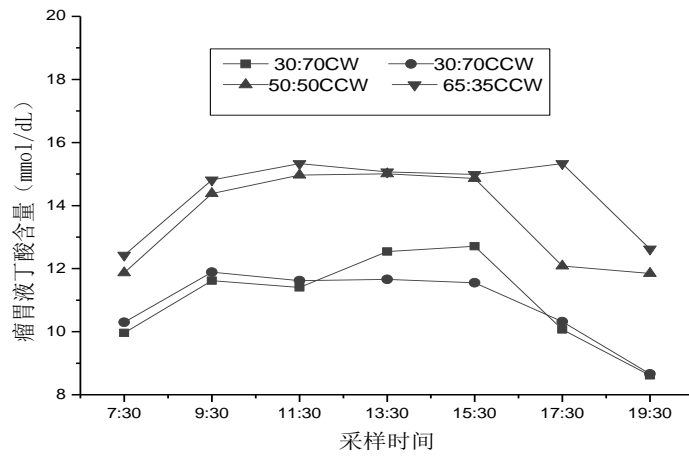
图32不同精粗比日粮对瘤胃VFA的影响



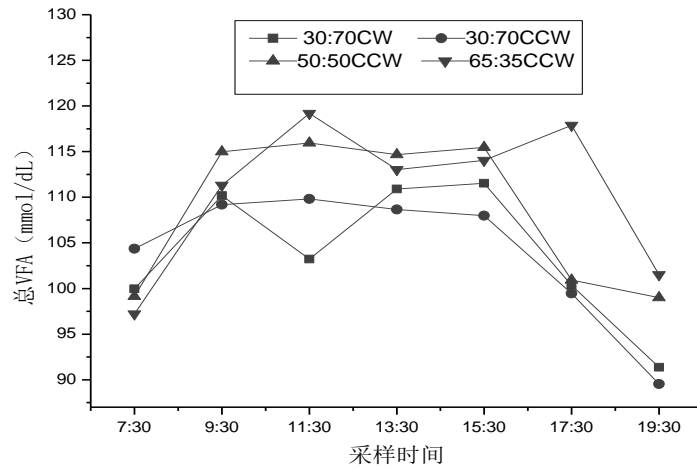
A



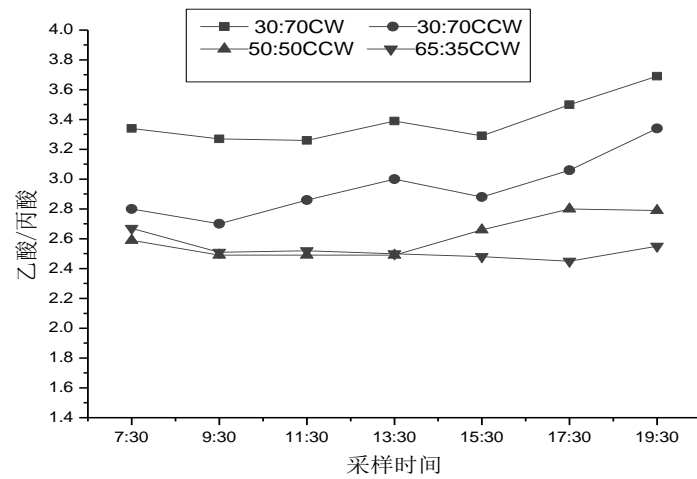
B



C



D



E

图33不同精粗比日粮对瘤胃VFA变化的影响

(9) 小结

综上所述，饲喂高水分含量的日粮，奶牛DMI、OMI和NEI显著降低，采食时间明显延长，但饲料消化率有所提高；随日粮精粗比的增加，奶牛DMI、OMI和NEI和消化率均显著增加，采食时间明显缩短。饲喂高水平日粮，奶牛生产性能明显提高。随日粮精粗比的提高，瘤胃液乙酸和丙酸的比例显著降低。综合考虑以精粗比50:50高水分精料为宜。

4) 离子平衡调控技术的研究

选用36头体重(575±25)kg、泌乳期(43±13)d、前期泌乳量(26±3)kg/d和前期各生理生化指标均接近(P>0.05)的3-4胎的健康荷斯坦奶牛，按照完全随机试验设计，随机分成3

组, 每组12头。分别饲喂对照组(DCAD 为+130.49mEq / kg DM)、试验I组(DCAD 为+251.54mEq / kg DM)和试验II组(DCAD 为+383.87mEq / kg DM)日粮。结果表明:

(1) DCAD对奶牛生产性能的影响

随日粮DCAD的升高, 见图34, 3组奶牛在试验期的平均标准乳依次为29.3、32.53和30.80kg/d, 差异显著($P < 0.05$), 但对奶牛的乳脂率、乳蛋白率、乳糖率和非乳脂固体均没有明显影响($P > 0.05$), 阳离子盐对奶牛生产性能的影响见表15。

表 15DCAD 对奶牛生产性能的影响

指标 Items	试验处理 Treatment			SEM	P=
	+130.49	+251.54	+383.87		
泌乳量 Milk yield, kg/d	33.48 ^{Bc}	36.90 ^{Aa}	34.13 ^{ABb}	0.8868	0.0006
标准乳 FCM, kg/d	29.71 ^b	32.53 ^a	30.80 ^{ab}	0.8382	0.0362
乳脂率 Fat, %	3.56	3.20	3.35	0.0967	0.0421
乳蛋白 Protein, %	2.77	2.78	2.81	0.0347	0.6272
乳糖 Milk lactose, %	4.59	4.62	4.63	0.0271	0.5417
非乳脂固体 Solid non fat, %	8.39	8.59	8.05	0.1946	0.1506

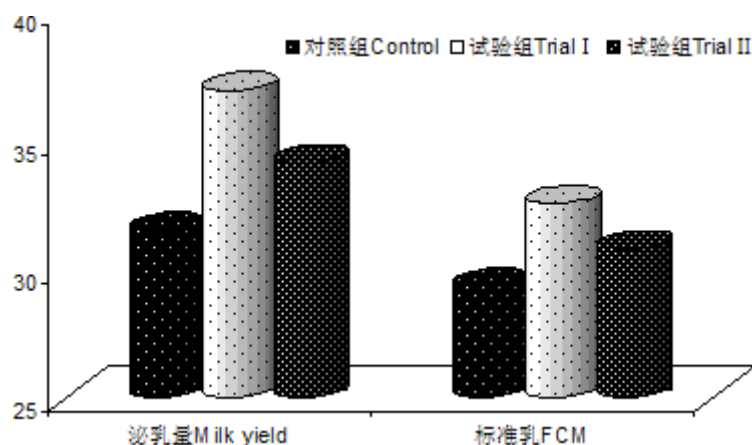


图 34 阳离子盐对奶牛泌乳量的影响

(2) 不同DCAD 水平对奶牛血液生理指标的影响

奶牛血清中的血糖含量随着日粮DCAD的升高而逐渐升高($P > 0.05$), 而谷丙转氨酶浓度随之升高则表现为先减少后增加的变化趋势($P > 0.05$), 但血清尿素氮、总蛋白和白蛋白则随DCAD 的变化均达到了极显著水平($P < 0.01$), 同时试验I组奶牛血清肌酸磷酸激酶(CK)的浓度为109.33IU / L, 明显低于其他两组($P < 0.05$), 不同DCAD 水平对奶牛血液生理指标的影响见表16。

表 16 不同 DCAD 水平对奶牛血液生理指标的影响

指标 Items	试验处理 Treatment			SEM	P=
	+130.49	+251.54	+383.87		
血糖 GLU, mg/dl	48.33 ^b	50.75 ^{ab}	53.75 ^a	1.5709	0.0644
尿素氮 BUN, mg/dl	23.25 ^A	20.000 ^B	22.50 ^A	0.5930	0.0013
总蛋白 TP, g/dl	8.05 ^{Ba}	8.56 ^{Aab}	7.65 ^{Bb}	0.1129	<.0001
白蛋白 ALB, g/dl	1.38 ^B	1.67 ^A	1.47 ^B	0.0370	<.0001
谷丙转氨酶 GPT, IU/l	28.67	24.00	29.83	2.4814	0.2279
肌酸磷酸激酶 CK, IU/l	134.75 ^{Aa}	109.33 ^{Bb}	141.67 ^{Aab}	8.1165	0.0202

(3) DCAD 对奶牛血气指标的影响

奶牛血液pH和碱超随日粮DCAD的升高均发生了明显的变化(P<0.05),3个组的血液pH和碱超依次为7.41、7.42、7.44和0.39、1.55和1.99mmol/L。血液pH、CO₂分压、HCO₃⁻、CO₂总量、碱超均随日粮DCAD的增加而增加,而O₂分压、氧饱和度则随日粮DCAD的升高先增加后减少,结果见表17。

表 17DCAD 值对血气指标的影响

指标 Items	试验处理 Treatment			SEM	P=
	+130.49	+251.54	+383.87		
血液酸碱度 Blood pH	7.41 ^b	7.42 ^{ab}	7.44 ^a	0.0050	0.0408
动脉血二氧化碳分压 pCO ₂ , mm Hg	38.88	39.63	40.00	0.8456	0.6441
动脉血氧分压 pO ₂ , mm Hg	95.13	102.94	87.74	7.1828	0.3384
实际碳酸氢盐 HCO ₃ ⁻ , m mol/L	24.64 ^b	25.75 ^{ab}	26.21 ^a	0.4704	0.0672
二氧化碳总量 Tco ₂ , m mol/L	25.84 ^b	26.95 ^{ab}	27.43 ^a	0.4835	0.0723
碱超 Base Excess, m mol/L	0.39 ^b	1.55 ^{ab}	1.99 ^a	0.4468	0.0447
氧饱和度 O ₂ Sat, %	96.08	96.33	95.46	1.4042	0.9029

(4) 对奶牛经济效益的影响

在热应激期间对奶牛饲喂DCAD为+251.54mEq / kgDM的日粮,与饲喂DCAD为+130.49mEq / kgDM的常规日粮相比可提高标准乳产量3.22/d,阳离子盐投入2元,牛奶按2元/kg计。每天可增收4.82元/头·天。

(5) 小结

在奶牛泌乳前期添加阳离子盐适当提高日粮DCAD可提高奶牛血液的pH和碱超值,增强奶牛血液的缓冲能力,降低肌酸磷酸激酶活性,有效缓解奶牛的热应激状况,并显著提高试验期间奶牛的生产性能。而DCAD过高对奶牛的影响效果反而不明显。

5) 添加剂调控技术的研究

根据目前的研究报道,低分子铬聚合物(LMWCr)与胰岛素介导反应有关,它可与胰岛素受体结合,激活受体酪氨酸激酶活性。LMWCr在胰岛素信号自动放大机制中起到重要角色。本试验选用有机铬作为添加剂,研究其对热应激奶牛的作用效果。试验选择健康无病、产后170d、平均产奶量为29.3kg/d的105头经产荷斯坦奶牛,根据胎次、泌乳天数、实验前产奶量相近等原则按随机区组设计方法分成7组。对照组喂基础日粮, I组、II组和III组分别饲喂基础日粮+吡啶羧酸铬6mg/d、基础日粮+吡啶羧酸铬9mg/d和基础日粮+吡啶羧酸铬12mg/d, IV组、V组和VI组分别饲喂基础日粮+赖氨酸铬6mg/d、基础日粮+赖氨酸铬9mg/d、基础日粮+赖氨酸铬12mg/d。预试期1周,正试期10周,共计11周,试验结果如下。

(1) 对热应激奶牛泌乳量的影响

与对照组相比,处理组产量均有不同程度的增加(0.5~1.6kg/头·d),其中处理组II、III和VI与对照组差异显著($P < 0.05$),分别增加了1.4kg/头·d、1.5kg/头·d和1.6kg/头·d(表18)。本试验证明,对于热应激期间的泌乳期经产奶牛铬的添加量为9~12mg/头·d比较理想,而吡啶羧酸铬与赖氨酸铬这两种不同的添加形式之间不存在显著的差别(图35)。

表18吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛泌乳量的影响(kg/d)

周	对照组	I	II	III	IV	V	VI
1					22.2±4.34		
2	21.0±3.73	22.7±2.57	23.7±3.68	22.9±6.69	22.9±3.50	23.4±4.50	23.0±5.06
3	22.3±5.15	22.8±3.06	23.5±2.43	23.3±5.66	21.5±4.76	22.1±3.71	22.6±4.68
4	22.0±4.07	21.2±2.34	21.7±2.37	22.8±4.33	20.4±4.72	21.6±4.61	22.7±4.17
5	20.5±4.96	21.3±2.03	22.0±3.53	21.7±5.42	21.2±3.64	20.7±4.54	22.7±4.57
6	20.2±5.55	20.9±1.96	21.0±4.72	21.2±5.30	18.4±4.36	20.5±3.94	21.0±4.46
7	19.2±4.32	19.8±2.71	19.9±4.13	20.1±5.39	20.5±3.1	18.8±3.31	20.6±3.73
8	18.2±3.2	18.7±3.5	20.4±3.7	21.6±4.3	16.4±4.65	20.3±3.8	19.3±4.2
1~8	16.6±3.80 ^b	17.4±2.20 ^{ab}	17.6±3.92 ^{ab}	18.3±5.65 ^{ab}	^{ab}	16.7±3.83 ^{ab}	19.9±4.46 ^a
	20.4±4.87 ^b	21.4±3.18 ^{ab}	21.8±4.13 ^a	21.9±5.56 ^a	20.9±4.81	21.2±4.59 ^{ab}	22.0±4.47 ^a

同行中相同字母或无字母表示差异不显著($p > 0.05$),相邻字母表示差异显著($p < 0.05$),相隔字母表示差异极显著($p < 0.01$)。下表同。

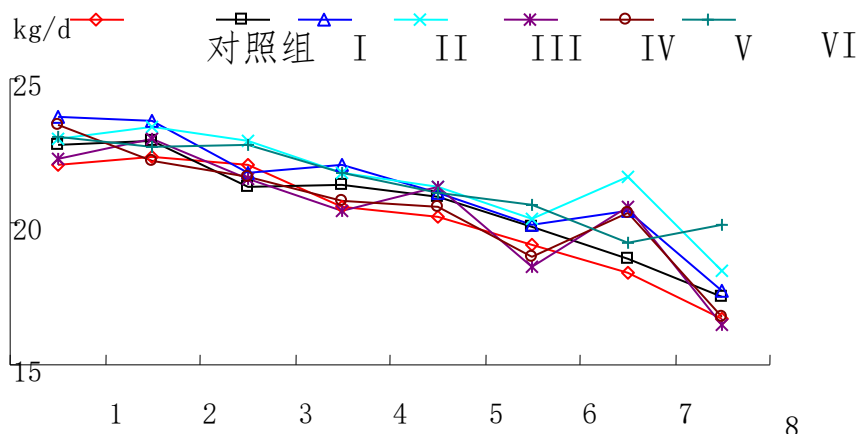


图 35 各试验组平均奶产量随时间变化图

(2) 对热应激奶牛干物质采食量的影响

从表19分析可知，虽然整个试验期各处理组平均采食量均高于对照组，但统计上各处理组与对照组间差异不显著；因此，对于热应激条件下的经产奶牛，日粮补充吡啶酸铬和赖氨酸铬对奶牛干物质采食量均无影响。

表19吡啶酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛干物质采食量 (DMI) 的影响 (kg/d)

周	对照组	I	II	III	IV	V	VI
1	18.1±0.4	18.9±0.4	18.2±0.3	18.7±0.7	17.9±0.4	18.3±0.6	18.6±0.4
2	18.6±0.4	18.5±0.2	18.7±0.6	19.0±0.4	18.8±0.3	18.8±0.5	19.2±0.5
3	18.7±0.3	18.9±0.6	18.8±0.6	19.1±0.9	18.5±0.4	19.1±0.3	18.8±0.2
4	18.4±0.7	18.5±0.5	18.6±0.6	18.7±0.5	18.4±0.7	18.5±0.5	18.7±0.5
5	18.0±0.5	18.3±0.3	18.1±0.3	18.4±0.2	18.3±0.3	18.2±0.7	18.2±0.8
6	17.2±0.8	17.7±0.6	17.3±0.7	17.7±0.5	17.2±0.8	17.3±0.4	17.5±0.6
7	18.1±0.3	18.4±0.7	18.4±0.8	18.6±0.7	18.0±0.5	18.6±0.8	18.7±0.6
8	17.9±0.6	18.1±0.5	18.0±0.4	18.7±0.3	18.7±0.6	18.5±0.6	18.3±0.7
1~8	18.3±0.6	18.6±0.5	18.5±0.5	18.7±0.5	18.4±0.6	18.5±0.5	18.6±0.5

(3) 对热应激奶牛乳成分的影响

由表20分析可知，与对照组相比，处理组V乳脂率升高了3.6%($p < 0.05$)；处理组II、III和VI乳糖率分别提高了0.15%、0.13%和0.18% ($p < 0.05$)；处理组II、III、IV和V总固形物分别提高了0.40%、0.37%、0.39%和0.56%；处理组I、III、V和VI尿素氮分别提高了3.68mg/dl、2.82mg/dl、2.58mg/dl和2.60mg/dl。各处理组与对照组乳蛋白率差异不显著 ($p > 0.05$)。说

明热应激条件下泌乳期经产奶牛乳脂率、乳糖、总固形物和尿素氮均呈下降的趋势，补充适量的有机铬有利于乳成分的稳定，而乳蛋白的含量则相对恒定。

与试验前相比，试验期各处理组体细胞数值均呈下降趋势，其中处理组V平均比对照组降低 $5.24 \times 10^5/\text{ml}$ ($p < 0.05$)。说明，热应激条件下，奶牛免疫力下降，炎症发病率增加，补充适量的有机铬有利于改善奶牛对疾病的抵抗力，有助于牧场对乳房炎等疾病的控制。

因此本试验说明，对于热应激期间的泌乳期经产奶牛，日粮补充不同水平和不同螯合形式的有机铬对维持乳成分的稳定都具有一定程度的积极作用，铬的添加量以9~12mg/头·d为宜，吡啶羧酸铬与赖氨酸铬这两种不同形式铬的添加效果间无显著差异。

表 20 吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛乳成分的影响

项目	组别	试验前	试验期
乳脂率 Milk fat percent, %	对照组	3.91±0.67	3.56±0.61 ^b
	I	3.90±0.51	3.65±0.63 ^b
	II	4.14±0.98	3.73±0.44 ^{ab}
	III	4.08±0.78	3.76±0.59 ^{ab}
	IV	4.06±0.65	3.78±0.70 ^{ab}
	V	4.14±0.54	3.92±0.79 ^a
	VI	3.85±0.82	3.82±0.78 ^{ab}
乳蛋白率 milk protein percent, %	对照组	2.83±0.13	2.93±0.29
	I	2.82±0.20	2.93±0.21
	II	2.88±0.13	2.92±0.20
	III	2.90±0.22	2.91±0.22
	IV	2.85±0.22	2.95±0.19
	V	2.79±0.15	2.88±0.20
	VI	2.84±0.18	2.97±0.25
乳糖率 lactose percent, %	对照组	4.70±0.11	4.40±0.20 ^b
	I	4.60±0.15	4.49±0.20 ^{ab}
	II	4.72±0.18	4.55±0.23 ^a
	III	4.71±0.26	4.53±0.34 ^{ab}
	IV	4.61±0.17	4.48±0.19 ^{ab}
	V	4.63±0.32	4.44±0.31 ^{ab}
	VI	4.64±0.13	4.58±0.16 ^a
总固形物 total solid materil, %	对照组	11.79±0.78	11.63±0.60 ^b
	I	12.36±1.32	11.87±0.68 ^{ab}
	II	12.53±0.71	12.00±0.72 ^a
	III	12.50±1.01	12.02±0.96 ^a
	IV	12.31±0.73	12.03±0.90 ^a
	V	11.99±0.67	12.19±1.03 ^a

	VI	12.12±1.01	11.96±0.58 ^{ab}
尿素氮 urea nitrogen, mg/dl	对照组	25.96±4.74	16.27±4.67 ^b
	I	28.79±4.69	19.95±3.52 ^a
	II	26.03±6.31	17.15±4.46 ^{ab}
	III	27.74±4.54	19.09±6.59 ^{ab}
	IV	30.08±5.92	18.22±4.09 ^{ab}
	V	27.35±3.36	18.85±5.59 ^{ab}
	VI	28.64±5.68	18.87±5.37 ^{ab}
体细胞 SCC somatic cells counts, 1×10 ⁵ /ml	对照组	81.6±62.6	9.39±68.7 ^a
	I	75.8±56.3	5.48±47.6 ^{ab}
	II	68.3±61.9	7.77±52.9 ^{ab}
	III	86.5±67.7	6.89±50.2 ^{ab}
	IV	76.0±33.0	6.41±60.3 ^{ab}
	V	62.7±45.2	4.15±54.7 ^b
	VI	70.5±91.3	5.05±54.6 ^{ab}

(4) 对热应激奶牛直肠温度、呼吸率及体况的影响

由表21分析可知,与对照组相比,各处理组直肠温度均低于对照组0.1~0.4℃,其中处理组V比对照组下降0.4℃(p<0.05);各组间呼吸率及试验前后奶牛的体况差异不显著(p>0.05)。说明,夏季高温条件下,泌乳期经产奶牛处于严重的热应激状态,体温升高,呼吸率增加,补充适量的有机铬对减缓奶牛热应激状态有一定的辅助作用。另外,由于热应激条件下奶牛干物质采食量下降,日粮能量的摄取不能满足动物的维持需要和泌乳需要,因此,奶牛往往会通过损失体重(BW)和体况评分(BCS)来弥补能量的负平衡。

表 21 吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛呼吸率(次/分)的影响

周	对照组	I	II	III	IV	V	VI
1	65±11.4	65±13.7	60±5.6	62±9.3	62±11.1	63±14.3	64±2.9
2	69±6.4	72±10.2	64±10.3	68±6.9	70±10.4	70±13.4	66±13.7
3	76±11.6	78±6.0	80±8.9	61±12.7	68±6.3	85±5.2	57±7.7
4	68±9.9	57±7.8	67±9.1	61±13.8	77±6.3	59±8.2	58±11.9
5	73±9.5	64±6.3	73±11.3	70±8.0	74±11.1	77±7.8	73±6.2
6	83±8.5	75±7.8	77±8.3	86±11.5	78±5.5	83±8.4	76±8.7
7	86±3.7	81±9.9	94±6.7	67±8.7	78±9.4	91±5.4	81±7.5
8	85±10.1	78±5.3	88±8.1	88±6.6	79±3.5	83±9.1	88±8.2
总评	76±7.4	71±6.7	75±8.4	70±8.6	73±6.2	76±9.0	71±8.7

但本试验观察到,试验末奶牛体况评分相对于试验前均有所提高,其原因可能是奶牛进

入泌乳中后期阶段，能量处于正平衡状态且胎儿生长的缘故，而补充有机铬对经产奶牛体况的影响不显著。

(5) 对热应激奶牛血清代谢物浓度的影响

由表22分析可知，与对照组相比：处理组血浆葡萄糖含量都高于对照组，其中处理组III、V、VI分别增加了0.37mmol/L、0.43mmol/L和0.41mmol/L ($p < 0.05$)；处理组III、VI血清中总蛋白含量分别提高了6.49g/L和4.29g/L ($p < 0.05$)；处理组VI血清中尿素氮含量提高了0.61mmol/L；处理组II、III、V和VI血清中总甘油三脂含量分别下降了0.03mmol/L、0.04mmol/L、0.04mmol/L和0.04mmol/L ($p < 0.05$)；血清总胆固醇含量各组间差异不显著 ($p > 0.05$)。因此本试验证明，对于热应激期间的泌乳期经产奶牛，日粮补充不同水平和不同形式的有机铬，对血清中葡萄糖、总蛋白、尿素氮和甘油三脂等代谢物含量具有不同程度的提高作用，其中处理组III和VI效果更为显著。血清中总胆固醇含量相对稳定，补充有机铬对其影响很小。

表 22 吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛血清代谢物浓度的影响

处理	葡萄糖 mmol/L	总蛋白 g/L	尿素氮 mmol/L	总胆固醇 mmol/L	甘油三脂 mmol/L
对照组	2.26±0.52 ^b	77.69±3.35 ^b	7.77±0.97 ^b	5.39±1.47	0.22±0.027 ^b
I	2.44±0.42 ^{ab}	80.43±5.52 ^{ab}	8.27±1.32 ^{ab}	4.94±1.01	0.20±0.022 ^{ab}
II	2.59±0.50 ^{ab}	80.29±3.97 ^{ab}	8.03±1.02 ^{ab}	5.22±0.61	0.19±0.020 ^a
III	2.63±0.49 ^a	83.18±4.46 ^a	8.00±1.30 ^{ab}	5.38±1.09	0.18±0.024 ^a
IV	2.59±0.50 ^{ab}	78.95±3.39 ^{ab}	8.30±1.07 ^{ab}	5.11±1.02	0.20±0.023 ^{ab}
V	2.69±0.48 ^a	78.87±5.74 ^{ab}	8.19±1.19 ^{ab}	5.13±0.68	0.18±0.042 ^a
VI	2.67±0.42 ^a	81.98±5.87 ^a	8.38±0.95 ^a	5.15±0.91	0.18±0.027 ^a

(6) 对热应激奶牛血清无机离子浓度的影响

由表23分析可知，与对照组相比：血清钙离子、镁离子、钾离子和氯离子浓度都不同程度高于对照组，其中处理组III血清钙离子浓度增加0.10mmol/L、($p < 0.05$)；处理组VI血清镁离子浓度提高了0.08mmol/L ($p < 0.05$)；处理组III和VI血清中钾离子浓度分别提高了0.25mmol/L和0.24mmol/L；处理组II、V和VI血清中氯离子浓度分别提高1.9mmol/L、2.5mmol/L和2.1mmol/L ($p < 0.05$)；各组血清中钠离子浓度差异不显著 ($p > 0.05$)。

表 23 吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛血清无机离子浓度的影响

处理	钙 Ca mmol/L	镁 Mg mmol/L	钾 K mmol/L	钠 Na mmol/L	氯 Cl mmol/L
对照组	2.31±0.11 ^b	0.98±0.23 ^b	4.44±0.26 ^b	143.0±3.3	100.3±3.19 ^b
I	2.37±0.13 ^{ab}	1.03±0.07 ^{ab}	4.53±0.17 ^{ab}	142.1±5.0	101.5±2.64 ^{ab}
II	2.38±0.13 ^{ab}	1.04±0.05 ^{ab}	4.63±0.35 ^{ab}	143.0±2.8	102.2±1.57 ^b
III	2.41±0.12 ^a	1.02±0.08 ^{ab}	4.69±0.27 ^a	142.2±3.6	102.0±1.85 ^{ab}
IV	2.38±0.10 ^{ab}	1.00±0.07 ^{ab}	4.51±0.21 ^{ab}	143.2±4.7	102.1±3.54 ^{ab}
V	2.40±0.16 ^{ab}	1.04±0.10 ^{ab}	4.59±0.37 ^{ab}	143.9±4.1	102.8±2.94 ^a
VI	2.39±0.14 ^{ab}	1.06±0.07 ^a	4.68±0.30 ^a	144.3±2.7	102.4±2.09 ^a

(7) 对热应激奶牛内分泌的影响

由表24分析可知，与对照组相比：处理组葡萄糖、胰岛素值均有升高的趋势，其中处理组II、V、VI分别增加了0.05、0.04和0.05(P<0.05)；处理组血清中皮质醇浓度均有下降的趋势，其中处理组II和V分别下降了1.55ng/ml和1.59ng/ml(P<0.05)；各处理组，血清中T3浓度均呈上升趋势，其中处理组II、III和V分别提高了0.21nmol/L、0.19nmol/L和0.21nmol/L(P<0.05)；血清中胰岛素浓度和T4浓度各组间差异不显著(P>0.05)，但T4浓度具有上升的趋势。因此，对于热应激期间的泌乳期经产奶牛，日粮补充适当水平的有机铬，对血清中某些内分泌物质产生影响，即可以提高葡萄糖与胰岛素比值、促使T3、T4浓度上升，皮质醇浓度下降的趋势。本试验证明吡啶羧酸铬与赖氨酸铬的适宜添加量均为9~12mg/头·d为宜。

表 24 吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛内分泌的影响

处理	胰岛素 mIU/L	葡萄糖/ 胰岛素	皮质醇 ng/ml	T3 nmol/L	T4 nmol/L
对照组	13.64±1.96	0.17±0.04 ^b	3.31±2.54 ^b	1.67±0.26 ^b	62.53±13.55
I	13.61±2.41	0.19±0.04 ^{ab}	2.30±1.96 ^{ab}	1.81±0.20 ^{ab}	65.71±14.83
II	13.57±2.39	0.22±0.04 ^a	1.76±1.87 ^a	1.88±0.19 ^a	63.17±9.90
III	13.03±3.21	0.20±0.05 ^{ab}	2.00±2.77 ^{ab}	1.86±0.21 ^a	64.61±10.11
IV	12.23±1.75	0.19±0.05 ^{ab}	2.09±2.08 ^{ab}	1.79±0.16 ^{ab}	65.13±8.20
V	13.07±2.65	0.21±0.06 ^a	1.72±1.08 ^a	1.88±0.42 ^a	68.58±16.50
VI	12.83±2.59	0.22±0.06 ^a	2.14±1.88 ^{ab}	1.80±0.32 ^{ab}	64.34±13.07

(8) 对热应激奶牛乳中铬含量的影响

由表25分析可知，各实验组乳中总铬含量低于0.30μg/ml，符合《中华人民共和国国家

标准食品中铬限量卫生标准 GB/T14962》卫生标准。并且，随着铬含量补充量的增加并未见乳中铬含量也显著增加，说明牛乳中铬含量相对恒定。

表 25 吡啶羧酸铬与赖氨酸铬对热应激奶牛乳中铬含量的影响 $\mu\text{g/ml}$

处理	对照组	I	II	III	IV	V	VI
乳中铬含量	0.08	0.05	0.17	0.09	0.10	0.14	0.11

(9) 对奶牛经济效益的影响

在热应激期间对奶牛饲喂有机铬含量为9mg/头的日粮，与饲喂未添加有机铬的常规日粮相比可提高产奶量1.5/d, 有机铬的投入0.1元/头，牛奶按2元/kg计。每天可增收2.9元/头·天。

(10) 小结

综合对奶牛生产性能及血液生化指标的影响，本研究认为，对于上海地区非热应激条件下的高产中国荷斯坦奶牛，铬（以吡啶羧酸铬或赖氨酸铬形式添加）的推荐量为6mg/头·d；对于夏季高温期间泌乳期经产中国荷斯坦牛，铬的推荐量为9~12mg/头·d；泌乳期头胎中国荷斯坦奶牛铬的推荐量为9~12mg/头·d（以吡啶羧酸铬形式）或6~9mg/头·d（以赖氨酸铬形式）。吡啶羧酸铬与赖氨酸铬两种形式添加的效果无显著差别。使用有机铬每天可增收2.9元/头·天。

在应激管理上，因为应激因素复杂，因素多，因此，本文件中规定应减少奶畜的应激，维持瘤胃微生物稳态。

8、污染物

污染物主要是重金属污染和硝酸盐污染。生乳中重金属污染主要是铅、铬、总汞、总砷，硝酸盐污染主要是亚硝酸盐。

本文件起草单位，通过对我国某皮革重工业污染地区，污染河流下游的牧场中饲料、奶畜饮用水、奶牛血液、毛发及生乳中重金属残留的实验，结果显示，相对于非污染地区（河流上游），来源于工业污染地区的青贮饲料和 TMR 饲料中重金属铅、砷呈现相对较高的浓度。污染地区奶畜饮用水及生乳、奶牛血液和毛发中重金属铅和砷，均显著高于非污染地区。

结果表明，生乳中重金属残留主要来源于环境污染，通过水、饲料等途径进入奶牛体内，进而残留于生乳中。

针对重金属污染，主要是管控水源和饲料。

生鲜乳中硝酸盐来源主要有两类：一是内源转化，如饲喂奶畜的饲料或饮用的水中硝酸盐经奶畜转化到生鲜乳中。二是外源引入，如生鲜乳中掺了硝酸盐含量高的水；或是由于奶畜场清洗相关设备的用水有问题；此外堆放的牧草会自然发酵，其中的蛋白质在发酵过程中会产生硝酸盐，因管理不当污染生鲜乳。

针对硝酸盐污染，除了管控水源和饲料外，还应控制畜禽舍内的氨气蓄积。

9、真菌毒素控制

本文件起草单位针对真菌毒素，开展了关键点研究。

据联合国粮农组织(FAO)估计,全世界每年谷物产量的 25% 受到霉菌毒素污染。近年来我国饲料原料霉菌毒素的污染仍然严重。胡小丽(2014 年)检测全国不同地区 82 份反刍动物饲料样品,结果显示,82 份反刍动物饲料样品均受到 2 种以上霉菌毒素污染,平均污染 8 种霉菌毒素,90%以上的样品污染了 6~11 种霉菌毒素,41.46%的样品遭受 8~9 种霉菌毒素污染,且主要为 B 型单端孢霉烯、萎蔫酸、镰刀菌毒素和玉米赤霉烯酮。杜妮(2014 年)收集国内 11 省份的样本 1872 份,其中玉米样 568 份、豆粕样 123 份、麸皮样 416 份、小麦样 71 份、饲料样 694 份进行检测,结果显示高达 94.50%的原料已经受到霉菌毒素污染;且多种霉菌毒素共存现象很普遍,82.80%的饲料及其原料受到 2 种及以上霉菌毒素污染。与 2012 年、2013 年同比,各霉菌毒素污染程度呈提升趋势[6-8]。AFB1 在所有样品中污染程度相对较低,但其毒性巨大,微量即可致死致病;ZEN 在所有样品中污染率较高,平均达到 80.96%,在各类样品中均有出现;DON 在所有样品中污染程度最高,仍是污染最为严重的毒素;

饲料原料中霉菌毒素的形成和污染程度除了上述产毒真菌外,还需要适当的产毒外部环境条件:温度、湿度、水活力、物理性损伤和其它储存条件(EFSA,2007)以及饲料种类。产生的毒素量将取决于生物学因素(植物品种、应激、昆虫和霉菌孢子量),物理因素(水分、相对湿度、温度和谷物的物理损伤 MFrisvad,1995;Wicklow, 1995)。比如,黄曲霉和寄生曲霉等在谷物具有一定水分含量($\geq 15\%$)、适当的温度(20-30 $^{\circ}\text{C}$)和相对湿度($\geq 80\%$)条件下即可生长,并生成 AFs,其中以 AFB1 比例最大(Prandini 等,2009; Michelle 等,2011)。玉米赤霉烯酮形成的最佳条件:温度为 24~32 $^{\circ}\text{C}$,水分含量在 22%~25%或空气中含氧量大于 3%[9]。而呕吐毒素是一种田间毒素,生长需要合适的温度、湿度、氧气和能量。当谷物的水分含量为 22%、湿度达 85%左右、温度为 20 $^{\circ}\text{C}$ 时,即可产生大量的呕吐毒素[10]。饲料种类不同,营养基质状况差异很大,也会在很大程度上影响产毒真菌的生长和产毒量,比如:花生粕、玉米、棉籽粕和青贮饲料等饲料原料非常适合 AFs 产毒真菌生长和 AFs 的形成,是导致饲料黄曲霉毒素污染的主要来源(Jaime-Garcia,2003;王君和刘秀梅,2006;Ding,2012;Keller 等,2013)。

根据以上研究可以看出,不同类型的饲料原料霉菌毒素富集程度不同,水分也是影响贮存饲料原料中霉菌毒素富集程度的关键影响因子。目前国内虽然也有研究涉及,但仍缺乏水分含量对不同饲料原料中霉菌毒素富集程度的研究。因此,此类研究的开展将能够为实际生产中饲料的贮存提供理论支持。

(2) 材料与方法

样品的制作。饲料原料为宁夏贺兰中地牧场提供,分别为玉米面、喷浆玉米皮、压片玉米、青贮玉米、棉籽及麸皮。每种原料进行高水分和低水分两种处理,室温贮存于编织袋中,第6天、9天、12天、15天的同一时间点采集样品,并测量温湿度。采样方法按照GB/T14699.1-2005《饲料采样方法》要求从多点采集具有代表性的样品。每份样品不少于500g,105℃烘干,粉碎过20目筛,样品在测定前密封保存于-20℃冰箱中^[11]。

仪器和材料。温湿度仪(温度:-30℃到50℃,湿度:20%-100%RH);粉碎机(辰禾盛丰,CH-500A)、离心机、烘箱(DHG—9240A,电热恒温鼓风干燥箱)、去离子水、毒素检测仪器、70%甲醇等。

检测方法。采用试剂条快速检测法检测样品中黄曲霉毒素B₁、玉米赤霉烯酮和呕吐毒素含量,试剂条购自北京中检环贸生物技术有限公司,以免疫层析法为原理,运用ROSA侧流技术,使用70%甲醇提取样品中的黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮,用水提取样品中的呕吐毒素;样品提取物与检测条中有颜色的微粒反应。反应完成后,使用ROSA-M读数仪读取检测区的颜色强度,并将结果换算为样品中的毒素浓度。其中黄曲霉毒素的检测限:≤2ppb;玉米赤霉烯酮的检测限:<15ppb(稀释的提取物);呕吐毒素的检测限:≤100ppb(稀释的提取物)。

霉菌毒素限量标准。黄曲霉毒素B₁≤50μg/kg(GB 17480-2001);玉米赤霉烯酮≤500μg/kg(GB 13078.2-2006);呕吐毒素≤1000μg/kg(GB 13078.3-2007)。

数据统计分析。采用Excel软件对试验数据进行整理分析。

(3) 结果与分析

玉米面中三种毒素的检测结果。玉米面中三种毒素都有检测到,高水分组和低水分组中黄曲霉毒素均在第15天时含量达到最高,分别为12μg/kg和8μg/kg。呕吐毒素检测的结果最低为2700μg/kg,最高达到6000μg/kg,严重超出了限量标准;玉米赤霉烯酮检测的结果最低为893μg/kg,最高的高于1400μg/kg,超出了限量标准,具体检测结果见图36-38。

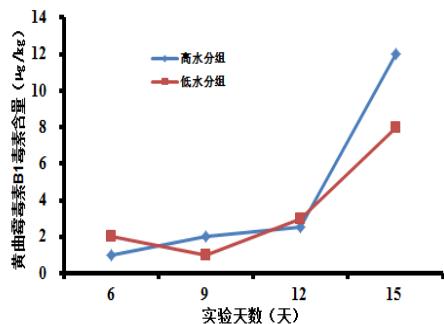


图 36 玉米面中黄曲霉毒素变化情况

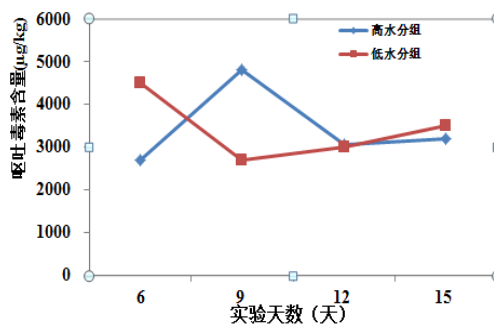


图 37 玉米面中呕吐毒素变化情况

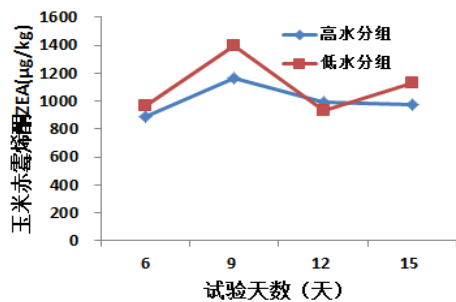


图 38 玉米面中玉米赤霉烯酮变化情况

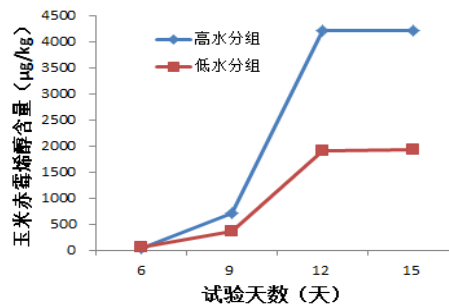


图 39 棉籽中玉米赤霉烯酮变化情况

棉籽中三种毒素的检测结果。高水分组黄曲霉毒素 B1 的含量在第 6 天达到 60µg/kg，第 9 天时含量已经高于 450µg/kg；低水分组中第 6 天含量最高达到 240µg/kg，第 12 天时含量已经超过 450µg/kg，严重超出了限量标准，具体见表 26；玉米赤霉烯酮的含量在第 6 天时为 33µg/kg，第 12 天时高水分组和低水分组中的含量都高于 4200µg/kg，具体结果见图 39；值得注意的是棉籽中没有检测到呕吐毒素。

表 26 棉籽中黄曲霉毒素变化情况 (µg/kg)

霉菌毒素	处理	时间/天			
		6	9	12	15
AFB1	高水分	30-60	>450	>450	>450
	低水分	24-240	321	>450	>450

喷浆玉米皮中三种毒素的检测结果。喷浆玉米皮中三种毒素都有检测到，其中黄曲霉毒素的最大检测值为 16µg/kg，没有超出限量标准。呕吐毒素在第 6 天和第 9 天的检测值分别为 1200µg/kg 和 1650µg/kg，其它值均低于限量标准，最低为 750µg/kg。玉米赤霉烯酮的最大检测值为 339µg/kg，最低检测值为 199µg/kg，整体呈稳定趋势，见表 27。

表 27 喷浆玉米皮中霉菌毒素含量变化情况 (µg/kg)

霉菌毒素	处理	时间/天			
		6	9	12	15
AFB1	高水分	12	9	10	14
	低水分	8	10	16	15

	分				
DON	高水分	1200	1650	900	850
	低水分	900	850	750	900
ZEA	高水分	234	339	217	202
	低水分	268	280	285	199

压片玉米中三种毒素的检测结果。压片玉米中三种毒素都有检测到，其中黄曲霉毒素的最大检测值为 6 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，最小值为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，含量较少。呕吐毒素的最大检测值为 750 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，最小检测值为 300 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，含量基本稳定，都没有超出限量标准。玉米赤霉烯酮的最大检测值为 560 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，超出限量标准并且其他天数的检测值也相对较低。具体见表 28。

表 28 压片玉米中霉菌毒素含量变化情况 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

霉菌毒素	处理	时间/天		
		6	12	15
AFB1	高水分			
	低水分	2	3	1
DON	高水分	3	6	1
	低水分	500	450	300
ZEA	高水分	750	550	600
	低水分	68	102	560
		23	45	231

青贮玉米种三种毒素的检测结果。青贮玉米种三种毒素都有检测到，其中高水分组中第 6 天和第 12 天黄曲霉毒素的检测值都是 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，第 15 天的检测值为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，低于限量标准，但存在增加的趋势。低水分组中第 12 天黄曲霉毒素未检出，第 9 天和第 15 天的检测值分别为 4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，结果极低于限量标准。高水分组中第 6、12、15 天呕吐毒素的检出值分别为 500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，900 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，1200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，呈上升的趋势，增加趋势是减小的；而低水分组中这三天的检出值分别为 1200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，1400 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，1400 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；整体呈稳定趋势，但都超出了限量标准。高水分组中第 6、12、15 天玉米赤霉烯酮的检测值分别为 96 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，172 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，306 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，呈上升趋势，并且都低于限量标准。低水分组中这三天的检测值分别为 222 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，216 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，呈稳定趋势，并且都低于限量标准 2 倍以下。

表 29 青贮玉米中毒素含量变化情况 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)

霉菌 毒素	处理	时间/天		
		6	12	15
AFB1	高水分	2	2	10
	低水分	4	0	2
DON	高水分	500	900	1200
	低水分	1200	1400	1400
ZEA	高水分	96	172	306
	低水分	222	200	216

麸皮中三种毒素的检测结果。麸皮中三种毒素都有检测到，高水分组中第 6 天黄曲霉毒素的检测值为 $2\mu\text{g}/\text{kg}$ ，第 12 天和 15 天的检测值达到 $8\mu\text{g}/\text{kg}$ ，达到第 6 天的 4 倍；低水分组中第 6、9、12 天黄曲霉毒素的检测值都为 $4\mu\text{g}/\text{kg}$ ，第 15 天时检测值为 $12\mu\text{g}/\text{kg}$ ，有显著增加的趋势(图 40)。呕吐毒素的检测值相对比较稳定，都低于限量标准（图 41）。高水分组中第 6 天玉米赤霉烯酮的检测值为 $72\mu\text{g}/\text{kg}$ ，第 12 天和 15 天的检测值为 $114\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 $158\mu\text{g}/\text{kg}$ ，有增加的趋势，并且第 15 天的值比第 6 天的 2 倍还高。低水分组中各个时期的检测值相对比较稳定，都显著低于限量标准（图 42）。

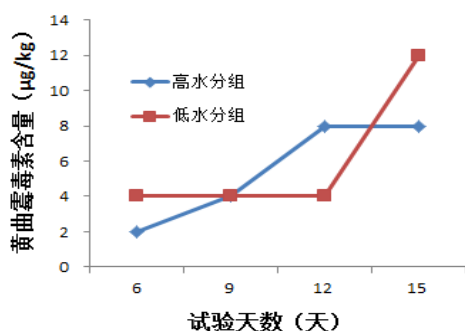


图 40 麸皮中黄曲霉毒素含量变化情况

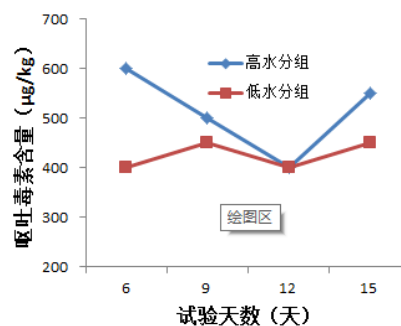


图 41 麸皮中呕吐毒素含量变化情况

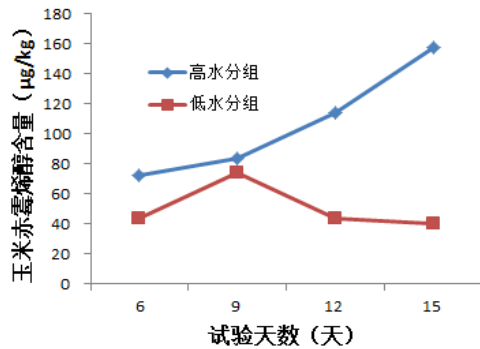


图 42 麸皮中玉米赤霉烯酮含量变化情况

(4) 讨论与结论

饲料原料玉米面初始阶段容易产生呕吐毒素和玉米赤霉烯酮,在第 6 天时其产生量极高于国家限量标准;而黄曲霉毒素的产生量相对较低,没有超出限量标准,但是由图 1 可以看出 12 天到 15 天时黄曲霉毒素的含量有显著增加的趋势。高水分组与低水分组三种毒素的变化并没有显著差异。姜翠翠等研究中也是这种增长趋势,并指出黄曲霉毒素在一个多月左右能超出限量标准,建议在 17 天之前就应采取防霉措施^[12-13]。

棉籽中没有产生呕吐毒素;容易产生黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮,由表 1 可知第 6 天到第 9 天黄曲霉毒素的含量有显著增加的趋势,9 天后趋于稳定。由图 4 可知玉米赤霉烯酮的含量在 6 到 12 天显著增加,之后趋于稳定。并且可以看出高水分组中玉米赤霉烯酮的产量都是明显高于低水分组的。但是胡小丽在 2014 年中国地区反刍动物饲料霉菌毒素污染状况抽查报告中检测到棉籽中含有较高水平的呕吐毒素^[14];季海霞,程传民等研究中也检测到棉籽中呕吐毒素的存在^[15-16]。这可能是由于本实验采用的棉籽中本来就没有受镰刀菌污染,霉菌可以通过原料本身传带而污染饲料^[17]。

喷浆玉米皮中黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮的检出值都低于限量标准,并且在整个过程中呈稳定趋势。高水分组中呕吐毒素在第 6 天和第 9 天的检出值均高于限量标准,之后的则低于限量标准。

压片玉米中玉米赤霉烯酮在第 12 天检测值将近是第 6 天的 2 倍,第 15 天的检测值将近是第 12 天的 5 倍,可以看出玉米赤霉烯酮的产生量随时间呈倍数增加趋势。并且高水分组在第 15 天已经超出限量标准。

青贮玉米中呕吐毒素的检出量超出了限量标准,两组都呈现增加趋势,高水分组中增加的幅度有降低的趋势,低水分组中虽增加,但之后是稳定的。高水分组中玉米赤霉烯酮呈现增加趋势,而低水分组则呈现稳定趋势,并且都低于限量标准。刘桂要(2009)^[18]的试验表明,玉米青贮饲料青贮过程中霉菌受氧气影响效果最明显,数量减少最快,在第 10 天左

右已检测不到。付春丽(2012)^[19]研究也发现,在 0~1 天 霉菌数量呈缓慢下降趋势,1~2 天急剧下降,之后呈规律下降,到第 9 天几乎检测不到。这些试验中霉菌数量的变化规律,与试验中呕吐毒素和玉米赤霉烯酮含量的变化规律相一致。

麸皮中三种毒素都没有超出限量标准,高水分组中黄曲霉毒素有稳定增加的趋势,在 15 天达到稳定;低水分组中黄曲霉毒素在第 15 天仍有增加的趋势。呕吐毒素的检出量相对比较稳定,第 6 天之后其产量没有明显增加或减少。由图 42 可知高水分组玉米赤霉烯酮有增加的趋势,低水分组在第 12 天之后有降低的趋势,减幅很低。

由本试验结果可知,玉米面在霉变初始阶段容易富集呕吐毒素和玉米赤霉烯酮;棉籽在霉变过程中容易富集黄曲霉毒素和玉米赤霉烯酮,并且水分越高富集的玉米赤霉烯酮越多。试验中所采用的饲料原料均是牛场中直接采集的,从结果也可以反应出原料本身霉菌的含量应该处于较低水平下;因此在实际生产中如果能够控制原料本身携带霉菌量,那么原料贮存过程中就能大大降低毒素的产生量。

真菌毒素控制,主要是控制饲料等投入品的原始本底值,以及储存期间蓄积的真菌毒素,只要控制好源头,就能控制好生乳中的真菌毒素。

根据生产实践经验,凝练关键环节 2 个,分别为应符合 GB13078 的规定、植物性能量饲料原料水分含量应小于等于 13%,植物性蛋白饲料原料水分含量应小于等于 12%,秸秆、干草等粗饲料水分含量应小于等于 14%。

泌乳期精料补充料中黄曲霉毒素 B1 的含量应 $\leq 10 \mu\text{g}/\text{kg}$ (以干物质计)、青贮饲料中黄曲霉毒素 B1 的含量应 $\leq 20 \mu\text{g}/\text{kg}$ (以干物质计)、TMR 日粮中黄曲霉毒素 B1 的含量应 $\leq 15 \mu\text{g}/\text{kg}$ (以干物质计)、湿酒糟和湿果渣等湿料原料,应在 1d-2d 内使用完毕。

10、微生物控制

微生物的控制主要是控制菌落总数,凝练优质乳工程 55 家企业控制菌落总数的实践,凝练出 6 个环节,分别为通用要求、挤奶设施、储存设施和运输设备、挤奶、储存、运输。

同时,主要参考中华人民共和国国务院令第 536 号、中华人民共和国农业农村部令第 15 号、中华人民共和国农业农村部农办牧〔2008〕3 号、中华人民共和国农业农村部农办牧〔2011〕13 号和 NY/T 2362 的规定。

根据企业实践经验,为了控制生乳的菌落总数,关键点是控制消毒用水的温度。

药浴杯的使用,一直是控制交叉传染和控制菌落总数的关键,实践表明,宜每 20 头牛更换一次清洗后的药浴杯,药浴杯的容积宜越小越好。以避免泌乳奶牛乳房上的菌落总数进入药浴杯,造成交叉传染。

本文件起草单位生产实践中发现药浴液有效碘浓度随着时间的推移，逐渐降低。生产提示：药浴液要现配现用，配制的药浴液使用时间最好不要超过4小时。数据支持：前药浴液现配浓度：0.08%，1小时降低到0.07%，4小时降低到0.06%。发现药浴杯药浴7头奶牛后，药浴杯喇叭口存在微生物污染情况。生产提示：药浴杯药浴一定数量（待进一步数据验证具体数量）的奶牛后，要及时更换清洗消毒药浴杯。数据支持：药浴7头奶牛后，药浴杯喇叭口涂抹实验结果，微生物数量35 cfu/mL，3 cfu/mL，1 cfu/mL,14 cfu/ML。

实践证明，生乳冷却速度越快，控制储存温度越低，控制微生物效果越好，因此推荐使用速冷设备；同时增加对储存容器的温度验证，见图43-44。

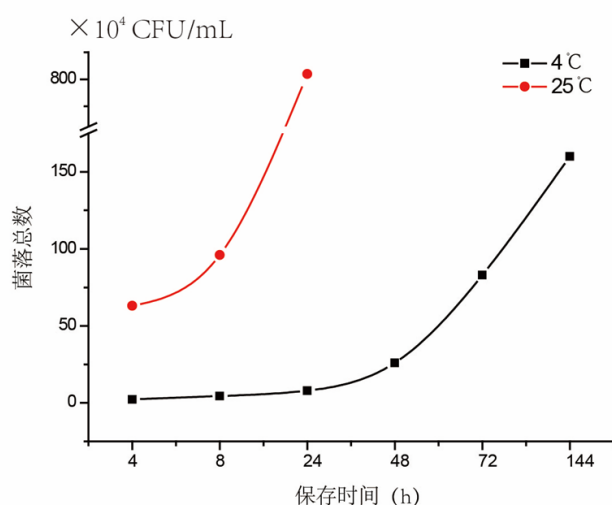


图 43 生乳中菌落总数随着保存时间和保存温度的变化规律

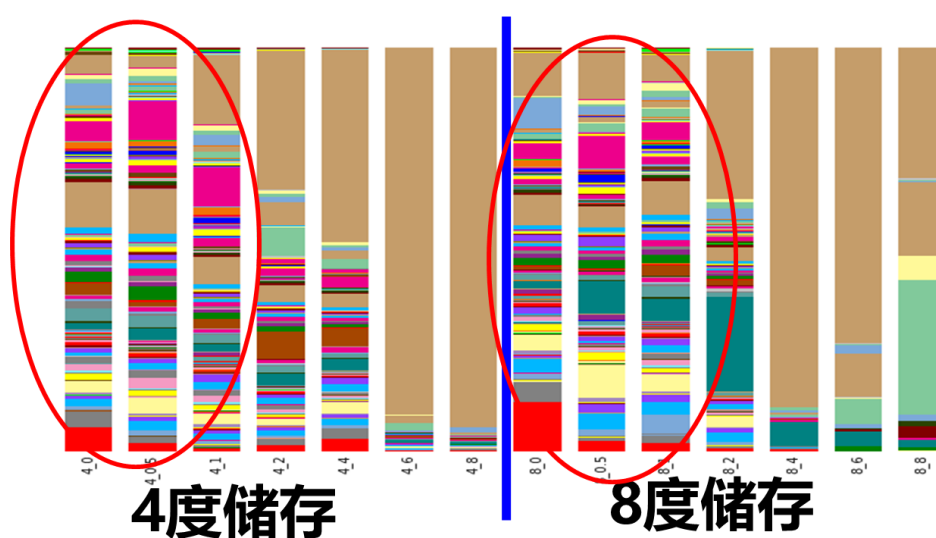


图 44 生乳中微生物区系随着温度和时间变化规律

温度和时间是控制微生物的 2 个关键点，在温度上有措施，在时间宜也有要求。借鉴国外的经验和奶业创新团队的研究成果，以及企业的实践，要求从挤奶到运抵乳品加工企业不应超过 24h。

11、体细胞数控制

体细胞数，是指每毫升牛奶中所含的体细胞的数量，英文专有名词为 Somatic Cell Count，简称 SCC，其主要成份是白血细胞，占 99%。SCC 是一种动态生物学现象，可作为判断牛奶质量高低的重要指标，它不仅反映奶牛乳房受细菌感染的程度，还可用来估计奶牛产奶量的损失。目前各奶产国的国家标准均已采纳 SCC 作为对生鲜乳质量标准的一个强制性指标，并和生鲜乳价格挂钩以激励持续降低 SCC。目前，许多国家还在考虑推行更严格的 SCC 标准以促进奶牛场持续提高科学养殖和管理水平从而保证生鲜乳质量的持续提高。

国际乳业通识，SCC 越低，生鲜乳质量越高；SCC 越高，对生鲜乳的质量影响越大，并对鲜奶的保质期和下游其它乳制品如酸奶、奶酪等的产量、质量、风味等产生极大的不利影响。因此被各国专家认为是生鲜乳质量标准中最重要的指标之一。

虽然生乳国家标准中，没有体细胞的要求，但是考虑到体细胞是衡量奶畜健康的指标，因此也将体细胞数的控制纳入本规范中。

制定依据：国内历年国家标准均为对体细胞数做出规定，2008 年原农业部发布的农业行业标准无公害食品生鲜牛乳（NY 5045-2008），规定生牛乳体细胞数限量为 ≤ 60 万个/mL。美国 PMO 和 CFR 均规定牛乳体细胞数 ≤ 75 万个/mL；欧盟、新西兰和加拿大 ≤ 40 万个/mL；中国台湾 A 级 30 以下，B 级 >30 万个/mL； ≤ 50 万个/mL，C 级 >50 ； ≤ 80 万个/mL，D 级 >80 ； ≤ 100 万个/mL；德国 S 级：1 级 ≤ 30 万个/mL、2 级： $\leq 40 \leq$ 万个/mL。

联盟优质生乳体细胞数要求为 40 万个/mL，根据联盟内 29 家乳制品企业实践经验，只要控制住单头奶牛连续 2 个月以上体细胞数超过 50 万个/mL 的个体，就能达到体细胞数要求 40 万个/mL。结合上述标准，因此制定 50 万个/mL 的标准。

12、农药和兽药残留

农药残留主要是控制饲料原料的农药残留量，因此饲料原料的农药残留量应符合 GB 13078 的规定。

兽药残留主要是控制选用兽药和休药期。因此有 3 个关键点，一是选用兽药应符合 NY/T 5030 的规定，不应标签外用药或使用人用药。二是应严格遵守农业部《兽药国家标准和部

分品种的停药期规定》等国家有关法律法规关于休药期的规定；未规定休药期的品种，应遵守休药期不少于 7d 的规定。三是休药期内泌乳奶畜应隔离挤奶，挤出的奶应废弃处理。

13、监控

监控是检验过程控制最好的方法，同时应用风险评估的理念是预防发生质量安全事故的有效解决方法。因此，本章节，引用了风险评估的方法，用于管控生乳质量。

14、标准验证分析报告

本标准技术内容，2016 年度-至今应用于国家奶业科技创新联盟优质乳工程项目中优质生乳生产中，在上海、河北、河南、山东、山西和黑龙江 25 省市 55 个乳制品企业下 100 余家牧场应用技术内容，结果表明应用技术内容后，应用单位生乳质量远超国家标准水平，达到国际先进水平。

部分应用企业应用效果如下，见图 45、46、47、48、49。

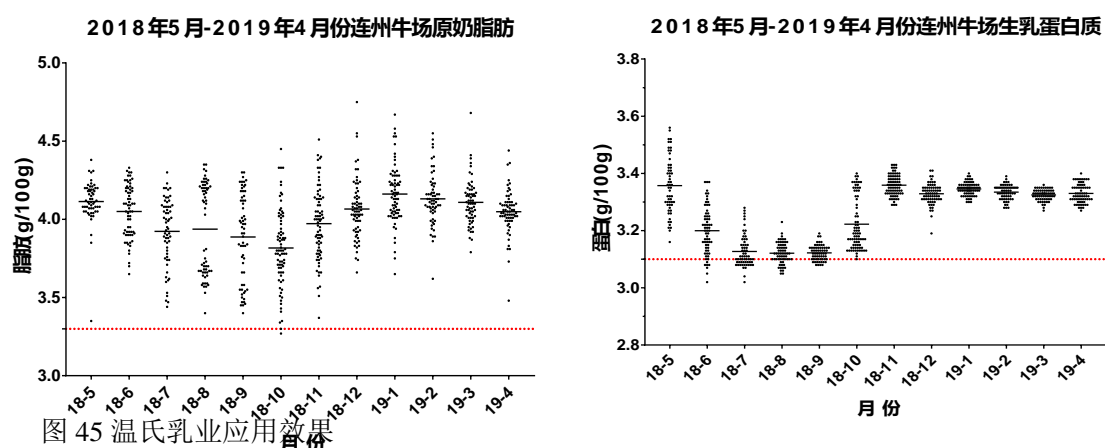
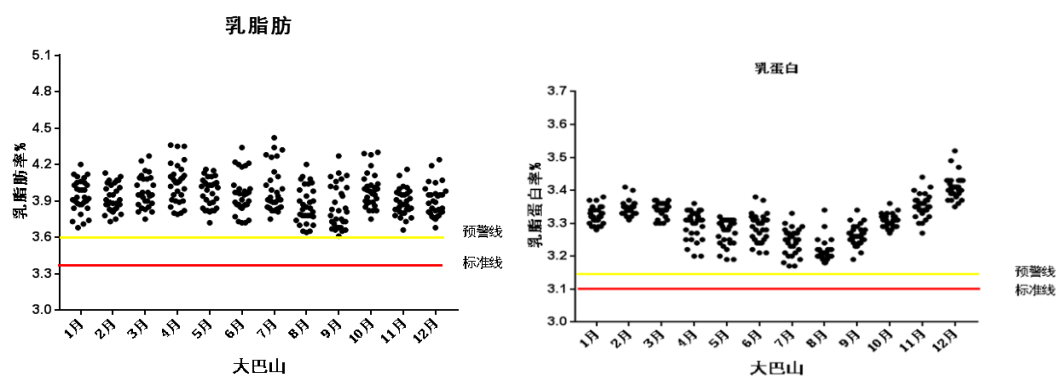


图 45 温氏乳业应用效果



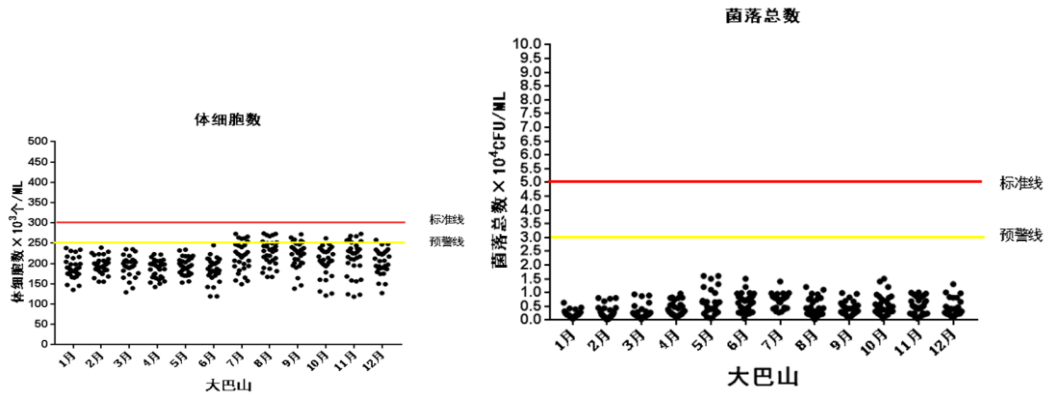


图 46 天友乳业应用效果

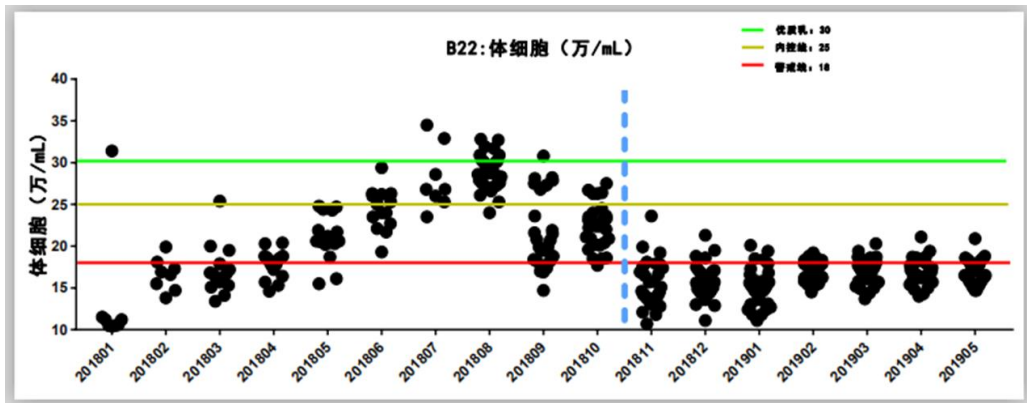


图 47 花花牛乳业体细胞数控制效果

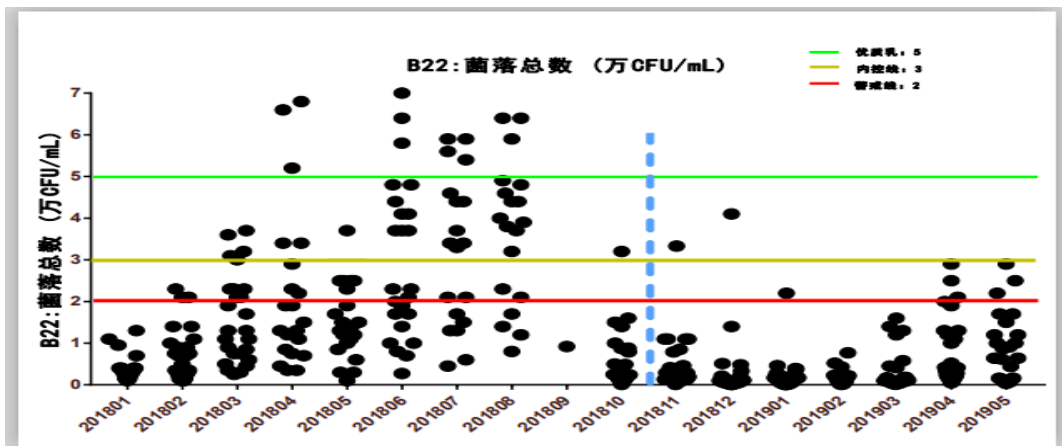


图 48 花花牛乳业菌落总数控制效果

优质乳工程技术体系实施进展

25个省份，55家企业实施，30家通过验收

★ 通过验收企业名单：

- | | |
|----------------------|----|
| 1. 昆明雪兰牛奶有限责任公司 | 云南 |
| 2. 现代牧业（蚌埠）有限公司 | 安徽 |
| 3. 现代牧业（塞北）有限公司 | 河北 |
| 4. 福建长富乳品有限公司 | 福建 |
| 5. 辽宁辉山乳业集团（沈阳）有限公司 | 辽宁 |
| 6. 杭州新希望双峰乳业有限公司 | 浙江 |
| 7. 四川新华西乳业有限公司 | 四川 |
| 8. 重庆市天友乳业股份有限公司 | 重庆 |
| 9. 青岛新希望琴牌乳业有限公司 | 山东 |
| 10. 中垦华山牧乳业有限公司 | 陕西 |
| 11. 光明乳业股份有限公司华东中心工厂 | 上海 |
| 12. 上海乳品四厂有限公司 | 上海 |
| 13. 河北新希望天香乳业有限公司 | 河北 |
| 14. 新希望双喜（苏州）有限公司 | 江苏 |
| 15. 广东燕塘乳业股份有限公司 | 广东 |
| 16. 广州风行乳业股份有限公司 | 广东 |
| 17. 山东得益乳业股份有限公司 | 山东 |
| 18. 北京光明健能乳业有限公司 | 北京 |
| 19. 广州光明乳品有限公司 | 广东 |
| 20. 浙江省杭江牛奶公司乳品厂 | 浙江 |
| 21. 成都光明乳业有限公司 | 四川 |
| 22. 武汉光明乳品有限公司 | 湖北 |
| 23. 南京光明乳品有限公司 | 江苏 |
| 24. 上海永安乳品有限公司 | 上海 |
| 25. 西昌新希望三牧乳业有限公司 | 四川 |
| 26. 安徽新希望白帝乳业有限公司 | 安徽 |
| 27. 南京卫岗乳业有限公司 | 江苏 |
| 28. 湖南新希望南山液态乳业有限公司 | 湖南 |
| 29. 河南花花牛乳业有限公司 | 河南 |
| 30. 广东温氏乳业有限公司 | 广东 |

★ 正在实施优质乳工程的企业：

- | | |
|--------------------|-----|
| 1. 贵州好一多乳业有限公司 | 贵州 |
| 2. 新疆天润生物科技股份有限公司 | 新疆 |
| 3. 云南乍甸乳业有限公司 | 云南 |
| 4. 广泽乳业有限公司 | 吉林 |
| 5. 湖北俏牛儿牧业有限公司 | 湖北 |
| 6. 杭州味全食品股份有限公司 | 浙江 |
| 7. 天津海河乳业有限公司 | 天津 |
| 8. 山西九牛牧业有限公司 | 山西 |
| 9. 湖南优卓食品科技有限公司 | 湖南 |
| 10. 君乐宝乳业有限公司 | 河北 |
| 11. 贵阳三联乳业有限公司 | 贵州 |
| 12. 浙江一鸣食品股份有限公司 | 浙江 |
| 13. 临沂格瑞食品有限公司 | 山东 |
| 14. 甘肃祁牧乳业有限责任公司 | 甘肃 |
| 15. 大同市牧同乳业有限公司 | 山西 |
| 16. 扬州市扬大康源乳业有限公司 | 江苏 |
| 17. 黑龙江飞鹤乳业有限公司 | 黑龙江 |
| 18. 安徽疆强乳业集团有限公司 | 安徽 |
| 19. 中宁县黄河乳制品有限公司 | 宁夏 |
| 20. 邯郸市康诺食品有限公司 | 河北 |
| 21. 湛江燕塘乳业有限公司 | 广东 |
| 22. 皇氏集团湖南优氏乳业有限公司 | 湖南 |
| 23. 城步舜牧牧业有限公司 | 湖南 |
| 24. 山东德正乳业股份有限公司 | 山东 |
| 25. 兰州庄园牧场股份有限公司 | 甘肃 |

图 49 应用单位列表

四、采用的国际标准

无。

五、与现行法律、法规和强制性标准的关系

在本规范的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家规范和行业规范。与相关的各种基础规范相衔接，遵循政策性和协调同一性的原则。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

七、作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准为技术规范标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性标准或强制性条文的八项要求之一，因此建议将其作为推荐性行业标准颁布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准规定了生乳生产技术规范的要求。为了更好地贯彻实施本标准，建议在全国奶牛养殖生产企业采用本标准，在生乳的生产过程中提供技术支持。

九、废止现行有关标准的建议

本标准名称为生乳生产技术规范，为第一次立项制定本标准，无现行标准需废止。

十、其他应予说明的事项

感谢国家奶业科技创新联盟、光明乳业、蒙牛乳业、现代牧业、辉山乳业、天友乳业、中垦华山牧乳业、燕塘乳业、风行乳业、得益乳业、长富乳业、卫岗乳业等 55 家正在实施优质乳工程的企业在技术研究、数据采集等方面提供的帮助。

项目编写组

2020 年 10 月

ICS 67.100.10

CCS X04

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXXX—XXXX

生牛乳质量分级

Grade specifications of raw cow milk

(公开征求意见稿)

(本稿完成日期: 2021.05)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

生牛乳质量分级

1 范围

本文件规定了生牛乳等级规格的术语和定义、技术要求、检测方法、检测规则。

本文件适用于生牛乳质量分级。

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 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

GB 19301 食品安全国家标准 生乳

NY/T 800 生牛乳中体细胞测定方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

生牛乳 raw cow milk

从健康泌乳期的奶牛乳房中挤出的无任何提取或添加的常乳。

注：产犊后 7 d 内的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用作生牛乳。

[来源：GB 19301—2010，3.1，有修改]

4 技术要求

4.1 通用要求

用于质量分级的生牛乳应符合 GB 19301 的规定。

4.3 脂肪、蛋白质、菌落总数和体细胞数质量分级要求

应符合表 1 的规定。

表 1 生乳脂肪、蛋白质、菌落总数和体细胞数质量分级要求

目	等级		
	特优级	优级	合格级
脂肪/(g/100g) ≥	3.4	3.3	3.1
蛋白质/(g/100g) ≥	3.1	3.0	2.8
菌落总数/[CFU/mL] ≤	5×10^4	1×10^5	2×10^6
体细胞数/(个/mL) ≤	3×10^5	4×10^5	1×10^6
注：本文件中脂肪、蛋白质、菌落总数和体细胞的测定样品，应从牧场贮奶罐或在乳品厂从牧场奶槽车中采集。			

5 检验方法

- 5.1 脂肪的检 方法应符合 GB 5009.6 的规定。
- 5.2 蛋白质的检 方法应符合 GB 5009.5 的规定。
- 5.3 菌落总数的检 方法应符合 GB 4789.2 的规定。
- 5.4 体细胞数的检 方法应符合 NY/T 800 的规定。

6 检验规则

6.1 组批

以装载在同一贮奶单元中的产品为同一组批。

6.2 抽样方式

在贮奶单元搅拌均匀后，分别从上部、中部、底部等量随机抽取或在奶槽车出料时前、中、后等量抽取，混合后分成两份，密封包装。

6.3 判定规则

脂肪、蛋白质、菌落总数、体细胞数均达到本文件规定的某等级，判定为该等级生乳；定级指标中有一 达不到要求，不得判定为该等级生乳。

农业行业标准
《生牛乳质量分级》
Grades specifications of raw cow milk
(公开征求意见稿)
编制说明

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所
农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）
农业农村部奶及奶制品质量监督检验测试中心（北京）

2021年05月

《生牛乳质量分级》

编制说明

一、 背景和任务来源

（一）背景及意义

“分等分级”是中央一号文件明确提出的要求。2017年，习总书记在中央农村工作会议上明确提出“要学会给农产品梳妆打扮和营销宣传，加强农产品产后分级……”；2018年，中央一号文件中中共中央国务院关于《实施乡村振兴战略的意见》，指出“重点解决农产品销售中的突出问题，加强产后分级……”；2018年，国务院办公厅关于推进奶业振兴保障乳品质量安全的意见（国办发〔2018〕43号），明确提出：“健全法规标准体系。建立生鲜乳质量分级体系，引导优质优价”。2019年，国家发展改革委、国家市场监督管理总局等7部门印发《国家质量兴农战略规划（2018—2022年）》，重点强调“加快推进农产品按规格品质分级整理……提升农产品分等分级……等能力”。2020年，中央一号文件中中共中央国务院关于《抓好“三农”领域重点工作确保如期实现小康的意见》，再次强调“加强农产品……分级布局 and 标准制定”。《牛肉等级规格》（NY/T 676-2020）、《生鲜牛乳质量分级》（DB 64/T 1263-2016）和《辽宁省生乳团体标准》（T/DALN 002-2019）等国家行业、地方和团体等标准都使用了分级的理念，并且使用“特优”“优级”“合格级”等词语。

我国地域广阔，奶牛养殖业发展历史较短，养殖方式千差万别，生乳的水平差异很大，既有达到世界顶级水平的优质生奶，也有处于合格水平的生乳。生乳分级，其优点是引导加工企业把优质奶源与一般奶源在加工产品时区分开来，避免混合使用造成浪费，使优质奶源可以物尽其用。不同的奶产品或者不同的加工企业可以根据自身情况选择不同等级的奶源，加工并为消费者提供基于奶源等级的价格上有差异的奶产品，依靠市场的力量，最终引导整个奶业向优质发展。美国在1924年制定优质乳条例时，把生乳划分成A、B、C、D四级，并在奶产品的包装上明确标识奶源等级，通过消费选择的正向引导作用，到1965年美国的生乳基本都达到A级（优级）水平。

（二）任务来源

《农业行业标准 生牛乳等级规格》的起草任务来自农业农村部办公厅关于下达 2018 年农业国家、行业标准制定和修订项目任务的通知（农办质〔2018〕20 号），项目号 2018-20-3。本标准由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所起草。

二、主要工作过程

在接到标准制定任务后，制标单位于 2018 年 1 月成立了标准制定小组，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所王加启研究员和张养东副研究员负责制定工作计划、项目分工和工作总结；农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）郑楠研究员、赵圣国副研究员负责标准关键点的验证工作。昆明雪兰牛奶有限责任公司，杭州新希望双峰乳业有限公司，四川新华西乳业有限公司，青岛新希望琴牌乳业有限公司，河北新希望天香乳业有限公司，新希望双喜乳业（苏州）有限公司，西昌新希望三牧乳业有限公司，安徽新希望白帝乳业有限公司，湖南新希望南山液态乳业有限公司，现代牧业（蚌埠）有限公司，现代牧业（塞北）有限公司，福建长富乳品有限公司，辽宁辉山乳业集团有限公司，重庆市天友乳业股份有限公司，中垦华山牧乳业有限公司，上海乳品四厂有限公司，光明乳业股份有限公司华东中心工厂，上海永安乳品有限公司，浙江省杭江牛奶公司乳品厂，南京光明乳品有限公司，武汉光明乳品有限公司，广州光明乳品有限公司，北京光明健能乳业有限公司，成都光明乳业股份有限公司，广东燕塘乳业股份有限公司，广州风行乳业股份有限公司，山东得益乳业股份有限公司，南京卫岗乳业股份有限公司，河南花花牛乳业集团股份有限公司，广东温氏乳业股份有限公司，贵州好一多乳业股份有限公司，新疆天润乳业股份有限公司，云南乍甸乳业有限责任公司，广泽乳业股份有限公司，湖北俏牛儿牧业有限公司，杭州味全食品有限公司，天津海河乳业股份有限公司，山西九牛牧业有限公司，湖南优卓食品科技有限公司，君乐宝乳业股份有限公司，贵阳三联乳业股份有限公司，浙江一鸣食品股份有限公司，临沂格瑞食品有限公司，甘肃祁牧乳业有限责任公司，大同市牧同乳业股份有限公司，扬州市扬大康源乳业股份有限公司，黑龙江飞鹤乳业股份有限公司，安徽曦强乳业集团有限公司，中宁县黄河乳制品有限公司，邯郸市康诺食品有限公司，湛江燕塘乳业股份有限公司，皇氏集团湖南优氏乳业有限公司，城步彝牧牧业有限公司，山东德正乳业股份有限公司，兰州庄园牧场股份有限公司等全国 25 个省 55 家企业，提供了关键环节和关键指标的验证工作。

本标准定工作分以下几个阶段进行：

（一）文献检索与收集

对目前国内外关于生乳的标准进行整理，收集整理如下：

GB 2761 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

GB 2762 食品安全国家标准 食品中污染物限量

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB 2763.1 食品安全国家标准 食品中百草枯等 43 种农药最大残留限量

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

GB 19301-2010 食品安全国家标准 生乳

NY/T 800 生鲜牛乳中体细胞测定方法

THLJNX 0001-2016 黑龙江省食品安全团体标准 生乳

DB11T 631-2009 北京市地方标准有机生鲜乳生产标准

GB 19301-2003 鲜乳卫生标准（已废止）

GB 6914-1986 生鲜牛乳收购标准（已废止）

GB 33-1977 新鲜生牛乳卫生标准（已废止）

NY 5045-2008 无公害食品 生鲜牛乳（已废止）

NY 5045-2001 无公害食品 生鲜牛乳（已废止）

美国优质乳条例，中国农业科学技术出版社，2013.

王加启. 决定我国奶业发展方向的 5 个重要指标. 中国畜牧兽医. 2011,38(2):19-28.

王加启. 优质乳是奶业发展的方向. 中国畜牧兽医. 2012,39(6):10-18.

王加启. 建议我国实施优质乳工程. 中国畜牧兽医. 2013,40(增刊):1-9.

王加启. 优质乳工程: 理论与实践. 中国乳业. 2016,178:2-9.

王加启. 优质奶只能产自于本土奶. 中国乳业. 2016,180:12-14.

Australia Dairy Produce Regulations 1986.

Food safety and standards (food products standards and food additives) regulations 2011.

生乳 CNS 3055 N5902

Animal Products (Dairy) Regulations 2005

DPC2: Animal Products (Dairy) Approved Criteria for Farm Dairies

Corrigendum to Regulation (EC) No 853/2004 of the European Parliament and of the

Council of 29 April 2004 laying down specific hygiene rules for food of animal origin (OJ

L 139, 30.4.2004), Official Journal of the European Union, L 226/22

Grade "A" Pasteurized Milk Ordinance". (USA: U.S. Department of Health and Human

Services, Public Health Service, and Food and Drug Administration)

National Dairy Code Production and Processing Requirements. 7th ed (Part I)

CFR, Title 7 Agriculture Part 58 Grading and Inspection, General Specifications for
Approved Plants and Standards for Grades of Dairy Products§58.135 Bacterial Estimate

(二) 起草标准文本

在查阅文献材料和制标单位前期工作结果基础上, 完成了标准文本的征求意见稿与编制说明。

(三) 征求意见及预审

起草小组在完成标准初稿后, 先后 2 次征求全国奶业同行专家的意见, 2 次专家讨论。经汇总, 共收到意见 104 条, 其中采纳 90 条, 不采纳 14 条。

征求意见完成后，形成《生牛乳等级规格》送审稿，报请全国畜牧业标准化技术委员会批准后，召开送审稿讨论会 1 次，经专家组审阅评审，建议尽快按照专家意见修改完成材料后，将材料报送全国畜牧业标准化技术委员会审定。

2019 年 10 月 10 日，第一次征求全国同行意见，发送《征求意见稿》24 份，收到《征求意见稿》后，回函 20 份；收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的 18 份，无建议的 2 份；意见共计 53 条，其中采纳 45 条，不采纳 9 条。

2019 年 12 月 15 日，第一次会议讨论，张宗城、顾佳升、张书义、施正香、周振峰、屈雪寅、李琴、杨菊香、王丽芳、陈贺、蒋士龙、王典、王孟辉、孙丽生、王加启、张养东、刘慧敏等 17 人，讨论了标准的框架、标准的各个条款的关键环节和关键点。

2020 年 8 月 1 日，第二次征求全国同行意见，发送《征求意见稿》32 份，收到《征求意见稿》后，回函 20 份；收到《征求意见稿》后，回函并有建议或意见的 14 份，无建议的 6 份；意见共计 54 条，其中采纳 47 条，不采纳 7 条。

2020 年 10 月 7 日，第二次会议讨论征求意见稿，王加启、郑楠、张养东、赵圣国、刘慧敏、孟璐、柳梅等 7 人，讨论了标准的框架、标准的各个条款的关键环节和关键点。

2020 年 11 月 3 日，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所在北京组织标准、营养、检验、教学、加工等领域的有关专家召开农业行业标准《生牛乳等级规格》预审会。农业农村部乳品质量监督检验测试中心高级工程师张宗城、全国畜牧总站正高级畜牧师赵小丽、全国畜牧总站苏美丞、农业农村部食物与营养发展研究所研究员郭燕枝、中国农业大学食品学院教授毛学英、北京工商大学教授杨贞耐、内蒙古农产品质量安全综合检测中心主任王丽芳、农业农村部乳品质量监督检验测试中心（哈尔滨）主任李琴、农业农村部乳品质量监督检验测试中心研究员刘壮、农业农村部食品质量监督检验测试中心（上海）高级工程师韩奕奕、农业农村部食品质量监督检验测试中心（佳木斯）高级农艺师贺显书、光明乳业法规总监杨菊香、长富乳业总监娜日斯等专家参加了预审。由张宗城高级工程师任专家组组长。标准起草单位中国农业科学院北京畜牧兽医研究所汇报了预审标准及编制说明。专家组在听取汇报的基础上，对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真细致的审查和充分讨论，预审意见如下：一、标准的编写符合 GB/T 1.1-2020 的规定，与我国现行的

有关食品安全的法规和标准协调。二、该标准是落实国务院办公厅关于推进奶业振兴保障乳品质量安全的意见（国办发〔2018〕43号）“建立生鲜乳质量分级体系，引导优质优价”而制定的。该标准制订的内容叙述正确、简明、易懂，内容编排和层次划分清晰。三、标准在制订过程中对技术标准的要求进行了充分的调查研究和科学试验，并广泛征求和采纳了国内相关领域专家的意见和建议，所制定的标准适合我国国情，具有先进性、科学性、实用性和可操作性。四、标准参考国际标准，立足国内奶业实际情况，对生牛乳的质量分为3个等级，分别为特优级、优级和合格级，引领了生牛乳高质量生产和发展方向。专家组建议：（1）同意标准名称由《生牛乳等级规格》更改为《生牛乳质量分级》。（2）技术指标中，涉及安全的条款，感官、污染物限量、真菌毒素限量、农药残留和兽药残留限量，全部凝炼为“用于分级的生牛乳应符合GB 19301的规定”。（3）样品采集地点和检测方法单独成章。专家组一致认为，该标准制定的技术内容达到任务书的要求，同意通过预审，并建议起草单位按专家意见修改后提交标委会审定。

三、 标准编制原则和主要技术内容确定的依据

（一）标准制定过程遵循的基本原则

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。

（二）主要内容确定的依据

本标准文本共分为5章，分别为第1章范围、第2章规范性引用文件、第3章术语和定义、第4章技术要求、第5章检验规则。

1、 范围

本标准规定了生牛乳等级规格的术语和定义、技术要求、检验方法和检验规则。

本标准适用于生牛乳分级的质量分级。

2、 规范性引用文件

GB 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 5009.5 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定

GB 5009.6 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定

GB 19301 食品安全国家标准 生乳

NY/T 800 生鲜牛乳中体细胞测定方法

3、术语与定义

本标准包含 1 个术语，为生牛乳。

术语生牛乳，借鉴了《食品安全国家标准 生乳》GB 19301 中 3.1 条款内容，并进行了适当的修改。生牛乳：从健康泌乳期的奶牛乳房中挤出的无任何提取或添加的常乳。产犊后 7d 内的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用作生牛乳。

制定依据：在起草过程中，对国内外现有生乳相关的法律法规和标准进行了比较，引用了 GB 19301 的术语和定义，同时结合了欧盟等国外标准。

表 1 国内历年生乳国家标准中关于生乳的定义

标准名称	年代	有效性	定义
食品安全国家标准生乳 GB19301-2010（现行有效）	2010	现行	从符合国家有关要求的健康奶畜乳房中挤出的无任何成分改变的常乳。产犊后七天的初乳、应用抗生素期间和休药期间的乳汁、变质乳不应用作生乳。
鲜乳卫生标准 GB19301-2003（已废止）	2003	作废	本标准适用于从符合国家有关要求牛（羊）的乳房中挤出的分泌物，无食品添加剂未从其中提取任何成分。
生鲜牛乳收购标准 GB 6914-1986（已废止）	1986	作废	收购的生鲜牛乳系指从正常饲养的、无传染病和乳房炎的健康母牛乳房内挤出的常乳。
新鲜生牛乳卫生标准 GB11 33-1977（已废止）	1977	作废	新鲜生牛乳系指从正常饲养的乳牛挤取的乳汁。

表 2 国外奶业发达国家标准中关于生乳的定义

国家、地区或组织	法规名称	年代	有效性	定义
欧盟	Regulation (EC) No 853/2004	2004	现行	由未经加热至 40℃ 或任何具有同等效果的处理的养殖动物的乳腺分泌产生的奶。
	Regulation (EC) No 1662/2006	2006	现行	“初乳”是指分娩后三至五天内产乳动物的乳腺分泌的液体，其含有丰富的抗体和矿物质，并且在生乳的生产之前。
	Regulation (EU) No1308/2013	2013	现行	指未经过 40℃ 以上或同等效果热处理的乳
澳大利亚	Food Standards-Standard 2.5.1 Milk	2015	现行	乳是指 (a) 从一种或多种泌乳动物获得的乳腺分泌物，作为液体乳或进一步加工后用于消费，但不包括初乳；或者 (b) 添加植物甾醇，植物甾烷醇及其酯的产品。
加拿大	National Dairy Code Production and Processing Requirements	2015	现行	指未经过 40℃ 以上的加热或其他具有相等效果处理的乳
中国台湾	CNS 3055- N5092	2015	现行	健康泌乳期的牛或羊挤出，经过冷却未经其他处理的乳汁

征求意见时，有些专家提出将“产犊七天内”改为“产犊五天内”，可以避免产犊 6~7 天的乳弃之不用造成的浪费。起草组查阅了国外标准，欧盟规定的“初乳”是分娩后三至五天内产乳动物的乳腺分泌的液体。但经过多次研讨，最终改回“七天”，主要原因是我国《乳品质量安全监督管理条例》规定的初乳为 7 天。

4、技术要求

4.1 基本要求

要求“除蛋白质、脂肪、菌落总数和体细胞数指标外，其余指标应符合 GB 19301 的要求”。包括污染物限量要求应符合 GB 2762 的规定；真菌毒素限量要求应符合 GB 2761 的

规定；农药残留限量应符合 GB 2763 及国家有关规定和公告；兽药残留限量应符合国家有关规定和公告。

4.2 等级指标

生牛乳等级主要由蛋白质、脂肪、菌落总数和体细胞数四个指标来评定，分为特优级、优级和合格级。

4.2.1 国际标准分级情况

充分借鉴国内外标准，查阅到美国、德国、印度和中国台湾，都或曾经均对生牛乳进行分级。所采用的指标主要包括菌落总数、体细胞数和非脂乳固体。

表3 国际《生乳》分级情况汇总表

国家、地区或组织	法规名称/参考文献	年代	有效性	指标
美国	Milk standards	1917	现行	菌落总数
德国	Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch	2010	现行	菌落总数、体细胞
印度	Food safety and standards	2011	现行	脂肪、非脂乳固体
中国台湾	中国台湾- CNS 3055-N5092 生乳	2015	现行	体细胞

原文及连接：

1. 美国-North C E, Neff J S, Melvin A D. MILK STANDARDS.[J]. American Journal of Public Health, 2011, 8(3):228.

链接：

http://xueshu.baidu.com/s?wd=paperuri%3A%28d28dcb01c07321a14e1443cb703a09c0%29&filter=sc_long_sign&sc_ks_para=q%3DMILK%20STANDARDS.&sc_us=&tn=SE_baiduxueshu_c1gjeupa&ie=utf-8

美国要求，B 级生乳，菌落总数不得超过 1000, 000/ml，C 级生乳，菌落总数不得超过 1,000,000/ml。

2. 德国-Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch (Milch-Güterverordnung) "Milch-Güterverordnung vom 9. Juli 1980 (BGBl. I S. 878, 1081), die

zuletzt durch Artikel 1 der Verordnung vom 17. Dezember 2010 (BGBl. I S. 2132) geändert worden ist" Ordinance on Quality Control and Payment of In-Delivery Milk (Milk Quality Regulation)"Milk Quality Regulation of 9 July 1980 (Federal Law Gazette I p. 878, 1081), which was last amended by Article 1 of the Decree of 17 December 2010 (Federal Law Gazette I p. 2132)".(page3, 现行有效)

德国分为 S 级, 1 级和 2 级, 1 级和 2 级菌落总数要求, 在过去的 2 个月中, 不得超过 50,000/ml, 1 级最高不得超过 100,000/ml。体细胞数 S 级几何数不得超过每立方厘米 300 000, 1 级、2 级不超过 400 000。

3. 印度-Food safety and standards (food products standards and food additives) regulations, 2011. (page 289-291)

链接: <http://www.fssai.gov.in/home/fss-legislation/fss-regulations.html>

印度以脂肪作为分级指标。不同地区, 牛乳脂肪为 3.0 g/100g、3.5 g/100g、4.0 g/100g; 山羊和绵羊乳, 不同地区分别为 3.0 g/100g、3.5 g/100g。

4. 中国台湾- CNS 3055-N5092 生乳.(现行有效)。

中国台湾以体细胞作为分级指标。A 级 30 万个/ml 以下、B 级≤50 万个/ml、C 级≤80 万个/ml、D 级≤100 万个/ml。

4.2.2 具体指标情况

4.2.2.1 脂肪

4.2.2.1.1 国内外限量情况

表4 国外标准生乳中脂肪限量比较

国家、地区或组织	法规名称	年代	有效性	限量值
澳大利亚	Dairy Produce Regulations 1986	1986	现行	≥4.5%
印度	Food safety and standards	2011	现行	生牛乳: 地区: 3.0、3.5、4.0 山羊或绵羊乳: 地区: 3.0、3.5

德国	Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch (Milch-Güterverordnung) "Milch-Güterverordnung vom 9. Juli 1980 (BGBl. I S. 878, 1081), die zuletzt durch Artikel 1 der Verordnung vom 17. Dezember 2010 (BGBl. I S. 2132) geändert worden ist"	2010	现行	≥4.0
中国台湾	CNS 3055 N5092 生乳	2015	现行	≥3.0%

对国外标准进行分析，中国台湾地区≥3.0%；澳大利亚对脂肪的要求为≥4.5%；印度对不同地区有不同的规定，分别为≥3.0、≥3.5和≥4.0；德国要求≥4.0 g/100 g。

表5 历年国家标准生乳中脂肪限量比较

标准类型	标准名称	有效性	脂肪/(g/100g)
国家标准	食品安全国家标准生乳 GB19301-2010	现行有效	≥3.1
	鲜乳卫生标准 GB19301-2003	已废止	≥3.1
	生鲜牛乳收购标准 GB 6914-1986	已废止	≥3.1
	新鲜生牛乳卫生标准 GB11 33-1977	已废止	≥3.0

我国历年食品安全国家标准从 1977 年的脂肪限量规定≥3.0 g/100 g；在 1986 年调整为≥3.1 g/100 g，2003 年、2010 年脂肪限量 30 多年来未进行改变。原农业部 2001 年和 2008 年发布的《无公害食品 生鲜牛乳》曾将脂肪的限量设置为≥3.2 g/100 g。

4.2.2.1.1 数据支撑情况

本标准中脂肪所分析的数据，样品检测结果均是来自于生鲜乳收购站贮奶罐中样品检测结果，符合标准要求。制标单位对国内外限量标准比较研究，并对我国 2012 年到 2018 年生乳检测数据进行分析，在 **25006 条**大量数据的支撑下设定的。

表6 2012-2018年生牛乳脂肪分段统计 (n=25006)

年份	样本量	脂肪分段统计 (%)					
		≥3.5	≥3.4	≥3.3	≥3.2	≥3.1	<3.1
2012	600	61.44	72.33	83.47	91.67	96.99	3.01

2013	800	71.88	82.38	88.49	93.00	95.87	4.13
2014	1141	72.48	82.73	90.01	95.18	98.51	1.49
2015	1599	67.48	77.49	85.87	92.87	97.69	2.31
2016	7591	77.64	86.96	92.70	97.39	99.36	0.64
2017	11227	81.61	87.85	93.13	96.24	98.04	1.96
2018	2048	85.79	90.52	93.91	94.39	98.91	1.09

根据农业农村部全国生鲜乳质量安全监测项目提供结果显示，2012 到 2018 年度，累计抽检样品 25006 批次。按照目前分段情况，以 2018 年结果为例，特优级包含了 90.52% 的样品，优级包含了 93.91% 的样品，98.91% 的样品都能达到合格级。

4.2.2.2 蛋白质

4.2.2.2.1 国内外限量情况

表7 国外标准对蛋白质限量

国家、地区或组织	法规名称	限量值
澳大利亚	Dairy Produce Regulations 1986	≥3.5%
欧盟	(EU) No 1308/2013	≥2.9% (脂肪含量为 3.5% 时)
德国	Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch (Milch-Güteverordnung) "Milch-Güteverordnung vom 9. Juli 1980 (BGBl. I S. 878, 1081), die zuletzt durch Artikel 1 der Verordnung vom 17. Dezember 2010 (BGBl. I S. 2132) geändert worden ist"	≥3.4% (1 级)
美国	Grade "A" Pasteurization Milk Ordinance; CFR: Title 7 Agriculture PART 58 GRADING AND INSPECTION, GENERAL SPECIFICATIONS FOR APPROVED PLANTS AND STANDARDS FOR GRADES OF DAIRY PRODUCTS	≥2.0%

对国外标准进行分析，欧盟、德国、澳大利亚对蛋白的要求分别为≥2.9 g/100 g、≥3.4 g/100 g、≥3.5 g/100 g。

表8 历年国家标准生乳中蛋白质限量比较

标准类型	标准名称	有效性	蛋白质 (g/100g)
国家标准	食品安全国家标准生乳 GB19301-2010	现行有效	≥2.8
	鲜乳卫生标准 GB19301-2003	已废止	≥2.95

	生鲜牛乳收购标准 GB 6914-1986	已废止	≥2.95
	新鲜生牛乳卫生标准 GB11 33-1977	已废止	——

食品安全国家标准从 1986 年到 2003 年的国标对蛋白质的限量均规定≥2.95 g/100 g，2008 年发生三聚氰胺事件后，2010 版国标修订时将蛋白质指标限量下调为≥2.8 g/100 g，当时对蛋白质的指标的下调被称为“全球最低”、“历史最低”，2010 版标准是由当时的历史时期决定的，符合当时国情。

4.2.2.2.2 数据分析

本标准中蛋白质所分析的数据，样品检测结果均是来自于生鲜乳收购站贮奶罐中样品检测结果。制标单位对国内外限量标准比较研究，并对我国 2012 年到 2018 年生乳检测数据进行分析，在 **26153 条**大量数据的支撑下设定的。目前，我国国家标准中生牛乳的蛋白质含量规定为大于等于 2.8 g/100g，因此，设定为合格级；按照 2012 年至 2018 年数据统计结果和 1986 年我国国家标准，优级设定为 3.0 g/100g；按照我国奶畜的品种、遗传潜力以及 2012 年至 2018 年数据统计结果，特优级生乳的蛋白质含量设定为 3.2 g/100g。

表9 2012-2018年生牛乳蛋白质分段统计 (n=26153)

年份	样本数	蛋白质分段分析 (%)				
		≥3.3	≥3.2	≥3.1	≥3.0	≥2.9
2012	600	16.67	36.5	62.5	86.33	97.17
2013	800	14.75	33.75	53.63	77.88	93.25
2014	1141	12.62	28.83	54.42	79.84	92.73
2015	1599	17.51	35.65	57.41	79.24	92.31
2016	8302	37.65	53.88	71.96	89.82	97.48
2017	11233	34.1	59.01	81.52	93.95	98.26
2018	2478	31.36	55.57	77.76	91.72	97.01

根据农业农村部全国生鲜乳质量安全监测项目提供结果显示，2012 到 2018 年度，累计抽检样品 26153 批次。按照目前分段情况，以 2018 年结果为例，特优级包含了 77.76% 的样品，优级包含了 91.72% 的样品，100% 的样品都能达到合格级。

4.2.2.3 菌落总数

4.2.2.3.1 国内外限量情况

美国 FDA 规定 ≤ 50 万 CFU /mL，PMO 规定牧场 ≤ 10 万 CFU /mL，加工厂 ≤ 30 万 CFU /mL；欧盟规定牛乳 ≤ 10 万 CFU /mL；新西兰 ≤ 10 万 CFU /mL；加拿大生乳 ≤ 5 万 CFU /mL；德国 S 级 ≤ 5 万 CFU /mL，1 级 ≤ 10 万 CFU /mL，2 级 > 10 万 CFU /mL；中国台湾 ≤ 10 万 CFU /mL；日本小于等于 ≤ 400 万 CFU /mL。

表10 国外标准对菌落总数的限量

国家、地区或组织	法规名称	年代	有效性	有无原文	限量值
中国	GB 1301-2010	2010	现行	有	200×10^4 CFU/mL (g)
美国	FDA/CFR	2018	现行	有	$\leq 500,000$ 个/毫升
	Grade A Pasteurized Milk Ordinance	2015	现行	有	$\leq 100,000$ 个/毫升
欧盟	Regulation (EC) No 853/2004	2004	现行	有	$\leq 100\ 000$ 个/ml
新西兰	DPC2: Animal Products (Dairy) Approved Criteria for Farm Dairies	2008	现行	有	$\leq 100\ 000$ cfu/ml.
加拿大	National Dairy Code Production and Processing Requirements. 7th ed (Part I)	2015	现行	有	牛乳：平板计数 $\leq 50,000$ cfu/ml. 流式细胞仪法 $\leq 121,000$ IBC/ml； 羊乳：平板计数 $\leq 50,000$ cfu/ml. 流式细胞仪法 $\leq 321,000$ IBC/ml
德国	Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch	2010	现行	有	S 级 $\leq 50\ 000$ /cm ³ ； 1 级 $\leq 100\ 000$ /cm ³ ； 2 级 $> 100\ 000$ /cm ³
中国台湾	CNS 3055-N5092 生乳	2015	现行	有	1×10^5 CFU/mL

1986 年国家标生乳菌落总数进行分析，I 级 ≤ 50 万 CFU /mL，II 级 ≤ 100 万 CFU /mL，III 级 ≤ 200 万 CFU /mL，IV 级 ≤ 400 万 CFU /mL，2003 年规定 ≤ 50 万 CFU /mL。而 2010 年规定 ≤ 200 万 CFU /mL。

表11 国内标准生乳中菌落总数限量比较

标准类型	标准名称	有效性	菌落总数
------	------	-----	------

国家标准	食品安全国家标准生乳 GB19301-2010	现行	$\leq 2 \times 10^6$
	鲜乳卫生标准 GB19301-2003	废止	$\leq 5 \times 10^5$
	生鲜牛乳收购标准 GB 6914-1986	废止	I级 ≤ 50 万个/ml; II级 ≤ 100 万个/ml; III级 ≤ 200 万个/ml; IV级 ≤ 400 万个/ml
	新鲜生牛乳卫生标准 GB11 33-1977	废止	——
行业标准	无公害食品生鲜牛乳 NY 5045-2008	废止	$\leq 500\ 000$
	无公害食品生鲜牛乳 NY 5045-2001	废止	$\leq 500\ 000$

4.2.2.3.2 数据分析

本标准中生牛乳菌落总数所分析的数据,样品检测结果均是来自于生鲜乳收购站贮奶罐中样品检测结果,符合标准要求。制标单位对国内外限量标准比较研究,并对我国 2012 年到 2018 年生乳检测数据进行分析,在 **21007 条**大量数据的支撑下设定的。

表12 2012-2018年生牛乳菌落总数分段统计(n=21007)

菌落总数分段统计 (%)							
年份	N	≤ 5 万	≤ 10 万	≤ 20 万	≤ 50 万	≤ 100 万	> 100 万
2012	600	24.33	35.67	53.83	66.34	77.17	22.83
2013	800	28.75	28.75	40.5	62.99	75.87	24.13
2014	1141	22.79	31.99	44.52	69.85	82.73	17.27
2015	1599	25.33	40.53	52.47	72.98	85.05	14.95
2016	8060	46.49	60.02	74.7	85.22	93.16	6.84
2017	6329	49.2	63.71	74.39	85.1	94.25	5.75
2018	2478	49.64	64.16	75.99	95.75	93.62	6.83

根据农业农村部全国生鲜乳质量安全监测项目提供结果显示,2012 到 2018 年度,累计抽检样品 21007 批次。按照目前分段情况,以 2018 年结果为例,特优级包含了 49.64% 的样品,优级包含了 64.16% 的样品,100% 的样品都能达到合格级。

4.2.2.4 体细胞数

4.2.2.4.1 国内外限量情况

美国 PMO 和 CFR 均规定牛乳体细胞数 ≤ 75 万个/mL；欧盟、新西兰和加拿大 ≤ 40 万个/mL；中国台湾 A 级 30 以下，B 级 > 30 万个/mL； ≤ 50 万个/mL，C 级 > 50 ； ≤ 80 万个/mL，D 级 > 80 ； ≤ 100 万个/mL；德国 S 级：1 级 ≤ 30 万个/mL、2 级： ≤ 40 万个/mL。

表13 国外标准对体细胞数限量

国家、地区或组织	法规名称	年代	有效性	限量值
美国	Grade A Pasteurized Milk Ordinance	2015	现行	CFR（强制）:牛乳： ≤ 75 ； 山羊乳： ≤ 150 PMO（非强制）： ≤ 75
欧盟	(EC) No 853/2004	2004	现行	40
新西兰	DPC2: Animal Products (Dairy) Approved Criteria for Farm Dairies	2008	现行	40
加拿大	National Dairy Code Production and Processing Requirements. 7th ed (Part I)	2015	现行	奶牛乳：40 山羊乳：150
中国台湾	中国台湾-CNS 3055-N5092 生乳	2015	现行	A 级 30 以下 B 级 > 30 ; ≤ 50 C 级 > 50 ; ≤ 80 D 级 > 80 ; ≤ 100
德国	Verordnung über die Güteprüfung und Bezahlung der Anlieferungsmilch (Milch-Güteverordnung)	2010	现行	S 级： ≤ 30 1 级、2 级： ≤ 40

国内历年国家标准均未对体细胞数做出规定，2008 年原农业部发布的农业行业标准无公害食品生鲜牛乳（NY 5045-2008），规定生牛乳体细胞数限量为 ≤ 60 万个/mL。

表14 国内体细胞数限量标准比较

标准类型	标准名称	体细胞
国家标准	食品安全国家标准生乳 GB19301-2010（现行有效）	/
行业标准	无公害食品生鲜牛乳 NY 5045-2008（已废止）	≤ 60 万
地方标准	宁夏回族自治区地方标准 DB64/T1263-2016（现行有效）	特优品： ≤ 20 万；优等品： ≤ 40 万；一等品： ≤ 60 万；合格品： ≤ 75 万
团体标准	黑龙江省食品安全团体标准生乳 T/HLJNX 0001-2016（现行有效）	特级： ≤ 30 万；一级： > 30 万 $\sim \leq 40$ 万；二级： > 40 万 $\sim \leq 50$ 万
	中国奶业协会团体标准学生饮用奶生牛乳 T/DAC 003-2017	≤ 50 万

4.2.2.4.2 数据分析

本标准中生牛乳体细胞数所分析的数据，样品检测结果均是来自于生鲜乳收购站贮奶罐中样品检测结果，符合标准要求。制标单位对国内外限量标准比较研究，并对我国 2012 年到 2018 年生乳检测数据进行分析，在 **20466 条**大量数据的支撑下设定的。

表15 2016-2018年生牛乳体细胞分段统计 (n=20466)

年份	N	≤30 万	≤40 万	≤70 万	≤75 万	≤100 万	>100 万
2016	6802	45.34	62.88	80.61	81.68	86.81	13.77
2017	11186	60.12	75.72	92.11	93.31	96.81	3.19
2018	2478	63.03	77.89	93.02	93.83	96.25	3.75

根据农业农村部全国生鲜乳质量安全监测项目提供结果显示，2016 到 2018 年度，累计抽检样品 20466 批次。按照目前分段情况，以 2018 年结果为例，特优级包含了 64.03% 的样品，优级包含了 77.89% 的样品，93.83% 的样品都能达到合格级。

5、检验规则

5.1 组批规则

以装载在同一贮奶罐中的产品为同一组批。

5.2 抽检方式

在贮奶单元搅拌均匀后，分别从上部、中部、底部等量随机抽取或在奶槽车出料时前、中、后等量抽取，混合后分成两份，密封包装，加贴封条后交由检测单位进行检测。

5.3 判定规则

蛋白质、脂肪、菌落总数、体细胞数需同时满足某等级，且其他指标在要求范围内，判定为该等级生牛乳。若以上 4 项指标处于不同等级，则以其中最低等级判定为生牛乳等级。

按照判定规则，根据农业农村部全国生鲜乳质量安全监测项目提供结果显示，2016 到 2018 年度，累计有 14978 批次样品同时含有 4 个指标结果，依据现行合格级标准，有 6323 批次样品符合要求，占 42.2%；合格样品中，有 3959 批次样品能达到优级标准，占 62.6%；合格样品中，有 2377 批次样品能达到特优级标准，占 37.6%。

表16 综合判定情况

总批次	特优级	优级	合格级
14978	2377 (15.9%)	9656 (64.5%)	14978 (100%)
合格批次	特优级	优级	合格级

四、采用的国际标准

无。

五、与现行法律、法规和强制性标准的关系

在本的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循政策性和协调同一性的原则。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

七、作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准为技术规范标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性标准或强制性条文的八项要求之一，因此建议将其作为推荐性行业标准颁布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

本标准对生牛乳等级规格进行了规定，建议行业在生牛乳收购时使用以实现优质优价。

九、废止现行有关标准的建议

本标准名称为生牛乳等级规格，为第一次立项制定标准，无现行标准需废止。

十、其他应予说明的事项

感谢农业农村部畜牧兽医局奶业处、国家奶业科技创新联盟、光明乳业、蒙牛乳业、现代牧业、辉山乳业、天友乳业、中垦华山牧乳业、燕塘乳业、风行乳业、得益乳业、长富乳业、卫岗乳业等 55 家正在实施优质乳工程的企业在技术研究、数据采集等方面提供的帮助。

标准起草组

2020 年 11 月

农业行业标准
《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定
高效液相色谱法》

**Determination of lactoferrin in milk and dairy products -
High performance liquid chromatography**

标准编制说明

(公开征求意见稿)

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所
农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室(北京)
农业农村部奶及奶制品质量监督检验测试中心(北京)

2021年5月

目录

标准编制说明.....	4
1、标准制定背景及任务来源.....	4
1.1 背景（标准制定的重要性和必要性）.....	4
1.2 任务来源.....	4
2 标准研制过程.....	5
2.1 前期准备.....	5
2.2 制定标准实施方案.....	5
2.3 标准制定和研究.....	5
2.4 起草标准文本.....	5
2.5 复核验证与修订完善.....	5
2.6 征求意见.....	6
2.7 标准预审和送审.....	6
3 标准编写原则和技术参数确定依据.....	7
3.1 标准编写原则.....	7
3.2 技术参数确定依据.....	7
4 标准技术内容.....	错误!未定义书签。
4.1 标准文本结构.....	7
4.2 标准检测原理.....	7
4.3 标准试验方法.....	7
4.3.1 色谱柱的选择.....	7
4.3.2 检测波长的选择.....	9
4.3.3 固相萃取柱的确定.....	9
4.3.4 肝素亲和柱承载量的测定.....	10
4.3.5 磷酸结合缓冲液浓度选择.....	10
4.3.6 磷酸结合缓冲液 pH 的选择.....	11
4.3.7 洗脱溶液盐浓度选择.....	12
4.3.8 洗脱溶液 pH 的选择.....	13
4.3.9 肝素亲和柱洗脱体积的测定.....	14

4.4 方法验证.....	15
4.4.1 选择性.....	15
4.3.2 方法线性范围.....	15
4.3.3 方法定量限.....	16
4.3.4 重复性.....	16
4.3.5 重现性.....	18
4.5 标准溶液保存稳定性.....	22
4.6 实际样品测定.....	22
5 综合评价.....	23
6 国内外同类标准对比情况.....	23
7 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系.....	23
8 重大分歧意见的处理经过和依据.....	23
9 标准作为强制性标准或推荐性标准发布的建议.....	24
10 废止现行有关标准的建议.....	24
11 其他应予说明的事项.....	24
参考文献.....	25
附件.....	25

奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 液相色谱法

标准编制说明

1、标准制定背景及任务来源

1.1 背景（标准制定的重要性和必要性）

乳铁蛋白是母乳中含量丰富的天然成分，约占人乳总蛋白的 20%，其营养价值至少有两方面：一是作为氨基酸的膳食蛋白源；二是有利于铁的生物利用。但不是所有的婴儿配方奶粉都含乳铁蛋白，因此婴儿配方奶粉中强化乳铁蛋白使营养成分接近母乳，对出生婴儿的营养需求和生长发育极其重要，可以促进肠道有益菌生长，帮助婴幼儿抵抗大肠杆菌、降低病毒等微生物引起的腹泻、肠炎等婴儿常见疾病，构筑起人生的第一道防线。研究表明，口服乳铁蛋白安全可靠，无任何副作用。因此，将乳铁蛋白有效合理地应用于普通婴幼儿配方奶粉中，既可满足婴儿生长发育的需要，同时又对婴儿的健康起到保护作用，对非母乳喂养婴幼儿营养的需要尤为重要。为此，乳铁蛋白成为乳制品质量评判的重要指标之一。目前，国内外均无奶及奶制品中乳铁蛋白的检测方法。为保证乳铁蛋白在奶及奶制品中的安全生产和使用，保证食品安全、促进行业健康发展，建立奶及奶制品中乳铁蛋白的检测方法迫在眉睫。

1.2 任务来源

本标准根据农业农村部畜牧兽医局于 2019 年 6 月下达的《关于下达 2019 年农业国家、行业标准制定和修订项目任务的通知》立项，文件号为农质标函[2019]77 号，由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所负责起草，协作单位包括农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）和农业农村部奶及奶制品质量监督检验测试中心（北京）。

2 主要工作过程

根据国家有关标准制定和修订工作的要求，在标准的起草编制过程中，主要做了以下几个方面的工作：

2.1 前期准备

2019年10月，项目研制团队召开第一次工作会议，制定技术实施方案，确定项目总体框架，分配相关人员负责相应工作；项目研制团队成立标准编制小组，对国际、国内相关标准情况和文献进行了查询和研究，对奶及奶制品中乳铁蛋白的测定方法进行了广泛调研，形成方案初稿。

2.2 制定标准实施方案

标准制定小组于2019年10月制定了详细的实施方案和技术路线，组建了标准起草小组。

2.3 起草标准文本

2020年10月，制标单位利用建成的乳铁蛋白检测体系完成超过20份实际样本检测，充分验证了检测体系的准确、稳定和可重复性后，按照《GB/T 1.1-2020 标准化工作导则》和《GB/T 20001.4-2015 标准编写规则》起草编写标准文本内容和编制说明内容。

2.4 标准制定和研究

2020年1月，标准编制小组开展奶及奶制品中乳铁蛋白测定的方法开发，确立方法准确度、精密度、加标回收率、并对实际样品进行检测与分析等，进行标准制定研究工作。

2.5 复核验证与修订完善

由制标单位制定检测方法复核验证方案和提供实验材料，委托农业农村部蜂产品质量监督检验测试中心（北京）、农业农村部农产加工品质量监督检验测试中心（北京）、唐山市食品药品综合检验检测中心三家检测机构对标准草案的检

测方法的特异性、检测灵敏度、检测极限、重复性、重演性进行复核验证实验。经过复核单位的独立、科学和严格的复核验证后，提供了三份复核验证报告。并根据验证报告对标准文本进行了进一步完善，形成了标准文本和编制说明征求意见稿。

2.6 征求意见

2020年9月，标准编制小组根据相关方面意见和实验室验证结果，对标准初稿进行了修改和完善，在此基础上，形成了《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 液相色谱法》标准征求意见稿。总计发出32份，回函20份。经汇总，意见共49条，其中采纳43条，不采纳6条，部分采纳0条；

2.7 标准预审

经农业农村部全国畜牧业标准化技术委员会的同意，2020年11月3日，中国农业科学院北京畜牧兽医研究所在北京组织标准、营养、检验、教学、加工等领域的有关专家召开农业行业标准《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 高效液相色谱法》预审会。专家组对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真、细致的审查和讨论，共提出8项意见，其中关于标准文本格式2项、标准文本内容4项，编制说明内容2项；并形成了预审会专家审定意见。制标单位全部采纳了专家意见，并在第一时间对标准文本和编制说明进行了修改和补充（表1）。

表1 预审会专家审定意见修改情况说明

序号	意见内容	修改情况
1	标准名称和3 原理“液相色谱”改为“高效液相色谱”	已修改
2	前言和1 范围“本标准”改为“本文件”	已修改
3	1 范围、6.2 和 7.1.2 中“乳粉”改为“奶粉”	已修改
4	微孔滤膜后加“（4.13）”	已修改
5	附录 A “（资料性附录）”删除“附录”改为“（资料性）”	已修改
6	5.2 天平“0.1 mg”改为“0.01 mg”	已修改

7	编制说明 一 1. “天津市奶业科技创新协会” 改为 “中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局”	已修改
8	编制说明表 4.2 重新审核回收率数据	已修改

3 标准编写原则和技术参数确定依据

3.1 标准编写原则

(1) 本标准以现行法律法规为依据，符合《中华人民共和国农产品质量安全法》有关规定。

(2) 本标准以有利于解决农产品质量安全突出问题，满足我国农产品安全工作需要为原则。

3.2 技术参数确定依据

本标准按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》和 GB/T 20001.4-2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》中的有关规定编写。

3.3 标准文本结构

标准文本结构为 1.范围 2.规范性引用文件 3.原理 4.试剂或材料 5.仪器设备 6.样品制备 7.试验步骤 8.试验数据处理 9.精密度 10.附录

3.4 标准检测原理

试样中的乳铁蛋白经磷酸盐缓冲液提取，肝素亲和柱富集净化，用高效液相色谱仪分析，经反相蛋白质分离柱分离，紫外光检测，外标法定量。

3.5 标准试验方法

3.5.1 色谱柱的选择

实验共选取 ACQUITY UPLC BEH C18 和 ACQUITY UPLC BEH C4 色谱柱

比较对浓度为 100 mg/L 的 IgG、BSA、乳铁蛋白、 α -乳白蛋白和 β -乳球蛋白的分离效果。如图 1 和图 2 所示，乳铁蛋白标品在 BEH C4 色谱柱上能与 IgG、BSA、 α -乳白蛋白和 β -乳球蛋白较好的分离且峰型尖锐对称，故选择 ACQUITY UPLC BEH C4 色谱柱。

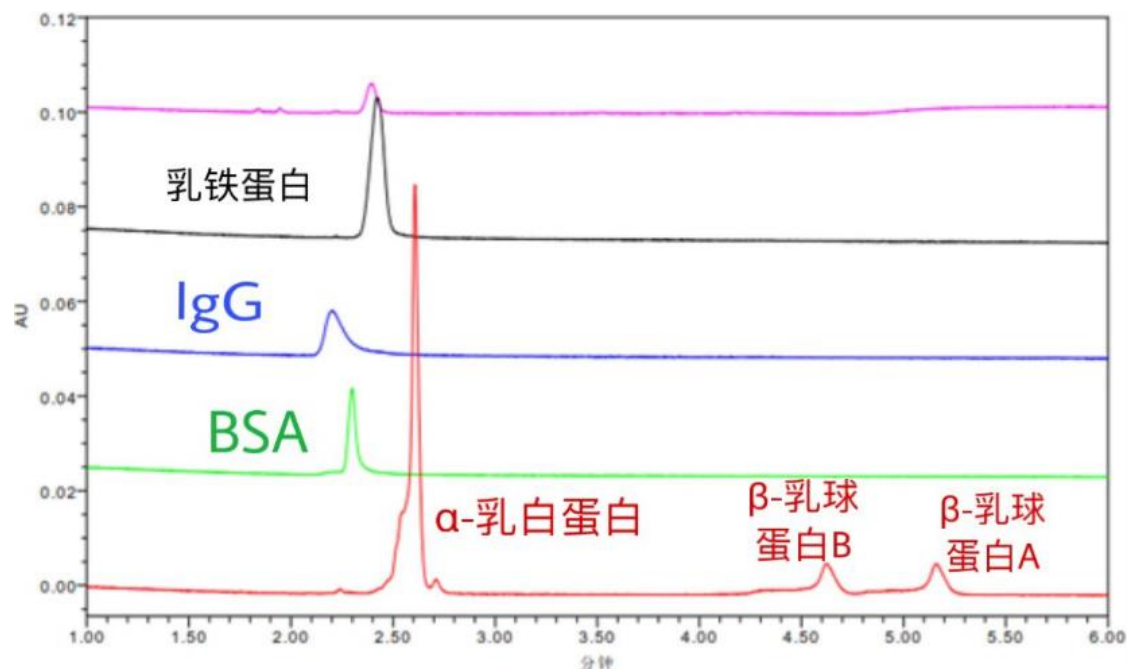


图 1 乳铁蛋白、IgG、BSA、 α -乳白蛋白和 β -乳球蛋白标准溶液在 BEH C4 色谱柱上的色谱图

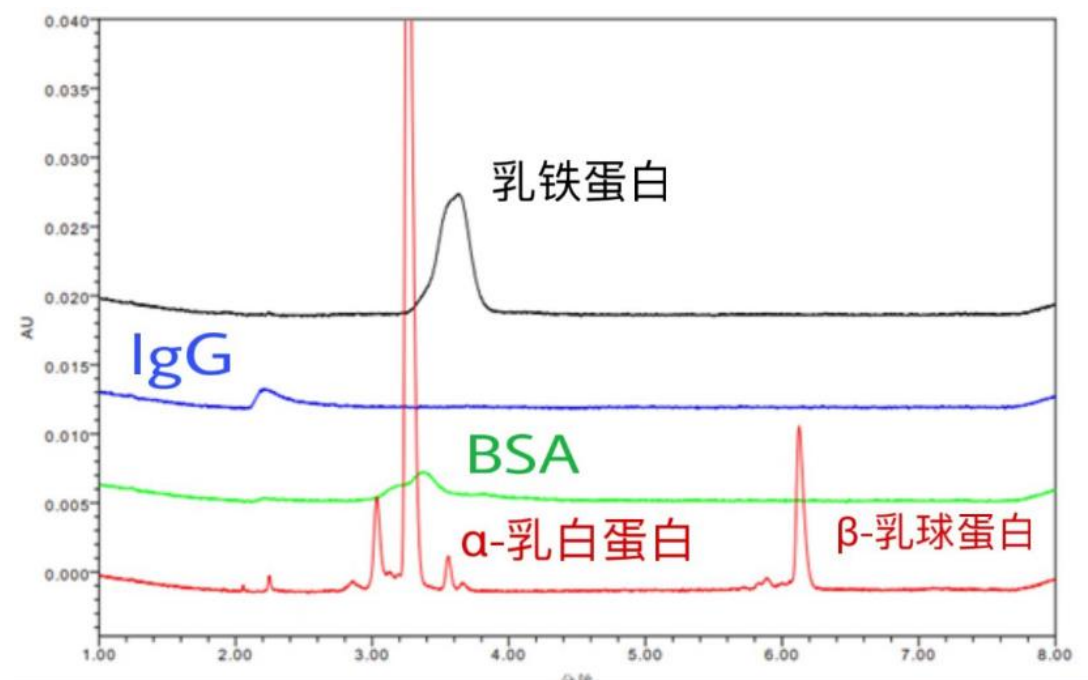


图 2 乳铁蛋白、IgG、BSA、 α -乳白蛋白和 β -乳球蛋白标准溶液在 BEH C18

色谱柱上的色谱图

3.5.2 检测波长的选择

不同文献中有报道利用液相色谱法对乳铁蛋白进行检测，采用的检测波长有 210 nm 及 280 nm，为了选择待测物的最大吸收波长，本试验比较了上述不同波长下乳铁蛋白检测的色谱图(图 3)。由图可知，乳铁蛋白在 280 nm 时进行检测，仪器信噪比比较高，且基线比较平稳，因此本试验采用 280 nm 作为后续乳铁蛋白的检测波长。

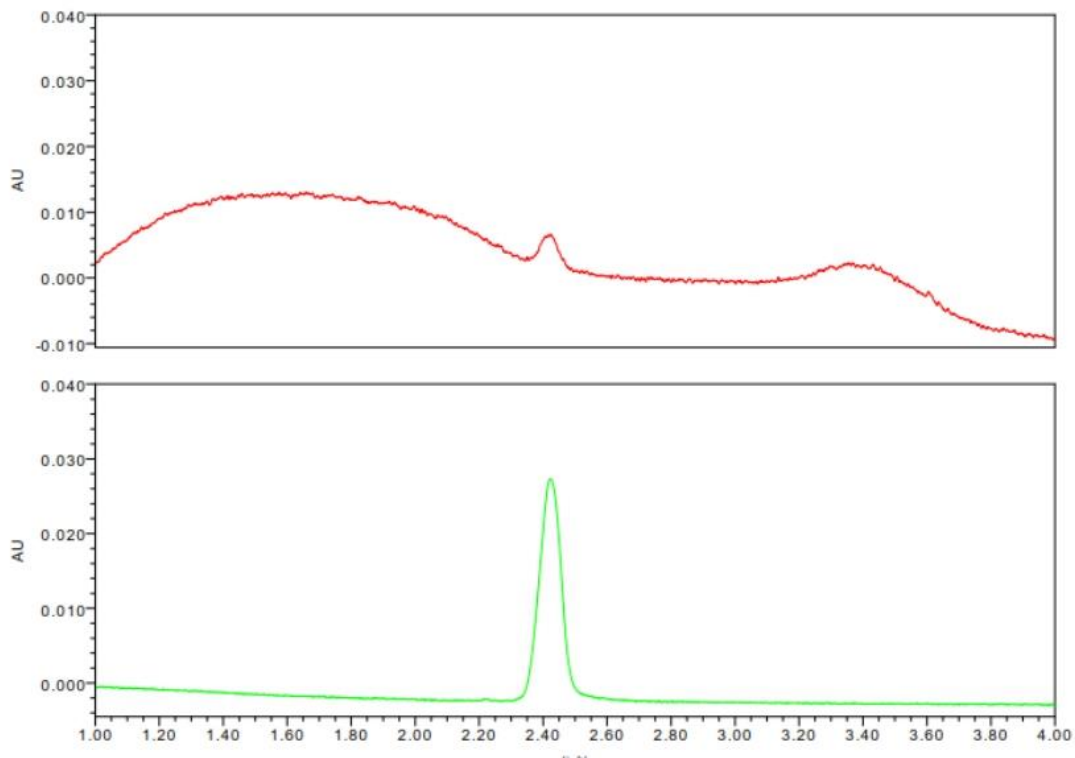


图 3 不同检测波长下乳铁蛋白典型色谱图 (100 mg/L)

3.5.3 固相萃取柱的确定

由于牛奶中乳铁蛋白含量很低，并且很容易受其他乳清蛋白的影响，因此可能对最终检测结果造成干扰。这就需要对牛奶中的乳铁蛋白进行浓缩纯化。肝素属于糖胺聚糖家族的硫酸化多糖，具有高密度的负电荷，对乳铁蛋白具有很强的亲和力，对 α -La、 β -Lg 作用不强)。因此，本试验选择肝素亲和柱对牛奶中乳铁蛋白进行纯化。

3.5.4 肝素亲和柱承载量的测定

由于肝素亲和柱对乳铁蛋白的承载量在方法的准确度方面有很大的影响，故在本标准中进行了 1 mL 规格的 HiTrap™ Heparin HP 肝素亲和柱对乳铁蛋白承载量的实验。8 mg 的乳铁蛋白标品过柱，5mL 洗脱液洗脱，洗脱液稀释 25 倍后上机测定回收率（见图 4 和表 2）。结果表明，8 mg 乳铁蛋白过柱回收率达到 102%，因此该规格的肝素亲和柱的最大承载量不小于 8 mg，可满足实际样品检测的需要。

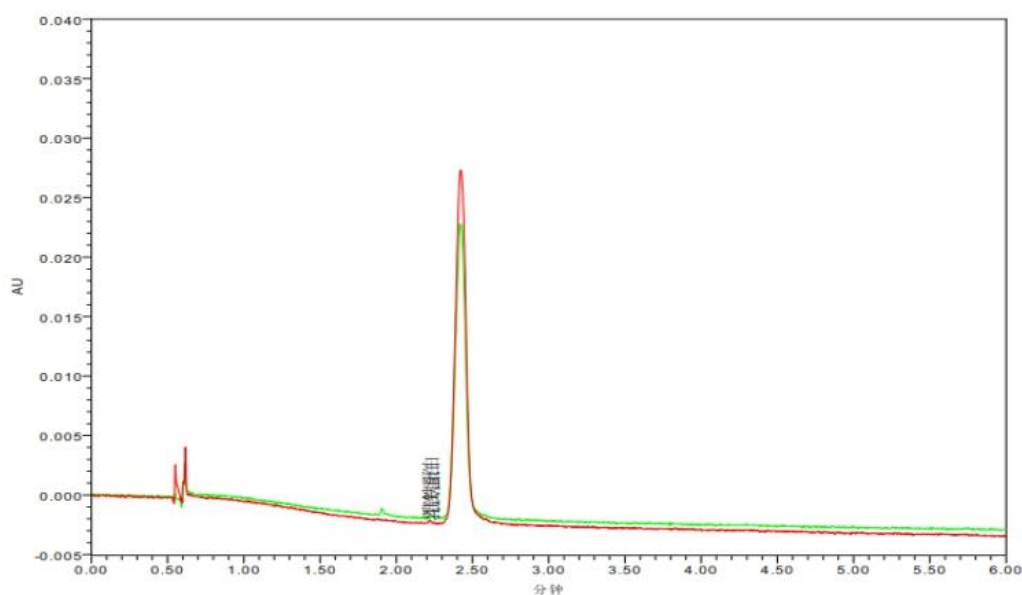


图 4 肝素亲和柱承载量的测定色谱图

表 2 肝素亲和柱承载量

样品名称	80mg/L-LF标品	上柱8000mg	回收率 (%)
峰面积	111972	115318	102

3.5.5 磷酸结合缓冲液浓度选择

磷酸盐缓冲液是肝素亲和柱常用的平衡溶液，但是由于肝素亲和柱最初并不是针对乳铁蛋白开发的，因此本试验对所用磷酸结合缓冲液的浓度进行了优化选择。本试验选择了 10、20、50、100、150、200、400 mmol/L 等 7 个浓度，对牛奶中乳铁蛋白进行检测。结果如图 5 所示，随着浓度的增加，回收的乳铁蛋白峰

面积逐渐降低。这类似于人乳铁蛋白与肝素结合时呈离子强度依赖性变化的现象。这种现象可能是因为乳铁蛋白与肝素之间是通过静电相互作用，离子强度太大会打破它们之间的静电作用力。

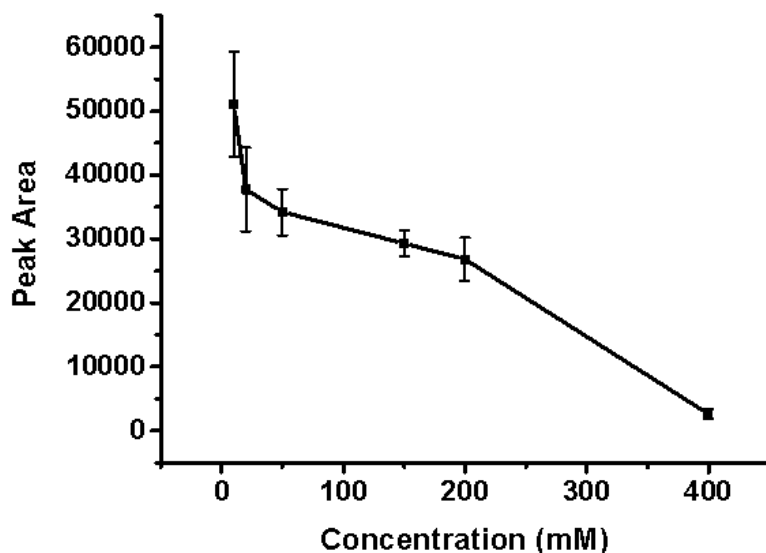


图 5 磷酸结合缓冲液浓度的优化

3.5.6 磷酸结合缓冲液 pH 的选择

由于乳铁蛋白是通过与肝素相互作用进行纯化，pH 对其会有影响，因此本试验对所用磷酸氢二钠的浓度进行了优化选择。本试验选择 5.0、6.0、7.0、7.5、8.5 等 5 个 pH，其他条件固定如下：磷酸结合缓冲液浓度、洗脱溶液浓度、洗脱溶液 pH 分别为 10 mmol/L、1.0 mol/L、8.0，对牛奶中乳铁蛋白进行检测。结果如图 6 所示，pH 在 5.0-7.5 范围内，随着 pH 增大，乳铁蛋白洗脱峰的峰面积逐渐增大，在 7.5-8.5 范围内，随着 pH 增大，洗脱出的乳铁蛋白峰面积逐渐降低。因此，在单因素试验中选择 pH=7.5 为平衡溶液的最佳 pH 并进行后续试验。

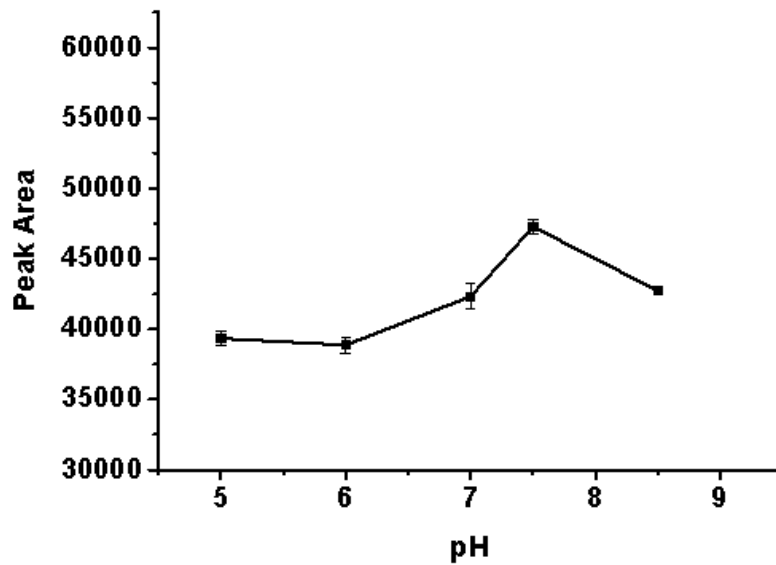


图 6 磷酸结合缓冲液 pH 的优化

3.5.7 洗脱溶液盐浓度选择

肝素亲和柱一般是采用高浓度的盐进行洗脱。本试验采用高浓度氯化钠-磷酸盐溶液对目标乳铁蛋白进行洗脱。Wassef 等之前报道洗脱液中不同的氯化钠浓度情况下目标物与肝素之间的解离效果不同。因此本试验并对所使用的氯化钠浓度进行优化选择。本试验选择了 0.25、0.5、1.0、2.0 mol/L 共 4 个氯化钠浓度，其他条件固定如下：平衡溶液的浓度和 pH 分别为 10 mmol/L、7.5，洗脱溶液的 pH 分别为 8.0，对牛奶中乳铁蛋白进行前处理并检测。结果如图 7 所示，随着氯化钠浓度升高，洗脱出的乳铁蛋白峰面积逐渐增大，这是因为随着盐浓度增加，乳铁蛋白和肝素之间的相互作用力逐渐减弱，使得二者解离)。因此，选择 2.0 mol/L 为洗脱液中氯化钠最优浓度并进行后续的试验。

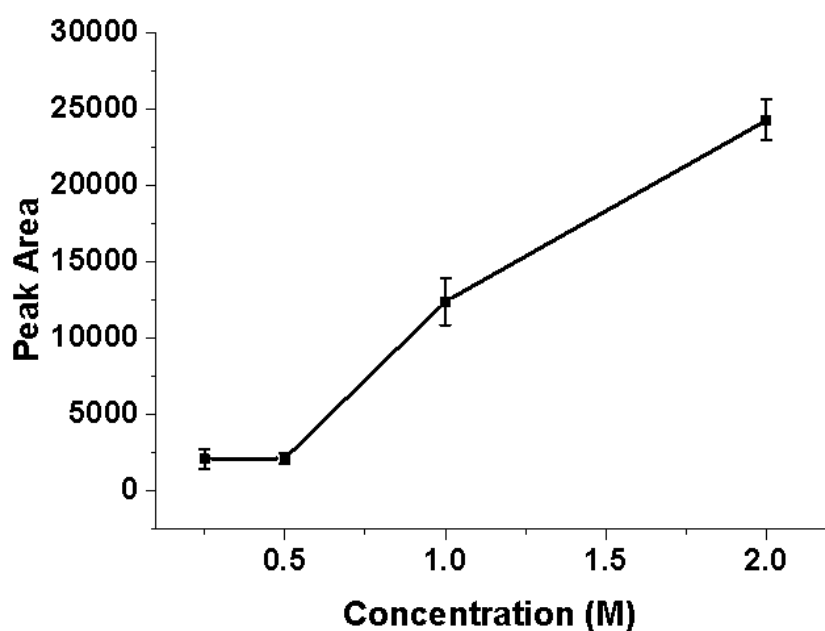


图 7 洗脱溶液中 NaCl 浓度优化

3.5.8 洗脱溶液 pH 的选择

本试验对肝素亲和柱纯化乳铁蛋白的洗脱条件洗脱液的 pH 进行优化。本试验选择 6.0、7.0、7.5、8.0、8.5、9.0 等 6 个 pH，其他条件固定如下：平衡溶液浓度、洗脱溶液浓度、洗脱溶液中氯化钠浓度分别为 10 mmol/L、1.0 mol/L、2.0 mol/L，对牛奶中乳铁蛋白进行检测。结果如图 8 所示，pH 在 6.0-7.5 范围内，随着 pH 增大，乳铁蛋白洗脱峰的峰面积逐渐增大，在 7.5-9.0 范围内，随着 pH 增大，洗脱出的乳铁蛋白峰面积逐渐降低。因此，在单因素试验中选择 pH=7.5 为洗脱溶液的最佳 pH 并进行以后的试验。

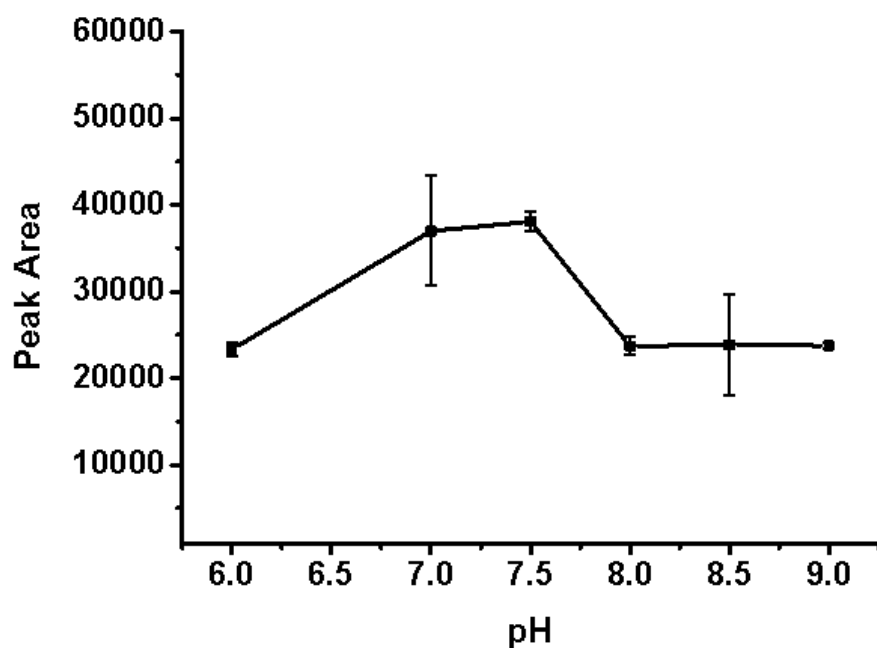


图 8 洗脱溶液 pH 优化

3.5.9 肝素亲和柱洗脱体积的测定

本标准中采用 1mL 规格的 HiTrap™ Heparin HP 肝素亲和柱，5 mL 洗脱液洗脱三次，上机测定，可见第一次即可将乳铁蛋白完全洗脱，见图 9 和表 3。

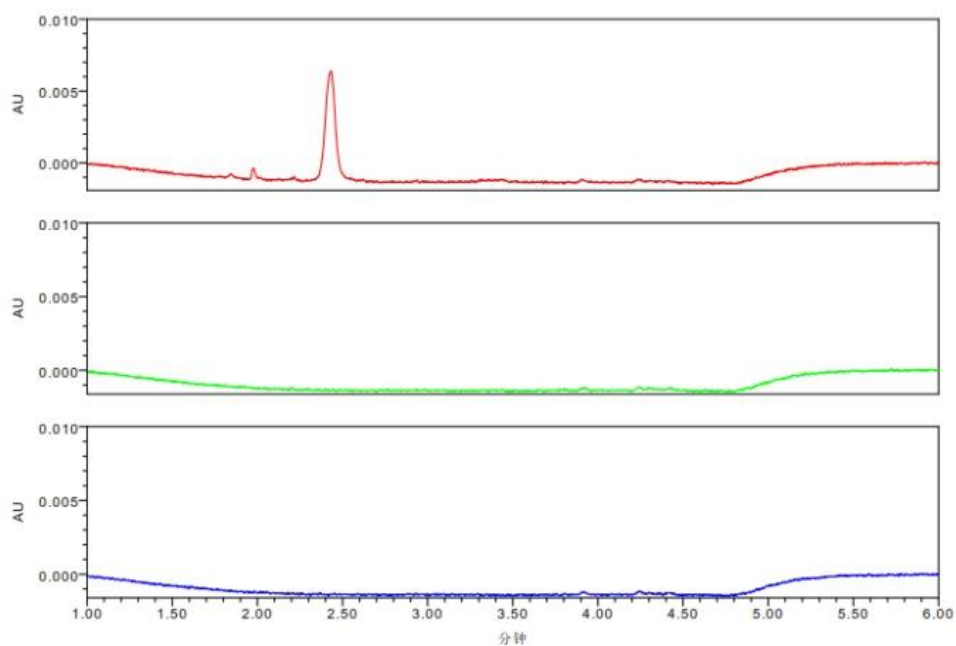


图 9 肝素亲和柱洗脱体积的测定色谱图

表 3 肝素亲和柱洗脱体积

洗脱体积	5mL 第一次	5mL 第二次	5mL 第三次
回收率 (%)	97.5	0	0

3.5.10 方法验证

3.5.10.1 选择性

分别选取奶粉基质空白样品和 UHT 奶基质空白样品进行测定，在乳铁蛋白出峰区域未出现干扰峰。结果表明方法选择性符合检测要求。

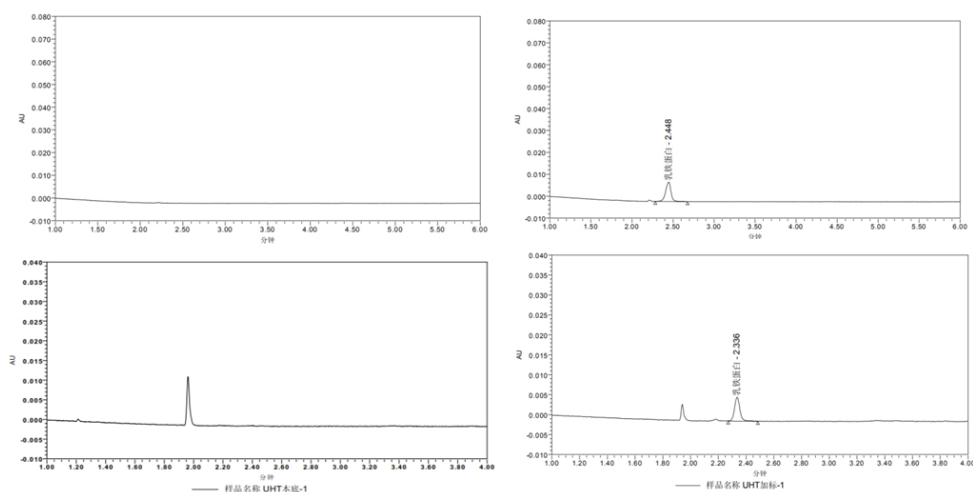


图 10 乳铁蛋白方法选择性色谱图

3.5.10.2 方法线性范围

配制 6 点不同浓度工作曲线：将乳铁蛋白标准中间液（200 mg/L）用洗脱液稀释，制得标准系列工作溶液，浓度为 2mg/L、5mg/L、10mg/L、20mg/L、50mg/L、100 mg/L 在本法所确定的试验条件下进样测定，得到乳铁蛋白的峰面积。以乳铁蛋白的浓度 X（mg/L）为横坐标，乳铁蛋白的峰面积 Y 为纵坐标，绘制标准曲线，在 2.0~100.0 mg/L 范围内呈良好线性关系，回归方程 $Y = 1552.583 X - 1901.962$ ，相关系数 $r = 0.9999$ 。

3.5.10.3 方法定量限

在优化的测定条件下，高效液相色谱仪对生乳、液态奶中乳铁蛋白的定量限（S/N=10）为 5.0 mg/kg；对乳粉中乳铁蛋白的定量限（S/N=10）为 10.0 mg/kg。本实验在比对验证工作中，制备了 UHT 中添加最低浓度点为 5.0 mg/kg 的加标样品、乳粉中添加最低浓度点为 10.0 mg/kg 的加标样品，验证结果表明信噪比均大于 10，均具有较好的回收率。因此，本标准方法对生乳、液态奶中乳铁蛋白的定量限为 5.0 mg/kg，对乳粉中乳铁蛋白的定量限为 10.0 mg/kg。

3.5.10.4 重复性

本方法的实验室内回收率和精密度实验，以 UHT 为样品基质，添加乳铁蛋白 5 mg/kg、20 mg/kg 和 50 mg/kg 三个浓度水平；以乳粉为样品基质，添加乳铁蛋白 10 mg/kg、50 mg/kg 和 100 mg/kg 三个浓度水平，每个浓度水平进行 3 次重复试验，测得乳铁蛋白的回收率汇总于表 4。液态奶在添加浓度 5.0~50.0 mg/kg 范围内，回收率在 92.9%~109.3%之间；奶粉在添加浓度 10.0~100.0 mg/kg 范围内，回收率在 97.6%~107.7%之间。结果表明，本方法的重现性满足方法学要求。

表 4. 乳铁蛋白实验室内加标回收率和精密度汇总表

	样品类型	样品编号	实测值	理论值	回收率	平均回收率	RSD
			(mg/kg)	(mg/kg)	(%)	(%)	(%)
Day1	奶粉	10-1	11.00	10	110.0	107.7	2.3
		10-2	10.50		105.0		
		10-3	10.80		108.0		
		50-1	51.50	50	103.0	105.3	3.1
		50-2	54.50		109.0		
		50-3	52.00		104.0		
		100-1	102.00	100	102.0	103.5	1.4
		100-2	105.00		105.0		
		100-3	103.50		103.5		
Day2	奶粉	10-1	10.17	10	101.70	104.30	3.00

Day3		10-2	10.78		107.80		
		10-3	10.35		103.50		
		50-1	52.32	50	104.60	102.90	1.50
		50-2	51.20		102.40		
		50-3	50.88		101.80		
		100-1	99.13	100	99.10	97.60	1.70
		100-2	95.91		95.90		
		100-3	97.63		97.60		
		奶粉	10-1	9.57	10	95.70	98.20
	10-2		9.78	97.80			
	10-3		10.13	101.30			
	50-1		54.26	50	108.50	106.10	2.80
	50-2		51.35		102.70		
	50-3		53.48		107.00		
	100-1		102.17	100	102.20	100.70	1.30
100-2	99.55		99.60				
100-3	100.36		100.40				
Day1		5-1	5.45	5	109.0	106.70	2.0
		5-2	5.25		105.0		
		5-3	5.30		106.0		
	UHT	20-1	20.80	20	104.0	106.00	1.7
		20-2	21.30		106.5		
		20-3	21.50		107.5		
		50-1	53.50	50	107.0	108.10	1.2
		50-2	54.75		109.5		
		50-3	53.90		107.8		
Day2	UHT	5-1	5.42	5	108.50	107.90	1.50
		5-2	5.46		109.10		
		5-3	5.30		106.10		

Day3		20-1	21.42	20	107.10	104.60	2.30
		20-2	20.48		102.40		
		20-3	20.88		104.40		
		50-1	46.49	50	93.00	94.60	2.30
		50-2	48.49		97.00		
		50-3	46.87		93.70		
	UHT	5-1	5.37	5	107.40	109.30	1.90
		5-2	5.58		111.60		
		5-3	5.45		109.00		
		20-1	19.25	20	96.30	96.90	3.20
		20-2	20.05		100.30		
		20-3	18.85		94.30		
	UHT	50-1	45.28	50	90.60	92.90	2.40
		50-2	46.50		93.00		
		50-3	47.55		95.10		

3.5.10.5 重现性

本方法分别在 3 家实验室进行比对验证实验，以验证其重现性。三家实验室分别为农业农村部蜂产品质量监督检验测试中心（北京）、农业农村部农产加工产品质量监督检验测试中心（北京）、唐山市食品药品综合检验检测中心。以液态奶样品基质，添加乳铁蛋白 5 mg/kg、20 mg/kg 和 50 mg/kg 三个浓度水平；以奶粉为样品基质，添加乳铁蛋白 10 mg/kg、50 mg/kg 和 100 mg/kg 三个浓度水平，每个浓度水平进行 3 次重复试验，测得乳铁蛋白的回收率汇总于表 5、表 6 和表 7。通过 3 家比对单位的结果显示，本方法具有良好的重现性。

**表 5-1 农业农村部蜂产品质量监督检验测试中心（北京）
回收率和精密度验证试验（液态奶）**

加标浓度 (mg/kg)	编号	上机测定 浓度 (mg/L)	理论上机 浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	相对标 准偏差 (%)
/	巴氏 Blank	8.688	/	/	/	/
5	巴氏 5+1	10.586	2.0	95.0	96.7	3.0
	巴氏 5+2	10.692		100.0		
	巴氏 5+3	10.584		95.0		
20	巴氏 20+1	16.870	8.0	102.5	98.8	3.3
	巴氏 20+2	16.480		97.5		
	巴氏 20+3	16.425		96.3		
50	巴氏 50+1	28.527	20.0	99.0	100.0	1.0
	巴氏 50+2	28.741		100.0		
	巴氏 50+3	28.904		101.0		

表 5-2 农业农村部蜂产品质量监督检验测试中心（北京）
回收率和精密度验证试验（奶粉）

加标浓度 (mg/kg)	编号	上机测定 浓度 (mg/L)	理论上机 浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	相对标 准偏差 (%)
/	奶粉 Blank	0	/	/	/	/
10	奶粉 10+1	2.004	2.0	100.2%	100.4	0.1
	奶粉 10+2	2.146		107.3%		
	奶粉 10+3	2.030		101.5%		
50	奶粉 50+1	9.344	10.0	93.4%	101.9	1.3
	奶粉 50+2	9.442		94.4%		
	奶粉 50+3	9.228		92.3%		
100	奶粉 100+1	18.794	20.0	94.0%	100.8	1.1
	奶粉 100+2	19.662		98.3%		

	奶粉 100+3	18.698		93.5%		
--	----------	--------	--	-------	--	--

表 6-1 农业农村部农产加工质量监督检验测试中心（北京）

回收率和精密度验证试验（液态奶）

加标浓度 (mg/kg)	编号	上机测定 浓度 (mg/L)	理论上机 浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均 回收率 (%)	相对 标准偏差 (%)
/	巴氏 Blank	10.377	/	/	/	/
5	巴氏 5+1	12.371	2.0	99.7	99.2	1.6
	巴氏 5+2	12.325		97.4		
	巴氏 5+3	12.384		100.4		
20	巴氏 20+1	18.131	8.0	96.9	98.2	1.6
	巴氏 20+2	18.369		99.9		
	巴氏 20+3	18.19		97.7		
50	巴氏 50+1	29.612	20.0	96.2	95.5	0.6
	巴氏 50+2	29.373		95.0		
	巴氏 50+3	29.469		95.5		

表 6-2 农业农村部农产加工质量监督检验测试中心（北京）

回收率和精密度验证试验（奶粉）

加标浓度 (mg/kg)	编号	上机测定 浓度 (mg/L)	理论上机 浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均回收 率 (%)	相对标准 偏差 (%)
/	奶粉 Blank	0	/	/	/	/
10	奶粉 10+1	2.007	2.0	100.4	100.4	0.1
	奶粉 10+2	2.011		100.6		
	奶粉 10+3	2.006		100.3		
50	奶粉 50+1	10.298	10.0	103.0	101.9	1.3

	奶粉 50+2	10.034		100.3		
	奶粉 50+3	10.231		102.3		
100	奶粉 100+1	20.203	20.0	101.0	100.8	1.1
	奶粉 100+2	19.934		99.7		
	奶粉 100+3	20.354		101.8		

表 7-1 唐山市食品药品综合检验检测中心
回收率和精密度验证试验（液态奶）

理论加标浓度 (mg/L)	编号	实测浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
/	Blank	0	/	/	/
5	5-1	5.4	107	107.3	1
	5-2	5.4	108.5		
	5-3	5.3	106.5		
20	20-1	19.3	96.3	103.2	5.8
	20-2	21.3	106.6		
	20-3	21.3	106.6		
50	100-1	46.2	92.4	98.7	5.6
	100-2	50.9	101.9		
	100-3	50.9	101.9		

表 7-2 唐山市食品药品综合检验检测中心
回收率和精密度验证试验（奶粉）

理论加标浓度 (mg/L)	编号	实测浓度 (mg/L)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
/	Blank	18.7	/	/	/
10	10-1	28.6	98.5	99.5	2.2
	10-2	28.5	98		

	10-3	28.9	102		
50	50-1	69.7	102	104.5	2.2
	50-2	71.9	106.4		
	50-3	71.3	105.2		
100	100-1	114.3	95.6	103.8	6.9
	100-2	127.7	109		
	100-3	125.7	107		

3.5.10.6 标准溶液保存稳定性

将浓度为 100 mg/L 的乳铁蛋白标准工作溶液在-20℃保存零个月、三个月、四个月后分别测定，结果表明峰面积无变化，因此储备液有效期可达 4 个月。

表 8 标准溶液保存稳定性汇总表

时间 (months)	峰面积
0	131404
3	134190
4	139712

3.5.10.7 实际样品测定

采用已建立的方法，对生乳、巴氏杀菌乳、UHT 灭菌乳和奶粉中的乳铁蛋白进行测定，结果见表 9。

表 9 生乳、巴氏杀菌乳、UHT 灭菌乳和奶粉中的乳铁蛋白测定

样品类型	样品编号	平均含量 (mg/kg)
巴氏杀菌乳	1	55.4
	2	27.9
	3	49.3
	4	30.3
	5	25.7

生乳	1	108
	2	91.3
	3	149
	4	119.8
	5	79.6
奶粉	1	3.6
	2	0
	3	303.1
	4	0
	5	0
UHT	1	0
	2	0
	3	0
	4	0
	5	0

4 采用国际标准

本标准在制定过程中未采用国际标准或国外先进标准。

5 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系

在标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准、行业标准和团体标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循政策性和协调统一性的原则。

6 重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。

7 标准作为强制性标准或推荐性标准发布的建议

本标准检测方法标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文的八项要求之一，因此建议将其作为推荐性团体标准颁布实施。

8 贯彻标准的要求和措施建议

本标准起草过程中，对色谱柱、检测波长、前处理条件、线性范围、方法定量限、实验室内加标回收率与精密度、实验室间加标回收率与精密度、标准溶液保存稳定性进行了优化和考察，试验结果符合 GB/T 27404-2008 《食品安全理化检测实验室质量控制规范》的相关规定。

试验用到的仪器设备包括高速冷冻离心机、分析天平、液相色谱，属于检测机构的通用设备；试验用到的试剂耗材包括乳铁蛋白标准品、乙腈、肝素亲和柱等，也属于检测机构常用的试剂和耗材，标准的实施预期不会给检测机构增加太多经济负担。

9 废止现行有关标准的建议

目前我国尚无奶及奶制品中乳铁蛋白含量量测定的相关标准，无现行标准需废止。

10 其他应予说明的事项

本标准在编制过程中，得到很多专家的指导和帮助，特此表示感谢！

二零二零年十月

参考文献

- [1] 张红. 乳铁蛋白热稳定性及热变性动力学的研究. 中国乳品工业, 2006, 344:20-23.
- [2] 许宁. 牛乳铁蛋白的反相高效液相色谱法含量测定. 药物分析杂志, 2004, 1:49-51.
- [3] 程静. 反相高效液相色谱法检测牛初乳乳铁蛋白的方法研究. 乳业科学与技术 2009, 321:30-31.
- [4] 任璐. 采用 HPLC 测定乳铁蛋白质量浓度的方法研究. 中国乳品工业, 2009, 372:49-52.
- [5] 张林田. 反相高效液相色谱法测定食品添加剂乳铁蛋白. 理化检验:化学分册, 2010, 317: 65-66.
- [6] 兰欣怡. 不同加热条件和添加复原乳对牛奶热敏感指标的影响 [硕士学位论文]. 湖南: 湖南农业大学, 2010.
- [7] 程金波. 不同热处理方式对牛奶中 IgG 和乳铁蛋白的影响. 华北农学报, 2010, 25:170-174.
- [8] 顾媛. 毛细管电泳法检测婴幼儿奶粉中乳铁蛋白的质量分数. 中国乳品工业, 2011, 395:54-6.
- [9] 朱鑫鑫. RP-HPLC 法分离和定量测定未变性的乳清蛋白成分. 中国乳品工业, 2012, 405:51-54
- [10] 张京顺. 乳与乳制品中主要乳清蛋白组分的定量分析检测方法研究 [M].杭州: 浙江大学, 2012.
- [11] 王飞. 反相高效液相色谱法测定婴儿奶粉中乳铁蛋白的含量. 中国酿造, 2012, 317:167-168.
- [12] 章寅. 乳制品中乳铁蛋白的测定. 现代农业科技, 2013, 16:291-292.
- [13] 赵凌国. 阳离子交换色谱及动态涂层毛细管电泳法检测牛奶中乳铁蛋白含量. 分析测试学报, 2014, 333:339-343.
- [14] 岳虹. 高效液相色谱法测定乳品中乳铁蛋白的含量. 乳业科学与技术, 2014, 374:18-21.

附件

附件 1:

关于农业行业标准《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 液相色谱法》的验证报告

标准名称：《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 液相色谱法》

起草单位：中国农业科学院北京畜牧兽医研究所、农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室（北京）、农业农村部奶及奶制品质量监督检验测试中心（北京）

验证单位（盖章）：农业农村部蜂产品质量监督检验测试中心（北京）



2020年10月26日

附件 2:

预审会意见汇总表

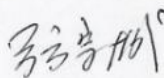
标准名称: 奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 液相色谱法

2020 年 11 月 3 日

起草单位: 中国农业科学院北京畜牧兽医研究所, 农业农村部奶产品质量安全风险评估实验室(北京), 农业农村部奶及奶制品质量监督检验测试中心(北京)

序号	标准条款编号	意见内容	提出单位	处理意见	备注
1	标准名称和 3 原理	“液相色谱”改为“高效液相色谱”	专家组	采纳	
2	前言和 1 范围	“本标准”改为“本文件”	专家组	采纳	
3	1 范围、6.2 和 7.1.2	“乳粉”改为“奶粉”	专家组	采纳	
4	7.2	微孔滤膜后加“(4.13)”	专家组	采纳	
5	附录 A	“(资料性附录)”删除“附录”改为“(资料性)”	专家组	采纳	
6	5.2	“0.1 mg”改为“0.01 mg”	专家组	采纳	
7	编制说明 一 1.	“天津市奶业科技创新协会”改为“中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局”	专家组	采纳	
8	编制说明表 4.2	重新审核回收率数据	专家组	采纳	

专家组意见共计 7 条, 全部采纳。

专家组组长: 
2020 年 11 月 4 日

附件 3:

农业行业标准

《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 高效液相色谱法》

专家预审意见

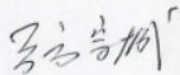
2020 年 11 月 3 日, 中国农业科学院北京畜牧兽医研究所在北京组织标准、营养、检验、教学、加工等领域的有关专家召开农业行业标准《奶及奶制品中乳铁蛋白的测定 高效液相色谱法》预审会。农业农村部乳品质量监督检验测试中心高级工程师张宗城、全国畜牧总站正高级畜牧师赵小丽、全国畜牧总站苏美丞、农业农村部食物与营养发展研究所研究员郭燕枝、中国农业大学食品学院教授毛学英、北京工商大学教授杨贞耐、内蒙古农产品质量安全综合检测中心主任王丽芳、农业农村部乳品质量监督检验测试中心(哈尔滨)主任李琴、农业农村部乳品质量监督检验测试中心研究员刘壮、农业农村部食品质量监督检验测试中心(上海)高级工程师韩奕奕、农业农村部食品质量监督检验测试中心(佳木斯)高级农艺师贺显书、光明乳业法规总监杨菊香、长富乳业总监娜日斯等专家参加了预审。由张宗城高级工程师任专家组组长。标准起草单位中国农业科学院北京畜牧兽医研究所汇报了预审标准及编制说明。专家组在听取汇报的基础上, 对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真细致的审查和充分讨论, 预审意见如下:

- 一、该标准制定过程符合行业标准制定的规范。
- 二、该标准建立的奶及奶制品中乳铁蛋白的检测方法, 探究了奶及奶制品中乳铁蛋白检测技术的原理, 构建了前处理条件、高效液相

色谱条件等，是衡量奶及奶制品品质的有效技术。

三、该标准为表征优质而制定的技术规范，是为引领我国奶业发展而制定的。

专家组一致认为，该标准制定的技术内容达到任务书的要求，同意通过预审，并建议起草单位按专家意见修改后提交标委会审定。

组长（签字）： 

2020年11月4日

ICS 67.100

CCS X 16

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX—XXXX

生乳中菌落总数的控制技术规范

Technical specification for control of aerobic plate count in raw milk

(公开征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

生乳中菌落总数的控制技术规范

1 范围

本文件规定了控制菌落总数的生乳生产过程中的 料和 用水、环境卫生、挤奶过程、贮运过程、奶牛健康、人员健康、生乳中菌落总数监测、纠偏、核实、记录。

本文件适用于生乳生产、挤奶、贮运过程中菌落总数的控制。

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 4789.2 食品安全国家标准 食品微生物学检验 菌落总数测定

GB 5749 生活 用水卫生标准

GB 13078 饲料卫生标准

GB/T 13879 贮奶罐

NY/T 388 畜禽场环境质量标准

NY/T 2798.9 无公害农产品 生产质量安全控制技术规范 第9部分：生 乳

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 饲料和饮用水

4.1 饲料

4.1.1 应干净、无杂质，无霉烂变质，卫生要求应符合GB 13078的规定。

4.1.2 料和 料添加剂的使用应符合NY/T 2798.9的规定。

4.1.3 全混合日粮（TMR）应现喂现配， 喂前料槽应清洗干净。

4.1.4 应从非疫区调运 料。

4.2 饮用水

4.2.1 水质应符合GB 5749的规定。

4.2.2 应及时对水槽（池）等水设施进行清洗消毒。

5 环境卫生

5.1 牛舍应有良好的粪污清理系统。

5.2 牛舍地和墙壁应选用便于清洗的材料，每天清洗一次。

5.3 运动场和休息区及垫料应保持清洁干燥，每天清扫一次。

5.4 牛舍应每年彻底清扫一次，通风设备应每季度清洗一次。

5.5 环境质量应符合NY/T 388的规定。

6 挤奶过程

6.1 挤奶场所地应硬化并易于清洁，无粪便等污物堆积，无异味，保持清洁、卫生。

6.2 挤奶前应采取降低粉尘污染措施，保持良好空气状况，挤奶后应阶段性对挤奶厅进行全消毒。

6.3 应采用机械设备挤奶，冷链封闭操作，挤奶设备应保持性能良好，使用前应消毒，使用后及时清洗干净。挤奶设备清洗用水应符合GB 5749的规定，且水温适宜。

6.4 挤奶前后，奶牛乳头应各进行一次药浴，每头奶牛应使用干净、消毒后的毛巾或多片一次性纸巾擦干。

6.5 应将每一乳头的前三把奶挤到专用容器内，并做无害化处理。

6.6 挤奶前应逐一对每头牛每个乳区做乳房炎检查，患乳房炎病牛应在单独的专用奶厅挤奶；无专用奶厅时，应与健康牛分开挤奶，按照先健康牛、后病牛的顺序，病牛奶应单独存放，另行处理。

6.7 奶牛挤奶后应保持30 min站立。

7 贮运过程

7.1 贮存

7.1.1 贮奶间地应硬化并易于清洁，无异味，保持清洁卫生。不应堆放任何化学物品和杂物，应有防止虫害和鼠害的措施。

7.1.2 应有直冷式贮奶罐或带有制冷系统的贮奶罐，贮奶罐材质、技术性能、主要零部件技术要求应符合GB/T 13879的规定。

7.1.3 贮奶罐应有温度监控记录，记录表见表A.1，应有清洗、消毒程序，每次使用前后都应清洗、消毒。

7.1.4 生乳挤出后应迅速冷却，温度应在2 h内降到0℃~4℃，贮存期间温度不应超过6℃。

7.2 运输

7.2.1 生乳运输应采用密闭的、洁净的、经消毒的奶罐车，应有控温系统，运输过程温度控制在0℃~6℃。

7.2.2 奶罐车应有温度监控记录，记录表见表A.2，应有清洗、消毒程序，每次使用前后都应清洗、消毒。

7.2.3 生乳挤出后，应在36 h内运抵乳品加工企业。

8 奶牛健康

8.1 奶牛应健康无疫病，结核、布氏菌病的监测应符合国家兽医主管部门的规定，疫病防控应符合NY/T 2798.9的规定。

8.2 奶牛应建立兽医健康计划，至少包括：蹄部护理、结核和布氏菌病的监测和净化、乳房炎的防、接种疫苗和驱虫等，兽医应每年定期开展检查。

8.3 牛体以及乳房应保持清洁卫生，无粪便等污物残留。

9 人员健康

9.1 工作人员应每年进行健康检查，取得健康合格证并培训合格后方可上岗工作。

9.2 患有下列疾病之一者，不应从事原料收购、加工、饲养和挤奶工作：

- a) 痢疾、伤寒、弯曲杆菌、病毒性肝炎等消化道传染病；
- b) 活动性肺结核、布氏菌病；
- c) 化脓性或渗出性皮肤病；
- d) 其他有碍食品卫生、人畜共患的疾病。

9.3 挤奶人员服装使用前应消毒，挤奶时应戴一次性无菌手套或消毒后的手套。

9.4 挤奶人员在有外伤且伤口未愈的情况下不应挤奶。

10 生乳中菌落总数监测

生乳运抵乳品加工企业后应立即进行检测，检测方法按照 GB 4789.2 执行或经实验室认可的其他检测方法。

11 纠偏

当生乳中菌落总数超过500,000 CFU/mL时，应按第4章~第9章的要求逐一检查，并纠正。

12 核实

检测生乳中菌落总数，当超过500,000 CFU/mL时，重复第11章要求，直至连续3 d生乳中菌落总数不超过500,000 CFU/mL为止。

13 记录

13.1 应保存反映生乳菌落总数状况的所有文件和记录。

13.2 记录包括但不限于以下方面：

- a) 挤奶人员管理档案及人员健康状况记录；
- b) 设施设备清洗消毒记录、贮奶罐及运输车温度记录；
- c) 纠偏和核实记录；
- d) 患乳房炎牛及其他病牛监测与治疗记录；
- e) 兽药购买与使用记录；
- f) 生乳菌落总数监测记录。

13.3 记录保存 2 年以上。

附 录 A

(资料性)

贮奶罐和运输车温度记录表

A.1 贮奶罐温度记录表见表A.1

表A.1 贮奶罐温度记录表

贮奶罐编号：

日期	挤奶开始2 h温度 (°C)	挤奶完成后温度 (°C)	运输前温度 (°C)

A.2 运输车温度记录表见表A.2

表A.2 运输车温度记录表

运输车编号：

日期	装罐完毕时温度 (°C)	运抵乳品企业时温度 (°C)

农业行业标准

生乳中菌落总数的控制技术规范

**Technical specification for control of aerobic plate count in
raw milk**

标准编制说明 (公开征求意见稿)

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所
唐山市农产品质量安全检验检测中心

2021年05月

生乳中菌落总数的控制技术规范

标准编制说明

一、背景及任务来源

(一) 背景及意义

菌落总数是反映生乳在生产过程中奶牛健康状况、牧场卫生和冷链运输质量控制状况的重要指标，我国标准 GB 19301-2010《食品安全国家标准 生乳》规定菌落总数最高限量为 2,000,000 CFU/mL。但是从近几年生乳中菌落总数的监测结果看，生乳中的菌落总数含量高低差异很大，在验证的 1170 批样品中，有 3.1%超过了限量，个别地区菌落总数仍有超标现象，存在一定的风险。为了控制生乳中菌落总数的含量水平，有必要制定生乳中菌落总数的控制技术规范。

表1 生乳中菌落总数验证结果统计表

样品名称	样品数量(批)	验证项目	含 量			
			0~2,000,000CFU/mL		>2,000,000CFU/mL	
			数量(批)	百分比(%)	数量(批)	百分比(%)
生乳	1170	菌落总数	1134	96.9	36	3.1

(二) 任务来源

本标准根据农业农村部 2019 年 6 月下达的农质标函[2019]77 号《生鲜乳中菌落总数控制规范》(2019-77-20) 立项，本标准由全国畜牧业标准化技术委员会 (SAC/TC 274) 归口。由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所和唐山市农产品质量安全检验检测中心共同起草编写。

二、主要工作过程

(一) 前期准备

1、文献检索与收集

目前国内外关于生乳中菌落总数的法律法规和标准情况如下：

(1) 国外：澳新《乳品生产标准》4.2.4 初级生产和加工 (PPP) 标准指南在奶牛饲养、挤奶、牛奶冷却、牛奶贮存等方面做了详细规定，但并未对如何控制菌落总数明确规定；美国 FDA2015 年发布的《食品现行良好操作规范 (GMP) 和危害分析及基于风险的

预防性控制 (HARPC)》(117 法规),规定了牛奶生产、加工、包装及贮存等操作规范(GMP)和危害分析和关键控制点(HACCP)要求,但也未明确规定如何控制生乳中菌落总数; 欧盟食品微生物控制相关基本法规包括《食品基本法》(EC Regulation No 178/2002 laying down the General Principles and requirements of Food Law)和与之配套的“一揽子食品卫生法规(Food Hygiene Package)”,后者包括《食品卫生法》(EC Regulation No 852/2004 on the hygiene of foodstuffs)、《动物源性食品特别卫生法则》(EC Regulation No 853/2004 laying down specific hygiene rules for food of animal origin)、《供人类消费的动物源性食品官方控制组织特别法则》(EC Regulation No 854/2004 Laying down specific rules for the organisation of official controls on products of animal origin intended for human consumption)等《食品基本法》以及“一揽子卫生法规”规定了食品安全的通用要求和一般原则,但并未明确规定生乳中菌落总数的控制措施。

国外关于菌落总数的限量标准,美国《优质热杀菌奶条例(PMO)》要求单个奶户的奶在与其他的奶混合之前,其菌落总数不得超过 100,000CFU/mL; 加拿大规定生牛乳中菌落总数应 \leq 50,000CFU/mL; 欧盟规定生牛乳中菌落总数 \leq 100,000CFU/mL; 澳新则要求 \leq 25000CFU/mL。

(2) 国内:我国相继发布了 GB 19301-2010《食品安全国家标准 生乳》、NY/T 1172-2006《生鲜牛乳质量管理规范》、GB/T 16568-2006《奶牛场卫生规范》、NY/T 2362-2013《生乳贮运技术规范》、NY/T 1172-2006《生鲜牛乳质量管理规范》、NY/T 2662-2014《标准化养殖场 奶牛》、NY/T 5049-2001《无公害食品 奶牛饲养管理准则》、NY/T 2798.9-2015《无公害农产品 生产质量安全控制技术规范 第9部分:生鲜乳》、GB/T 20014.8-2013《良好农业规范 第8部分:奶牛控制点与符合性规范》、NY/T 34-2004《奶牛饲养标准》、NY/T 1242-2006《奶牛场 HACCP 饲养管理规范》等一系列标准,规定了奶牛生产、卫生、贮存、质量管理等方面要求,但也未在如何控制菌落总数方面制定相应的技术规范。

国家标准 GB 19301-2010《食品安全国家标准 生乳》中规定菌落总数最高限量为 2,000,000CFU/mL,我国生乳中菌落总数与国外相比还处于较低水平。

根据标准编制小组查阅和掌握的资料,目前国内外没有生乳生产过程中专门控制菌落总数的相关标准或者规范。

2、养殖企业、生产企业考察调研

对生乳的生产加工过程进行调研,内容主要有以下 5 个方面:1、生产过程;2、挤奶过程;3、贮运过程;4、卫生状况;5、生乳中菌落总数含量。

（二）制定标准实施方案

起草单位于 2019 年 1 月制定了详细的实施方案，并组建了标准编制小组，包括。

（三）标准制定和研究

2019 年 1 月，编制小组查阅了国内外大量相关标准和文献，在调研了多家生产加工企业的基础上得出结论：生乳中菌落总数的主要影响因素有：生产过程（饲料、水、防疫）；挤奶过程（方式和设备）；贮运过程（温度和时间）；卫生状况（环境、牛、人员）等，根据影响菌落总数的主要因素制定相应的控制措施。同时，组织相关技术人员参加“农产品质量安全”、“GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》”和“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》”等相关培训，为标准起草做好技术储备。

（四）起草标准文本

2019 年 10 月，按照 GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》起草编写标准文本内容和编制说明内容。标准文本主要内容包括：（1）封面；（2）前言；（3）标准主体内容：范围、规范性引用文件、术语和定义、饲料和饮用水、环境卫生、挤奶过程、贮运过程、奶牛健康、人员健康、生乳中菌落总数监测、纠偏、核实、记录。

2020 年 10 月，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》对标准文本内容进行了修改。

（五）第一次征求意见

拟定标准初稿和编制说明初稿，根据相关方面意见和试验验证结果，对标准初稿进行了修改和完善，在此基础上，形成标准征求意见稿，2019 年 10 月向养殖企业、生产企业、高等院校、研究院所发出征求意见函，其中养殖企业 2 个，占 11%，高等院校 2 个，占 11%，研究院所 14 个，占 78%，总计发出 24 份，回函 14 份，收集意见共 27 条，其中采纳 26 条，未采纳 1 条。

（六）标准第一次预审

2019 年 12 月 15 日在中国农业科学院北京畜牧兽医研究所召开了标准预审会。农业农村部乳品质量监督检验测试中心、全国畜牧总站、中国农业大学、中国奶业协会、国家奶业科技创新联盟、天津市奶业科技创新协会、农业农村部乳品质量监督检验测试中心（哈尔滨）、农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（呼和浩特）、农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（乌鲁木齐）、黑龙江飞鹤乳业有限公司、内蒙古蒙牛乳业（集团）股份有限公司、光明乳业股份有限公司、内蒙古优然牧业有限责任公司等 13 家企事业单位参与审定。与会专家有张宗城、顾佳升、张书义、施正香、周振峰、屈雪寅、李琴、杨菊香、王丽芳、陈贺、蒋士龙、王典、王孟辉、孙丽生、王加启、张养东、刘慧敏，专家组组长由张宗城担任。

起草单位就标准制定情况进行了 20 分钟的 PPT 汇报，同时提交了标准文本、编制说明、函审的意见处理表和预审会意见表等纸质材料。专家组对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真、细致的审查和讨论，共提出 7 项意见，起草单位全部采纳了专家意见，并在第一时间对标准文本和编制说明进行了修改和补充（表 2）。

表 2 预审会专家审定意见修改情况说明

编号	专家意见	修改情况
1	英文题目修改为“Specification for the prevention and reduction of CFU in raw milk”。	已修改。
2	删掉“生鲜乳菌落总数含量”中的“含量”。	已修改，见 1。
3	3.3 中挤奶设备清洗用水放到挤奶过程的 4.2。	已修改，见 4.2。
4	48h 修改为 36h。	已修改，7.2.3。
5	去掉“生乳中菌落总数含量监测”中的“含量”。	已删除，见 10。
6	50 万 CFU/mL 修改为 500 000 CFU/mL。	已修改，见 10.2。
7	“记录保存 3 年以上”修改为“记录保存 2 年以上。”	已修改，见 13.3。

（七）第二次征求意见

起草单位于 2020 年 10 月面向国内科研、教学、生产和检测等领域专家发出征求意见函。其中大学和科研单位 10 家，占 77%，检验机构 2 家，占 15%，企业 1 家，占 8%；发函件数 34 份，回函件数 20 份，有意见为 15 份，无意见 5 份。共收到意见 67 条，其中采纳 42 条，部分采纳 16 条，不采纳 9 条。标准编制小组及时总结函审意见，进一步补充了实验数据并修改了标准文本内容。

此次征求意见中，根据多位专家意见，将标准名称由“生鲜乳中菌落总数控制规范”修改为“生乳生产过程中菌落总数的控制技术规范”。

（八）标准第二次预审

2021 年 1 月 13 日，由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所组织，召开了线上标准预审会。农业农村部农产品质量安全中心万靓军研究员、农业农村部乳品质量监督检验测试中心高级工程师张宗城、中国标准化研究院姚晓静研究员、中国农业大学动物科技学院李胜利教授、杨红建教授、中国农业科学院上海兽医研究所陈兆国研究员、北京市畜牧总站奶牛产业技术体系郭江鹏研究员、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所毛雪飞副研究员、中优乳业研究院屈雪寅博士、内蒙古优然牧业技术总监王典等 12 位专家参加了线上预审。由张宗城高级工程师任专家组组长。

起草单位就标准制定情况进行了 15 分钟的 PPT 汇报，同时提交了标准文本、编制说明、函审的意见处理表和预审会意见表等纸质材料。专家组对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真、细致的审查和讨论，共提出 5 项意见，将标准名称由《生乳生产过程中菌

落总数的控制技术规范》更改为《生乳中菌落总数的控制技术规范》。专家组一致认为，该标准制定的技术内容达到任务书的要求，同意通过预审，建议起草单位按专家意见修改后提交标委会审定。起草单位全部采纳了专家意见，并在第一时间对标准文本和编制说明进行了修改和补充（表3）。

表3 预审会专家审定意见修改情况说明

编号	专家意见	修改情况
1	名称由《生乳生产过程中菌落总数的控制技术规范》更改为《生乳中菌落总数的控制技术规范》	已修改为《生乳中菌落总数的控制技术规范》。
2	封面左上角“CCS X 04”修改为“CCS X 16”；封面英文标题中“CFU”修改为菌落总数英文全称。	已修改，见封面。
3	13.2 增加 e) 兽药购买与使用记录，将现在的 e) 修改为 f)。	已修改，见 13.2。
4	补充编制说明中主要内容确定的依据。	已修改，见编制说明。
5	补充菌落总数预警值为 500,000CFU/mL 的编写依据。	已修改，见编制说明。

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

（一）标准制定过程遵循的基本原则

本标准按照 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，同时遵循以下原则：

（1）政策性：制定本标准直接关系到国家和广大人民群众的利益。因此，在制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法规和规章。

（2）先进性：对本标准中有关内容的确定，力求反映本研究领域的国内外先进技术和经验，使标准中所规定的技术内容有利于菌落总数的控制。

（3）规范性：在本标准征求意见稿的编制过程中力求做到技术内容的叙述正确无误，文字表达准确和简明易懂，标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑。

（4）可操作性：可操作性是制定标准的必备因素，因此，在制定标准的过程中，始终把经济实用和可操作性作为重要的依据，以便在执行中容易操作。

（二）主要内容确定的依据

1、饲料

流行病学研究显示，奶牛感染致病菌可能是食用了被污染的水和饲料造成，并且带菌粪便会造成交叉污染，同时可能导致奶中菌落总数升高。

GB 13078-2017《饲料卫生标准》规定了饲料中细菌总数、沙门氏菌、霉菌总数等24项卫生指标，本标准规定卫生要求应符合GB 13078的规定。同时规定，饲料应干净、无杂质，无霉烂变质，购买饲料时应从非疫区调运饲料。

NY/T 2798.9-2015《无公害农产品 生产质量安全控制技术规范 第9部分：生鲜乳》规定了饲料生产使用时生物毒素、动物源性饲料、违禁添加物和重金属等风险因子的控制措施，本标准规定饲料和饲料添加剂的使用应符合NY/T 2798.9的规定，同时要求全混合日粮（TMR）应现喂现配，饲喂前料槽应清洗干净。

2、饮用水

采用完全随机试验设计，共设1个对照组、1个试验组，对照组水槽不消毒，试验组水槽采用0.1%聚维酮碘进行消毒。消毒方式为喷雾消毒，消毒时间3分钟。消毒完毕后注入饮用水，放置5分钟后取水样进行检测，方法参照国家标准GB/T 5750.12-2006。

由图1可以看出，对照组水槽不消毒，饮用水菌落总数为7500CFU/mL，试验组水槽采用0.1%聚维酮碘进行消毒，饮用水中菌落总数为1400 CFU/mL，对照组与试验组差异极显著（ $P<0.01$ ）。说明使用消毒液对饮水槽消毒会显著降低水中菌落总数。

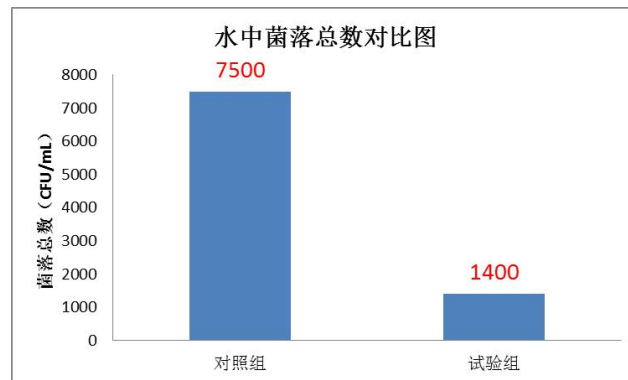


图1 水中菌落总数对比图

本标准规定，水质应符合GB 5749的规定；同时要求，应及时对饮水槽（池）等饮水设施进行清洗消毒，避免细菌滋生。

3、环境卫生

史春光（2000）研究结果显示：鲜奶中的细菌基本上来自外界的污染，降低鲜奶中的起始菌落就成为防止鲜奶中细菌过多，繁殖过快的基本要求；Wu QL（2010）研究结果表明环境因素在很大程度上决定了生乳菌落总数数量，空气流通且有阳光照射，紫外线能杀死部分病原菌，进而可减少乳中菌落总数；Hayes MC（2001）表明牛奶中的细菌主要来自牛乳房和乳头，乳房容易受到饲料、草垫、土壤和粪便的污染，导致大量细菌在乳房和乳头表面滋生。保证牛场的卫生能有效的减少乳房炎的发病率，减少生乳中菌落总数含量。

NY/T 388-1999《畜禽场环境质量标准》规定了奶牛生产过程中环境的要求，本标准按照NY/T 388《畜禽场环境质量标准》规定，通过控制环境等措施来控制生乳中菌落总数的含量。同时规定牛舍应有良好的粪污清理系统；牛舍地面和墙壁应选用便于清洗的材料，每天清洗一次；运动场和休息区及垫料应保持清洁干燥，每天清扫一次；牛舍应每年彻底清扫一次，通风设备应每季度清洗一次。

4、挤奶过程

A.M. Elmoslemany (2009) 研究结果表明影响生乳菌落总数的因素有很多，其中最被关注的是挤奶过程、挤奶设备的卫生和消毒程度；T.Tolosa (2016) 对比利时 254 个牛场中生乳菌落总数及其相关因素进行分析，发现挤奶方式、牛场养殖水平、干奶期奶牛管理水平与生乳中菌落总数显著相关。这意味着，在实际生产中可以通过采取合适的挤奶方式控制生乳中菌落总数，确保牛奶微生物质量安全。

为了控制挤奶过程中的菌落总数，本标准规定：挤奶场所地面应硬化并易于清洁，无粪便等污物堆积，无异味，保持清洁、卫生；挤奶前应采取降低粉尘污染措施，保持良好空气状况，挤奶后应阶段性对挤奶厅进行全面消毒；应采用机械设备挤奶，冷链封闭操作，挤奶设备应保持性能良好，使用前应消毒，使用后及时清洗干净。挤奶设备清洗用水应符合GB 5749的要求，且水温适宜。

编制小组进行了“药浴前后菌落总数对比试验”，选择胎次(2-3胎)、产奶量(20-25kg)、产奶天数(80-120d)相近的24头健康中国荷斯坦奶牛，采用完全随机试验设计，共设1个对照组、1个试验组。对照组采用不含碘药浴液进行药浴，试验组采用1.0%聚维酮碘进行药浴。药浴方式为挤奶前用温水清洗2次，一次性纸巾擦干，立即用药浴杯浸泡乳头10s，一次性纸巾擦干；挤乳后用药浴杯浸泡乳头10s，一次性纸巾擦干。

每头牛乳房用水清洗擦干后，进行采样1次，药浴擦干后再取样1次。每头牛采样4处，左前、右前、左后、右后乳头口各1处。取装有10mL无菌生理盐水的无菌试管，用无菌棉签蘸取生理盐水，在预定部位取样后，将采样棉签放入试管，低温保存。检测指标为菌落总数，方法参照国家标准GB 4789.2-2016进行检测。

由图2可以看出：药浴液使用前后的菌落总数变化明显，对照组由用药前的7600CFU/cm²降低到用药后的1600CFU/cm²，杀菌效果达到78.9%，试验组由用药前的7100CFU/cm²降低到用药后的700CFU/cm²，杀菌效果达到90.1%，结果得出：挤奶前后使用药浴液，能够有效降低菌落总数，杀菌效果极显著 ($P < 0.01$)。

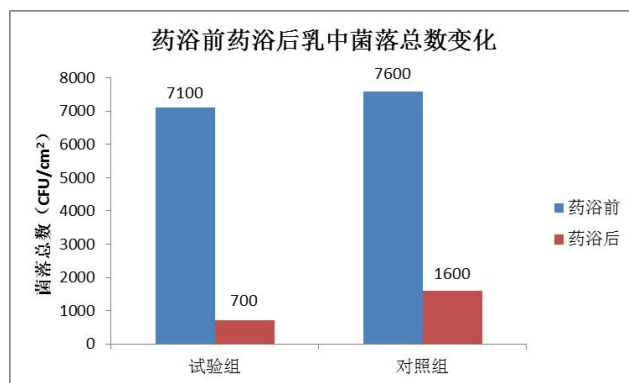


图2 药浴前药浴后乳中菌落总数变化

编制小组在2014~2019年共调研了2300个奶牛养殖场（生乳收购站），在调研的过程中发现，有34个存在擦干毛巾混用的现象。按照NY/T 2798.9-2015《无公害农产品 生产质量安全控制技术规范 第9部分：生鲜乳》要求：“用专用药浴液对乳头进行挤奶前药浴”、“挤奶后，用专用药浴液对乳头进行药浴”、“一头牛一条毛巾，纸巾不能重复”。参照以上要求，本标准规定：挤奶前后，奶牛乳头应各进行一次药浴，每头奶牛应使用干净、消毒后的毛巾或多片一次性纸巾擦干。

为了避免前三把奶污染生乳，本标准规定：应将每一乳头的前三把奶挤到专用容器内，并做无害化处理；为了避免乳房炎病牛奶污染生乳，规定：挤奶前应逐一对每头牛每个乳区做乳房炎检查，患乳房炎病牛应在单独的专用奶厅挤奶；无专用奶厅时，应与健康牛分开挤奶，按照先健康牛、后病牛的顺序，病牛奶应单独存放，另行处理。

同时规定奶牛挤奶后30分钟站立，避免挤奶后乳头未封闭就卧地休息而感染细菌。

5、贮存过程

按照NY/T 2362-2013《生乳贮运技术规范要求》和NY/T 1242-2006《奶牛场HCCP饲养管理规范》对贮奶间地面以及贮存过程中提出了多项要求，本标准参照以上要求，规定：贮奶间地面应硬化并易于清洁，无异味，保持清洁卫生。不应堆放任何化学物品和杂物，应有防止虫害和鼠害的措施；应有直冷式贮奶罐或带有制冷系统的贮奶罐，贮奶罐材质、技术性能、主要零部件技术要求应符合GB/T 13879的规定。

同时要求贮奶罐应有温度监控记录（记录表见表4），应有清洗、消毒程序，每次使用前都应清洗、消毒。

表4 贮奶罐温度记录表

贮奶罐编号:

日期	挤奶开始2 h温度 (°C)	挤奶完成后温度 (°C)	运输前温度 (°C)

蒙名燕(2005)通过研究表明在各种不同温度下(低于40°C),生乳都有2h的抑菌期。生牛奶在挤出后,只要在抑菌期内降到4°C~6°C,再在4°C~6°C保存24h,对其质量影响不大。史春光(2000)试验研究表明,4°C下存放的鲜奶在18h内菌落总数基本没有生长。这表明4°C是理想的贮奶温度,它能在相当长的时间内保证奶中菌落总数不增长。

编制小组进行了“同一生乳不同时间降温到4°C菌落总数变化”试验,生乳挤出后分别于0.5h、1h、1.5h、2h、2.5h、3h、4h降温到4°C,取样测其菌落总数,2h内与初始菌落总数比较并无显著差异($P>0.05$),2h后菌落总数显著增高($P<0.05$),并随时间增加菌落总数有增加的趋势(图3)。按照NY/T 1172-2006《生鲜牛乳质量管理规范》要求,生乳挤出后,温度应在2h内降到0°C~4°C,贮存期间温度不应超过6°C。

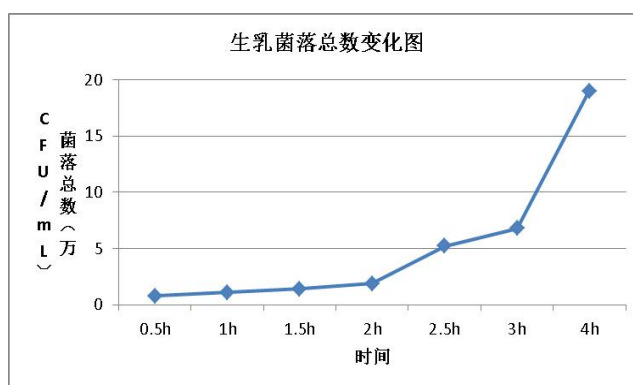


图3 生乳挤出后不同时间降温到4°C菌落总数变化图

6、运输过程

NY/T 2362-2013《生乳贮运技术规范》对运输过程提出了具体规定,本标准参照NY/T 2362-2013,提出要求如下:生乳运输应采用密闭的、洁净的、经消毒的奶罐车,应有控温系统,运输过程温度控制在0°C~6°C。

同时要求：奶罐车应有温度监控记录（记录表见表5），应有清洗、消毒程序，每次使用前后都应清洗、消毒。

表5 运输车温度记录表

运输车编号：

日期	装罐完毕时温度（℃）	运抵乳品企业时温度（℃）

张健科（2017）研究发现，在生乳贮存环节中，温度管理是保证乳品质的关键因素，经过试验研究表明，生乳在4℃以下贮存，微生物的生长较为缓慢。贮存24h的生乳符合国家食品安全标准。

编制小组进行了“同一生乳相同温度不同时间条件下菌落总数变化规律研究”试验，生乳挤出后在4℃下分别保温 2h、6h、12h、24h、48h、72h、96h后，取样测其菌落总数并与初始菌落总数比较，48h内无显著差异（ $P>0.05$ ），但随时间增长菌落总数有增加的趋势，48h后菌落总数显著增加（ $P<0.05$ ）。

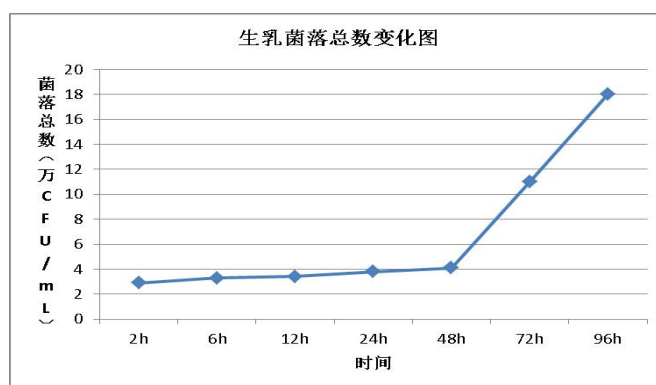


图4 生乳挤出后在4℃下分别保温不同时间菌落总数变化图

按照NY/T 2362-2013《生乳贮运技术规范》要求，生乳挤出后，应在48h内运抵乳品加工企业。根据调研情况以及专家组意见，生乳挤出后，所有的企业都能够在36h内运抵乳品加工企业。所以本标准规定：生乳挤出后，应在36h内运抵乳品加工企业。

7、奶牛健康

NY/T 2798.9-2015《无公害农产品 生产质量安全控制技术规范 第9部分：生鲜乳》规定了奶牛场在疫病的预防、监测、控制和扑灭方面的兽医防疫准则，本标准参照NY/T 2798.9，通过奶牛防疫方面控制生乳中菌落总数。同时规定：奶牛应健康无疫病，结核、布鲁氏菌病的监测应符合国家兽医主管部门的规定；奶牛应建立兽医健康计划，至少包括：蹄部护理、结核和布鲁氏菌病的监测和净化、乳房炎的预防、接种疫苗和驱虫等，兽医应每年定期开展检查；牛体以及乳房应保持清洁卫生，无粪便等污物残留。

8、人员健康

参照GB/T 16568-2006《奶牛场卫生规范》以及NY/T 2798.9-2015《无公害农产品 生产质量安全控制技术规范 第9部分：生鲜乳》，本标准规定：工作人员应每年进行健康检查，取得健康合格证并培训合格后方可上岗工作；挤奶人员服装使用前应消毒，挤奶时应戴一次性无菌手套或消毒后的手套；挤奶人员在有外伤且伤口未愈的情况下不应挤奶。

同时规定，患有下列疾病之一者，不应从事饲料收购、加工、饲养和挤奶工作：a) 痢疾、伤寒、弯曲杆菌、病毒性肝炎等消化道传染病；b) 活动性肺结核、布鲁氏菌病；c) 化脓性或渗出性皮肤病；d) 其他有碍食品卫生、人畜共患的疾病。

9、生乳中菌落总数监测

生乳运抵乳品加工企业后应立即进行检测，检测方法按照GB 4789.2-2016执行或经实验室认可的其他检测方法。

10、生乳中菌落总数预警值

2017年～2019年，编制小组验证了1170批生乳，其中，菌落总数平均值为290,000CFU/mL，其中 $\leq 50,000$ CFU/mL比例为54.0%， $\leq 100,000$ CFU/mL比例为68.0%， $\leq 200,000$ CFU/mL比例为77.8%， $\leq 500,000$ CFU/mL比例为91.0%， $\leq 1,000,000$ CFU/mL比例为93.8%。

表 6 菌落总数分段统计表 (%)

年份	样本数	菌落总数分段分析 (CFU/mL)				
		$\leq 50,000$	$\leq 100,000$	$\leq 200,000$	$\leq 500,000$	$\leq 1,000,000$
2017	365	49.0	63.6	74.5	88.5	90.1
2018	373	53.6	67.3	76.9	90.9	94.1
2019	432	58.6	72.5	81.3	93.3	96.8
	平均	54.0	68.0	77.8	91.0	93.8

将生乳中菌落总数预警值设置为500,000CFU/mL，主要是由于以下原因：

(1) 预警值设置为500,000CFU/mL, 符合GB 19301-2010《食品安全国家标准 生乳》中限量值2,000,000 CFU/mL的规定, 该生乳符合国家标准规定, 是安全的。

(2) 当生乳中菌落总数预警值设置为500,000CFU/mL时, 有91.0%的生乳符合要求, 也就是大部分的养殖场能够达到要求, 不会对生产实际造成太大影响。

(3) 生乳中菌落总数超过预警值的养殖场, 经过提升饲养管理水平, 改进挤奶设备、生乳贮运设备等, 很容易就能达到500,000CFU/mL的要求, 在实际生产过程中也比较容易操作。

(4) 经过咨询行业内59位专家意见, 一致认为菌落总数预警值设置为500,000CFU/mL比较合理, 养殖场控制在该技术指标也比较容易达到。

综合以上原因, 将生乳中菌落总数预警值设置为500,000CFU/mL。

11、复核验证

本标准制定完成后, 于2019年1月在河北唐山选取3个养殖场, 进行了数据验证, 经过连续12个月的验证, 结果表明, 本标准能够有效控制生乳中菌落总数(图5)。

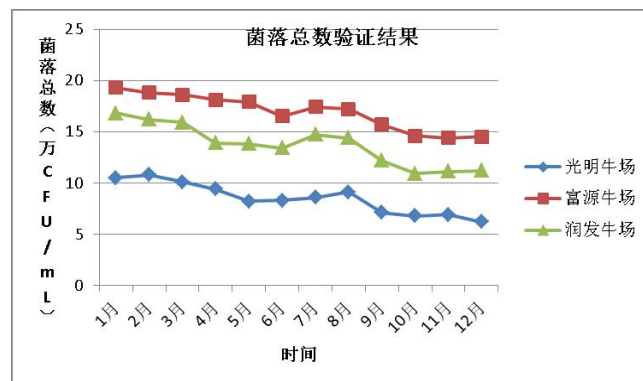


图5 标准验证菌落总数变化图

四、采用的国际标准

无。

五、与现行法律法规和强制性标准的关系

本标准符合《食品安全法》和《农产品质量安全法》的规定, 与现行法律、法规和强制性标准没有冲突。在标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章, 严格执行强制性国家标准和行业标准, 与相关的各种基础标准相衔接, 遵循政策性和协调同一性的原则。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、标准作为强制性或推荐性标准的意见

建议将本标准作为推荐性标准发布实施，并加强标准的宣贯。

八、贯彻标准的要求和措施建议

制定本标准是为了保障生乳质量安全，指导生乳安全生产，建议农业行政主管部门采用本标准对生乳生产进行指导。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

本标准在编制过程中，得到很多专家的指导和帮助，特此表示感谢！

项目编写组

2020年11月

ICS 67.100

CCS X 16

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX—XXXX

婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中碘的控制 技术规范

Technical specification for iodine control in raw milk of infant formula milk powder
in milk source base

(公开征求意见稿)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 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。

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畜牧兽医局提出。

本文件由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人：。

婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中碘的控制技术规范

1 范围

本文件规定了控制碘的生乳生产过程中的饲料、饮用水、药浴、环境、允许使用的含碘消毒剂、碘含量监测、纠偏、核实和记录。

本文件适用于婴幼儿配方乳粉奶源基地的生乳生产、挤奶、贮运过程中碘的控制。

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 5009.267 食品安全国家标准 食品中碘的测定

GB/T 26368 含碘消毒剂卫生要求

中华人民共和国兽药典

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 饲料

4.1 应使用不含碘消毒剂对饲料等进行消毒。

4.2 全混合日粮（TMR）中碘含量应低于5 mg/kg。

5 饮用水

5.1 应使用不含碘消毒剂对水源，供水、饮水设备等进行消毒。

5.2 饮用水中碘含量宜低于100 µg/L。

6 药浴

6.1 药浴液

- 6.1.1 应符合《中华人民共和国兽药典》的规定。
- 6.1.2 宜使用不含碘的药浴液进行药浴。
- 6.1.3 使用含碘药浴液时应现用现配，并在标签标示的有效期内使用。
- 6.1.4 应每月对药浴液中碘含量进行检测，检测方法按照《中华人民共和国兽药典》执行。

6.2 药浴方式

- 6.2.1 药浴方式宜按照淋洗—擦干—按摩—前药浴—擦干—前三把奶—挤奶—后药浴的顺序进行。
- 6.2.2 前药浴后应用干净的毛巾或者一次性纸巾擦干乳房，1头牛用1条毛巾或多片纸巾，毛巾用前应清洗、消毒。
- 6.2.3 药浴过程中挤奶人员手套应保持清洁卫生，应无药浴液残留。

7 环境

应使用不含碘消毒剂对牛舍、运动场，工作服，生产器具，生乳贮运设备等进行消毒。

8 允许使用的含碘消毒剂

- 8.1 允许使用的含碘消毒剂有碘酊、碘伏和复合含碘消毒剂。
- 8.2 碘酊、碘伏和复合含碘消毒剂应符合 GB/T 26368 的规定。

9 碘含量监测

应每周对生乳中碘进行检测，检测方法按照GB 5009.267执行。

10 纠偏

当生乳中碘含量超过35 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 时，应按第4章~第8章的要求逐项检查，并纠正。

11 核实

检测生乳中碘含量，当超过35 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 时，重复第10章要求，直至连续3 d生乳中碘含量不超过35 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 为止。

12 记录

12.1 应保存反映生乳碘状况的所有文件和记录。

12.2 记录包括但不限于以下方面：

- a) 饲料、饮用水、消毒剂和生乳中碘监测记录；
- b) 环境消毒记录、药浴液配制记录；
- c) 纠偏和核实记录；
- d) 消毒剂购买与使用记录。

12.3 记录保存 2 年以上。

农业行业标准

婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中 碘的控制技术规范

**Technical specification for iodine control in raw milk of
infant formula milk powder in milk source base**

标准编制说明 (公开征求意见稿)

中国农业科学院北京畜牧兽医研究所
唐山市农产品质量安全检验检测中心

2021年05月

婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中碘的控制技术规范

标准编制说明

一、背景及任务来源

（一）背景及意义

碘是人体的必需微量元素之一，有“智力元素”之称，健康成人人体内碘的总量为 20mg~50mg。机体所需要的碘主要从饮用水、食物及食盐中获取，富含碘的食物来源主要有海带等大型海藻、海产品以及蔬菜，还有强化碘的食品如乳粉、食盐等。碘缺乏易导致甲状腺功能低下，我国主要采用食用加碘盐来补充碘，但是日常摄入碘过量同样会引起“甲亢”等危害，基于此，我国《食用盐》标准中碘的含量由 2000 年的 20mg/kg~50mg/kg（GB 5461-2000）降低到了 2016 年的 14mg/kg~39mg/kg（GB/T 5461-2016）。随着人们生活水平的提高，人们的饮奶需求越来越高，但是从近几年生乳中碘的监测结果看，生乳中的碘含量高低差异很大（表 1），目前个别地区的生乳加工成婴幼儿奶粉，存在一定的风险。为了控制生乳中碘的含量水平，有必要制定生乳生产过程中碘的控制技术规范。

表1 2017年~2019年度生乳验证结果统计表

项目	2017年	2018年	2019年
平均值（ $\mu\text{g}/100\text{g}$ ）	16.2	15.1	15.4
最大值（ $\mu\text{g}/100\text{g}$ ）	158.3	247.6	97.8

（二）任务来源

本标准根据农业农村部 2020 年 6 月下达的农质标函[2020]128 号《生乳中碘的生产过程控制技术规范》（2020-128-422）立项，项目编号为 HYB-20110。本标准由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所和唐山市农产品质量安全检验检测中心共同起草编写。

二、主要工作过程

（一）前期准备

1、文献检索与收集

目前国内外并没有生乳生产过程中专门的控制碘的技术措施，在编写标准之前，我们首先查阅了大量国内外关于生乳中碘的法律法规和标准，结果如下：

(1) 国外：欧盟食品中污染物限量标准（EC）No 1881/2006 规定了生乳中污染物的残留限量要求，但其中不含有碘；国际食品法典委员会（CAC）关于生乳中污染物限量标准《食品和饲料中污染物和毒素通用标准》（CODEX STAN 193-1995），也并未对生乳中碘含量进行规定；韩国生乳中污染物限量标准韩国食品法典第二章第 5 条《食品通用标准和规范》也未明确规定生乳中碘的含量。

国外大部分食品中并未规定碘的限量，日本“肯定列表制度”规定了生乳中农业化学品残留限量要求，碘属于“豁免物质”，无任何残留限量要求；国际食品法典委员会（CAC）中《国际食品法典标准 婴儿配方食品》（CODEX STAN 72-1981）2007 年修订版，未对碘含量进行规定。

(2) 国内：《兽药管理条例》规定了兽药的研制、生产、经营、进出口、使用和监督管理，NY/T 5030-2016《无公害农产品 兽药使用准则》规定了兽药的使用要求，但都未对含碘药浴液做出明确规定；GB/T 26368-2020《含碘消毒剂卫生要求》规定了碘酊有效碘含量范围：18g/L~22g/L，碘伏和复合含碘消毒剂有效碘含量范围：1g/L~10g/L，但也未明确规定作为奶牛乳头药浴液的要求；NY/T 5049-2001《无公害食品 奶牛饲养管理准则》、NY/T 2798.9-2015《无公害农产品 生产质量安全控制技术规范第 9 部分：生鲜乳》对挤奶管理、消毒方法等进行了规定，但也未明确规定药浴液的品种以及药浴方式。

我国大部分食品中并未规定碘的限量，如：GB 19301-2010《食品安全国家标准 生乳》未对碘含量进行规定，仅有部分食品有规定，如：GB 10765-2010《食品安全国家标准 婴儿配方食品》中规定，婴儿配方食品碘含量为 2.5 μ g/100kJ~14.0 μ g/100kJ；GB 10769-2010《食品安全国家标准 婴幼儿谷物辅助食品》中规定，婴幼儿谷物辅助食品碘含量为 1.4 μ g/100kJ~8.8 μ g/100kJ。

根据标准编制小组查阅和掌握的资料，目前国内外没有生乳生产过程中专门控制碘的相关标准或者规范。

2、养殖企业考察调研

对生乳的生产过程进行调研，内容主要有以下 5 个方面：1、饲料；2、饮用水；3、药浴液使用品种及用量；4、药浴方式；5、生乳中碘含量。

（二）制定标准实施方案

起草单位于 2019 年 1 月制定了详细的实施方案，并组建了标准编制小组，包括。

（三）标准制定和研究

2019 年 1 月，编制小组查阅了大量国内外相关标准和文献，调研了多家生产企业，

在“饲料中碘向生乳中转化验证试验”、“药浴液中碘向生乳中转化验证试验”的基础上得出结论：生乳中碘的主要来源是饲料、饮用水和含碘药浴液。通过对碘主要来源的分析来制定相应的控制措施。同时开始分析数据库中现有数据，主要有饲料中的碘含量、饮用水中的碘含量和生乳中的碘含量等数据。组织相关技术人员参加“农产品质量安全”、“GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写”和“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”等相关培训，为起草标准做好技术储备。

（四）起草标准文本

2019年10月，按照《GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》起草编写标准文本内容和编制说明内容。

本标准为您推荐性标准，其主要内容包括：（1）封面；（2）前言；（3）标准主体内容：范围、规范性引用文件、术语和定义、饲料、饮用水、药浴、环境、允许使用的含碘消毒剂、碘含量监测、纠偏、核实和记录。

2020年10月，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》对标准文本内容进行了修改。

（五）第一次征求意见

拟定标准初稿和编制说明初稿，根据相关方面意见和试验验证结果，对标准初稿进行了修改和完善，在此基础上，形成标准征求意见稿，2019年10月向养殖企业、生产企业、高等院校、科研院所发出征求意见函，其中养殖企业2个，占11%，高等院校2个，占11%，科研院所14个，占78%，总计发出24份，回函21份，收集意见共51条，其中采纳43条，未采纳8条。

（六）标准第一次预审

2019年12月15日在中国农业科学院北京畜牧兽医研究所召开了标准预审会。农业农村部乳品质量监督检验测试中心、全国畜牧总站、中国农业大学、中国奶业协会、国家奶业科技创新联盟、天津市奶业科技创新协会、农业农村部乳品质量监督检验测试中心（哈尔滨）、农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（呼和浩特）、农业农村部农产品质量安全监督检验测试中心（乌鲁木齐）、黑龙江飞鹤乳业有限公司、内蒙古蒙牛乳业（集团）股份有限公司、光明乳业股份有限公司、内蒙古优然牧业有限责任公司等13家企事业单位参与审定。与会专家有张宗城、顾佳升、张书义、施正香、周振峰、屈雪寅、李琴、杨菊香、王丽芳、陈贺、蒋士龙、王典、王孟辉、孙丽生、王加启、张养东、刘慧敏，专家组组长由张宗城担任。

起草单位就标准制定情况进行了20分钟的PPT汇报，同时提交了标准文本、编制说明、函审的意见处理表和预审会意见表等纸质材料。专家组对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真、细致的审查和讨论，共提出10项意见，起草单位全部采纳了专家意见，并在第一时间对标准文本和编制说明进行了修改和补充（表2）。

表 2 预审会专家审定意见修改情况说明

编号	专家意见	修改情况
1	1. 去掉“的要求”	已修改。
2	3.3.2 修改为“应对预混料、舔砖等碘含量进行合理控制。”	已修改，见 3.3.2。
3	3.4.1 对顺序进行修改。	已修改，见 3.4.1。
4	4.1 删除“碘的乙醇溶液，”	已删除。
5	4.2 删除“碘、聚乙烯吡咯烷酮（聚维酮）类和聚醇醚类非离子表面活性剂、碘化钾等组分制成的络合碘消毒剂，”	已删除。
6	5.1 修改为“建立生乳碘含量监测计划，定期检测，检测方法参照 GB 5009.267。”	已修改，见 5.1。
7	5.2 修改为“当碘含量超过 35 μ g/100g，不应作为婴儿配方食品原料。”	已修改，见 5.2。
8	5.增加 5.3 应有药浴液和生乳中碘含量的定期检测记录，保存 2 年以上。	已修改，见 5.3。
9	6.删除。	已删除。
10	7.删除。	已删除。

（七）第二次征求意见

起草单位于 2020 年 10 月面向国内科研、教学、生产和检测等领域专家发出征求意见函。其中大学和科研单位 10 家，占 77%，检验机构 2 家，占 15%，企业 1 家，占 8%；发函件数 33 份，回函件数 20 份，有意见为 16 份，无意见 4 份，共收到意见 42 条，其中采纳 33 条，部分采纳 5 条，不采纳 4 条。标准制定小组及时总结函审意见，进一步补充了实验数据并修改了标准文本内容。

此次征求意见中，根据多位专家意见，将标准名称由“生乳中碘的生产过程控制技术规范”修改为“生乳生产过程中碘的控制技术规范”。

（八）标准第二次预审

2021 年 1 月 13 日，由中国农业科学院北京畜牧兽医研究所组织，召开了线上标准预审会。农业农村部农产品质量安全中心万靓军研究员、农业农村部乳品质量监督检验测试中心高级工程师张宗城、中国标准化研究院姚晓静研究员、中国农业大学动物科技学院李胜利教授、杨红建教授、中国农业科学院上海兽医研究所陈兆国研究员、北京市畜牧总站奶牛产业技术体系郭江鹏研究员、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所毛雪飞副研究员、中优乳业研究院屈雪寅博士、内蒙古优然牧业技术总监王典等 12 位专家参加了线上预审。由张宗城高级工程师任专家组组长。

起草单位就标准制定情况进行了 15 分钟的 PPT 汇报，同时提交了标准文本、编制说明、函审的意见处理表和预审会意见表等纸质材料。专家组对标准的格式和技术内容进行了逐条、认真、细致的审查和讨论，共提出 5 项意见，将标准名称由《生乳生产过程中碘的控制技术规范》更改为《婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中碘的控制技术规范》。专家组一致认为，该标准制定的技术内容达到任务书的要求，同意通过预审，建议起草单位按专家意见修改后提交标委会审定。起草单位全部采纳了专家意见，并在第一时间对标准文本和编制说明进行了修改和补充（表 3）。

表 3 预审会专家审定意见修改情况说明

编号	专家意见	修改情况
1	由于该标准包括生产和贮运方面，主要是针对生产婴幼儿配方食品的生乳，将标准名称由《生乳生产过程中碘的控制技术规范》更改为《婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中碘的控制技术规范》。	已修改为《婴幼儿配方乳粉奶源基地生乳中碘的控制技术规范》。
2	6.1.4“参照中华人民共和国兽药典”修改为“按照《中华人民共和国兽药典》”。	已修改为“按照《中华人民共和国兽药典》”，见 6.1.4。
3	6.2.1“宜”前面增加“药浴方式”。	已修改，见 6.2.1。
4	6.2.3“双手（手套）”修改为“手套”。	已修改，见 6.2.3。
5	补充编制说明中主要内容确定的依据。	已修改，见编制说明。

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

（一）标准制定过程遵循的基本原则

本标准按照 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，同时遵循以下原则：

（1）政策性：制定本标准直接关系到国家和广大人民群众的利益。因此，在制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法规和规章。

（2）先进性：对本标准中有关内容的确定，力求反映本研究领域的国内外先进技术和经验，使标准中所规定的技术内容有利于碘的控制。

（3）规范性：在本标准征求意见稿的编制过程中力求做到技术内容的叙述正确无误，文字表达准确和简明易懂，标准的构成严谨合理；内容编排、层次划分等符合逻辑。

（4）可操作性：可操作性是制定标准的必备因素，因此，在制定标准的过程中，始终把经济实用和可操作性作为重要的依据，以便在执行中容易操作。

（二）主要技术内容确定的依据

1、饲料

(1) 饲料 (TMR) 中碘含量验证

编制小组在 2017 年~2019 年共取样验证了 1020 批饲料 (TMR) 样品, 验证结果显示, 饲料(TMR)中碘(以干物质计)含量范围 0.34mg/kg~17.3mg/kg, 平均值为 1.77mg/kg。



图 1 各年度饲料中碘平均值和最大值图

农业部公告第 2625 号《饲料添加剂安全使用规范》规定, 碘在全混合日粮中的最高限量为 5mg/kg, 1020 批样品中, 有 85 批超过了限量规定, 占 8.3% (表 4)。

表4 饲料验证结果统计表

样品名称	样品数量 (批)	检测项目	含量			
			≤5mg/kg		>5mg/kg	
			数量(批)	百分比(%)	数量(批)	百分比(%)
饲料	1020	碘	935	91.7	85	8.3

由表 5 可以看出, 当饲料中碘含量小于 2mg/kg 时, 生乳中碘平均值为 12.3μg/100g; 当饲料中碘含量在 2mg/kg~4mg/kg 之间时, 生乳中碘平均值为 15.2μg/100g; 当饲料中碘含量在 4mg/kg~5mg/kg 之间时, 生乳中碘平均值为 16.7μg/100g; 当饲料中碘含量大于 5mg/kg 时, 生乳中碘平均值为 22.9μg/100g, 显著高于其他 3 组 ($P<0.05$)。

表5 饲料和生乳中碘含量区段分析结果统计表

项目	碘含量区段分析			
	0~2	2~4	4~5	>5
饲料中碘含量范围 (mg/kg)	0~2	2~4	4~5	>5
生乳中碘平均值 (μg/100g)	12.3	15.2	16.7	22.9

(2) 饲料中碘向生乳中转化验证试验

选择胎次 (2 胎~3 胎)、产奶量 (20kg~25kg)、产奶天数 (80d~120d) 相近的 14 头健康中国荷斯坦奶牛, 采用完全随机试验设计, 共设 1 个对照组、2 个试验组, 试验期为 30d。按照牧场原有常规顺序对奶牛进行饲养管理, 对照组采用牧场原有 TMR 日粮,

试验 1 组在原有 TMR 日粮基础上添加碘 $4\text{mg}\cdot\text{头}^{-1}\cdot\text{天}^{-1}$ ，试验 2 组在原有 TMR 日粮基础上添加碘 $8\text{mg}\cdot\text{头}^{-1}\cdot\text{天}^{-1}$ ，每日饲喂时将碘化钾一次性喂入。

每头牛每天挤奶 2 次，每次记录产奶量，然后汇总成一天的产奶量。每头牛早晚各取生乳 100mL，2 次样品混合比例为 6:4， 4°C 冷藏保存。其中产奶量每天统计，试验第 1、5、9、13、17、21、25、29 天采集奶样。验证项目包括：水中碘、饲料碘、产奶量、乳蛋白、乳脂肪、乳碘。碘检测方法参照国家标准 GB 5009.267-2016，GB/T 13882-2010，GB 8538-2016。

从图 2 可以看出，日粮中添加碘 $4\text{mg}\cdot\text{头}^{-1}\cdot\text{天}^{-1}$ 和 $8\text{mg}\cdot\text{头}^{-1}\cdot\text{天}^{-1}$ 均可提高乳碘含量，添加碘 $8\text{mg}\cdot\text{头}^{-1}\cdot\text{天}^{-1}$ 时，乳碘含量平均增加 $1.01\mu\text{g}/100\text{g}$ ，差异极显著 ($P<0.01$)，说明日粮中加碘会使乳碘含量相应增加。

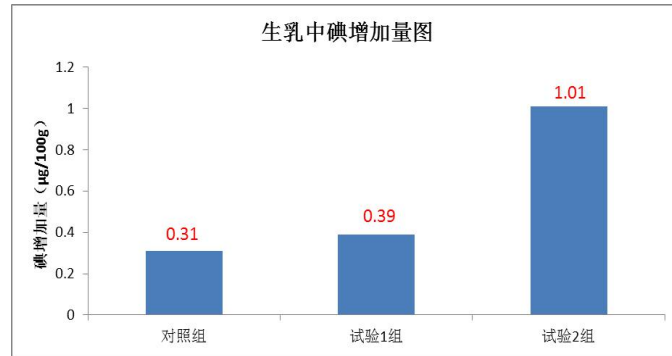


图2 生乳中碘增加量图

(3) 饲料消毒对比试验

采用完全随机试验设计，共设 1 个对照组、1 个试验组，对照组采用不含碘消毒剂进行消毒，试验组采用 0.1% 聚维酮碘进行消毒。消毒方式为饲料表面喷雾消毒，消毒时间 3 分钟。消毒完毕后取饲料进行检测，方法参照国家标准 GB/T 13882-2010。

由图 3 可以看出，对照组采用不含碘消毒剂进行消毒，饲料中碘含量平均为 $1.32\text{mg}/\text{kg}$ ，试验组采用 0.1% 聚维酮碘进行消毒，饲料中碘含量平均为 $2.41\text{mg}/\text{kg}$ ，显著高于对照组 ($P<0.05$)。说明使用含碘消毒剂对饲料消毒会使饲料中碘含量相应增加。

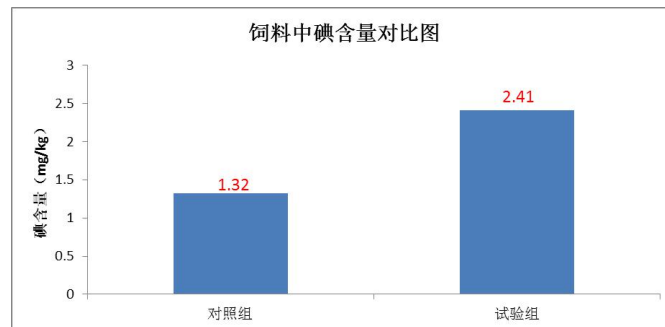


图3 饲料中碘含量对比图

基于以上研究结果，本标准按照农业部公告第 2625 号《饲料添加剂安全使用规范》

要求，全混合日粮中碘含量应低于 5mg/kg；由于日粮中加碘会使乳碘含量相应增加，为了避免外源性的碘进入饲料中，本标准规定应使用不含碘的消毒剂对饲料等进行消毒。

2、饮用水

(1) 饮用水中碘含量验证

编制小组在 2017 年~2019 年共取样验证了 1020 批饮用水样品，验证结果显示，饮用水中碘含量范围 0.68 μ g/L~254.91 μ g/L，平均值为 14.46 μ g/L。



图4 各年度饮用水碘平均值和最大值图

GB/T 19380-2016《水源性高碘地区和地方性高碘甲状腺肿病区的划定》中规定，居民饮用水碘含量超过 100 μ g/L 时划定该区域为高碘地区，1020 批样品中，有 36 批超过了高碘地区划定标准，占 3.5%（表 6）。

表6 饮用水验证结果统计表

样品名称	样品数量(批)	检测项目	含量			
			$\leq 100\mu$ g/L		$> 100\mu$ g/L	
			数量(批)	百分比(%)	数量(批)	百分比(%)
饮用水	1020	碘	984	96.5	36	3.5

由表 7 可以看出，当饮用水中碘含量小于 50 μ g/L 时，生乳中碘平均值为 13.8 μ g/100g；当饮用水中碘含量在 50 μ g/L~100 μ g/L 之间时，生乳中碘平均值为 15.6 μ g/100g；当饮用水中碘含量大于 100 μ g/L 时，生乳中碘平均值为 22.5 μ g/100g，显著高于其他组 ($P<0.05$)。

表7 饮用水和生乳中碘含量区段分析结果统计表

项目	碘含量区段分析		
水中碘含量范围 (μ g/L)	0~50	50~100	> 100
生乳中碘平均值 (μ g/100g)	13.8	15.6	22.5

(2) 饮用水中碘向生乳中转化验证

S. I. Borucki Castro (2011)、Gerhard Flachowsky (2014) 的研究结果显示，饮用水中

碘可转移到生乳中，不同地区随着饮用水中碘含量的不同生乳中碘含量也有一定差异。

编制小组在河北滦南县随机选择牛场 20 个（沿海）、张家口市随机选择牛场 20 个（内陆），对生乳、水中碘含量进行了验证。验证结果显示，沿海地区水中碘高于内陆地区，且随着水中碘含量的增加沿海地区生乳中碘也高于内陆地区（表 8）。说明饮用水中碘会使乳碘含量相应增加。

表8 沿海、内陆地区碘含量统计表

参数	地区	样品数量	最小值	最大值	平均值
水（ $\mu\text{g/L}$ ）	内陆	20	0	11.7	5.5
	沿海	20	4.3	13.4	8.1
生乳（ $\mu\text{g}/100\text{g}$ ）	内陆	20	2.9	19.9	9.7
	沿海	20	17.2	29.3	23.0

（3）饮用水消毒对比试验

采用完全随机试验设计，共设 1 个对照组、1 个试验组，对照组采用不含碘消毒剂进行消毒，试验组采用 0.1%聚维酮碘进行消毒。消毒方式为饮水槽喷雾消毒，消毒时间 3 分钟。消毒完毕后取水样进行检测，方法参照国家标准 GB 8538-2016。

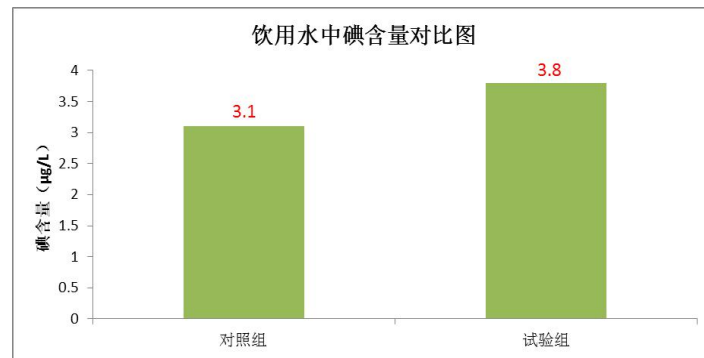


图5 饮用水中碘含量对比图

由图 5 可以看出，对照组采用不含碘消毒剂进行消毒，饮用水中碘含量平均为 $3.1\mu\text{g/L}$ ，试验组采用 0.1%聚维酮碘进行消毒，饮用水中碘含量平均为 $3.8\mu\text{g/L}$ ，显著高于对照组 ($P<0.05$)。说明使用含碘消毒剂对水源、饮水设备等消毒会使饮用水中碘含量相应增加。

当饮用水碘含量超过 $100\mu\text{g/L}$ 时，生乳中碘含量显著增高，所以，本标准规定饮用水中碘含量宜低于 $100\mu\text{g/L}$ ；由于饮用水中的碘会使乳碘含量相应增加，为了避免外源性的碘进入饮用水中，本标准规定应使用不含碘的消毒剂对水源，供水、饮水设备等进行消毒。

3、药浴

（1）调研药浴液使用品种、用量以及药浴方式

编制小组在 2014 年~2019 年共调研了 862 个奶牛养殖场（生乳收购站），其中使用

不含碘药溶液的有 29 个，占 3.4%；使用含碘药溶液的 833 个，占 96.6%（表 9）。使用含碘药溶液的养殖场中有效碘含量在 1g/L~10g/L 的有 736 个，占 85.4%；大于 10g/L 的有 126 个，占 14.6%（表 10）。所有调研的养殖场，都未对含碘药溶液进行碘含量检测。

表9 药浴液品种统计表

药浴液 (批)	药浴液数量及占比			
	含碘药浴液		不含碘药浴液	
	数量(批)	百分比(%)	数量(批)	百分比(%)
862	833	96.6	29	3.4

表10 药浴液用量统计表

药浴液 (批)	药浴液用量及占比			
	有效碘含量1g/L~10g/L		有效碘含量>10g/L	
	数量(批)	百分比(%)	数量(批)	百分比(%)
862	736	85.4	126	14.6

在调研的2300个奶牛养殖场（生乳收购站）中，有2236个药浴顺序是：淋洗—擦干—按摩—前药浴—擦干—前三把奶—挤奶—后药浴的顺序，占97.2%，684个养殖场有省略淋洗、擦干步骤的现象，有34个存在擦干毛巾混用的现象，占1.5%。

(2) 不同模式下生乳中碘含量验证试验

①不同养殖模式生乳中碘含量验证试验

按照牧场、合作社、小区 3 种养殖模式分组，分别对生乳中碘的含量进行验证。其中牧场 220 批，平均值为 18.6 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；小区 6 批，平均值为 16.9 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；合作社 54 批，平均值为 14.7 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 。牧场碘含量最高，合作社碘含量最低，但牧场、合作社、小区 3 种养殖模式并无显著差异 ($P>0.05$)。

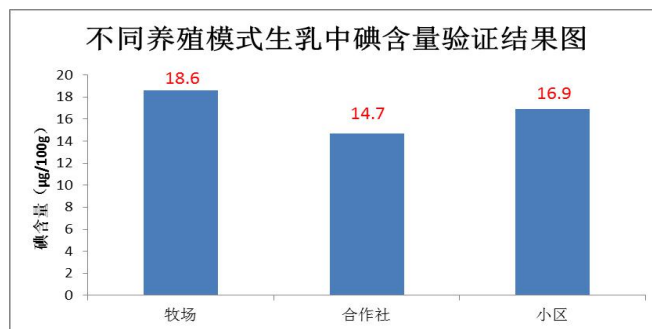


图6 不同养殖模式生乳中碘含量验证结果图

②不同泌乳牛存栏数生乳中碘含量验证试验

按照不同的泌乳牛存栏数（100头以内、101头~200头、201头~300头、301头~500头、500头以上、）分组，分别对生乳中碘的含量进行验证。其中泌乳牛存栏数100头以内34批，平均值为17.7 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；泌乳牛存栏数101头~200头123批，平均值为16.9 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；泌乳牛存栏数201头~300头51批，平均值为18.6 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；泌乳牛存栏数301头~500头36批，平均值为17.4 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；泌乳牛存栏数大于500头36批，平均值为20.9 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 。泌乳牛存栏数大于500头碘含量最高，101头~200头碘含量最低，但不同的泌乳牛存栏数牛场之间并无显著差异（ $P>0.05$ ）。

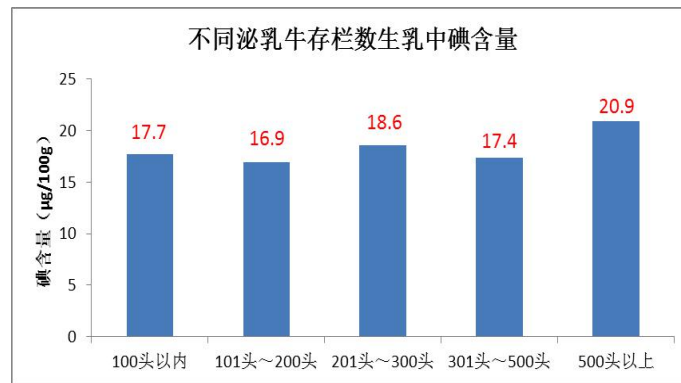


图7 不同泌乳牛存栏数生乳中碘含量验证结果图

③不同挤奶次数生乳中碘含量验证试验

在使用含碘药浴液的前提下，按照不同的日挤奶次数（1次、2次、3次）分组，分别对生乳中碘的含量进行验证，其中日挤奶1次的3批，平均值为11.7 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；日挤奶2次的127批，平均值为15.1 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；日挤奶3次的108批，平均值为22.7 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 。日挤奶3次的生乳碘含量最高，随着挤奶次数（药浴次数）增加，生乳碘含量显著增高（ $P<0.05$ ）。

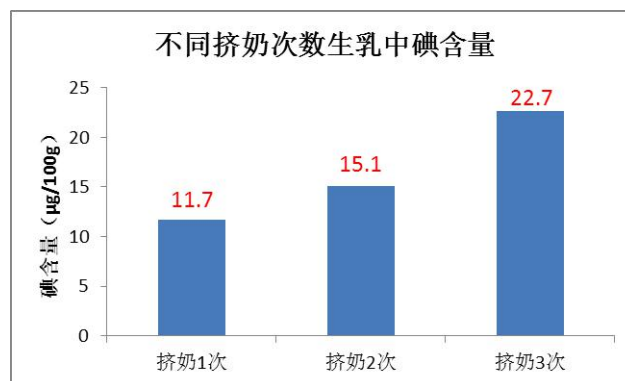


图8 不同挤奶次数生乳中碘含量验证结果图

④不同药浴方式生乳中碘含量验证试验

按照不同的药浴方式（前后药浴都不使用含碘药溶液，前药浴使用、后药浴不使用含碘药溶液，前药浴不使用、后药浴使用含碘药溶液，前后药浴都使用含碘药溶液）分组，分别对生乳中碘的含量进行验证，其中前后药浴都不使用含碘药溶液的 25 批，平均值为 12.9 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；仅前药浴使用含碘药溶液的 11 批，平均值为 13.7 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；仅后药浴使用含碘药溶液的 6 批，平均值为 13.5 $\mu\text{g}/100\text{g}$ ；前、后药浴均使用含碘药溶液的 238 批，平均值为 18.5 $\mu\text{g}/100\text{g}$ 。前、后药浴均使用含碘药溶液的生乳碘含量最高，且显著高于其他药浴方式（ $P<0.05$ ）。

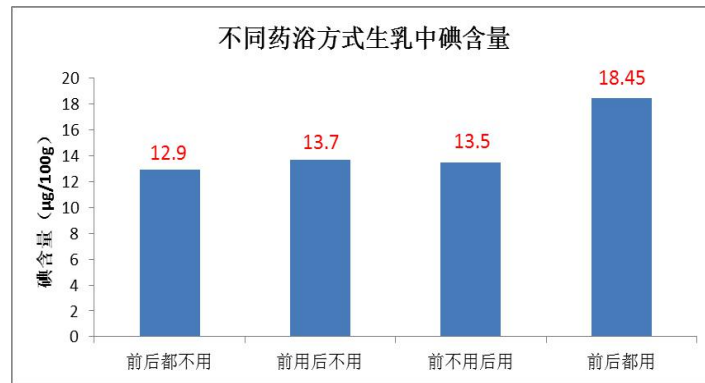


图9 不同药浴方式生乳中碘含量验证结果图

通过不同模式下生乳中碘含量验证试验，不同养殖模式和不同泌乳牛存栏数两种情况下，生乳中的碘含量差异不显著，说明不同养殖模式和不同泌乳牛存栏数对生乳中碘的含量影响较小；在使用含碘药溶液情况下，随着挤奶次数（药浴次数）的增加，生乳中碘的含量随之增加；从药浴种类方面看，挤奶前后使用含碘药溶液的生乳中碘的含量显著高于不使用或者前后药浴只使用一次的生乳中碘的含量。

（3）药浴液中碘向生乳中转化验证试验

选择胎次（2胎~3胎）、产奶量（20 kg~25kg）、产奶天数（80 d~120d）相近的24头健康中国荷斯坦奶牛，采用完全随机试验设计，共设1个对照组、1个试验组，试验期为14d（预试期7d，正试期7d）。按照牧场原有常规程序对奶牛进行饲养管理。

对照组采用不含碘药溶液进行药浴，试验组采用1.0%聚维酮碘进行药浴。药浴方式为挤奶前用温水清洗2次，一次性纸巾擦干，立即用药浴杯浸泡乳头10s，一次性纸巾擦干；挤奶后用药浴杯浸泡乳头10s，一次性纸巾擦干。

每头牛早晚各取生乳100mL，2次样品混合比例为6:4，4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏保存，连续采集14d。验证指标为碘，方法参照国家标准GB 5009.267-2016。

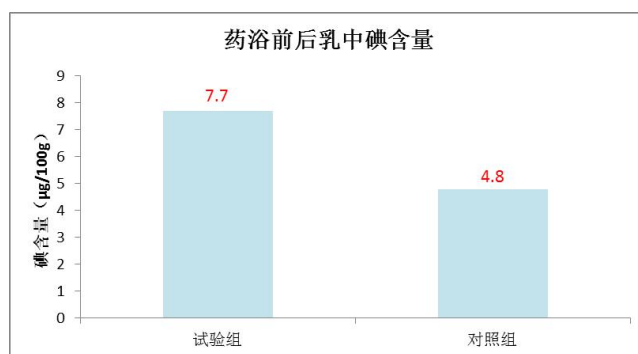


图10 药浴前后生乳中碘含量图

由图10可以看出，对照组采用不含碘消毒剂进行药浴，生乳中碘含量平均为4.8µg/100g，试验组采用1.0%聚维酮碘进行药浴，生乳中碘含量平均为7.7µg/100g，试验组和对照组差异极显著 ($P < 0.01$)。说明药浴液中碘会使乳碘含量相应增加。

S. I. Borucki Castro (2012), French Elizabeth A (2016) 的研究结果也显示，含碘药浴液会增加生乳中碘的含量，与本标准研究结果一致。

(4) 药浴液杀菌效果试验

选择胎次(2胎~3胎)、产奶量(20 kg~25kg)、产奶天数(80 d~120d)相近的24头健康中国荷斯坦奶牛，采用完全随机试验设计，共设1个对照组、1个试验组。对照组采用不含碘药浴液进行药浴，试验组采用1.0%聚维酮碘进行药浴。药浴方式为挤奶前用温水清洗2次，一次性纸巾擦干，立即用药浴杯浸泡乳头10s，一次性纸巾擦干；挤乳后用药浴杯浸泡乳头10s，一次性纸巾擦干。

每头牛乳房用水清洗擦干后，进行采样1次，药浴擦干后再取样1次。每头牛采样4处，左前、右前、左后、右后乳头口各1处。取装有10mL无菌生理盐水的无菌试管，用无菌棉签蘸取生理盐水，在预定部位取样后，将采样棉签放入试管，低温保存。检测指标为菌落总数，方法参照国家标准GB 4789.2-2016进行检测。

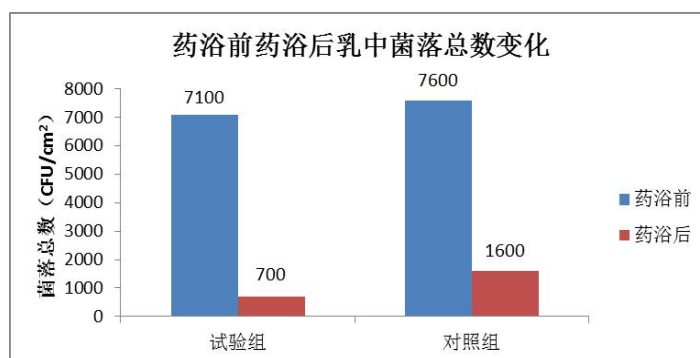


图11 药浴前后前后菌落总数变化图

由图11可以看出：药浴液使用前后的菌落总数变化明显，对照组由用药前的 0.76×10^4 CFU/cm²降低到用药后的 0.16×10^4 CFU/cm²，灭杀菌效果达到78.9%，试验组由用

药前的 $0.71 \times 10^4 \text{CFU/cm}^2$ 降低到用药后的 $0.07 \times 10^4 \text{CFU/cm}^2$ ，杀菌效果达到90.1%，对照组和试验组之间杀菌效果无显著差异 ($P > 0.05$)。说明，含碘药溶液和不含碘药溶液都能够有效降低菌落总数，杀菌效果并无显著差异。

由于在调研的过程中发现有14.6%的养殖场有超剂量使用药溶液的现象，所以，本标准规定，药溶液使用应符合《中华人民共和国兽药典》的规定，使用含碘药溶液时应现用现配，并在标签标示的有效期内使用；由于使用含碘药溶液能够显著增高乳中碘的含量，所以本标准规定宜使用不含碘的药溶液进行药浴，药浴过程中挤奶人员手套应保持清洁卫生，应无药溶液残留；由于调研的所有养殖场都未对含碘药溶液进行碘含量检测，所以本标准规定，应每月对药溶液中碘含量进行检测，检测方法按照《中华人民共和国兽药典》执行。

在调研的养殖场中有97.2%药浴顺序是：淋洗—擦干—按摩—前药浴—擦干—前三把奶—挤奶—后药浴的顺序，所以本标准规定宜按照以上顺序进行药浴；由于有1.5%的养殖场有毛巾混用的现象，所以本标准规定，前药浴后应用干净的毛巾或者一次性纸巾擦干乳房，1头牛用1条毛巾或多片纸巾，毛巾用前应清洗、消毒。

4、环境

采用完全随机试验设计，共设1个对照组、1个试验组，对照组采用不含碘消毒剂进行消毒，试验组采用0.1%聚维酮碘进行消毒。消毒方式为对贮奶罐喷雾消毒，消毒时间3分钟。消毒清洗完毕后，按正常程序挤奶，取生乳进行检测，方法参照国家标准 GB 5009.267-2016。

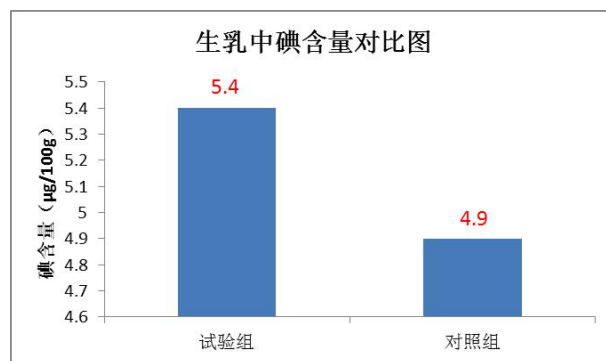


图12 生乳中碘含量对比图

由图12可以看出，对照组采用不含碘消毒剂进行消毒，生乳中碘含量平均为 $4.9 \mu\text{g}/100\text{g}$ ，试验组采用0.1%聚维酮碘进行消毒，生乳中碘含量平均为 $5.4 \mu\text{g}/100\text{g}$ ，试验组显著高于对照组 ($P < 0.05$)。说明使用含碘消毒剂对贮奶罐消毒会使生乳中碘含量相应增加。

Gerhard Flachowsky (2014)、S. I. Borucki Castro (2011)的研究结果显示：牛奶中的碘含量相差很大，取决于牛场的环境、管理、乳头碘消毒剂等许多其他的影响因素。

基于以上研究结果，本标准规定应使用不含碘消毒剂对牛舍、运动场，工作服，生产器具，生乳贮运设备等进行消毒，避免由于外源性的代入而导致生乳中碘含量增高。

5、允许使用的含碘消毒剂

按照GB/T 26368-2020《含碘消毒剂卫生要求》规定，消毒过程中允许使用的碘制剂有碘酊、碘伏和复合含碘消毒剂。碘酊是指碘和碘化钾的乙醇溶液；碘伏是指由碘、聚氧乙烯脂肪醇醚、烷基酚聚氧乙烯醚、聚乙烯吡咯烷酮、碘化钾等组分制成的络合碘消毒剂；复合含碘消毒剂是指以有效碘和氯己定类、季铵盐类、乙醇为主要杀菌成分的复合消毒剂。

本标准规定碘酊、碘伏和复合含碘消毒剂应符合GB/T 26368的规定。

6、预警值

GB 10765-2010《食品安全国家标准 婴儿配方食品》中规定：产品在即食状态下每100mL所含的能量应在250kJ~295kJ，同时又规定碘的含量为2.5μg/100kJ~14.0μg/100kJ。通过计算，当产品能量最低是250kJ时，碘含量范围是6.3μg~35.0μg；当产品能量最高是295kJ时，碘含量范围是7.4μg~41.3μg，取既能满足最低能量要求又能满足最高能量要求的区间，故此得出碘含量范围是7.4μg~35.0μg，即，碘的上限值（预警值）是35.0μg/100g。

因此，当生乳作为婴儿配方食品原料时，碘含量不应超过35.0μg/100g。

编制小组在2017年~2019年共验证了1020批生乳样品，验证结果显示，生乳中碘含量范围2.4μg/100g~247.6μg/100g，平均值为15.6μg/100g，86.6%的检出值低于35.0μg/100g的要求（表11）。可以看出我国生乳中碘含量总体可控，86.6%的生乳可以作为婴儿配方食品原料。

表11 生乳验证结果统计表

样品 名称	样品数 量(批)	检测 项目	含 量			
			0~35μg/100g		>35μg/100g	
			数量(批)	百分比(%)	数量(批)	百分比(%)
生乳	1020	碘	883	86.6	137	13.4

7、碘含量监测

应每周对生乳中碘进行检测，检测方法按照GB 5009.267执行。当生乳中碘含量超过35μg/100g时，应采取相应的纠偏、核实措施，直至连续3d生乳中碘含量不超过35μg/100g为止。

8、复核验证

本标准制定完成后，于2019年1月在河北唐山选取3个养殖场，进行了数据验证，经过连续12个月的验证，结果表明，本标准能够有效控制生乳中碘的含量。

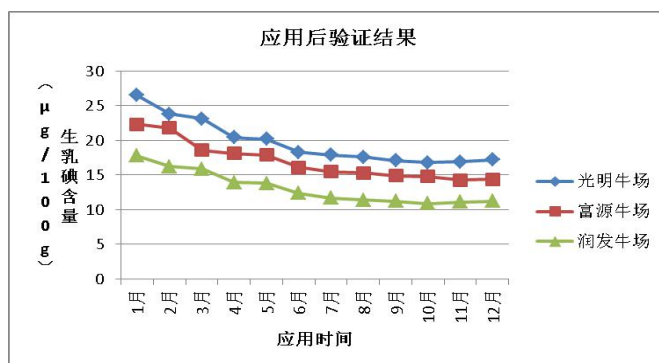


图13 标准验证结果变化图

四、采用的国际标准

无。

五、与现行法律法规和强制性标准的关系

本标准符合《食品安全法》和《农产品质量安全法》的要求，与现行法律、法规和强制性标准没有冲突。在标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章，严格执行强制性国家标准和行业标准，遵循政策性和协调同一性的原则。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

七、标准作为强制性或推荐性标准的意见

建议将本标准作为推荐性标准发布实施，并加强标准的宣贯。

八、贯彻标准的要求和措施建议

制定本标准是为了保障生乳质量安全，指导生乳安全生产，建议农业行政主管部门采用本标准对生乳生产进行指导。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

本标准在编制过程中，得到很多专家的指导和帮助，特此表示感谢！

项目编写组

2020年11月

ICS 65.120

CCS B 46

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T XXXX-XXXX

畜禽粪便中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的 测定 ICP-MS 检测法

Determination of copper, zinc, arsenic, chromium, cadmium, lead,
mercury in animal manure — Inductively coupled plasma mass
spectrometry (ICP-MS)

(公开征求意见稿)

20××-××-××发布

20××-××-××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。

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这些专利的责任。

本标准由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出。

本标准由全国畜牧工业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口。

本标准起草单位：江西省兽药饲料监察所。

本标准主要起草人：

畜禽粪便中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的测定

ICP-MS 检测法

1 范围

本文件规定了畜禽粪便中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的电感耦合等离子体质谱（ICP-MS）测定方法。

本文件适用于畜禽粪便中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的测定。

本文件的铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞定量限为0.2 mg/kg、1.0 mg/kg、0.2 mg/kg、0.1 mg/kg、0.01 mg/kg、0.1 mg/kg、0.005 mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规则和试验方法

GB/T 25169-2010 畜禽粪便监测技术规范

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

畜禽粪便试样经微波消解后，用电感耦合等离子质谱（ICP-MS）仪测定。以元素特定的质量数（质荷比， m/z ）定性，以待测元素与内标元素的质谱信号的强度比对待测元素的浓度校准曲线校准、外标法定量。

4.1 试剂或材料

除另有规定外，所用试剂均为优级纯。

警告：各种强酸应小心操作，稀释和取用均在通风橱中进行。

4.1 水：GB/T 6682，一级。

4.2 硝酸。

4.3 盐酸。

4.4 硝酸溶液：取 20 mL 硝酸，缓慢加入 980 mL 水中，混匀。

4.5 盐酸-硝酸混合：硝酸+盐酸 = 1+1，混匀，临用现配。

4.6 金（Au）元素有证标准溶液（1 000 mg/L）。

4.7 汞稳定剂溶液（2 mg/mL）：取 2 mL 金元素（Au）有证标准溶液（4.6），用硝酸溶液（4.4）稀释到 1000 mL，用于含汞标准溶液的配制，摇匀。

4.8 单元素标准储备溶液：铜、锌（10 mg/mL）和砷、铬、镉、铅、汞（1 mg/L）有证单元素标准溶液。

4.9 内标元素标准储备溶液：锗（Ge）、钪（Sc）、铟（In）、铋（Bi），有证单元素溶液（10 µg/mL）或多元素混合内标标准溶液（1 µg/mL）。

4.10 混合标准中间溶液：精确量取铜、锌、砷、铬、镉和铅标准储备溶液各 50 µL，精确量取汞标准储备溶液 10 µL，置于 50 mL 容量瓶中，用汞稳定剂溶液（4.7）稀释至刻度，摇匀，配置成铜、锌浓度为 10 µg/mL，砷、铬、镉和铅浓度为 1 µg/mL，汞浓度为 0.2 µg/mL 的混合标准中间溶液。

4.11 内标元素工作溶液：取适量内标单元素或多元素内标溶液，用硝酸溶液（4.4）配制合适浓度的溶液。

注：由于不同仪器蠕动泵管内径不同，内标工作溶液中内标元素的浓度难以统一规定，但可根据下述原则推算：即使在线加入内标并与样液混合后，内标元素的浓度约在 25 ng/mL ~100 ng/mL 范围之内。

4.12 铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞混合标准系列溶液：取适量混合标准中间溶液（4.10），用汞稳定剂溶液（4.7）逐级稀释配成混合标准系列溶液，各元素质量浓度见附录 A。临用现配。

4.13 氩气（Ar）：纯度≥99.995%。

4.14 氦气（He）：纯度≥99.995%。

5 仪器设备

5.1 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）。

5.2 微波消解仪：配有 50 mL 聚四氟乙烯消解罐，耐高温高压。

5.3 电子天平：感量 0.000 1 g。

5.4 电热鼓风恒温干燥箱。

5.5 移液管：5.0 mL。

注：所用的消解内罐、玻璃器皿容器等清洗干净后，再用20%硝酸溶液浸泡 2 h，用去离子水冲洗干净，晾干后使用。

6 样品

按 GB/T 25169-2010 制备畜禽粪便风干样品，经粗磨、细磨后，全部通过 0.25 mm 样品筛，混匀，备用。

7 试验步骤

7.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 0.2 g~0.5 g（精确到 0.0001 g）于消解罐中，准确加入盐酸-硝酸混合溶液（4.5）4 mL~8 mL，轻微振荡摇动，使试样和消解液混合，旋紧罐盖，置微波消解仪器中消解。参考消解条件：10 min 由室温匀速升温到 120 °C，保持 3 min，然后 5 min 内升温至 200 °C，保持 20 min（不同仪器可能有差别）。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，将试样溶液转移至 50 mL 容量瓶，用少量硝酸溶液（4.4）冲洗内盖和消解罐，洗涤液并入容量瓶，用硝酸溶液（4.4）定容，混匀。消解后如有不溶物质，应静置或离心，取上清液备用。同时制备空白试样溶液。

7.2 仪器参考条件

7.2.1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件，见表 1。

表 1 电感耦合等离子体质谱仪参考条件

参数名称	参数
射频功率	1500 W
等离子体气流量	18 L/min
辅助气流量	1.2 L/min
载气流量	0.78 L/min
检测方式	自动
检测模式	双模检测器
扫描次数	20
读数次数	1
重复次数	3
进样时间	120 s
样品延迟	15 s
冲洗	100 s
脉冲电压	1000
碰撞池模式气体流量	3.5 L/min

7.2.2 元素分析参考条件：

在质谱调谐通过后，各元素分析参考条件见表 2。

表 2 元素分析模式参考条件

序号	元素名称	元素符号	M/Z	内标	分析模式
1	铜	Cu	63	Ge	KED
2	锌	Zn	66	Ge	KED
3	砷	As	75	Ge	KED
4	铬	Cr	52	Sc	KED
5	镉	Cd	111、114	In	KED
6	铅	Pb	206、207、 208	Bi	KED
7	汞	Hg	202	Bi	KED

7.3 测定

按照上述仪器参考条件，调节电感耦合等离子体质谱仪至最佳工作分析状态，依次测定混合标准系列工作溶液（4.12）、空白溶液和试样溶液（7.1），同时导入内标元素工作溶液（4.11），测定待测元素和内标元素的信号响应值，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与内标元素质谱信号强度之比为纵坐标，绘制标准曲线。标准曲线线性相关系数 $r \geq 0.999$ 。试样溶液中待测元素与内标元素质谱信号响应值之比应在标准曲线线性范围之内。若超出线性范围时，应将其用硝酸溶液（4.4）做相应稀释后，重新测定。

8 试验数据处理

试样中各元素的含量以质量分数 X_i 表示，单位为毫克每千克（mg/kg），按公式（1）计算：

$$X_i = \frac{(C_i - C_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m ——试样的质量，单位为克（g）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

C_i ——试样测定溶液中待测元素的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

C_0 ——空白试液中待测元素的浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

f ——试样溶液的稀释倍数。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下，两次独立测试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%。

附录 A
(规范性)

A.1 ICP-MS 方法中元素的标准溶液系列质量浓度参见表 A.1

表 A.1 ICP-MS 方法中元素的标准溶液系列质量浓度

序号	元素	单位	系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	Zn	ng/mL	0	5	20	100	200	500
2	Cu	ng/mL	0	5	20	100	200	500
3	Cr	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
4	As	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
5	Cd	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
6	Pb	ng/mL	0	0.5	2	10	20	50
7	Hg	ng/mL	0	0.1	0.4	2	4	10

中华人民共和国农业行业标准

《畜禽粪便中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞
的测定 ICP-MS检测法》

编制说明

（公开征求意见稿）

江西省兽药饲料监察所

二〇二一年三月

《畜禽粪便中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞的测定 ICP-MS检测法》

编制说明

(终审会讨论稿)

一、标准制定背景及任务来源

1.1 标准制定背景

近年来,为了满足日益增长的生活需求,我国畜牧业持续发展,生产力稳步提升,畜牧业总体规模不断扩大,到2015年每年生产肉蛋奶1.55亿吨,带来畜禽粪污约38亿吨,至今仍有40%未有效处理和利用,未处理禽兽粪污一方面造成周边土壤污染、随雨水径流进一步造成水污染并扩大污染范围,养殖畜牧场废弃排泄物是继工业“三废”、农药、化肥、交通废气和居民生活废弃物之后的又一大环境污染源。

伴随着农业经济的快速发展,养猪场的规模化、集约化程度不断提高,养猪场产生的粪便大幅增加。根据安徽省统计年鉴中的数据对2008年安徽省畜禽养殖业粪便总排放量进行估算,2008年安徽省畜禽养殖业产生的粪便中Pb、Cd、Cr、Cu、Zn、As等重金属的产生量分别为72.59、2.30、125.97、977.96、1123.98、32.67 t, Hg为171.41 kg。有文献调查指出某县每年至少通过猪粪排出砷7.2吨、铜21.0~35.1吨,规模化养猪场又是其中的主要污染源。由于养殖者环保意识不强、猪场粪便处理控制技术不到位,用了粪便的土壤表面有一层白色的盐析,大多数养殖基地粪污只产不用,不仅使农田生态环境受到破坏,人们的生活环境也面临很大威胁。

江西省是养殖大省,年出栏生猪超过3300万头,其中供沪、供港生猪分别稳居全国第一、第二。目前,“一片两线生猪生产基地”(赣中优势片和浙赣铁路沿线、京九铁路沿线)20个生猪生产县年出栏生猪约1760头,占全省53%。一方面养殖业蓬勃发展,另一方面随着养殖业的规模化和组团发展,环境承担能力已经趋于极限。

铜(Cu)、锌(Zn)是动物机体必需微量元素之一,是非常重要的营养因

素，它们直接或间接参与动物的生长和发育。通常情况下仔猪日粮中铜为 6 mg/kg，肥育猪饲料中 3 mg/kg 就能满足最低营养需要。在养猪生产中，高铜作为促生长添加剂，高锌作为抗腹泻的手段，应用非常普遍。在我国从 1990 年开始畜禽养殖业中高铜被大量使用；这种杀鸡取卵式的技术被中国动物营养界滥用长达 20 年之久，并且随着铜的添加量的提高，铁、锌等元素的添加量也相应增加。从而导致铜、锌全面使用量的增加，粪便排污量上升。有些养殖场周围的土壤已经重金属大大超标，猪沼果模式已经受到影响，甚至连我省名牌脐橙都不敢施用猪粪等有机肥料。

重金属元素一般指在标准状况下密度大于 4.5 g/cm^3 的金属元素，畜禽粪便中常见的重金属元素有铜(Cu)、铅(Pb)、锌(Zn)、锡(Sn)、镍(Ni)、钴(Co)、锑(Sb)、汞(Hg)、铬(Cr)、镉(Cd)、铋(Bi)等。砷(As)虽不属于重金属，但因其来源以及危害都与重金属相似，故通常列入重金属类进行研究讨论。

近年来，我国重金属污染事件频发。大量重金属污染严重影响居民生活，导致社会对食品安全的关切也不断增加，要求也不断加强，政府如果不能提前排除风险因子，将面临多方面压力，事后补救措施的成本也不断上升，重金属作为发现的高危风险因子，要积极开展相关研究。

1.1.1 国家对重金属防控政策

“十二五”期间，我国制定并实施了《重金属污染综合防治“十二五”规划》，完成重点重金属污染物排放总量比2007年减少15%的目标。

2016年5月28日，国务院印发《土壤污染防治行动计划》，《行动计划》提出，到 2020 年，全国土壤污染加重趋势得到初步遏制，土壤环境质量总体保持稳定，农用地和建设用土壤环境安全得到基本保障，土壤环境风险得到基本管控。

生态环境部印发《关于加强涉重金属行业污染防控的意见》（环土壤〔2018〕22号），明确要求到2020年，全国重点行业的重点重金属污染物排放量比2013年下降10%，集中解决一批威胁群众健康和农产品质量安全的突出重金属污染问题，进一步遏制“血铅事件”、粮食镉超标等风险，要求聚焦重点行业、重点地区和重点重金属污染物，坚决打好重金属污染防治攻坚战。

2017年12月19日，农业部对《饲料添加剂安全使用规范》进行了调整并以2625号公告形式发布，该《规范》将于2018年7月1日实施，其核心是减少高铜和高锌

的使用。

目前，动物粪污中缺少铜和锌的检测方法，本标准建立畜禽粪污中铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞微波消解—电感耦合等离子体质谱仪测定7种重金属元素含量的检测标准，操作简单，实验快速，结果准确，是一种方便、快速、批量的检验方法。本标准的制定为快速监控畜禽粪便中7种重金属元素的排污量提供有效手段，对保护环境和预防重金属污染具有重要的意义，可以促进畜禽养殖的绿色可持续发展。

1.1.2 畜禽粪便中重金属限量规定

目前，我国没有制定养殖排放畜禽粪便中有关重金属限量的规定，但有畜禽粪便制作有机肥料的重金属限量值的标准，主要有：

《NYT 1334-2007 畜禽粪便安全使用准则》（见表1）

《NY 525-2012 有机肥料》（见表2）

GB 4284-2018 农用污泥污染物控制标准（见表3）

表1 制作肥料的畜禽粪便中重金属含量限值（干粪含量）

项目		土壤 pH			mg/kg
		pH 值<6.5	pH 值 6.5~7.5	pH 值>7.5	
		砷	旱作作物	50	50
	水稻	50	50	50	
	果树	50	50	50	
	蔬菜	30	30	30	
铜	旱作作物	300	600	600	
	水稻	150	300	300	
	果树	400	800	800	
	蔬菜	85	170	170	
锌	旱作作物	2000	2700	3400	
	水稻	900	1200	1500	
	果树	1200	1700	2000	
	蔬菜	500	700	900	

表2 有机肥料中重金属限量指标

项 目	mg/kg	
	限量指标	
总砷 (As) (以干基计)	≤15	
总汞 (Hg) (以干基计)	≤2	
总铅 (Pb) (以干基计)	≤50	
总镉 (Cd) (以干基计)	≤3	
总铬 (Cr) (以干基计)	≤150	

表3 农用污泥的污染物浓度限值

控制项目	mg/kg	
	污染物限值	
	A 级污泥产物	B 级污泥产物
总镉 (以干基计)	<3	<15
总汞 (以干基计)	<3	<15
总铅 (以干基计)	<300	<1000
总铬 (以干基计)	<500	<1000
总砷 (以干基计)	<30	<75
总锌 (以干基计)	<1200	<3000
总铜 (以干基计)	<500	<1500

注：A级：耕地、园地和牧草地；B级：园地、牧草地、不种植食用农作物的耕地

从上述限量值可以看到，铜、锌、砷、铬、镉、铅和汞的最低限值分别为85、500、15、150、3、50和2 mg/kg。

1.1.2 检测方法选择

目前，国家标准对铅、砷、铬、镉、铜、锌、铁和锰的检测方法主要有原子吸收光谱法、原子荧光法和分光光度法。但这些方法大多只能同时测定一种或几种元素，且操作步骤较为繁琐、分析周期长，有些元素的检出限也不够理想，不能满足多种金属元素的同时测定。电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定重金属含量是近些年新兴起的先进检测技术，具有检出限低、精密度高、线性范围宽、多种元素测定等优点，是一种具有广阔应用前景的痕量无机多元素分析技术，已经被广泛的应用于食品安全、环境、化工、材料、医药等领域。但利用ICP-MS法对畜禽粪污中的铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞进行分析，相关文献报道稀少，缺乏相关标准。

1.2 任务来源

本标准由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，由全国畜牧业标准化技术委员会（SAC/TC 274）归口，项目编号：农财发【2018】46号 201876。

二、主要工作过程

标准制定项目任务下达后，我单位成立了标准起草小组，负责标准的研制和编制起草工作。编制组成立后，进行了广泛的调查和深入研究工作，具体工作过程如下所示。

2018年01~02月查阅了国内外有关铜、锌、砷、铬、镉、铅、汞微波消解—电感耦合等离子体质谱仪测定7种重金属元素含量的检测标准、分析方法、论文等资料文献，了解与本标准项目相关的国内外标准现状，查询了ISO、农业标准、国家标准等资料，从而制定检测方案。进行数据分析，筛选出合理的测定步骤，优化出最佳的实验条件。

2018年03~04月按试验要求采购相关标准物质、试剂及必需仪器

2018年05~08月优化实验方法，包括仪器参数和分析条件，选择最优的消解液体系，做方法线性实验、方法回收率实验、方法重复性实验、方法稳定性实验；

2018年09~10月撰写标准文本征求意见稿、编制说明，征求意见，形成征求意见稿汇总表，找3家单位做验证实验，出具验证报告；

2018年12月16日在宁波组织有关专家召开标准预审会，专家组共提出7条意见；

2019年01~12月：根据预审专家组意见补充了有关试验，并请3家单位完成验证报告，按照标准模板进一步修改、完善标准文本和编制说明，形成标准预审稿。

2020年3月组织实施初审

2020年4月~2021年2月，根据预审专家组意见补充了有关试验，完成水分调查，重新确定方法检出限，增加样品代表性，按照标准模板进一步修改、完善标准文本和编制说明，形成标准终审稿。

三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

3.1 标准编制原则

本标准的结构、技术要素和表达方法按照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》、GB/T 20001.4-2020《标准编制规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求进行编写。

3.2 主要技术内容确定的依据

3.2.1 微波消解法

微波消解是样品材料通常由极性分子和非极性分子组成，在电磁场作用下，极性分子从原来的随机分布状态转向按照电场的极性排列取向。在高频电磁作用下，这些取向按交变电磁场的变化而变化，极性分子在微波电磁场中快速旋转和离子在微波场中的快速迁移、相互摩擦，迅速提高反应物温度，激发分子高速度旋转和振动，使之处于反应的准备状态或亚稳态，促使物质与酸等试剂发生反应被消解。

微波消解技术具有高效快速、试剂用量少、环境污染小等优点。

(1) 加热快、升温高，消解能力强，大大缩短了溶样时间

消解各类样品可在几分钟—二十几分钟内完成，比电热板消解速度快10-100倍。如凯氏定氮法消解试样需3-6小时，用微波消解只需9-18分钟，快20倍左右。还能消解许多传统方法难以消解的样品，如锆英石。快速消解的原因来自于微波对样品溶液的直接加热和罐内迅速形成的高温高压。

(2) 消耗溶剂少，空白值低

消解一个样品一般只需15 mL的酸溶液，只有传统方法用酸量的几分之一。因为密闭消解酸不会挥发损失，不必为保持酸的体积而继续加酸，节省了试剂，也大大降低了分析空白值，减少了试剂带入的杂质元素的干扰，空白值明显减小了。

(3) 避免了挥发损失和样品的沾污，提高了分析的准确度和精密度，回收率实验获得令人满意的结果

采用密闭的消解罐，避免了样品中或在消解过程中形成的挥发性组份的损失，保证了测量结果的准确性。也避免了样品之间的相互污染和外部环境的污染，适于痕量及超纯分析和易挥发元素（如As、Hg）的检测。电热板上加热挥发性成分跑掉了，空气中的灰尘等落入烧杯，或几个杯子靠近，溅出物相互污染。挥发损失少了，试剂带入的干扰元素少了，受污染的情况也减少了，自然回收率实验更满意。微波消解系统能实时显示反应过程中密闭罐内的压力、温度和时间三

个参数。并能准确控制，反应的重复性好，准确度和精密度都提高了。

(4) 降低了劳动强度，改善了工作环境

过去，在电热板上煮酸，消解样品，尽管有通风柜，仍然是周围酸雾缭绕。不仅分析人员深受其害，也腐蚀了实验室内其他设备。现在在密闭的罐中消解，挥发的酸大大减少，有效的改善了分析人员的工作环境。由于消解样品的速度加快，分析时间缩短，同时分析的准确度与精密度又得以提高，显著的降低了劳动强度提高了工作效率。

(5) 节省电的消耗，降低分析成本

微波密闭消解不仅节省试剂，还节省电能。如：消解 1 克奶粉，用 800W 微波加热，只需 8 分钟消解完毕。而用 1.5KW 的电热板加热需 3 个小时，不仅时间缩短到 1/22，耗电量也下降到 1/26，降低了分析成本。微波制样具有这许多优点，使它具有极强的生命力。

本标准参考其他行业部门制定的类似的标准方法，并依据国内国外有关文献资料，确定其被测元素分析物质量和内标物，消解条件和仪器检测条件。

3.2.2 仪器条件选择

(1) 仪器条件优化

根据 ICP-MS 自带的调谐液，采用 1 $\mu\text{g/L}$ 的铍 (Be)、铈 (Ce)、铁 (Fe)、铟 (In)、锂 (Li)、镁 (Mg)、铅 (Pb)、铀 (U) 混合溶液，优化仪器参数，结果如下表 4。

表 4 电感耦合等离子体质谱仪操作条件

参数名称	参数
视频功率	1500 W
等离子体气流量	18 L/min
辅助气流量	1.2 L/min
载气流量	0.78 L/min
检测方式	自动
检测模式	双模检测器
扫描次数	20
读数次数	1
重复次数	3
进样时间	120 s
样品延迟	15 s
冲洗	120 s

(2) 被测元素和内标

根据文献报道, 查阅国家标准和其它相关资料, 在采用ICP-MS法测定砷(80)时, 由于砷质量数的特殊性, 在上机分析过程中存在大量的氩气(80)、H、O等离子和前处理盐酸基体中的氯离子构成复合离子如氯化氩(76)等与砷(80)质量数相近的复合离子的干扰。标准模式不能将干扰物质分开导致测定结果偏大, 对实验结果造成影响, 而碰撞/反应池技术, 能够很好地解决复合离子干扰问题, 使测定结果准确。本实验采用在线内标加入法进行校正, 使用高纯氦气为碰撞气体, 以碰撞模式去除干扰, 对7种重金属元素的分析质量和选用内标分别如表5所示。

表5 电感耦合等离子体质谱仪元素和内标

序号	元素名称	元素符号	M/Z	内标	分析模式
1	铜	Cu	63	Ge	KED
2	锌	Zn	66	Ge	KED
3	砷	As	75	Ge	KED
4	铬	Cr	52	Sc	KED
5	镉	Cd	111、114 206、207、	In	KED
6	铅	Pb	208	Bi	KED
7	汞	Hg	202	Bi	KED

3.2.3 畜禽粪便成分分析

(1) 牛粪

牛粪含有机质 14.5%, 氮 0.30~0.45%, 磷 0.15~0.25%, 钾 0.10~0.15%, 是一种能被种植业用作土壤肥料来源的有价值资源。牛粪的有机质和养分含量在各种家畜中最低, 质地细密, 含水较多, 分解慢, 发热量低, 属迟效性肥料。牛粪本身养分含量比鸡粪、猪粪少得多(氮、磷、钾的含量都少), 另外牛粪为冷性有机肥, 分解速度又慢于鸡粪、猪粪, 因此其肥效要比鸡粪、猪粪慢得多。

(2) 猪粪

新鲜粪便含水率 60~65%, 猪粪含有有机质 15%、总养分含量不高, 氮 0.5~0.6%、磷 0.45~0.5%、钾 0.35~0.45%。猪粪的质地较细, 成分较复杂, 含蛋白质、脂肪类、有机酸、纤维素、半纤维素以及无机盐。猪粪含氮素较多, 碳氮比例较小(14:1), 一般容易被微生物分解, 释放出可为作物吸收利用的养分。

(3) 鸡粪

鸡粪中的含有丰富的营养成分，据有关测定：鸡粪中包含：干物质 89.8%，粗蛋白 28.8%，粗纤维 12.7%，可消化蛋白 14.4%，无氮浸出物 28.8%，磷 2.6% 钙，8.7%。组氨酸 0.23%，蛋氨酸 0.11%，亮氨酸 0.87%，赖氨酸 0.53%，苯丙氨酸 0.46%。，通过适当的加工利用就可以成为非常好的绿色有机肥，或者鸡粪饲料。鸡粪作为农家肥料，比猪粪、牛粪等有更高的肥效。每吨粘湿鸡粪含有植物养分为氮 11.35 公斤、磷（ P_2O_5 ）10.44 公斤、钾（ K_2O ）5.45 公斤。鸡粪由于含有大量的有机物，还可用以制造沼气的原料，产生能量而被利用。

从以上的分析数据可以看出，畜禽粪便一般成分复杂，含有较多有机质及其他难溶性物质，含有未消化完的丰富的饲料成分，包含部分无机物，还有过腹生成的氨基酸和磷、钙、铜、锌、锰、钠、钾等微量元素，其中粪便中的重金属一般以水溶态、可交换态、碳酸盐结合态、铁锰氧化物结合态、有机结合态和残渣态等形态存在，重金属种类不同其存在的形态也不同。畜禽粪便中大部分的 Cu、Zn、Cd 等重金属主要以结合态存在，水溶态重金属含量一般很少，这是选择消解条件的基础。

由于鸭养殖量不高，养殖范围有限，粪污产出较少，且大部分为散养，规模化养殖少，样品采集困难，养殖模式和鸡相似，故本实验未采集，用鸡粪为代表进样研究。

3.2.4 消解液的选择

沸点在 120°C 以上的硝酸是广泛使用的预氧化剂，它可破坏样品中的有机质；硫酸具有强脱水能力，可使有机物炭化，使难溶物质部分降解并提高混合酸的沸点；热的高氯酸是最强的氧化剂和脱水剂，由于其沸点较高，可在除去硝酸以后继续氧化样品。在含有硫酸的混合酸中过氧化氢的氧化作用是基于过一硫酸的形成，由于硫酸的脱水作用，该混合溶液可迅速分解有机物质。当样品基体含有较多的无机物时，多采用含盐酸的混合酸进行消解；而氢氟酸主要用于分解含硅酸盐的样品。

含有大量有机物的生物样品通常采用混酸进行消解，用于消解的混酸包括 HNO_3-HClO_4 、 $HNO_3-HClO_3-HClO_4$ 、 $HNO_3-HClO_4-H_2SO_4$ 、 $HNO_3-H_2SO_4$ 、 $H_2SO_4-H_2O_2$ 和 $HNO_3-H_2O_2$ 。根据参考文献，微波消解时常用的消解溶剂有硝酸、盐酸、双氧水及王水等，不同溶剂的消解效果差异较大。硫酸、磷酸易产生高温，高氯酸

易爆，氢氟酸主要用于土壤消解，一般在食品及其它样品微波消解中不使用，长期使用HF会对ICP-MS的矩管和雾化室产生腐蚀作用，HNO₃是ICP 前处理体系中较常使用的酸介质，具有较强的氧化性，而且其中所含有的O、N、H元素在等离子体中所夹带的气体也含有，不会加入新的元素干扰，由于畜禽粪便中有机质含量较高，必须提供足够的强氧化性酸，才能将样品消解完全，优先选择硝酸、盐酸和双氧水作为消解液，但采用硝酸和双氧水作为混合消解体系时，畜禽粪便样品反应过于剧烈，短时间产生大量气泡，导致溢出消解罐。本实验选择硝酸、盐酸和高氯酸作为消解液来优化消解条件。

本实验考察了①纯硝酸，②硝酸:盐酸=1:1，③硝酸:盐酸=1:3，④硝酸:高氯酸=3:1，⑤硝酸:盐酸=1:6 五种消解液，每种消解液做三个平行，结果如表 6 和表 7 所示，以硝酸:盐酸=1:1 时，样品的回收率最高，盐酸的加入促进了样品中无机物的消解，保障样品消解完全，但随着盐酸体积比的增加，样品消解出现固体杂质，主要原因是硝酸的降低导致有机物消解不完全，结合样品回收率考虑，本实验采用硝酸:盐酸=1:1 为提取溶液，可满足动物粪污中无机物和有机物的充分消解。

表 6 消解液影响考察（样品本底）

处理	Cr	Cu	Zn	As	Cd	Pb	Hg
硝酸	2.566	67.574	562.251	0.713	0.213	1.000	0.033
硝酸:盐酸=1:3	3.186	76.218	653.665	1.250	0.259	1.186	0.041
硝酸:盐酸=1:6	2.840	72.212	626.864	1.216	0.245	0.982	0.033
硝酸:盐酸=1:1	2.986	74.700	672.000	0.919	0.221	0.882	0.043
硝酸:高氯酸=3:1	0.371	87.900	692.000	1.117	0.031	1.699	0.036

注：酸配制为体积比（v/v）

表 7 消解液影响考察（加标回收）

处理	Cr	Cu	Zn	As	Cd	Pb	Hg
硝酸	61.2	112.3	43.7	66.7	61.8	66.3	65.3
硝酸:盐酸=1:1	117.0	93.4	92.1	103.8	86.2	110.7	85.5
硝酸:盐酸=1:3	53.2	118.3	62.1	61.5	69.3	66.4	72.1
硝酸:盐酸=1:6	68.7	125.7	76.2	71.4	75.7	77.3	90.5
硝酸:高氯酸=3:1	61.4	61.2	50.9	77.8	75.3	54.7	70.8

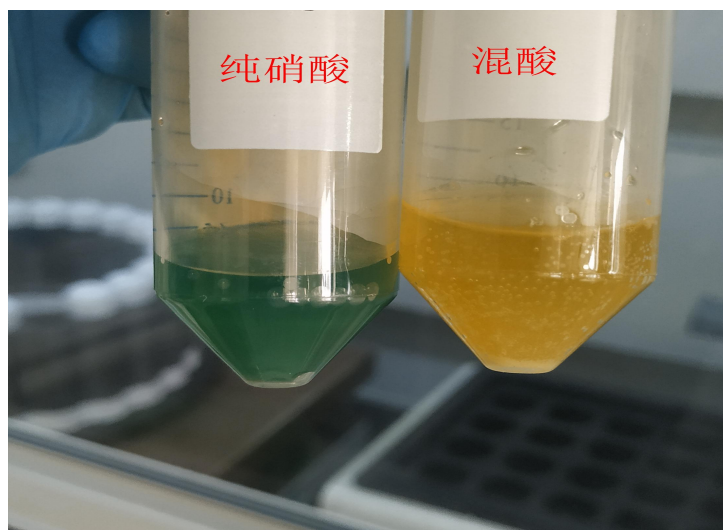


图 1 两种消解液消解比较

从图 1 可知，当使用消解液盐酸:硝酸=1:1，消解后样品为淡黄色，定容后的消解液为无色透明，当使用纯硝酸做消解液时，定容后消解液为淡绿色，可能存在消解不完全，本方法采用盐酸:硝酸=1:1 混合酸为消解液。

3.2.5 消解方法的选择

微波消解效果受诸多因素的影响，如样品种类、温度、时间、pH 值、压力、功率等，因此如何选择最佳微波消解条件，使样品分解彻底，提高样品前处理效率是提升检测结果质量的重要保障，由于正交实验筛选优化实验的高效、快速、经济性，近年来在工业和医药行业中得到很多应用，由于样品本底值高，为充分消解样品，我们采用样品本底为试验对象，采用用正交设计实验，寻求畜禽粪便中铜、锌等 7 种元素测定的最佳微波消解条件。

(1) 正交实验设计

选择料液比、保持时间（min）、最高温度三个因素，每个因素设三水平（表 5），采用 $L_9(3^3)$ 正交设计。按照正交实验设计做 9 次试验，每次实验重复 3 次，共测定 27 次。同时设 3 个空白对照实验。

表 8 三因素三水平正交设计表

水平	因素		
	料液比	保持时间(min)	温度(°C)
1	1:10	10	150
2	1:20	15	180
3	1:30	20	200

(2) 混合酸（硝酸:盐酸=1:1）消解方法优化

表9 混酸正交实验检测结果

序号	误差项	料液比	保持时间	温度	mg/kg			
					Cu含量	Zn含量	Cr含量	As含量
1	1	1	1	1	895.22	1177.41	1.67	0.86
2	1	2	2	2	912.11	1165.88	1.44	0.85
3	1	3	3	3	919.17	1164.25	1.84	0.99
4	2	1	2	3	907.28	1135.05	1.67	1.07
5	2	2	3	1	923.61	1124.87	1.62	0.78
6	2	3	1	2	885.23	1125.21	1.76	1.06
7	3	1	3	2	896.73	1174.96	2.00	1.42
8	3	2	1	3	895.47	1132.87	1.74	1.31
9	3	3	2	1	915.87	1168.22	1.58	1.26
K1	908.84/1744.34/1.65/0.90	899.65/1162.47/1.78/1.12	891.98/1145.16/1.72/1.08	911.57/1156.83/1.62/0.97				
K2	905.38/1128.38/1.68/0.97	910.40/1141.21/1.60/0.98	911.75/1156.38/1.56/1.06	897.93/1155.35/1.73/1.11				
K3	902.59/1158.68/1.73/1.33	906.76/1152.56/1.73/1.10	913.07/1154.69/1.82/1.06	907.31/1144.06/1.75/1.12				
R	6.24/40.80/0.12/0.43	10.75/21.266/0.18/0.14	21.10/11.220.26/0.02	13.64/712.78/0.13/0.16				

由表 9 可知，用采用消解液体积比（硝酸：盐酸）=1:1 时，不同元素对微波消解前处理的影响主次各不相同，影响铜（Cu）含量测定的因素的主次关系为：保持时间>温度>料液比，最优组合为固液比 1:20，保持时间 20 min，温度 150℃；锌含量测定的主要因素是温度，锌最优组合为固液比 1:10，保持时间 15 min，温度 150℃；

影响铬（Cr）含量测定的因素的主次关系为：保持时间>料液比>温度，对Cr最优组合为固液比1:10，保持时间20 min，温度200℃；

影响砷（As）含量测定的因素的主次关系为：温度>料液比>保持时间，对As最优组合为固液比1:10，保持时间10 min，温度200℃，铅（Pb）、镉（Cd）和汞（Hg）影响差异不大，影响不显著，未一一讨论。

表10 Cu方差分析

因素	偏差平方和	自由度	F 比	F 临界值	显著性
误差项	58.733	2.00	1.000	9.000	
固液比	179.342	2.00	3.054	9.000	
保持时间	837.832	2.00	14.265	9.000	*
最高温度	292.257	2.00	4.976	9.000	
误差	58.73	2.00			

$F_{0.1}(2,2)=9.000$

可以看出，在用混酸做消解液时，保持时间对铜（Cu）在90%置信区间存在显著性差异，说明消解时间对铜元素影响最大。

结论：综合上述 7 种元素的最佳消解方法，由于消解时间对铜影响较大，其它元素都不存在显著性差异，铜和锌固液比 1:10 和 1:20 结果比较接近，综合各元素消解条件，为充分消解样品，结合实际，当消解液体积比（硝酸：盐酸）=1:1 时，最优组合为固液比 1:20，保持时间 20 min，最佳消解温度为 200℃，不同元素对微波消解的温度表现出差异，可能是不同元素在猪粪中的结合态及藕合键相关，因固液比不存在显著性差异，畜禽粪便样品本省比较复杂，为减少因取样量带来的不确定性，保证样品充分消解，取样量修改为 0.2~0.5 g，消解液体积为 4~8 mL。

3.2.6 验证实验

结合上面正交实验的结果，我们选择猪粪样品进行了验证实验，以 2 倍样品本底做添加回收，以验证微波最佳消解条件。取 0.2 g 样品，加入 4 mL 消解液，

温度 200°C 保持 20 min，经过微波消解后上 ICP-MS 直接检测，每个实验做 3 个平行样品。

表 11 验证实验

序号	Cu	Zn	Cr	Cd	Pb	As	Hg	%
1	92.3	93.2	92.8	95.1	105	95.8	94.2	
2	99.4	96	99.4	97.4	96.4	91.5	96.7	
3	94.5	103	98.4	97.8	99.7	89.6	98.7	

从表 11 可知，当使用消解液盐酸:硝酸=1:1，固液比 1:20，保持 20 min，温度 200°C 是消解效果良好，样品消解为无色，澄清透明，回收率稳定。

3.2.7 试验步骤的确定

称取试样 0.2 g（精确到 0.0001 g）于消解罐中，为减少因取样量带来的不确定性，取样量修改为 0.2~0.5 g，准确加入盐酸-硝酸（1+1）4~8 mL，轻微震荡摇动，使样品和消解液混合，旋紧罐盖，初温为室温，10 min 内匀速升温到 120°C，保持 3 min，然后 5 min 内升温至 200°C，保持 20 min。冷却后取出，缓慢打开罐盖排气，用少量 2%硝酸冲洗内盖，冲洗消解罐并将洗涤液转移至容量瓶，用 2%硝酸定容至 50 mL，混匀，静置，同时做空白试验。消解后的样品如有不溶物质，需要静置或部分离心至澄清。

分别取上述溶液供电感耦合等离子体质谱仪测定，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与内标元素质谱信号强度之比为纵坐标，绘制标准曲线，计算回归方程。以试样响应值作单点或多点校准定量。

3.2.8 线性范围

混合标准中间溶液配置：精确量取铜、锌、砷、铬、镉和铅标准储备溶液各 50 μ L，精确量取汞标准储备溶液 10 μ L，置于 50 mL 容量瓶中，用汞稳定剂溶液稀释至刻度，摇匀，配置成铜和锌浓度为 10 μ g/mL，砷、铬、镉和铅浓度为 1 μ g/mL，汞浓度为 0.2 μ g/mL 的混合标准中间溶液。

混合标准系列溶液配置：精确量取上述混合中间液 0.05、0.1、0.5、1.0、2.5 mL，用汞稳定剂溶液分别定容到 50 mL，配成混合标准系列溶液，各元素质量浓度见表 12。临用现配。

表 12 7 种元素的混合标准系列溶液

序号	元素	μg/L					
		系列 1	系列 2	系列 3	系列 4	系列 5	系列 6
1	Zn	0	5	20	100	200	500
2	Cu	0	5	20	100	200	500
3	Cr	0	0.5	2	10	20	50
4	As	0	0.5	2	10	20	50
5	Cd	0	0.5	2	10	20	50
6	Pb	0	0.5	2	10	20	50
7	Hg	0	0.1	0.4	2	4	10

内标元素工作溶液：取适量内标单元素或多元素内标溶液，用硝酸溶液配制成合适浓度的溶液。

注：由于不同仪器蠕动泵管内径不同，内标工作溶液中内标元素的浓度难以统一规定，但可根据下述原则推算：即使在线加入内标并与样液混合后，内标元素的浓度约在 25ng/mL~100ng/mL 范围之内。

分别将混合标准系列溶液按浓度由低到高的顺序注入电感耦合等离子体质谱中，同时在仪器上加入在线内标，测定待测元素和内标元素的信号强度值，以待测元素的浓度为横坐标，待测元素与所选内标元素强度值的比值作为纵坐标，绘制标准曲线，得出的回归方程及相关系数 R 见表 13。从中可以看出：7 种元素在各自的浓度范围线性关系良好，R 值均在 0.999 以上。

表 13 7 种元素的回归方程及相关系数 (R)

序号	元素	标准方程	标准曲线范围 (μg/L)	相关系数	内标元素	测定模式
1	Zn	$y=351.56x + 622.05$	5~500	0.9998	Ge	KED
2	Cu	$y=2638.6x + 8008.3$	5~500	0.9992	Ge	KED
3	Cr	$y= 2118.6x - 294.59$	0.5~50	0.9997	Sc	KED
4	As	$y =241.83x - 1.8536$	0.5~50	0.9999	Ge	KED
5	Cd	$y =691.43x - 98.631$	0.5~50	0.9998	In	KED
6	Pb	$y=9415.2x + 2446.1$	0.5~50	0.9992	Bi	KED
7	Hg	$y =1466.3x - 122.36$	0.1~10	0.9997	Bi	KED

3.2.9 检出限和定量限

IUPAC于1975年推荐检出限的定义：“检出限以浓度(或质量)表示，指由特定的分析方法能够合理地检测出的最小分析信号 x_L 求得的最低浓度 c_L （或质量 q_L ）”，表达式为： $c_L(或q_L)=(x_L-b)/m=KS_b/m$ 式中 m 为分析校准曲线在低浓度范围内的斜率； b 为空白平均值； S_b 为空白标准偏差。测定次数为11次，IUPAC建议 $K=3$ 作为检出限计算标准。

AMC(分析方法委员会)推荐真实空白，但在实际分析中，它有时很难得到。许多分析工作者使用试剂空白或接近空白。不同学者对接近空白有不同的定义，分析元素的含量为检出限的2-5倍。我国化学分析方法确认和验证指南 (GB/T 27417-2017)规定，如果在LOD或接近LOD的样品数据无法获取时，可利用校正方程的参数评估仪器的LOD。

本方法检出限和定量限按照以下方法得出：在相同条件下连续 11 次测定样品空白溶液，再分别以0.2 g取样量定容至50mL换算到样品的实际含量，计算结果的标准偏差，分别以3倍标准偏差和10倍标准偏差计算得出方法检出限和定量限，（见表14）。因粪污中重金属含量没有国家限量标准，但粪污主要作为有机肥料用于还田处理，故本方法参考“GB 4284-2018 农用污泥污染物控制标准”对各类污染物最小容许限量（ML）的检测要求，即定量限必须要达到ML的五分之一或者更低，因粪污样品实际含量较高，电感耦合等离子体质仪（ICP-MS）检测灵敏度高，本方法检出较低，故本方法只给出定量限。

表14 方法检出限和定量限

序号	元素名称	元素符号	mg/kg	
			检出限	定量限
1	锌	Zn	0.3	1.0
2	铜	Cu	0.05	0.2
3	铬	Cr	0.04	0.1
4	砷	As	0.06	0.2
5	镉	Cd	0.004	0.01
6	铅	Pb	0.04	0.1
7	汞	Hg	0.002	0.005

3.2.10 方法准确度与精密度实验

参考目前国内畜禽粪便及有机肥料中重金属限量值的规定，可以看到，铜、

锌、砷、铬、镉、铅和汞的最低限值分别为85、500、15、150、3、50和2 mg/kg。根据初审意见,为满足限量值的要求,筛选了具有低浓度铜和锌的动物粪污样品,补充样品本底值,分别用猪粪、鸡粪和牛粪作为测试对象,进行加标回收实验,根据参考文献和前期研究,试样的加标浓度取决于本底中重金属含量的高低,过高的本底值会影响加标回收的结果,每种试样分别添加本底的1倍、2倍、5倍为低、中、高三个浓度的加标回收实验,以考察方法的准确度和精密度。每批次内同一浓度做6次平行实验,共重复3批次。

表 15 添加回收样品本底含量

样品	mg/kg						
	Cu	Zn	Cr	Cd	Pb	As	Hg
猪粪	42.36	465.98	4.35	0.30	1.25	2.42	0.04
牛粪	43.23	128.69	2.87	0.24	28.04	1.51	0.03
鸡粪	45.10	449.24	4.63	0.33	2.73	1.50	0.03

表 16 粪污中铜 (Cu) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
猪 粪	40	I	92.2	89.5	86.8	90.2	90.4	91.4	90.2	2.3	3.0
		II	89.4	91.8	93.1	92.8	83.4	94.3	90.8	4.4	
		III	88.9	92.5	90.2	92.7	93.6	96.1	92.3	2.8	
	100	I	85.3	93.7	90.2	83.7	92.3	82.9	88.0	5.3	3.8
		II	88.7	93.6	85.7	88.4	91.6	87.8	89.3	3.2	
		III	86.7	90.8	93.5	89.7	95.3	91.6	91.3	3.3	
	200	I	98.3	95.6	97	101.4	111.3	104.8	101.4	5.8	6.6
		II	91.8	96.3	93.8	90.4	91.6	108.4	95.4	7.0	
		III	87.4	99.3	108.2	111.2	96.7	99.5	98.8	8.6	
鸡 粪	40	I	90.1	88.7	84.8	78.9	89.4	92.7	87.4	5.6	4.4
		II	94.1	88.7	84.8	91.2	93.4	85.3	89.6	4.5	
		III	85.3	93.7	90.2	90	81.6	88.7	88.3	4.8	
	100	I	89.7	89.6	99.7	91.6	87.6	95.7	92.3	4.9	4.2
		II	98.2	86.2	98.9	90.3	98.4	96.1	94.7	5.5	
		III	92	96.7	90.5	92.5	88.6	91.1	91.9	3.0	
	200	I	91.7	94.2	97.7	98	100.4	92.5	95.8	3.6	5.0
		II	94.5	96.3	94.2	89.7	106	99.6	96.7	5.8	
		III	93.8	86.4. 3	94.2	90	108.2	101.7	97.6	7.5	
牛 粪	40	I	84.6	88.7	86.2	93.2	85.7	79.6	86.3	5.2	6.0
		II	98.1	92.6	84.8	100	90.4	93.4	93.2	5.9	
		III	86.3	97.6	89.2	84.7	92.3	82.9	88.8	6.1	
	100	I	92.4	94.9	97	88.1	92.4	101.6	94.4	4.9	5.7
		II	92.7	97.9	91.2	83.4	93.2	99.7	93.0	6.2	
		III	91.5	96.7	90.5	89.8	88.1	108.4	94.2	8.0	
	200	I	90.6	94.2	92.7	105.4	94.6	90.1	94.6	5.9	7.7
		II	108	90.3	94.2	114.6	96	92.5	99.3	9.8	
		III	94.8	88.1	96.2	86.4	92.7	82.6	90.1	5.9	

表 17 粪污中锌 (Zn) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
猪 粪	400	I	104	88.7	98.1	88.6	98.7	104.7	97.1	7.3	
		II	84.4	95.4	92.7	99.7	100.8	94.5	94.6	6.2	6.6
		III	92.1	85.6	92.2	85.4	89.6	93.4	89.7	3.9	
	800	I	94	97.9	96	110	92.1	94.6	97.4	6.6	
		II	89	97.9	97	96	89.5	99.1	94.8	4.6	5.0
		III	95.2	96.7	90.5	90.6	96.5	96.7	94.4	3.2	
	2000	I	95	94.2	97.7	97	100.8	116	100.1	8.1	
		II	93.5	97.9	97	88.9	97.8	89.7	94.1	4.3	6.7
		III	100.5	96.3	94.2	93.4	108	90.6	97.2	6.4	
鸡 粪	400	I	85.1	90.6	84.8	92.7	92.1	90.8	89.4	3.9	
		II	98	96.3	89.8	96.4	91.7	97.6	95.0	3.6	5.7
		III	89.3	93.7	90.2	81.6	95.1	80.6	88.4	6.9	
	800	I	92.3	89.7	93.7	106	91.7	97.9	95.2	6.3	
		II	94.6	92.6	94.6	88	88.7	92.4	91.8	3.1	4.9
		III	90.8	96.7	90.5	87.9	100	93.7	93.3	4.8	
	2000	I	84.6	94.2	84.6	98.1	98.5	99	93.2	7.4	
		II	88.6	99.3	98.4	109	92.3	100.8	98.1	7.2	6.7
		III	94.2	106	94.2	99.7	91.8	96.7	97.1	5.3	
牛 粪	100	I	80.6	82.6	80.8	87.2	96.4	83.5	85.2	7.0	
		II	91.6	93.8	78.8	88.4	94.1	82.9	88.3	7.1	6.8
		III	88.7	83.7	90.2	87.6	95.6	98.1	90.7	5.9	
	200	I	81.2	93.8	99.1	95.7	90.8	97.6	93.0	7.0	
		II	90.6	94.6	97	92.7	99	98.7	95.4	3.5	5.0
		III	91.5	97.8	90.5	86.4	93.8	96.1	92.7	4.4	
	500	I	100.6	93.2	96.7	105.3	99.8	93.7	98.2	4.7	
		II	94.6	91.3	94.2	90.6	112	113	99.3	10.4	7.2
		III	93.5	93.3	91.2	89.7	96.7	91.7	92.7	2.6	

表 18 粪污中铬 (Cr) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
猪 粪	5	I	87.3	108.5	109.5	93.8	92	90.4	96.9	9.9	10.0
		II	98.6	87.6	97.7	106	85.4	80.5	92.6	10.4	
		III	106.5	100.7	108	84.8	84.4	94.4	96.5	10.7	
	10	I	84.2	85.9	101.6	80.7	108.7	102.8	94.0	12.5	9.6
		II	94.6	100.5	83.9	93.5	83	102.5	93.0	8.8	
		III	92.1	103.5	84.1	90	100.1	104.5	95.7	8.6	
	50	I	80.6	99.7	109.6	91.9	89.8	92.1	94.0	10.4	11.1
		II	92.3	103.2	108.3	109.1	84	84.2	96.9	11.9	
		III	103.4	82.5	83.3	80.6	94.3	105.9	91.7	12.2	
鸡 粪	5	I	97.7	103.6	88.4	95.8	86.7	95.1	94.6	6.6	8.4
		II	80.9	102.7	95.2	90.7	102.6	87.3	93.2	9.3	
		III	80.6	86.1	84.1	102.1	88.1	85.2	87.7	8.5	
	10	I	98.5	84.5	94.5	89.1	80.7	108.6	92.7	10.9	9.4
		II	98.9	80.7	97.6	98.2	95.8	84	92.5	8.7	
		III	107.3	86.7	96.3	96.3	105.3	84.2	96.0	9.8	
	50	I	95.2	84.3	80.3	102.9	94.1	94.9	92.0	8.9	9.2
		II	80.4	95.4	107.2	99.8	110	85.8	96.4	12.1	
		III	84.5	89.1	94.4	97.9	88.7	89.3	90.7	5.2	
牛 粪	5	I	100.2	105	90.8	97.8	82.1	84.7	93.4	9.7	8.0
		II	90.1	98.5	98.4	87.4	95.2	92	93.6	4.8	
		III	106.1	87.4	98.7	95.1	101.3	80.4	94.8	10.0	
	10	I	94.8	86.9	86.9	102.1	102.2	106.6	96.6	8.7	8.6
		II	105.9	96.7	100.5	82.1	90.4	83.1	93.1	10.3	
		III	93.1	88.6	102.7	84.9	86.8	91.5	91.3	7.0	
	50	I	109.6	103.1	102.7	95.6	108.9	88.3	101.4	8.1	7.7
		II	101.8	98.7	98.7	86.5	87.6	95.7	94.8	6.7	
		III	102.8	104.3	95.2	85.9	95.4	89.9	95.6	7.5	

表 19 粪污中砷 (As) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
猪 粪	5	I	114.5	93.5	90.7	114.4	105.2	101.9	103.4	9.8	
		II	101.4	119	109.4	94.7	83.7	109.5	103.0	12.2	10.9
		III	103.1	92.4	83.2	108.3	105.7	90.7	97.2	10.2	
	10	I	83.1	101.5	85.8	83.1	89.6	98.1	90.2	8.7	
		II	115.7	112.5	91	115.5	98.9	105.9	106.6	9.4	12.6
		III	90	87.1	114	84.5	91.8	87.9	92.6	11.7	
	50	I	82.4	104.4	116.4	87.9	114.4	104.6	101.7	13.6	
		II	99.5	98.5	110.9	106.4	109.1	86.1	101.8	9.0	9.8
		III	88	109.8	92.1	106.5	104.4	93.6	99.1	9.0	
鸡 粪	5	I	109.6	107.9	108.8	99.4	86.2	107.7	103.3	8.9	
		II	110.2	84.1	83.8	97.7	93.2	109.9	96.5	12.2	12.5
		III	86.3	119.9	91.7	114.3	108.2	87.2	101.3	14.5	
	10	I	85.8	86.2	116.7	94.5	116.6	117.9	103.0	15.3	
		II	103.6	88	84.3	116.9	83.7	86.9	93.9	14.3	13.3
		III	113.8	109.3	111.3	85.9	82.5	109.3	102.0	13.7	
	50	I	113.6	108.3	106.4	108.6	83.8	102.2	103.8	10.1	
		II	96.8	91.7	83.5	108	99.8	116.7	99.4	11.8	11.4
		III	115.5	106.1	95.3	102.1	92.4	90.7	100.4	9.4	
牛 粪	5	I	82.5	114.6	83.7	99.4	81.2	111.2	95.4	15.8	
		II	92.9	84	88.6	104	99.9	83.2	92.1	9.2	12.1
		III	80.9	83.5	115.2	94.1	98.8	91.8	94.1	13.1	
	10	I	107.4	87.2	107.7	81	83.3	95.5	93.7	12.6	
		II	119.9	82.4	101.8	94.3	112.1	87.6	99.7	14.5	12.2
		III	88.1	115	96.5	112.2	85.9	106.3	100.7	12.3	
	50	I	117.3	105.1	95.4	94.1	88.9	107.9	101.5	10.4	
		II	100.2	81.8	101.1	90.1	92.5	96.5	93.7	7.7	10.2
		III	98.8	82.5	94.8	103.3	117.5	92.7	98.3	11.9	

表 20 粪污中铅 (Pb) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品种	添加浓度 (mg/kg)	批次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
猪粪	2	I	88.1	98.1	98.9	90	88	99.6	93.8	6.0	
		II	92.1	104.6	106.7	81.4	87.4	82.6	92.5	11.8	8.5
		III	96.3	96.2	93	105.2	105.6	86.5	97.1	7.5	
	4	I	86	108.8	91.4	84.2	95.9	103.6	95.0	10.3	
		II	87.8	93.5	87.7	86.1	85.4	86.7	87.9	3.3	8.1
		III	82.1	91.6	89.3	88.7	104.1	90.3	91.0	7.9	
	10	I	91.5	101	80.5	90.9	82	80.9	87.8	9.3	
		II	87.6	83.2	93.6	81.8	84.3	89.6	86.7	5.1	8.1
		III	103.6	96.2	99.9	92.2	96.5	95.6	97.3	4.0	
鸡粪	2	I	98.7	109.3	107.6	96.9	93.7	104.9	101.9	6.2	
		II	89.9	85.7	100.7	99.2	80.5	102.8	93.1	9.8	9.7
		III	107.5	86.4	82.4	108	87.9	93	94.2	11.7	
	4	I	106.6	100.6	99.4	93.6	90.7	92.1	97.2	6.3	
		II	92.9	104	95.4	85.9	85.5	86.5	91.7	7.9	7.7
		III	106.4	94.2	86.1	93.1	107.1	91.9	96.5	8.8	
	10	I	107.7	102.3	104.6	86.9	107.3	105	102.3	7.6	
		II	97.1	81.4	105.8	82	92.5	107.1	94.3	11.9	10.7
		III	82.9	82	83.6	98.3	91.2	104.1	90.4	10.2	
牛粪	2	I	99.5	95.9	91.6	95.3	89.5	80.6	92.1	7.2	
		II	94.8	104.5	101.4	98.7	80.6	94.5	95.8	8.7	9.3
		III	102.3	103.2	109.2	109	87.2	83.2	99.0	11.3	
	4	I	101.9	97.1	88.3	85.5	91.1	85.9	91.6	7.2	
		II	109.2	103.5	105.9	109.1	92.9	90.4	101.8	8.1	8.5
		III	88.6	100.3	95.9	85.1	100.9	102.5	95.6	7.5	
	10	I	103.5	94.8	104.4	96.3	88.3	88.5	96.0	7.3	
		II	86.1	106	85.8	108.4	91.4	104.4	97.0	10.7	9.5
		III	99.7	104.4	87.1	108.5	108.5	81.8	98.3	11.5	

表 21 粪污中镉 (Cd) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品种	添加浓度 (mg/kg)	批次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
猪粪	0.5	I	99	84.7	81.5	100.6	81.3	97.3	90.7	10.1	8.0
		II	97.3	100.8	98.6	100.4	84.6	98.6	96.7	6.3	
		III	89.9	101.2	90.6	90	81.9	89.1	90.5	6.8	
	1	I	83.6	98.6	99.2	97.8	82.2	103.5	94.2	9.5	8.3
		II	99.3	96	104.2	81.7	95.1	95.8	95.4	7.9	
		III	93.3	86.2	84.7	102.8	83.5	92.8	90.6	8.0	
	5	I	92.5	104.3	99.3	80.5	80.9	80.9	89.7	11.7	8.5
		II	82.3	86.4	95.5	90.7	80	83.8	86.5	6.7	
		III	97.8	91.5	86.4	97.2	91	98.2	93.7	5.1	
鸡粪	0.5	I	90	98.4	104.5	104.2	101.7	87.9	97.8	7.4	7.3
		II	97.6	96.6	97.7	85.3	80.1	104.3	93.6	9.6	
		III	97.6	98.1	87.2	100.4	98.9	97.9	96.7	4.9	
	1	I	86.7	104.2	99	85.6	93	96	94.1	7.6	6.9
		II	87	102.8	87.2	98.2	88.7	89.4	92.2	7.2	
		III	93.7	99.4	86.2	89.7	102.9	99.3	95.2	6.8	
	5	I	96.6	99.9	95.3	87.6	94.5	83.7	92.9	6.5	7.1
		II	90.9	86.7	92	96.2	81	88	89.1	5.8	
		III	99.7	100.6	89.4	104.6	102.8	92	98.2	6.2	
牛粪	0.5	I	100.2	101.2	100.1	92	86.3	100.3	96.7	6.3	7.3
		II	102.9	97.1	88.7	80.5	94.5	84.6	91.4	9.1	
		III	86.7	90.8	91.5	85.7	91.8	86.2	88.8	3.2	
	1	I	93.4	81.5	90.9	91.3	104.2	92.9	92.4	7.8	7.0
		II	99.3	87.4	92.4	93.5	82.7	90	90.9	6.2	
		III	87.2	98.7	100.9	98.9	101.2	101.3	98.0	5.5	
	5	I	100.1	98.7	93	98.8	102.1	85.7	96.4	6.3	7.3
		II	102.8	95.7	95.3	94.7	81.7	91.8	93.7	7.4	
		III	85.2	87.2	101.2	103.7	97.6	85.4	93.4	9.0	

表 22 粪污中汞 (Hg) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
猪 粪	0.05	I	89.6	88.7	90.1	88.9	91.2	92.1	90.1	1.5	3.1
		II	90.2	91.1	87.7	92.1	90.1	88.8	90.0	1.7	
		III	85.3	91.5	92.2	83.9	83	89.5	87.6	4.6	
	0.1	I	91.3	98.1	99.1	101	99.3	97.4	97.7	3.4	3.7
		II	92.8	95.7	97.4	99.3	96.8	98.6	96.8	2.4	
		III	90	95.7	98.5	88.7	96.7	92.6	93.7	4.2	
	0.25	I	93.2	96.2	98	99.6	99.4	106	98.7	4.3	3.2
		II	95.5	94.2	96.2	98.1	92.8	96.4	95.5	1.9	
		III	96.4	97.3	94.2	96.8	99.1	93.8	96.3	2.1	
鸡 粪	0.05	I	82.4	90.7	85.3	88.9	91.1	92.1	88.4	4.3	4.2
		II	97.3	96.7	90.8	92.3	93.5	96.5	94.5	2.8	
		III	86.3	92.1	88.9	90.3	91.2	89.6	89.7	2.3	
	0.1	I	97.3	99	96.9	103.1	99.8	104.6	100.1	3.1	4.0
		II	101.1	88.1	97	98.6	97.8	91.2	95.6	5.2	
		III	94	96.7	98.4	99.1	98.6	101	98.0	2.4	
	0.25	I	92.1	99.2	95.6	96.4	94.3	96.6	95.7	2.5	3.1
		II	98.4	96.3	91.5	97.6	98.5	99.1	96.9	2.9	
		III	95.3	97.3	89.7	98.4	101	99.3	96.8	4.1	
牛 粪	0.05	I	81.4	88.7	92.8	91.3	85.1	88.9	88.0	4.7	3.8
		II	92	88.9	87.8	90.6	91.3	93.3	90.7	2.2	
		III	88.3	93.7	91.2	92.3	89.6	96.3	91.9	3.1	
	0.1	I	89.4	98.9	99.7	97.6	98.1	90.9	95.8	4.6	3.6
		II	101.3	99.5	98.3	96.1	95.3	96.8	97.9	2.3	
		III	97.1	96.5	91.5	90.2	93.3	95.4	94.0	3.0	
	0.25	I	94.3	96.2	97.4	85.4	97.6	94.2	94.2	4.8	4.2
		II	97.5	96.3	101.2	99.6	88.7	92.3	105.2	4.4	
		III	90.3	97.5	93.2	97.8	96.8	94.2	95.0	3.1	

注：表 16~22 的测定值均是实际测定值减去本底值后的数值。

因铜和锌在粪污中的含量差异较大，为准确反映样品的含量分布，根据初审意见，增加高浓度加标回收试验（表 23~25），根据畜禽养殖环境和废弃物利用标准项目研制情况交流会的意见（全蓄标（2020）12 号）意见，为增加粪污样品的代表性，补充鸭粪和羊粪的加标回收试验。

表 23 高浓度样品中添加回收样品本底含量

			mg/kg	
样品	Cu	Zn		
猪粪	585.47	934.30		
牛粪	92.38	102.45		
鸡粪	98.72	597.78		

表 24 高浓度粪污样品中铜（Cu）元素的添加回收率及 RSD，n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
猪 粪	500	I	90.1	88.7	84.8	90.2	89.7	91.4	89.2	2.4	3.7
		II	83.1	91.8	92.4	89.8	83.4	94.3	89.1	4.9	
		III	88.3	93.7	90.2	92.7	93.6	91.8	91.7	2.1	
	1000	I	93.1	90.4	95	96.3	90.1	94.3	93.2	2.7	3.0
		II	91.5	91.9	89.5	88.4	91.6	87.8	90.1	2.0	
		III	86.4	90.8	93.5	89.7	95.3	91.6	91.2	3.4	
	2000	I	98.3	95.6	97	101.4	111.3	104.8	101.4	5.8	6.0
		II	94.5	96.3	94.2	100.4	91.6	108.4	97.6	6.2	
		III	97.5	99.3	108..2	111.2	106.7	99.5	102.8	5.7	
鸡 粪	100	I	90.1	88.7	84.8	78.9	89.4	92.7	87.4	5.6	4.5
		II	90.1	88.7	84.8	91.2	93.4	85.3	88.9	3.8	
		III	85.3	93.7	90.2	90	81.6	88.7	88.3	4.8	
	200	I	88	89.6	99.7	91.6	87.6	95.7	92.0	5.2	4.4
		II	98.2	96.2	98.4	90.3	98.4	96.1	96.3	3.2	
		III	92	96.7	90.5	90.5	98.6	99.1	94.6	4.3	
	500	I	91.7	94.2	97.7	98	100.4	92.5	95.8	3.6	5.2
		II	94.5	96.3	94.2	89.7	106	99.6	96.7	5.8	
		III	94.5	96.3	94.2	90	108.2	101.7	97.5	6.6	
牛 粪	100	I	82.53	86.98	94.13	96.29	96.21	82.02	89.7	7.4	8.0
		II	97.41	92.00	100.59	93.54	97.58	104.62	97.6	4.7	
		III	84.28	87.70	106.14	97.65	87.29	83.69	91.1	9.8	
	200	I	99.00	102.25	100.36	108.70	96.48	83.27	98.3	8.6	7.1
		II	102.17	90.46	97.31	91.61	94.44	104.98	96.8	6.0	
		III	87.13	99.09	90.17	98.05	100.91	107.29	97.1	7.6	
	500	I	101.64	94.91	102.38	96.47	90.46	97.48	97.2	4.5	6.0
		II	104.05	96.99	97.60	99.30	108.71	89.02	99.3	6.8	
		III	85.53	95.92	95.03	105.17	101.03	92.80	95.9	7.1	

表 25 高浓度粪污样品中锌 (Zn) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
猪 粪	1000	I	88.1	88.7	98.1	110	100.1	106.7	98.6	9.1	
		II	90.1	95.4	84.4	99.7	112.6	94.5	96.1	10.0	9.4
		III	83.6	85.6	90.2	85.4	97.8	87.2	88.3	5.8	
	2000	I	95	97.9	97	106.3	92.1	94.6	97.2	5.1	
		II	93.2	97.9	97	100.8	88.7	99.1	96.1	4.6	4.3
		III	96	96.7	90.5	90.6	96.5	96.7	94.5	3.2	
	5000	I	96.7.7	94.2	97.7	90.6	100.8	116	99.9	9.8	
		II	93.5	96.3	94.2	88.7	97.8	89.7	93.4	3.8	6.9
		III	100.5	96.3	94.2	93.4	106	90.6	96.8	5.8	
鸡 粪	1000	I	85.1	90.6	84.8	92.7	92.1	90.8	89.4	3.9	
		II	103	96.3	89.8	96.4	96.7	97.6	96.6	4.3	6.4
		III	89.3	93.7	90.2	81.6	95.1	80.6	88.4	6.9	
	2000	I	95.1	89.7	93.7	106	91.7	97.9	95.7	6.0	
		II	94.6	92.6	94.6	112	88.7	92.4	95.8	8.6	6.5
		III	90.8	96.7	90.5	87.9	101	93.7	93.4	5.1	
	5000	I	84.6	94.2	89.1	98.1	98.5	99	93.9	6.3	
		II	88.6	99.3	96.7	109	92.3	100.8	97.8	7.3	6.2
		III	97.8	106	94.2	99.7	91.8	96.7	97.7	5.0	
牛 粪	100	I	94.68	87.79	103.08	102.04	89.91	99.33	96.1	6.6	
		II	100.62	99.54	80.18	101.81	94.72	86.31	93.9	9.4	7.6
		III	100.56	87.20	92.63	91.50	107.63	91.44	95.2	7.9	
	200	I	91.16	96.15	87.86	90.56	89.15	83.67	89.8	4.6	
		II	93.30	97.54	91.30	90.92	90.00	99.07	93.7	4.0	6.6
		III	102.66	87.46	108.90	96.98	89.26	89.07	95.7	9.1	
	500	I	102.64	101.48	97.84	91.06	103.82	97.43	99.0	4.7	
		II	93.59	83.68	94.03	105.29	101.24	90.51	94.7	8.1	6.9
		III	98.93	107.95	104.82	91.11	89.88	91.93	97.4	7.9	

从以上结果（表 16~22、表 24~25）可以看出猪粪、鸡粪和牛粪在不同添加浓度其平均回收率均在 80%以上，批内和批间的相对标准偏差均低于 20%；在重复性条件下，两次独立测试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%。

表 26 鸭粪和羊粪添加回收样品本底含量

样品	mg/kg						
	Cu	Zn	Cr	Cd	Pb	As	Hg
鸭粪	30.53	212.41	26.89	0.15	14.48	5.65	0.04
羊粪	17.12	73.56	2.14	0.97	3.25	0.96	0.05

每种试样分别添加本底的 1 倍、2 倍、5 倍为低、中、高三个浓度的加标回收实验，以考察方法的准确度和精密度。每批次内同一浓度做 6 次平行实验，共重复 3 批次。

表 27 鸭粪和羊粪中铜（Cu）元素的添加回收率及 RSD，n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
鸭 粪	30	I	90.1	88.7	84.8	90.2	89.7	91.4	89.2	2.4	3.7
		II	83.1	91.8	92.4	89.8	83.4	94.3	89.1	4.9	
		III	88.3	93.7	90.2	92.7	93.6	91.8	91.7	2.1	
	60	I	93.1	90.4	95	96.3	90.1	94.3	93.2	2.7	3.0
		II	91.5	91.9	89.5	88.4	91.6	87.8	90.1	2.0	
		III	86.4	90.8	93.5	89.7	95.3	91.6	91.2	3.4	
	150	I	98.3	95.6	97	101.4	111.3	104.8	101.4	5.8	6.0
		II	94.5	96.3	94.2	100.4	91.6	108.4	97.6	6.2	
		III	97.5	99.3	108.2	111.2	106.7	99.5	102.8	5.7	
羊 粪	20	I	90.1	88.7	84.8	78.9	89.4	92.7	87.4	5.6	4.5
		II	90.1	88.7	84.8	91.2	93.4	85.3	88.9	3.8	
		III	85.3	93.7	90.2	90	81.6	88.7	88.3	4.8	
	40	I	88	89.6	99.7	91.6	87.6	95.7	92.0	5.2	4.4
		II	98.2	96.2	98.4	90.3	98.4	96.1	96.3	3.2	
		III	92	96.7	90.5	90.5	98.6	99.1	94.6	4.3	
	100	I	91.7	94.2	97.7	98	100.4	92.5	95.8	3.6	5.2
		II	94.5	96.3	94.2	89.7	106	99.6	96.7	5.8	
		III	94.5	96.3	94.2	90	108.2	101.7	97.5	6.6	

表 28 鸭粪和羊粪中锌 (Zn) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
鸭 粪	200	I	88.1	88.7	98.1	110	100.1	106.7	98.6	9.1	9.4
		II	90.1	95.4	84.4	99.7	112.6	94.5	96.1	10.0	
		III	83.6	85.6	90.2	85.4	97.8	87.2	88.3	5.8	
	400	I	95	97.9	97	106.3	92.1	94.6	97.2	5.1	4.3
		II	93.2	97.9	97	100.8	88.7	99.1	96.1	4.6	
		III	96	96.7	90.5	90.6	96.5	96.7	94.5	3.2	
	1000	I	96.7.7	94.2	97.7	90.6	100.8	116	99.9	9.8	6.9
		II	93.5	96.3	94.2	88.7	97.8	89.7	93.4	3.8	
		III	100.5	96.3	94.2	93.4	106	90.6	96.8	5.8	
羊 粪	70	I	85.1	90.6	84.8	92.7	92.1	90.8	89.4	3.9	6.4
		II	103	96.3	89.8	96.4	96.7	97.6	96.6	4.3	
		III	89.3	93.7	90.2	81.6	95.1	80.6	88.4	6.9	
	140	I	95.1	89.7	93.7	106	91.7	97.9	95.7	6.0	6.5
		II	94.6	92.6	94.6	112	88.7	92.4	95.8	8.6	
		III	90.8	96.7	90.5	87.9	101	93.7	93.4	5.1	
	350	I	84.6	94.2	89.1	98.1	98.5	99	93.9	6.3	6.2
		II	88.6	99.3	96.7	109	92.3	100.8	97.8	7.3	
		III	97.8	106	94.2	99.7	91.8	96.7	97.7	5.0	

表 29 鸭粪和羊粪中铬 (Cr) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
鸭 粪	20	I	87.3	94	88.6	81.2	84.4	94.9	88.4	6.0	9.4
		II	85	83.4	91.2	94.8	101.1	85.2	90.1	7.7	
		III	84.5	85.8	101	108	101.2	108.9	98.2	10.9	
	40	I	80.2	89.2	80.1	98.1	88.2	98.9	89.1	9.2	8.7
		II	98.1	97.3	96.6	91.4	91.5	102.7	96.3	4.5	
		III	106.2	102.1	88.4	107.9	96	83.8	97.4	10.0	
	100	I	91.4	93.4	104.7	99.6	92	98.8	96.7	5.4	7.7
		II	84	104.6	89.8	99.7	99.8	104.3	97.0	8.6	
		III	95.1	82.9	105.6	86.3	102	90.2	93.7	9.5	
羊 粪	2	I	86.9	91.1	94.8	84.2	82	101.5	90.1	8.1	8.9
		II	95.7	98.6	106.8	96.6	97	86.1	96.8	6.8	
		III	105	84.7	80.6	87.7	89.7	81	88.1	10.2	
	4	I	101.8	93.7	94.7	104.2	94.3	97.1	97.6	4.5	7.5
		II	87.2	84.4	104.2	103.5	93.5	90.1	93.8	8.9	
		III	91.4	93.9	86.2	97.3	107.6	108.1	97.4	9.1	
	10	I	107.4	91	91.1	104.1	105.3	86	97.5	9.4	9.5
		II	99.6	80.4	81.5	86.9	91.5	106.8	91.1	11.4	
		III	103.7	86.1	96.1	89.2	95.1	85.6	92.6	7.5	

表 30 鸭粪和羊粪中镉 (Cd) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
鸭 粪	0.1	I	99.3	97	100.3	87.7	84.3	83.8	92.1	8.3	8.5
		II	102	102.5	100.8	96.1	104.9	93.6	100.0	4.3	
		III	93.3	81.5	88.9	101.6	81.4	103.4	91.7	10.4	
	0.2	I	98.2	87.3	104.1	86.8	91.3	89	92.8	7.5	7.8
		II	86.4	93.1	98.9	93.9	91.9	89.8	92.3	4.5	
		III	81.5	85.1	80.5	100.2	102.2	102	91.9	11.5	
	0.5	I	94.1	104.6	92.4	93.5	101.6	91	96.2	5.7	6.5
		II	98.1	87.4	101.2	89.3	93.5	85.5	92.5	6.7	
		III	83.3	100.3	92.4	94.2	93	104.2	94.6	7.6	
羊 粪	1	I	100.5	81.2	88.5	85.1	103.7	91.2	91.7	9.6	7.6
		II	87	97.4	91.4	92.8	104.2	81.2	92.3	8.7	
		III	89.2	92.9	86.6	94.5	89.5	100.5	92.2	5.4	
	2	I	85.3	88	85.3	88.2	80.9	90.1	86.3	3.7	7.5
		II	99.6	97.6	98.6	80.8	102	90.4	94.8	8.3	
		III	85.5	95.8	91.4	88.1	92.1	102.8	92.6	6.6	
	5	I	97.1	92.2	91.5	84.5	90.8	98	92.4	5.3	6.8
		II	98.1	87.5	91.1	85.6	100.5	100.5	93.9	7.1	
		III	82.1	92.6	104.1	90.2	101.6	90.4	93.5	8.7	

表 31 鸭粪和羊粪中铅 (Pb) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
鸭 粪	10	I	88.1	98.1	89.2	90	107.8	97.6	95.1	8.0	9.0
		II	92.1	100.5	108.8	108.5	83.4	83.1	96.1	12.1	
		III	88	82.5	92.9	93.7	93.6	101.1	92.0	6.8	
	20	I	86	86.6	91.4	108.4	93.7	86.4	92.1	9.3	10.3
		II	86.3	90.4	91.1	107.1	103.2	109.9	98.0	10.1	
		III	81.5	102.9	96.8	81.8	96	80.2	88.9	10.9	
	50	I	91.9	81.7	106.4	92.8	97.1	86.5	92.7	9.2	8.7
		II	93.7	88	98.3	91.4	101.8	109.8	97.2	8.1	
		III	81.6	102.4	94.6	108.1	102.1	97.4	97.7	9.4	
羊 粪	3	I	87.3	95.8	80.3	107	109.6	95.4	95.9	11.7	9.7
		II	94.5	84.2	103.1	89.5	85	102.4	101.9	8.9	
		III	81.8	97.1	90.6	86.8	105.9	87.8	91.7	9.4	
	6	I	95.8	81.4	87.1	105.6	92.6	109	95.3	11.1	10.4
		II	95.4	102.2	83.6	105	101.3	100.1	97.9	7.9	
		III	109.8	80.1	85.7	103.1	87.2	108.7	95.8	13.5	
	15	I	83.3	98.1	104.2	98.3	97.7	95.8	96.2	7.2	6.1
		II	98.2	100.9	104.3	101.1	90.5	93.9	98.2	5.2	
		III	86.3	91.6	94.3	104	97.1	92.3	94.3	6.3	

表 32 鸭粪和羊粪中砷 (As) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)							批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6	平均		
鸭 粪	5	I	82.4	96.7	96.4	84.5	104.8	104.7	94.9	10.1	9.6
		II	83.7	100.3	88.1	104.4	82.9	85.4	90.8	10.1	
		III	88	104.1	93.7	89.1	96.5	83.6	92.5	7.8	
	10	I	102.6	97	98.2	94.8	101.6	99.8	99.0	2.9	8.5
		II	88.7	109	100.5	92.6	109.4	109.6	101.6	9.1	
		III	90	97.1	105	107.6	80.7	104.6	97.5	10.7	
	50	I	100.5	99.7	96.3	108.6	113.7	98.7	102.9	6.5	6.6
		II	95.5	89.4	99.6	100.3	91.1	99.2	90.2	93.6	
		III	94.4	92.4	82.2	89.7	95.2	94.9	91.5	5.4	
羊 粪	1	I	92	105.5	97.5	110	105.8	102.5	102.2	6.4	8.2
		II	91.9	104.1	85	100.9	99.7	103.3	104.1	7.7	
		III	108.1	92.6	99.8	121.1	104.4	115.5	106.9	9.7	
	2	I	102.6	101.7	96.2	97.9	96.4	86.1	96.8	6.1	8.7
		II	84.7	92	90	101.8	80.4	98.4	94.7	8.8	
		III	109.2	109.2	101.6	97.9	100.8	95.3	102.3	5.6	
	5	I	91.6	100.7	107.3	100.2	84.2	101.6	88.5	8.5	8.0
		II	105.6	83.2	88.8	99.2	97.2	96	104.1	8.3	
		III	85.1	92.4	96.2	93.7	109.5	95.7	95.4	8.4	

表 33 鸭粪和羊粪中汞 (Hg) 元素的添加回收率及 RSD, n=6

品 种	添加浓度 (mg/kg)	批 次	回收率 (%)						平均	批内 RSD(%)	批间 RSD(%)
			1	2	3	4	5	6			
鸭 粪	0.05	I	107.8	93.7	91.4	91.7	94.6	96.2	95.9	6.4	6.7
		II	87.1	98.8	98.8	102.9	106.3	89.5	97.2	7.7	
		III	102	109.7	101.8	97.7	98.8	106.6	102.8	4.5	
	0.1	I	87.7	96.5	97.8	86.8	96.7	105.3	95.1	7.3	6.9
		II	104.8	85.8	92.1	106.4	98.2	104.1	98.6	8.3	
		III	104.1	99	101.6	103.3	98.1	106.8	102.2	3.2	
	0.25	I	107.2	96.6	96.9	92.2	91.2	104.1	98.0	6.5	6.1
		II	104.2	93.8	89	90.4	94	94.7	94.4	5.6	
		III	94.8	90.1	93.4	94.9	101.9	107.4	97.1	6.5	
羊 粪	0.05	I	103.8	100.4	107.4	101.6	106	103.9	103.9	2.5	6.4
		II	88.7	97.5	104.7	85.4	94.9	94.4	94.3	7.2	
		III	106.2	99	101.8	97.5	107.8	94.8	101.2	5.0	
	0.1	I	100.7	113.4	93.6	108.9	108.3	87.3	102.0	9.9	9.2
		II	96.4	107.4	109.5	107.6	114.8	112	108.0	5.9	
		III	94.8	113.1	90.1	109.2	92.4	90	98.3	10.4	
	0.25	I	91.4	97.4	92.4	108.4	104.4	100.1	99.0	6.7	7.1
		II	91	100	103.1	87	95.2	97.9	95.7	6.2	
		III	94.2	90.5	98.1	93	110.7	109.2	99.3	8.7	

从以上结果（表 27~33）可以看出鸭粪和羊粪在不同添加浓度其平均回收率均在 80%以上，批内和批间的相对标准偏差均低于 20%；在重复性条件下，两次独立测试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%。

3.2.11 再现性

根据标准验证要求，本标准经三家单位进行方法验证，验证结果满意，验证报告见附件。

3.2.12 粪污样品的含量调查

(1) 文献资料

贾武霞在 2016 年对畜禽粪便中重金属 Cu、Zn、Cd、As、Cr、Pb 和 Hg 含量进行调查,结果显示分布差异较大,其平均值分别为 377.5、1610.4、0.72、7.79、22.51、6.31 mg/kg 和 0.06 mg/kg。参照国家农用污泥污染物控制标准,猪粪中 Cu、Zn 的超标率分别达 59.84%和 95.08%,As 超标率为 3.28%,而 Cd、Ni、Cr、Pb 和 Hg 的含量则均低于控制标准。

茹淑华等通过对河北省全省区域典型集约化养殖场的主要畜禽粪便采样,分析测定畜禽粪便中 Cu、Zn、Cd、Pb、Cr、As、Hg、Ni 8 种重金属含量并进行数据分析,由于数据分布较为离散,因此,采用中位值(50%分位值)来表征畜禽粪便重金属含量分布特征。按德国腐熟堆肥标准和中国有机肥(NY 525—2012)的标准,畜禽粪便 Cu、Zn、Cd、Pb、Cr、As、Hg、Ni 含量分别为 63.00、399.10、0.23、4.60、53.30、4.60、0.25、10.40 mg/kg。猪粪中 Cu、Zn、Cr 和 As 超标率分别为 80.43%、78.26%、30.43%和 21.74%,Pb 和 Hg 不超标,牛粪重金属超标率顺序为 Cr>Hg>Zn,其他重金属均不超标。

丁丽军等对鸡粪、鸭粪、鹅粪、猪粪和牛粪中铜、锌(Zn)、铅(Pb)、铬(Cr)、镉(Cd)、镍(Ni)、砷等 7 种元素含量重金属含量调查,Cu 和 Zn 在不同粪便中的含量差别较大,猪粪中 Cu 的平均含量 571.3 mg/kg、中位数为 370.8 mg/kg,Zn 在猪粪中的平均含量高达 578.3 mg/kg、中位数为 506.9 mg/kg,除牛粪外,其他畜禽粪便中重金属含量均有超标现象,其中猪粪 Cu、Zn、Cd 严重超标,鸡粪 Zn、Cd、Ni 严重超标。根据我国畜禽粪便安全使用准则中在 pH<6.5 土壤中使用限量标准,猪粪中 As、Cu、Zn 均超标。

黄娟等对杭州市 12 个生猪养殖场共计 36 批样品中的 8 种重金属元素进行了含量测定,重金属 Fe、Cu、Mn、Zn 的平均值分别为 3.28、1.79、0.59、1.97 g/kg;重金属 Pb、Cr、Cd、As 的平均值分别为 3.24、29.18、0.25、14.88 mg/kg,采集的生猪粪便中重金属含量差异较大,变异系数在 35.14%~112.88%之间,超过 83%的样品中的 Cu 含量值大于 500 mg/kg,超过或接近 NY/T 1334 中 Cu 的限量,超过 47%的样品中 Zn 含量值大 1 500 mg/kg,超过或接近 NY/T 1334 中 Zn 的限量。

从以上文献可知，因饲养添加和环境等影响，畜禽粪便中的重金属含量差异较大，结果比较离散，不同种类、不同地区的畜禽粪便需要具体检测其重金属含量，但畜禽粪污中重金属含量存在大量超标现象，急需进行相关检测和监控，以保护环境和人民身体健康。

(2) 江西省猪粪中重金属调查

我们对江西省20个县（区）规模化猪场的粪便进行随机抽样，共采集样品110份，分别检测其铜、锌、铁、锰、铅和镉的含量结果如表34和图2。

表 34 猪粪便中不同元素含量分析

	mg/kg					
	Cu	Zn	Fe	Mn	Pb	Cd
均值	687.04	1315.26	2450.37	720.96	6.11	0.61
标准差	696.44	1129.86	1203.91	294.01	4.80	0.51
极小值	91.86	440.45	989.01	288.91	0.79	0.11
极大值	4223.75	10603.23	7742.99	1657.49	22.27	3.67
25	183.04	912.86	1749.23	527.68	2.78	0.36
百分位数 50	286.12	1127.63	2213.38	685.85	5.00	0.48
75	1174.11	1436.75	2755.98	806.48	7.77	0.63

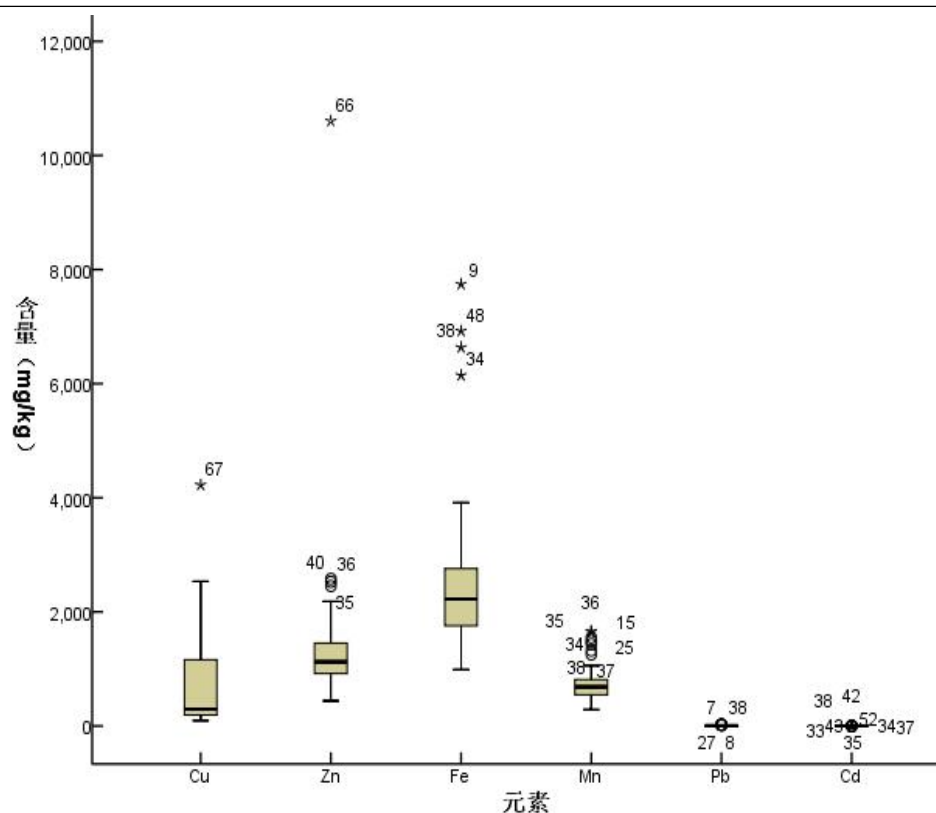


图 2 猪粪便中不同元素含量的分析

由表 34 和图 2 中数据经可知,猪粪中铜、锌、铁和锰的平均含量分别为 687.04 mg/kg、1315.26 mg/kg、2450.37 mg/kg 和 720.96 mg/kg, 不同猪场的猪粪中含量波动范围很大, 其中锌和铜的含量最大值是最小值的二十倍到五十倍, 铜含量主要集中在分布于 183.04 mg/kg 和 1174.11 mg/kg 范围, 锌含量主要集中在 912.86 mg/kg 到 1436.75 mg/kg 范围内, 铁含量主要集中在 1749.23 mg/kg 到 2755.96 mg/kg 范围内, 锰含量主要集中在 527.68 mg/kg 到 806.48 mg/kg 范围内, 其中铅含量的中位数为 5.00 mg/kg, 镉含量的中位数为 0.48 mg/kg。

(3)牛粪中铜和锌的含量调查分析

表 35 肉牛粪样中铜和锌平均值和标准偏差

肉牛产污		粪样		
		含水率(%)	铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	79.02	39.26	196.96
200801	SD	1.28	4.35	47.23
春季	平均值	79.49	24.08	147
200804	SD	1.25	3.28	16.21
夏季	平均值	78.16	35.47	193.48
200807	SD	1.36	4.9	17.31
秋季	平均值	78.18	31.06	93.14
200710	SD	1	4.85	17.34

表 36 肉牛粪便中铜和锌平均值和标准偏差

肉牛排污		肉牛粪便		
		含水率(%)	铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	79.97	50.65	208.33
200801	SD	1.09	59.67	28.19
春季	平均值	80.77	24.62	117.33
200804	SD	1.89	6.14	7.94
夏季	平均值	77.15	33.53	155.17
200807	SD	0.83	9.73	27.85
秋季	平均值	77.54	27.57	91.88
200710	SD	1.37	1.63	3.02

表 37 肉牛堆粪中铜和锌的平均值和标准偏差

肉牛排污		肉牛堆粪		
		含水率(%)	铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	80.53	32.93	220
200801	SD	0.06	2.91	11.14
春季	平均值	79.97	20.9	117.67
200804	SD	0.91	4.45	24.66
夏季	平均值	77.47	35	107.53
200807	SD	1.1	5.01	9.93
秋季	平均值	78.98	29.9	89.9
200710	SD	0.82	1.37	2.41

表 38 奶牛育成牛粪便中铜和锌的平均值和标准偏差

奶牛排污		奶牛育成牛粪便		
		含水率(%)	铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	81.7	44.72	172.67
200801	SD	1.2	3.19	21.93
春季	平均值	80.93	43.82	134.33
200804	SD	0.7	10.26	8.33
夏季	平均值	41.13	25.5	84.32
200807	SD	46.4	21.87	81.59
秋季	平均值	79.8	33.82	58.08
200710	SD	2.1	2.01	3.34

表 39 奶牛成乳母牛粪便中铜和锌的平均值和标准偏差

奶牛排污		奶牛成乳母牛粪便		
		含水率(%)	铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	82.23	44.4	173.67
200801	SD	1.98	9.86	35.64
春季	平均值	83.12	34.28	159.83
200804	SD	0.77	3.88	6.52
夏季	平均值	42.03	23.11	93.91
200807	SD	46.94	19.35	85.13
秋季	平均值	81.51	34.63	54.83
200710	SD	1.04	2.6	3.06

表 40 奶牛堆粪中铜和锌的平均值和标准偏差

奶牛排污		奶牛堆粪		
		含水率(%)	铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	81.07	40.03	148.67
200801	SD	2.02	4.82	21.13
春季	平均值	80.67	41.47	151.67
200804	SD	1.72	5.91	10.69
夏季	平均值	82.13	36.83	97.43
200807	SD	2.4	3.93	2.78
秋季	平均值	79.72	35.73	61.7
200710	SD	1.36	2.16	5.7

表 41 饲料采食量及营养成分分析——肉牛

肉牛		饲料营养成分分析	
		铜(mg/kg)	锌(mg/kg)
冬季	平均值	18.25	78.08
200801	SD	4.53	5
春季	平均值	165.2	42.16
200804	SD	39.29	31.64
夏季	平均值	5.98	27.46
200807	SD	1.65	6.77
秋季	平均值	18.93	52.98
200710	SD	2.44	9.77

由表 35~41 可知,牛粪中铜含量主要集中分布于 30 mg/kg 和 50 mg/kg 范围,锌含量主要集中分布于 100 mg/kg 和 200 mg/kg 范围,不同季节牛粪中的铜和锌含量波动范围很大,夏季和秋季的含量小于冬季和春季,不同生产种类的牛粪中铜和锌的差异不大,饲料中的铜和锌与牛粪中的铜、锌具有一定的相关性,表现出夏季和秋季小于冬季和春季,说明铜和锌主要受牛采食的饲料中的元素影响。(牛粪中铜和锌数据有山东省饲料监察所李俊玲老师提供)

(4) 刮槽粪便和化粪池粪便检测

为扩大样品的代表性,根据初审意见,我们对刮槽粪便和化粪池粪进行了含量调查,结果如表 42 所示。

表 42 刮槽粪便和化粪池粪便元素含量分析

		mg/kg						
项目		Cu	Zn	Cr	Cd	Pb	As	Hg
干湿分离	平均值	103.18	675.31	6.42	0.11	7.48	0.64	0.03
	SD	32.05	412.37	5.44	0.09	5.77	0.38	0.02
化粪池	平均值	160.04	1073.95	15.25	0.31	9.69	4.56	0.07
	SD	26.07	338.13	7.11	0.21	7.19	3.70	0.04

结果显示化粪池中的重金属含量大于干湿分离中猪粪的含量。

孙红霞等测定了饲料、粪便、沼渣和沼液中重金属元素含量，沼渣中重金属含量如表 43 所示，饲料、粪便、沼渣、沼液中铜元素含量均超标，且粪便中所有重金属元素含量均高于饲料中的含量，粪便中铜元素含量超总超标率 35.2%，沼渣中铜超标率为 44.4%。

表 43 沼渣中重金属元素含量

		mg/kg					
项目		Cu	Zn	Cd	Pb	As	Hg
沼渣	平均值	247.78	194.78	0.75	9.87	0.87	0
	标准差	210.37	141.13	0.47	4.75	0.44	--

何波澜等通过福建省猪场粪污调查发现，经过干湿分离器分离出来的粪渣中的铜、锌、镉、砷含量均较猪粪和沼渣的低，干湿分离粪渣中锌含量为 284.35~1 063.37 mg/kg，铜含量为 78.27 ~449.30 mg/kg，镉含量为 0.06 ~0.24 mg/kg，砷含量为 0~0.20 mg/kg。沼渣中锌含量为 433.96~2846.25 mg/kg；铜含量为 75.93 ~2566.39 mg/kg；镉含量为 0.21 ~1.1 mg/kg，砷含量为 0.02~9.8 mg/kg。经过发酵沉淀后，沼液中的重金属含量均明显低于沼渣和猪粪的。

说明不同地区，不同饲料喂条件下，猪粪中的重金属含量差异较大，一般发酵后，剩余干物质中的含量升高，铜和锌的超标风险较大，需统一检测标准，加强含量检测，防止对土壤、水和农产品产生危害。

(5) 粪污中的水分的含量调查分析

对粪污中的水分研究较少，通过查阅文献，汤承浩等通过 80℃烘干 6 h 测定鸡粪中的含水率 15.56%，费辉盈等通过 105℃烘箱烘干至恒重测定了畜禽粪便中的水分，结果显示，牛粪的平均含水率为 85%，猪粪的平均含水率为 73%，鸡粪的平均含水率为 75%，李丹阳等调查羊粪的含水率为 54.68%，最高可达 75%。

大部分粪污测定采用烘干后测量，取样量少，样品中水分的含量对测量结果的准确度影响较大，所以调查粪污中水分的含量很有意义。《GB/T 25169-2010

畜禽粪便监测技术规范》中已经对样品的制备进行了规定，即畜禽粪便应及时摊开晾干或利用设备制备成风干样品，经研磨过 2 mm 尼龙筛，在经过非金属细磨过 0.25 mm 尼龙筛制成制备样，故标准的待测试样应是先准备成风干物质，同时，本标准规定了畜禽粪便中含水量的测定标准—《GB/T8576-2010 复混肥料中游离水含量的测定》，因此，本标准不再规定含水量测定标准。考虑到标准的严谨性，根据专家意见，本标准对 GB/T 25169-2010 制备的样品的基础上经 105℃恒重后再进行测量，如需要测量水分，则采用《畜禽粪便监测技术规范》指定的水分测量方法进行测定，游离水的含量用 w_i 计算（质量分数%），本标准中绝干粪污中各元素的含量以质量分数 X_i 表示，鲜畜禽粪污中各元素的含量（ X_{0i} ）计算如下：

$$X_{0i} = X_i \times (1 - w_i)$$

表 44 干粪污样品中重金属元素含量及含水率

样品 编号	Cr (mg/kg)	Cu (mg/kg)	Zn (mg/kg)	As (mg/kg)	Cd (mg/kg)	Pb (mg/kg)	Hg (mg/kg)	含水率 (%)	
猪粪	Z1	258.27	858.27	853.11	0.28	0.20	3.81	0.31	68.25
	Z2	422.75	422.75	956.75	8.90	0.25	5.85	0.10	70.36
	Z3	265.60	265.60	1545.94	0.40	0.47	3.49	0.36	72.11
	Z4	173.65	173.65	801.61	3.19	0.39	4.95	0.07	88.36
	Z5	227.04	227.04	169.22	5.68	0.26	5.99	0.20	83.65
	Z6	220.68	220.68	146.81	5.52	0.40	3.73	0.15	88.40
	Z7	159.67	159.67	1722.40	0.63	0.35	4.73	0.22	49.19
	Z8	97.03	97.03	63.69	1.12	0.63	8.08	0.56	85.42
	Z9	123.89	123.89	585.63	0.38	0.46	3.16	0.05	76.84
	Z10	220.98	182.39	271.71	2.18	0.32	1.72	0.10	78.65
鸡粪	J1	4.76	41.99	1709.83	1.16	0.56	1.70	0.07	70.21
	J2	19.43	151.77	894.19	8.57	0.12	11.76	0.02	55.82
	J3	6.82	73.63	1463.99	1.29	0.41	0.95	0.08	63.40
	J4	17.41	125.67	863.66	3.80	0.15	15.63	0.02	72.12
鸭粪	D1	26.89	30.53	212.41	5.65	0.05	0.31	0.01	53.57
	D2	22.76	50.48	243.52	7.69	0.08	0.23	0.02	88.40
	D3	26.63	27.96	178.59	5.13	0.14	12.72	0.03	42.00
羊粪	Y1	2.14	17.12	73.56	0.96	0.00	0.00	0.00	55.78
	Y2	3.74	16.35	187.93	2.75	2.59	9.72	0.12	51.88
	Y3	5.96	55.60	524.57	0.53	0.31	1.18	0.01	42.77
	Y4	4.98	34.58	309.85	0.66	0.12	1.48	0.02	75.78

表 45 鲜粪污样品中重金属元素含量

		mg/kg						
样品	编号	Cr	Cu	Zn	As	Cd	Pb	Hg
猪粪	Z1	82.00	272.50	270.86	0.09	0.06	1.21	0.10
	Z2	125.29	125.29	283.54	2.64	0.07	1.73	0.03
	Z3	74.08	74.08	431.20	0.11	0.13	0.97	0.10
	Z4	20.22	20.22	93.34	0.37	0.05	0.58	0.01
	Z5	37.12	37.12	27.67	0.93	0.04	0.98	0.03
	Z6	25.60	25.60	17.03	0.64	0.05	0.43	0.02
	Z7	81.14	81.14	875.24	0.32	0.18	2.41	0.11
	Z8	14.15	14.15	9.29	0.16	0.09	1.18	0.08
	Z9	28.69	28.69	135.63	0.09	0.11	0.73	0.01
	Z10	47.18	38.94	58.01	0.47	0.07	0.37	0.02
鸡粪	J1	1.42	12.51	509.36	0.35	0.17	0.51	0.02
	J2	8.58	67.05	395.05	3.79	0.05	5.20	0.01
	J3	2.49	26.95	535.82	0.47	0.15	0.35	0.03
	J4	4.86	35.04	240.79	1.06	0.04	4.36	0.00
鸭粪	D1	12.48	14.18	98.62	2.62	0.02	0.15	0.00
	D2	2.64	5.86	28.25	0.89	0.01	0.03	0.00
	D3	15.45	16.22	103.58	2.98	0.08	7.38	0.02
羊粪	Y1	0.95	7.57	32.53	0.42	0.00	0.00	0.00
	Y2	1.80	7.87	90.43	1.32	1.25	4.68	0.06
	Y3	3.41	31.82	300.19	0.30	0.18	0.68	0.01
	Y4	1.21	8.38	75.05	0.16	0.03	0.36	0.01

为准确测量粪污含水率, 根据专家建议, 我们对不同来源的粪污样品采用 105 °C 烘箱烘干至恒重进行测定, 从表 35~41 可以看出牛粪中的含水率为 77.15~83.12%。从表 44~45 可知, 猪粪样品的含水分布为 49.19~88.40%, 羊粪样品的含水率分布为 55.78~75.78%, 鸭粪样品的含水率分布为 42.0~88.4%。结果显示, 不同地区养殖环境及饲养方式的不同, 动物粪污中的含水率差异很大。

因《GB/T 25169-2010 畜禽粪便监测技术规范》中已经对畜样品的制备进行了规定, 即畜禽粪便应及时摊开晾干或利用设备制备成风干样品, 经研磨过 2 mm 尼龙筛, 在经过非金属细磨过 0.25 mm 尼龙筛制成制备样, 故标准的待测试样应是风干物质。该检测技术规范也规定了畜禽粪便中含水量的测定标准——《GB/T8576-2010 复混肥料中游离水含量的测定》, 用真空干燥箱 50°C 烘干, 称为“游离水”测定, 而 NYT 1334-2007 《畜禽粪便安全使用准则》重金属等

限量是以“干粪计”，而 GB 4284-2018 《农用污泥污染物控制标准》重金属等限量是以“干基计”显然后者是绝干计但前者干粪可能是风干样，也可能是“绝干”，鉴于畜禽粪污样品的复杂性，水分测定应为独立的检测标准，为保证与现有标间的相容性，本方法先不考虑水分问题，检测结果出来后再根据要求测定水分。

四、采用国际标准

未采用任何国际标准和国外先进标准。

五、与现行法律法规和强制性标准的关系

本标准的制定可为畜禽粪便安全的评价、相关质量标准指标的制订和贯彻执行提供直观的指导。与有关的现行法律法规和强制性国家标准没有冲突和重复。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准的制定广泛征求意见，包括科研院所、检验机构、生产企业，根据反馈意见对标准的《征求意见稿》进行修改，无重大分歧意见。

七、标准作为强制性或推荐性标准的意见

本标准为化学分析方法标准，并不涉及有关国家安全、保护人体健康和人身财产安全、环境质量要求等有关强制性地方标准或强制性条文等的八项要求之一。因此，建议将本标准作为推荐性行业标准颁布实施。

八、贯彻标准的要求和措施建议

为了贯彻实施本国家标准，建议相关职能部门指导和指定科研机构对相关的人员进行技术培训。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、其他应予说明的事项

无。

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家标准《食品中多元素的测定》GB/T 5008.268-2016.
- [2] 中华人民共和国国家标准《畜禽粪便中铅、镉、铬、汞的测定 电感耦合等离子体质谱法》GB/T 24875-2010.
- [3] 李帆,鲍先巡,王文军等. 安徽省畜禽养殖业粪便成分调查及排放量估算[J].安徽农业科学,2012,40(12):7359-7361.
- [4] 王飞,邱凌,沈玉君等. 华北地区饲料和畜禽粪便中重金属质量分数调查分析[J].农业工程学报,2015,31(5):216-267.
- [5] 潘寻,韩哲,贲伟伟. 山东省规模化猪场猪粪及配合饲料中重金属含量研究[J].农业环境科学学报,2013,32(1):160-165.
- [6] 王孕雨,聂容春,降林华等. 微波消解ICP-MS法测定尿液中硒及其它元素重金属元[J]. 光谱实验室,2012,29(1):320-323.
- [7] 李倩云,周国燕,曹蕾.微波消解-电感耦合等离子体质谱法检测虾中铅含量[J].食品与发酵工业,2016,42(4):193-196.
- [8] 耿昭克. 微波消解原子分光光度法测定土壤中锌含量消解液的筛选[J].安徽农业科学,2016,44(19):156-157.
- [9] 王李宝,凌云,黎慧等. 正交实验优化微波消解海洋沉积物重金属镉测定的条件 [J]. 水产养殖,2016,37(4):39-41.
- [10] 陈倩倩,刘晓东,孙立广等. 微波萃取-原子荧光光谱法优化测定海鸟生物粪中的甲基汞[J].光谱学与光谱分析,2011,31(1):249-252.
- [11] 李波,崔杰华,王颜红等. 应用一种微波消解液直接测定食品中7种元素[J].中国测试技术,2008,34(2):89-91.
- [12] 滕海英,祝国强,黄平等. 正交试验设计实例分析[J].药学服务与研究,2008,8(1):75-76.
- [13] 周志,唐巧玉,汪兴平等. 微波消解-原子吸收法快速测定蔬菜中铜、锌的含量[J]. 食品科学,2007,28(6):285-287.
- [14] 朱芹,黄湘杰. 冠心宁注射液中重金属及有害元素含量测定及消解条件优选[J].中国药业,2017,26(5):24-29.
- [15] 王四新,季海峰,刘辉等. 猪场饲料与粪便中铜和锌含量的抽样分析[J].饲料研究,2015,(12):20-22,28.

- [16] 邓杰,戴林建,杨苏等. 石墨消解-电感耦合等离子体质谱法测定烟叶中12种微量元素[J]. 热带作物学报,2017,38(9): 1759-1763.
- [17] 郑书华,蔡萍. 电感耦合等离子质谱法测定茶叶中的多种微量元素[J].分析仪器,2018,(5): 40-44.
- [18] 贾武霞,文炯,许望龙等. 我国部分城市畜禽粪便中重金属含量及形态分布[J].农业环境科学学报,2016,35(4):764-773.
- [19] 茹淑华,苏德纯,张永志,张国印,耿暖,孙世友,王凌.河北省集约化养殖场畜禽粪便中重金属含量及变化特征[J].农业资源与环境学报,2016,33(06):533-539.
- [20] 丁丽军,韦芊含,袁华根,张雨梅.泰州地区畜禽粪便中重金属含量调查[J].畜牧与兽医,2019,51(12):34-39.
- [21] 黄娟,任玉琴,饶凤琴.猪粪便中8种重金属元素的检测及对杭州地区的调查分析[J].畜牧与兽医,2018,50(04):40-44.
- [22] 孙红霞,张花菊,徐亚铂等.猪饲料、粪便、沼渣和沼液中重金属元素含量的测定分析[J].黑龙江畜牧兽医,2017(09):285-287.
- [23] 何波澜,黄勤楼,钟珍梅等.福建省猪场粪污及土壤重金属含量的调查研究[J].福建畜牧兽医,2015,37(05):13-17.
- [21] 费辉盈,常志州等,王世梅,黄红英,陈欣,朱红. 畜禽粪便水分特征研究[J].农业环境科学学报,2006(S2):599-603.
- [24]. 汤承浩,汪玉容等.干鸡粪中水分、蛋白质和粗灰分含量的测定[J].山东化工,2020,49(22):76-77.
- [25] 李丹阳,马若男,亓传仁等.含水率对羊粪堆肥腐熟度及污染气体排放的影响[J].农业工程学报,2020,36(20):254-262.
- [26] 中华人民共和国国家标准《复混肥料中游离水含量的测定》GB/T8576-2010.