ICS 65.080
B 40

JAASS

团　　体　　标　　准

T/JAASS X-2021

动物源粪肥中兽药抗生素污染防控技术规范

Technical specification for control of veterinary drugs in animal-derived manure

2021－××－××发布　　2021－××－××实施

江苏省农学会　发 布

目　　次

前　言 III
1 范围 1
2 规范性引用文件 1
3 术语和定义 1
4 投入品控制措施 2
4.1 饮水控制 2
4.2 饲料控制 2
4.3 兽药控制 2
5 饲养管理措施 2
5.1 产量控制管理 2
5.2 舍内环境管理 2
5.3 消毒防疫管理 3
5.4 人员管理 3
6 粪便处理措施 3
6.1 粪便分类处置 3
6.2 粪便处理途径 3
6.3 生物菌剂利用 4
6.4 兽药临时限量 4
7 畜禽粪便中兽药监测 4
7.1 测定方法 4
7.2 产品质量 4
7.3 预警值 4
8 防控记录及存档 4
附录 A（资料性）畜禽粪肥中磺胺类、氟喹诺酮类、大环内酯类、四环素类和酰胺醇类兽药的测定 液相色谱-串联质谱法 5

A.1 范围 5
A.2 规范性引用文件 5
A.3 原理 5
A.4 试剂和材料 5
A.5 仪器和设备 6
A.6 样品的制备与保存 6
A.7 分析步骤 6
A.8 结果计算与表示 9
A.9 重复性 10

前　　言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》给出的规则编写。

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。

本文件由江苏省农学会提出和归口。

本文件起草单位：江苏省农业科学院、江苏省畜产品质量检验测试中心、南京禄口禽业发展有限公司。

本文件主要起草人：魏瑞成、王冉、龚兰、宋慧敏、靳红梅、储瑞武、何涛、陈明、陈贤华、刘黑头。

动物源粪肥中兽药抗生素污染防控技术规范

1 范围

本文件规定了动物源粪肥中兽药的管控技术。

本文件适用于规模化养殖场、有机肥企业中动物源粪肥兽药的综合防控。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 18596—2001 畜禽养殖业污染物排放标准

GB 20287—2006 农用微生物菌剂

GB 38400—2019 肥料中有毒有害物质的限量要求

GB/T 16569—1996 畜禽产品消毒规范

GB/T 25246—2010 畜禽粪便还田技术规范

GB/T 26622—2011 畜禽粪便农田利用环境影响评价准则

GB/T 27622—2011 畜禽粪便贮存设施设计要求

GB/T 36195—2018 畜禽粪便无害化处理技术规范

NY/T 1109—2017 微生物肥料生物安全通用技术准则

NY/T 1168—2006 畜禽粪便无害化处理技术规范

NY/T 1222—2006 规模化畜禽养殖场沼气工程设计规范

NY/T 3442—2019 畜禽粪便堆肥技术规范

3 术语和定义

3.1 粪便 manure

畜禽的粪尿排泄物。

3.2 健康养殖 healthy breeding

指根据养殖对象的生物学特性，运用生态学、营养学原理指导养殖生产，将养殖效益、动物健康、环境保护和产品品质等方面统筹考虑，实现动物养殖的全面、协调、可持续发展。

3.3 畜禽粪污资源化利用 resource utilization of animal manure

是指在畜禽粪污处理过程中，通过生产沼气、堆肥、沤肥、沼肥、肥水、商品有机肥、垫料、基质等方式进行合理利用。

3.4 安全使用 safety using

畜禽粪便作为肥料使用，应使农产品产量、质量和周边环境没有危险，不受到威胁，畜禽粪肥施于农田，其有毒有害物质的含量应达到标准提出的要求。

4 投入品控制措施

4.1 饮水控制

条件允许的情况下，选择水质较好的自来水作为饮水，或选择无污染的河水或深井水作为水源，确定水源后应采样送检，水质达到标准或法律法规规定要求。禁止在动物饮水中使用禁用兽药。确需通过饮水给药治疗的，不得超范围、超剂量使用药物，严格遵守休药期等有关规定，对饮水给药的药物种类、剂量、疗程等予以记录，饮水治疗后对饮槽、管路等及时进行冲洗。

4.2 饲料控制

饲料产品质量达到标准或法律法规规定要求，不在饲料中添加违禁药物和非法添加物。确需通过饲料给药治疗的，不得超范围、超剂量使用药物，可在饲料中使用的药物需严格遵守休药期、配伍禁忌等有关规定，对饲料给药的药物种类、剂量、疗程等予以记录，治疗后对料槽、管路等及时进行清理。

4.3 兽药控制

养殖场应建立兽药采购、储存、使用等环节管理要求和操作规程，遵从兽用处方药管理、分级管理、休药期等兽药安全使用制度，系统规范兽药使用行为。

养殖场应按照规定进行动物疾病的防疫，尽量不使用兽药。在确需要使用兽药时，应在兽医指导下对症用药，严格按照说明书的使用剂量和范围使用兽药，不凭经验用药，不乱用或滥用兽药，严格执行安全间隔期、休药期等规定，在养殖期间禁止使用违禁兽药。加强兽药使用记录管理，建立兽药使用档案，使用者需如实、及时记录使用兽药的时间、品种和数量，记录留存时间不少于规定要求。

鼓励使用安全、高效、低残留的中兽药、低聚糖、微生态制剂、噬菌体等抗菌药物替代产品，促进生态养殖发展，从源头减少兽用抗菌药物使用量。

5 饲养管理措施

5.1 产量控制管理

统筹考虑养殖效益、动物健康、环境承载力，通过调控动物饲养密度在一定程度上进行畜禽养殖数量控制，提高动物抗病力，减少兽药使用量，实现养殖场畜禽健康养殖，确保优质、安全、健康、营养的畜禽产品供给，以及减少畜禽粪便中抗生素含量。

5.2 舍内环境管理

适宜的养殖环境对畜禽生长质量、减少疾病发生和兽药使用至关重要，应根据畜禽养殖特点，通过光照、通风、取暖降温等设备设施，合理规划和控制养殖舍内光照、温湿度、氨气、硫化氢、二氧化碳、悬浮颗粒物等影响因素，降低不良因素的刺激。

如条件允许可以安装养殖环境智能控制系统，对养殖舍内环境的光照、温湿度、氨气、硫化氢、二氧化碳、悬浮颗粒物浓度进行监控，实现对舍内环境数据监测、预警分析、调控管理的智能化和信息化。

如条件允许可以建设自动喂料、自动饮水、自动清粪等现代化装备，利用节水、节料等清洁养殖工艺和干清粪等实用技术，实现畜禽粪便的源头减量。

合理利用养殖新技术，从生产端营造良好的养殖环境，提升动物生活质量、增强动物机体免疫能力，减少兽药的使用。

5.3 消毒防疫管理

养殖场应制定科学合理的消毒和防疫程序。对畜禽养殖场的畜禽、生产区域、生产和运载工具、工作人员等进行灭菌消毒时，要根据不同病原特征和消毒对象选择不同消毒剂，按照说明书的使用方式和使用剂量进行使用，注意消毒剂之间的配伍禁忌，不宜频繁更换不同类型的消毒剂，不得随意加大剂量，当发生疫情时，应适当增加消毒频次。养殖场应主动实施程序化免疫，疫苗选择经国家批准使用的疫苗，冷链运输和保存，按照说明书推荐方式使用。养殖场应建立消毒和免疫档案，如实、及时记录使用的时间、品种和数量，记录留存时间不少于规定要求。

5.4 人员管理

养殖场建立人员管理规范，强化养殖与兽医从业人员养殖标准化和科学合理用药培训，鼓励将养殖场的信息化学习系统对接兽药管理机构与协会的新媒介，充分利用专业机构的科技和制度优势，学习养殖新技术和管理经验，以及安全用药知识，持续提高从业人员素养，规范兽药的用药行为。

6 粪便处理措施

6.1 粪便分类处置

对受到兽药污染的畜禽粪便进行分类收集处理。将治疗期间的畜禽粪便与常规饲养产生的粪便分别收集，没有兽药残留的畜禽粪便通过厌氧或者好氧处理后利用；治疗期间的畜禽粪便，应在正式处理前开展预处理，包括但不限于将畜禽粪便与其他一同发酵的干物质混合对高浓度兽药残留进行稀释（降低残留初始浓度），增加粪便的光照或紫外线暴露，或添加降解菌等多种方式，充分利用光解、温度、微生物等非生物和生物活动，促进粪便中残留药物的降解和去除。

6.2 粪便处理途径

规模养殖场、畜禽粪污处理企业或区域性粪污集中处理中心，根据其配置的粪便处理设施设备条件，选择适宜的粪便处理方式，优先选择农业主管部门在畜禽粪污资源化利用主推技术中的粪污能源化方式、粪便堆肥方式、粪水肥料化方式等处理途径，鼓励应用先进的粪便处理技术。其中：

粪污能源化方式：对养殖场的粪便和粪水集中收集，利用沼气工程，进行厌氧发酵，产生的沼渣和沼液经过好氧再次处理后，分别生产有机肥利用、进行农田利用或达标排放。

粪便堆肥方式：对养殖场的粪便集中收集，采用条垛式、槽式、筒仓式、发酵床等堆肥方式，经好氧发酵高温处理，就地农田利用或生产有机肥。

粪水肥料化方式：养殖场产生的粪水进行厌氧发酵和好氧处理等组合工艺进行深度处理，通过氧化塘贮存，在施肥季节进行农田利用。

6.3 生物菌剂利用

通过在畜禽粪便处理过程中添加适宜的生物菌剂来调节处理效果，提高粪肥的处理温度，延长高温持续的时间，提高粪肥中兽药的降解率，显著降低兽药和抗性基因污染物的含量，实现畜禽粪便安全高效利用。

6.4 兽药临时限量

为推进畜禽粪便的资源化利用，提高商品有机肥价值，保障粪肥产品、农产品以及生态环境安全，依据粪肥中兽药风险评估结果证明存在安全隐患的，标准管理部门可以提出粪肥中兽药的临时限量值，作为生产经营和监督管理的依据。

7 畜禽粪便中兽药监测

7.1 测定方法

动物源粪肥中兽药测定参照本规范中附录A、GB/T 32951-2016、NY/T3167-2017的规定执行。

7.2 产品质量

对于粪便处理后形成的粪肥产品，产品标准对兽药含量有要求的应符合该产品标准的要求；当产品标准对兽药含量没有规定，而制定了兽药含量的临时限量时，含量应符合临时限量的要求；既没有产品标准规定，又没有临时限量要求，产品中兽药含量规定可参照预警值。产品中其他有毒有害物质含量应符合 GB 38400-2019 的限量要求。

7.3 预警值

当产品中兽药含量达到预警值100 μg/kg时，应立即查找原因，消除污染源和改善控制措施。

8 防控记录及存档

收集、记录、整理畜禽粪便兽药污染防控过程中的各类信息和资料，建立专门档案，妥善保存。主要信息和资料包括兽药使用的时间、方式、用量、采取的防控措施和防控效果等。

附　录　A
（资料性）
畜禽粪肥中磺胺类、氟喹诺酮类、大环内酯类、四环素类和酰胺醇类兽药的测定 液相色谱-串联质谱法

A.1 范围

本方法规定了畜禽粪肥中5类18种兽药残留测定的液相色谱-串联质谱方法。包括：磺胺类：磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉氟喹诺酮类：恩诺沙星、环丙沙星、达氟沙星、沙拉沙星；大环内酯类：阿奇霉素、替米考星和泰乐菌素；四环素类：四环素、土霉素、金霉素、多西环素；酰胺醇类：甲砜霉素、氟苯尼考。

A.2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写规则

GB/T 6682　分析实验室用水规则和试验方法

A.3 原理

样品采用甲醇、乙腈、Na_2EDTA-mcllvaine缓冲液等组合提取试样中的待测物，用水稀释后过滤，滤液过Strata-X固相萃取柱净化，液相色谱-串联质谱法测定，外标法定量。

A.4 试剂和材料

以下所用的试剂，除特别注明者外均为分析纯试剂；水为符合GB/T 6682规定的一级水。

对照品：磺胺嘧啶、磺胺甲噁唑、磺胺二甲嘧啶、磺胺间甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉、恩诺沙星、环丙沙星、达氟沙星、沙拉沙星、四环素、土霉素、金霉素、多西环素、阿奇霉素、替米考星、泰乐菌素、甲砜霉素、氟苯尼考对照品，纯度均≥ 97%；

乙腈：色谱纯；

甲醇：色谱纯；

甲酸：色谱纯；

正己烷；

0.1 mol/L柠檬酸溶液：取柠檬酸21.01 g，用水溶解并稀释至1000 mL；

0.2 mol/L磷酸氢二钠溶液：取磷酸氢二钠28.41 g，用水溶解并稀释至1000 mL；

Mcllvaine缓冲溶液：取0.1 mol/L柠檬酸溶液1 000 mL、0.2 mol/L磷酸氢二钠溶液625 mL，混匀，用盐酸或氢氧化钠溶液调pH至4.0±0.05；

0.1mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine缓冲溶液：取乙二胺四乙酸二钠60.5 g，加Mcllvaine缓冲溶液1625 mL，溶解，混匀，根据需要用NaOH或HCl调pH值4.0和6.0备用；

10%乙腈水溶液：取乙腈10 mL，加水90 mL，混匀；

0.1%甲酸水溶液：取500 μL甲酸，加水500 mL，混匀；

标准储备液（1.0 mg/mL）：分别精密称取药物对照品适量，置容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，分别配制成1 mg/mL的标准储备液。于-20℃下避光保存，有效期6个月；

混合标准中间工作液（10.0 μg/mL）：分别准确吸取标准储备液各100 μL，置10 mL容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，摇匀，配制成10 μg/mL的混合标准中间工作液。于2℃~8℃避光保存，有效期1个月；

混合标准工作液：准确量取混合标准中间工作液适量，用10%乙腈水溶液稀释，制得浓度为5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100 ng/mL和200 ng/mL的系列标准工作液，现配现用；

Strata-X固相萃取柱，200 mg/6 mL，或相当者。

A.5 仪器和设备

液相色谱-串联质谱仪（配电喷雾离子源）、离心机、多管涡旋振荡器、超声波清洗器、固相萃取装置、氮吹仪

A.6 样品的制备与保存

A.6.1 粪便样品制备

取适量空白或供试粪便样品，冷冻干燥后研磨，过0.45 mm孔径的分析筛。

——取研磨的供试样品，作为供试试料。

——取研磨的空白样品，作为空白试料。

——取研磨的空白样品，添加适宜浓度的标准溶液，作为空白添加试料。

A.6.2 试料的保存

粪便样品-20℃以下保存。

A.7 分析步骤

A.7.1 提取

准确称取试样3.0 g于50 mL离心管中，加入15.0 mL 0.1 mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine缓冲溶液（pH=4.0），涡旋30 s，振荡10 min，超声20 min，8000 r/min离心5 min。移取上清液至另一离心管中，重复提取两次，合并上清液。加入10 mL 正己烷，振荡5min，10000 r/min离心5 min，移取下层溶液备用。

A.7.2 净化

Strata-X或者Waters Oasis HLB固相萃取柱依次用6 mL甲醇、6 mL 0.1 mol/L Na_2EDTA-Mcllvaine缓冲溶液（pH=4.0）活化，移取全部备用液过柱，控制流速≤3 mL/min，水10 mL淋洗，抽干。甲醇8 mL洗脱，收集洗脱液，于40℃下氮气吹干，加入流动相1.00 mL溶解残余物，超声2 min，混匀后过0.22 μm滤头供液相色谱-串联质谱仪测定。

A.7.3 基质匹配标准曲线的制备

取空白样品，按步骤7.1~7.2操作，洗脱液氮气吹干后，分别移取5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL、400 ng/mL和800 ng/mL的混合标准工作液各1.0 mL溶解残余物，10000 r/min离心5 min，上清液供液相色谱-串联质谱仪测定。以特征离子质量色谱峰面积为纵坐标，基质匹配标准溶液浓度为横坐标，绘制基质匹配标准曲线。

A.7.4 测定

A.7.4.1 液相色谱参考条件

色谱柱：C_{18} 柱，柱长100 mm，柱内径2.1 mm，粒度1.7 μm，或相当的分析柱。

柱温：40 ℃。

流速：0.30 mL/min。

进样量：20 μL。

流动相系统1：A相：甲醇、B相：0.1%甲酸溶液，梯度洗脱，梯度见表1。

表1 流动相、流速及梯度洗脱条件1

时　间	A相（%）	B相（%）
/	2	98
0.5	2	98
4.0	25	75
7.0	60	40
7.1	95	5
8.0	95	5
10.0	2	98

流动相系统1：A相：甲醇、B相：0.1%甲酸溶液，梯度洗脱，梯度见表1。

表2 流动相、流速及梯度洗脱条件2

时　间	A相（%）	B相（%）
/	10	90
3.5	90	10
5.0	90	10
7.0	10	90

A.7.4.2 **质谱参考条件**

离子源：电喷雾离子源（ESI+/ESI-）。

检测方式：多反应监测（MRM）。

电离电压：4.0 kV（ESI+）；3.0 kV (ESI-)。

源温：150 ℃。

雾化温度：500 ℃。

锥孔气流速：50 L/h。

雾化气流速：1000 L/h。

定性离子对、定量离子对及对应的碰撞能量参考值见表3。

表3 定性、定量离子的保留时间、锥孔电压和碰撞能量

药物名称	扫描模式	流动相系统	保留时间 *min*	定性离子对 *m/z*	锥孔电压 *V*	碰撞能量 e*V*
磺胺嘧啶	ESI+	1	3.62	251.021 > 155.904* 251.021 > 91.998	2	12 24
磺胺二甲嘧啶	ESI+	1	5.14	279.052 > 185.968* 279.052 > 91.989	2	16 28
磺胺甲恶唑	ESI+	1	5.66	254.02 > 92.064* 254.02 > 155.907	32	26 14
磺胺间甲氧嘧啶	ESI+	1	5.72	281.031 > 155.89* 281.031 > 91.992	2	16 28
磺胺喹噁啉	ESI+	1		300.9> 107.9* 300.9> 155.8*		23 10
环丙沙星	ESI+	1	5.43	332.101 > 231.011* 332.101 > 288.08	2	30 16
达氟沙星	ESI+	1		358.7 > 341.2* 358.7 >315.2	38	8 15
恩诺沙星	ESI+	1	5.52	360.133 > 316.104* 360.133 > 245.058	38	16 24
沙拉沙星	ESI+	1	5.86	386.092 > 342.057* 386.092 > 299.023	28	24 16
泰乐菌素	ESI+	1	7.99	916.423 > 174.058* 916.423 > 772.303	18	36 28
替米考星	ESI+	1	7.26	869.47 > 174.067* 869.47 > 696.359	10	44 38
阿奇霉素	ESI+	1	6.86	749.477 > 158.076* 749.477 > 82.951	44	40 48
四环素	ESI+	1	5.41	445.185 > 410.109* 445.185 > 427.204	22	18 10
金霉素	ESI+	1	6.5	479.146 > 444.006* 479.146 > 153.99	34	18 26

土霉素	ESI+	1	5.51	461.18 > 426.045* 461.18 > 443.199	18	16 10
多西环素	ESI+	1	7.18	445.185 > 428.051* 445.185 > 321.056	22	16 30
氟苯尼考	ESI-	2	2.51	356.032 > 335.924* 356.032 > 185.00	30	10 18
甲砜霉素	ESI-	2	2.17	354.096 > 184.977* 354.096 > 289.988	48	20 12

注：*定量离子对

A.7.4.3 **定性测定**

待测物选择1个母离子和2个子离子，在相同试验条件下，样品中待测物质的保留时间与基质匹配标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内，且样品中目标化合物两个子离子的相对丰度与浓度接近的基质匹配标准溶液相对丰度进行比较，偏差不超过表4规定的范围，则可判定为样品中存在对应的待测物。

表4 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度(%)	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差(%)	±20	±25	±30	±50

A.7.4.4 **定量测定**

取试样溶液和基质匹配标准溶液上机分析，得到色谱峰面积响应值，作单点或多点校准，用外标法定量。试样溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内。若试样溶液浓度超过线性范围时，稀释后重新测定。标准溶液的特征离子色谱图见附录A。

A.8 **结果计算与表示**

试样中待测物的含量以质量分数X表示，单位为微克每千克（μg/kg），按下列公式进行计算。

$$X=\frac{A\times Cs\times V\times V_2}{As\times m\times V_1}\times n$$

公式中：

X—试样中待测物的含量，单位为微克每千克（μg/kg）；

A—试样溶液中待测物的峰面积；

As—标准溶液中待测物峰面积；

Cs—标准溶液中待测物浓度，单位为纳克每毫升（ng/mL）；

m—样品的质量，单位为克（g）；

V—溶解残余物的体积，单位为毫升（mL）；

V_1—过固相萃取柱的提取液体积，单位为毫升（mL）；

V_2—总提取液体积，单位为毫升（mL）；

n —稀释倍数。

A.9 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的相对偏差不大于20%。

T/JAASS X-2021

江苏省农学会团体标准

动物源粪肥中兽药抗生素污染防控技术规范

2021年××月第一版　　2021年××月第一次印刷

版权专有　不得翻印