

NYSL

新饲料和新饲料添加剂产品标准

NYSL—1010—2024

饲料添加剂 红色无定形态单质硒

Feed additive — Red amorphous elemental selenium

2024-12-20 发布

2024-12-20 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，由全国饲料评审委员会归口。

本文件由北京华美源科技发展有限公司、北京华美源生物科技有限公司起草，由国家饲料质量检验检测中心（北京）复核。

本文件主要起草人：张洒洒，郭岩彬，李玉欣，于兴龙，范志恒，王海彦，李奎。

饲料添加剂 红色无定形态单质硒

1 范围

本文件规定了饲料添加剂红色无定形态单质硒的技术要求、取样、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。

本文件适用于以枯草芽孢杆菌（*Bacillus subtilis* CGMCC No. 11741）为菌种，经液体发酵，对培养基中的亚硒酸钠进行还原，再经离心分离、添加载体、喷雾干燥和辐照灭菌等工艺制得的饲料添加剂红色无定形态单质硒。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所有制剂及制品的制备
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB 10648 饲料标签
- GB/T 13079 饲料中总砷的测定
- GB/T 13080 饲料中铅的测定 原子吸收光谱法
- GB/T 13091 饲料中沙门氏菌的测定
- GB/T 13883 饲料中硒的测定
- GB/T 14699 饲料 采样

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 技术要求

4.1 外观与性状

红色粉末或颗粒，具有微生物发酵特有的气味。

4.2 鉴别

无定形态单质硒的拉曼光谱应显示出特征的拉曼位移峰，具体峰位数值应符合附录 A 中的规定。

4.3 技术指标

应符合表 1 的规定。

表 1 技术指标

项 目	指 标
总硒（以 Se 计）/（mg/kg）	30000~40000
无定形态单质硒占总硒质量百分比/%	≥98.0
无定形态单质硒的平均粒径/nm	100~250
水分/%	≤10.0
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤2.0
铅/（mg/kg）	≤5.0
沙门氏菌（25 g 中）	不得检出

5 取样

按 GB/T 14699 的规定执行。

6 试验方法

6.1 外观与性状

取适量试样，置于洁净白色瓷盘或玻璃板上，在自然光状态下，观察其颜色和状态，并闻其气味。

6.2 鉴别试验

6.2.1 试剂或材料

6.2.1.1 校准激光共聚焦拉曼光谱仪标准品：单晶硅片或金刚石。

6.2.2 仪器设备

6.2.2.1 激光共聚焦拉曼光谱仪。

6.2.2.2 电子天平：精度为 0.01 g。

6.2.2.3 离心机：转速不低于 10000 r/min。

6.2.3 试验步骤

6.2.3.1 试样溶液的制备

称取 1 g 试样（精确至 0.01 g），置于 50 mL 离心管中，加 40 mL 水，混匀；10000 r/min 离心 3 min，弃去上清液后，再加 10 mL 水，混匀。

6.2.3.2 仪器参考条件

激光共聚焦拉曼光谱仪参考条件如下：

- a) 激光波长：532 nm；
- b) 额定激光功率：50 mW；

- c) 信号采集时间: 20 s;
- d) 扫描范围: $100\text{ cm}^{-1}\sim 1000\text{ cm}^{-1}$ 。

6.2.3.3 测定

6.2.3.3.1 校准激光共聚焦拉曼光谱仪

控制环境温度为 $15^{\circ}\text{C}\sim 25^{\circ}\text{C}$, 相对湿度 $\leq 60\%$, 保持无强光直射, 无强电磁场干扰, 无振动, 无强气流以及无腐蚀性气体。采用标准品(6.2.1.1)进行激光共聚焦拉曼光谱仪的单一拉曼频移校准, 重复测量6次。以6次测量平均值为测量结果, 计算测量结果与标准品的差值。利用上述差值进行激光共聚焦拉曼光谱仪的拉曼频移校准, 使测量结果与参考值一致。

6.2.3.3.2 试样溶液的测定

用直径1.1 mm玻璃毛细管吸取适量试样溶液(6.2.3.1)至毛细管的中间位置, 用酒精灯灼烧毛细管两端封口。用10倍短焦显微镜头聚焦至试样区域, 利用激光共聚焦拉曼光谱仪测定试样溶液的拉曼光谱, 识别试样溶液的拉曼位移, 与红色无定形态单质硒标准品的拉曼光谱图(见附录A)比较, 特征拉曼位移峰应一致。

6.3 水分

按GB/T 6435规定执行。

6.4 总硒

按GB/T 13883中氢化物发生-原子荧光光谱法的规定执行。

6.5 无定形态单质硒占总硒质量百分比

按附录B规定执行。

6.6 无定形态单质硒平均粒径

6.6.1 仪器设备

- 6.6.1.1 透射电子显微镜: 放大率不低于20000倍。
- 6.6.1.2 电子天平: 精度为0.01 g。
- 6.6.1.3 离心机: 转速不低于10000 r/min。

6.6.2 操作步骤

6.6.2.1 试样溶液的制备

试样制备方法同6.2.3.1。

6.6.2.2 仪器参考条件

透射电子显微镜参考条件如下:

- a) 加速电压: $60\text{ kV}\sim 120\text{ kV}$;
- b) 试样观测放大倍率: 4000倍 ~ 20000 倍。

6.6.2.3 试样溶液的测定

取 10 μL 试样溶液（6.6.2.1）滴加到碳支持膜铜网上，用透射电子显微镜进行观察，在 4000 放大倍率下观察聚焦试样溶液中的单质硒颗粒，在 10000~20000 放大倍率下拍照并测量单质硒的粒径，测量 100 个单分散无定形态单质硒颗粒的粒径，计算单质硒的平均粒径，统计粒径分布范围。

6.7 总砷（以 As 计）

按 GB/T 13079 规定执行。

6.8 铅

按 GB/T 13080 规定执行。

6.9 沙门氏菌

按 GB/T 13091 规定执行。

7 检验规则

7.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，但每批产品不应超过 10 t。

7.2 出厂检验

出厂检验项目为外观与性状、水分、总硒和无定形态单质硒占总硒质量百分比。产品出厂前应逐批检验，检验合格并且附具合格证和使用说明书（见附录 C）方可出厂。

7.3 型式检验

型式检验项目为第 4 章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年进行 1 次型式检验。有下列情况之一时，也应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺、配方或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产 3 个月以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

7.4 判定规则

7.4.1 所检项目全部合格，判定为该批次产品合格。

7.4.2 检验结果中有任何指标不符合本文件的规定时，可自同批产品中重新加倍取样进行复检。复检结果即使一项指标不符合本文件规定，则判定该整批产品不合格。

7.4.3 各项目指标的极限数值判定按 GB/T 8170 中修约值比较法执行。

8 标签、包装、运输、贮存和保质期

8.1 标签

按 GB 10648 规定执行，见附录 D。

8.2 包装

采用内衬聚乙烯袋、外为聚丙烯多层复合膜袋包装。

8.3 运输

运输时应防雨、防晒，并且不得与有毒、有害或者其他有污染的物品及具有氧化性物质混装、混运。

8.4 贮存

应贮存在阴凉和通风干燥处，不得露天存放，不得与有毒有害物品混贮。

8.5 保质期

未开启包装的产品，在符合上述规定的运输、贮存条件下，保质期为 18 个月。

附录 A

(资料性)

红色无定形态单质硒标准品拉曼光谱图

红色无定形态单质硒标准品的拉曼光谱图见图 A. 1。

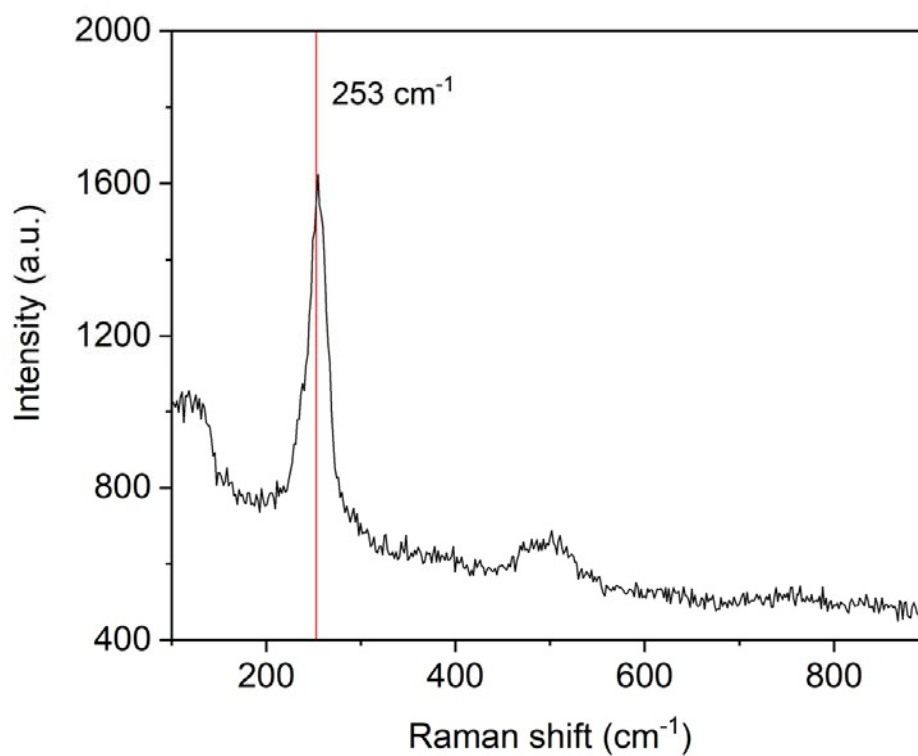


图 A. 1 红色无定形态单质硒标准品拉曼光谱图

附录 B

(规范性)

无定形态单质硒占总硒质量百分比

B.1 原理

无定形态单质硒不溶于水，将试样中的可溶性硒经超声提取和分离后，用氢化物发生原子荧光法测定试样中无定形态单质硒含量，并计算试样中无定形态单质硒占总硒的比例。

B.2 试剂或材料

警示：本试验方法中使用的部分试剂具有毒性和腐蚀性，操作时须小心谨慎。如溅到皮肤上应立即用水冲洗，严重者应立即治疗。各种强酸应小心操作，稀释和取用均在通风橱中进行，使用高氯酸时注意不要烧干，小心爆炸。

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。所有标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品，应按GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603的规定制备，试验用水应符合GB/T 6682中二级水的规定。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时，均指水溶液。

B.2.1 硝酸：优级纯。

B.2.2 高氯酸：优级纯。

B.2.3 盐酸：优级纯。

B.2.4 氢氧化钠：优级纯。

B.2.5 混合酸溶液：硝酸+高氯酸=4+1。

B.2.6 盐酸溶液（5%）：量取 25 mL 盐酸，缓慢加入 475 mL 水中，混匀。

B.2.7 氢氧化钠溶液（5 g/L）：称取 5 g 氢氧化钠（B.2.4），溶于 1000 mL 水中，混匀。

B.2.8 硼氢化钠溶液（5 g/L）：称取 5 g 硼氢化钠（NaBH₄），溶于 1000 mL 氢氧化钠溶液（B.2.7）中，混匀。

B.2.9 铁氰化钾溶液（200 g/L）：称取 20 g 铁氰化钾，溶于 100 mL 水中，混匀。

B.2.10 硒标准储备溶液：100 μg/L，或购买有证标准物质。

B.2.11 硒标准中间溶液（1 μg/mL）：准确移取 1 mL 硒标准储备溶液（B.2.10）于 100 mL 容量瓶中，用盐酸溶液（B.2.6）稀释并定容，混匀。

B.3 仪器和设备

B.3.1 原子荧光光度计：配硒空心阴极灯。

B.3.2 分析天平：精度为 0.0001 g。

B.3.3 可调温电热板。

B.3.4 超声波提取仪：功率 100 W，20 KHz。

B.3.5 高速离心机：转速不低于 12000 r/min。

B.4 测定步骤

B.4.1 试样溶液的制备

平行做两份试验。称取试样 0.5 g (精确至 0.0001 g), 置于 50 mL 离心管中, 加入 20 mL 水, 混匀, 超声提取 10 min (100 W, 20 KHz)。12000 r/min 离心 30 min。弃去上清液后, 加入 15 mL 混合酸溶液 (B.2.5), 放置过夜。将上述溶液全部转移至 100 mL 高型烧杯中, 加几粒玻璃珠, 并用少量水吹洗离心管内壁, 洗液并入高型烧杯中, 置于可调温电热板上逐步加热, 当溶液冒烟时, 继续加热至剩余体积约 2 mL, 不可蒸干。冷却, 加入 2.5 mL 盐酸 (B.2.3), 用水吹洗高型烧杯内壁, 继续加热至溶液冒烟时, 剩余体积约 2 mL, 冷却至室温, 用水转移至 50 mL 容量瓶中, 用水定容, 混匀, 作为试样消化液。准确移取 1 mL 试样消化液于 50 mL 容量瓶中, 加入 8 mL 盐酸 (B.2.3) 和 2 mL 铁氰化钾溶液 (B.2.9), 用水定容, 混匀, 待测。同时做空白试验。

B.4.2 硒标准系列溶液的制备

分别准确移取硒标准中间溶液 (B.2.11) 0.0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 和 3.00 mL, 分别置于 50 mL 容量瓶中, 分别加入 10 mL 水、8 mL 盐酸 (B.2.3) 和 2 mL 铁氰化钾溶液 (B.2.9), 用水定容至刻度, 混匀, 配制成浓度分别为 0.0 ng/mL、5 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 和 40 ng/mL 和 60 ng/mL 的硒标准系列溶液。

B.4.3 仪器参考条件

原子荧光光度计参考条件如下:

- a) 光电倍增管负高压: 340 V;
- b) 硒空心阴极灯电流: 60 mA;
- c) 原子化温度: 800℃;
- d) 原子化器高度: 8 mm;
- e) 载气流速: 500 mL/min;
- f) 屏蔽气流速: 1000 mL/min。

B.4.4 测定

B.4.4.1 硒标准系列溶液的测定

在原子荧光光度计最佳状态下, 以盐酸溶液 (B.2.6) 为载流, 硼氢化钠溶液 (B.2.8) 为还原剂, 连续用标准系列的零管进样, 待读数稳定之后, 将硒标准系列溶液按照浓度从低到高的顺序依次测定。以硒标准系列溶液浓度为横坐标, 荧光强度值为纵坐标, 绘制标准曲线, 其相关系数 $r \geq 0.99$ 。

B.4.4.2 空白溶液和试样溶液的测定

在相同的试验条件下, 分别测定空白溶液和试样溶液 (B.4.1), 用其荧光值强度, 从标准曲线上查得空白溶液和试样溶液中硒的浓度。若试样溶液中硒的荧光强度超出曲线线性范围, 分取适量试样溶液稀释, 并加入适量盐酸 (B.2.3)、铁氰化钾溶液 (B.2.9), 保证稀释后的试样溶液中盐酸和铁氰化钾浓度与硒标准系列溶液浓度一致, 再重新测定。

B. 5 试验数据处理

B. 5. 1 试样中的无定形态单质硒含量以 w_1 计, 数值以毫克每千克 (mg/kg) 表示, 按式 (B. 1) 计算:

$$w_1 = \frac{(c_1 - c_0) \times V_0 \times V_1}{m \times V_2 \times 1000} \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中:

c_1 ——试样溶液中硒的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

c_0 ——空白溶液中硒的浓度, 单位为微克每升 ($\mu\text{g/L}$);

V_0 ——试样消化液体积, 单位为毫升 (mL);

V_1 ——分取试样消化液后的定容体积, 单位为毫升 (mL);

m ——试样质量, 单位为克 (g);

V_2 ——分取试样消化液的体积, 单位为毫升 (mL);

1000——换算系数。

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。

B. 5. 2 试样中无定形态单质硒占总硒的质量百分比以 w_3 计, 数值以百分数 (%) 表示, 按式 (B. 2) 计算:

$$w_3 = \frac{w_1}{w_2} \times 100 \dots\dots\dots (B. 2)$$

式中:

w_1 ——试样中无定形态单质硒的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

w_2 ——试样中总硒的含量, 单位为毫克每千克 (mg/kg)。

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。

附录 C
(规范性)
产品说明书

【新产品证书号】
【生产许可证号】
【产品批准文号】
【执行标准】

饲料添加剂 红色无定形态单质硒
使用说明书

【产品名称】红色无定形态单质硒
【英文名称】Red amorphous elemental selenium
【有效成分】无定形态单质硒
【性 状】红色粉末或颗粒，具有微生物发酵特有的气味。
【产品成分分析保证值】

项 目	指 标
总硒（以 Se 计）/（mg/kg）	30000~40000
无定形态单质硒占总硒质量百分比/%	≥98.0
无定形态单质硒平均粒径/nm	100~250
水分/%	≤10.0
总砷（以 As 计）/（mg/kg）	≤2.0
铅/（mg/kg）	≤5.0
沙门氏菌（25 g 中）	不得检出

【作用功效】为动物提供硒元素。
【适用范围】肉鸡。
【用法与用量】在肉鸡配合饲料中的推荐添加量为 0.2~0.3 mg/kg（以硒元素计），最高限量按照《饲料添加剂安全使用规范》（农业部公告第 2625 号）中硒元素“在配合饲料或全混合日粮中的最高限量”规定执行。
【净含量】
【保质期】18 个月。
【贮 运】产品应贮存于阴凉、通风干燥处，不得露天存放；运输时应防雨、防晒，不得与有毒有害或者其他有污染的物品及具有氧化性物质混贮、混运。
【生产企业】

地址

电话

网址

邮编

传真

邮箱

附 录 D
(规范性)
产品标签

【新产品证书号】		【生产许可证号】	
【产品批准文号】		【执行标准】	
饲料添加剂 红色无定形态单质硒			
Red amorphous elemental selenium			
【产品名称】红色无定形态单质硒			
【产品成分分析保证值】			
项 目		指 标	
总硒（以 Se 计）/（mg/kg）		30000～40000	
无定形态单质硒占总硒质量百分比/%		≥98.0	
无定形态单质硒平均粒径/nm		100～250	
水分/%		≤10.0	
总砷（以 As 计）/（mg/kg）		≤2.0	
铅/（mg/kg）		≤5.0	
沙门氏菌（25 g 中）		不得检出	
【有效成分】无定形态单质硒			
【作用功效】为动物提供硒元素。			
【适用范围】肉鸡。			
【用法与用量】在肉鸡配合饲料中的推荐添加量为 0.2～0.3 mg/kg（以硒元素计），最高限量按照《饲料添加剂安全使用规范》（农业部公告第 2625 号）中硒元素“在配合饲料或全混合日粮中的最高限量”规定执行。			
【净含量】			
【保质期】18 个月。			
【贮 运】产品应贮存于阴凉、通风干燥处，不得露天存放；运输时应防雨、防晒，不得与有毒有害或者其他有污染的物品及具有氧化性物质混贮、混运。			
【生产企业】			
地址		邮编	
电话		传真	
【生产日期】			
【生产批号】			