

中华人民共和国国家标准

**《饲料添加剂 第 8 部分：防腐剂、防霉剂
和酸度调节剂 苯甲酸》**

编制说明

（公开征求意见稿）

2024 年 9 月

目 录

一、工作简况.....	1
(一) 任务来源.....	1
(二) 标准制定背景和意义.....	1
(三) 主要工作过程.....	5
1.成立标准制订小组.....	5
2.标准制订过程.....	6
二、编制原则、强制性国家标准主要技术要求的依据.....	6
(一) 基本原则.....	7
(二) 标准主要内容及其确定依据.....	7
(三) 与农业行业标准技术内容的对比.....	65
三、与有关法律、行政法规和其他强制性标准的关系，配套推荐性标准的制定情况.....	70
四、与国际标准化组织、其他国家或者地区有关法律法规和标准的比对分析..	70
五、重大分歧意见的处理过程、处理意见及其依据.....	70
六、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织实施、技术措施、过渡办法、实施日期等）.....	70
七、与实施强制性国家标准有关的政策措施.....	71
八、是否需要对外通报的建议及理由.....	71
九、废止现行有关标准的建议.....	72
十、涉及专利的有关说明.....	72
十一、强制性国家标准所涉及的产品、过程或者服务目录.....	72
十二、其他应当予以说明的事项.....	72
参考文献.....	73

一、工作简况

（一）任务来源

本标准制订任务来源于《国家标准化管理委员会关于下达〈电动自行车用锂离子蓄电池安全技术规范〉等32项强制性国家标准制修订计划及相关标准外文版计划的通知》，项目编号为20221494-Q-326，标准名称为《饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸》。承担单位为中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心（北京）]（注：2021年按国家市场监督管理总局规定更名为国家饲料质量检验检测中心（北京））、武汉有机实业有限公司。

（二）标准制定背景和意义

1 苯甲酸概况

苯甲酸，又称安息香酸，是一种单羧酸，其化学结构是由Wohelr和Ligbig于1832年确定的，化学结构式见图1，pKa值为4.19。苯甲酸在饲料行业中被广泛应用。

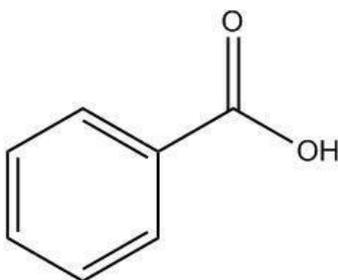


图1 苯甲酸化学结构式

作为防腐剂和有机酸调节剂，苯甲酸具有调节肠道pH、均衡肠道微生物、改善肠道环境等作用，在众多有机酸中的抑菌性能优异；作为除氨剂，苯甲酸

具有减少猪舍及环境中氨气的排放、降低猪舍氨气浓度，减少呼吸系统疾病，提高肌体健康水平的作用；添加在饲料中苯甲酸起到防霉防腐的作用。农业农村部发布的《饲料添加剂品种目录》（农业部第2045号公告）中，苯甲酸被列入防腐剂、防霉剂和调节剂中，适用范围为养殖动物。

2 国内生产情况

苯甲酸虽有多种合成工艺，如邻苯二甲酸酐水解脱羧法，甲苯氯化水解法，甲苯催化氧化法等，但仅石油甲苯催化氧化法因其最为成熟，所以在实际生产中得到广泛应用（王晓君，2011）。其生产工艺为以石油甲苯、空气为原料，钴盐或锰盐作为催化剂的氧化反应，反应后精馏得到工业级苯甲酸，再经过多阶段熔融结晶法纯化，得到饲料级苯甲酸产品。目前国内规模较大的苯甲酸生产企业有三家，分别为武汉有机实业有限公司、天津东大化工集团有限公司和湖南弘润化工科技有限公司，这三家生产总量占据了国内苯甲酸的大部分市场；还有一些生产企业，大多集中在山东，生产规模较小，见表1。制标组从企标信息公共服务平台上收集了这些企业苯甲酸产品企业标准，从表1可以看出大型企业的生产工艺是石油甲苯催化氧化法，小型企业的生产工艺有的是以甲苯为原料，还有的是以甲苯催化氧化得到的工业级苯甲酸产品为原料，经精制纯化后得到苯甲酸产品。

表1 企标信息

生产厂家	省份	企标号	范围
武汉有机实业有限公司	湖北	Q/WYJ206-2021	以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸
天津东大化工集团有限公司	天津	NY/T 1447-2007	以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸

湖南弘润化工科技有限公司	湖南	NY/T 1447-2007	以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸。
山东雨田食品科技股份有限公司	山东	Q/370421SYT 006-2022	以甲苯与高锰酸钾反应，经过滤、结晶、洗涤、离心、干燥生产得饲料添加剂苯甲酸产品
山东雨田食品科技有限公司	山东	Q/370406YTSP006 -2020	以粗苯甲酸（工业级苯甲酸）为原料，经溶解、过滤、浓缩结晶、干燥制得得饲料添加剂苯甲酸
山东瑞恒生物科技有限公司	山东	Q/370481SDRH005 -2022	以粗苯甲酸为原料，经化酸、融取、结晶、离心、干燥等工艺精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸
山东同泰维润食品科技股份有限公司	山东	Q/370406TTWR004 -2020	以粗苯甲酸为原料，经化酸、融取、结晶、离心、干燥等工艺精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸
润大食品科技(山东)有限公司	山东	Q/370402RDSP 009-2022	以饲料级苯甲酸为原料，经中和反应和氢氧化钠生成苯甲酸钠溶液，加入盐酸，置换、过滤、水洗、干燥等工艺精制制得的高品质饲料添加剂苯甲酸
滕州市鲁沪生物科技有限公司	山东	Q/370406LHSW007 -2020	以苯甲酸为原料，经溶解、过滤、浓缩结晶、干燥制得的饲料添加剂苯甲酸
滕州市腾龙食品科技发展有限公司	山东	Q/370481TTL 001-2024	以石油甲苯为原料，经催化、氧化，精制提纯得到饲料添加剂苯甲酸
泰兴市昂格生物科技有限公司	江苏	Q/TAG 015-2020	以苯甲酸原料，经过纯化制得的饲料添加剂苯甲酸
天津巨能生物药业有限公司	天津	Q/12 XJ 6199-2016	以工业苯甲酸为原料，精制提纯制得的食品添加剂苯甲酸

经调查，市面上90%的工业级苯甲酸的生产原料都是石油甲苯，而以工业级苯甲酸为原料生产饲料级苯甲酸产品的企业，所用的工业级苯甲酸都采用的是以石油甲苯为原料合成的工业级苯甲酸。

3 产品生产工艺

饲料添加剂苯甲酸的生产工艺为甲苯与压缩空气在催化剂的作用下经氧化

反应生成苯甲酸及其他副产物，经过蒸馏和精馏得到工业级苯甲酸，其中钴盐或锰盐催化剂随高沸物一起，在精馏步骤被去除。工业级苯甲酸再继续精制提纯，去除邻苯二甲酸和联苯类杂质，得到饲料添加剂苯甲酸。生产厂家曾测定过催化剂在饲料添加剂苯甲酸中的残留情况，经采用GB 5009.268-2016检测，钴含量小于检测方法定量限（ $<0.003\text{mg/kg}$ ），由此说明催化剂在精馏过程被有效去除，不会对苯甲酸质量带来影响。

4 标准制定意义

为规范苯甲酸的产品质量以及其在饲料行业的应用，2007年农业部发布了《饲料添加剂 苯甲酸》产品标准，标准编号为NY/T 1447-2007，此标准自发布并实施以来，发挥了规范苯甲酸生产过程的作用，制定的联苯类物质和邻苯二甲酸两类杂质的限量要求，在提高和控制苯甲酸产品质量、防止工业级苯甲酸进入饲料行业起到了重要作用。十几年来，特别是2020年饲料禁抗以来，苯甲酸在饲料市场得到了广泛应用，但也有部分厂家以次充好，将工业级苯甲酸混入混合型酸化剂，不仅规避饲料监管，也给饲料行业带来安全风险。随着我国饲料添加剂标准体系的不断更新，以及饲料添加剂苯甲酸生产和应用需要，提出了强制性国家标准《饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸》的制订项目。2022年12月，国家标准化管理委员会下达了饲料添加剂苯甲酸强制性国家标准的任务。新的国家标准的制订，将为规范饲料级苯甲酸生产和使用、促进饲料添加剂苯甲酸生产企业提升产品质量、杜绝工业级苯甲酸违规进入饲料行业起到积极作用，具有一定经济和社会效益，也为农业行业主管部门质量安全监管提供有力的支撑和保障。

(三) 主要工作过程

1 成立标准制订小组

2023年3月~5月，接到标准制订任务后，本项目成立了标准制订工作组，负责标准的起草。除提出立项的两家单位外，另两家苯甲酸主要生产企业天津东大化工集团有限公司和湖南弘润化工科技有限公司，以及作为苯甲酸使用企业的帝斯曼（中国）有限公司也参与本标准的制订工作。5月召开了标准制订工作启动会，标准制订小组进行分工，明确组成单位的任务和职责，以确保项目的顺利实施。中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量检验检测中心（北京）]组织协调、起草标准文本及编制说明，汇总征求意见；武汉有机实业有限公司负责苯甲酸技术修改内容的试验、样品各指标的测定；天津东大化工集团有限公司、湖南弘润化工科技有限公司和帝斯曼（中国）有限公司提供样品、参与技术指标确定和试验工作。标准主要起草人及任务分工见表2，其他参与人员及其工作见表3。

表2 标准主要起草人及任务分工

人员	单位	工作内容
宋荣	农科院质标所	负责制订工作方案、以及各单位之间协调
严华、魏书林、 李丽蓓、赵小阳、 崔婕、陈雪、田静	农科院质标所	负责苯甲酸、联苯类物质等方法学研究，样品部分指标试验
张琪、李显文	武汉有机实业有限公司	协助苯甲酸、联苯类物质等方法学研究、开展样品试验、整理工作组会议纪要

表3 其他参与人员及其工作

人员	单位	工作内容
王艳雪、刘春苗	天津东大化工集团有限公司	提供样品、协助开展样品试验、开展样品试验
程米亮	湖南弘润化工科技有限公司	提供样品、协助开展样品试验、开展样品试验
李安平、虞哲高、张进	帝斯曼（中国）有限公司	协助制定工作方案、提供样品

2 标准制订过程

2023年1月~4月，查阅国内外相关标准和文献，包括各国药典、食品法典、食品国家标准等，了解国内外相关标准更新情况；联系生产厂家，征求对标准的修标意见，收集不同生产厂家的样品。

2023年5月，成立制标小组，召开3次线上技术交流会，充分研讨了国内外标准中技术内容的更新，设计制定修标试验方案，并进行了分工。

2023年6月~2024年7月，按制标试验方案，开展苯甲酸、联苯类物质等方法研究试验、测试所有收集到的样品。在此期间召开了6次线上技术交流会和1次线下技术交流会，各家制标单位在线上线下交流试验工作进展，共同解决试验过程中发现的问题，有效推进标准制订工作。

2024年8月~2024年9月，发出标准定向征求意见稿，收到来自20家农业科研机构、农业大专院校和饲料质检机构提出的246条意见和建议。其中采纳了171条意见，部分采纳了36条意见，39条未采纳。根据专家提出的意见和建议，对标准为文本和编制说明进行修改，形成标准送审稿。并请北京市兽药饲料监测中心、上海市动物疫病预防控制中心、河南省农畜水产品检验技术研究院等3家机构对本标准中邻苯二甲酸和联苯类物质的试验方法进行了验证。

2024年9月27日，在北京召开了标准预审会，来自9家单位的预审专家对标准预审稿的标准文本及编制说明进行了认真审查，提出了6条主要修改意见和22条具体修改意见。制标小组在采纳预审专家意见基础上，修改标准文本和编制说明，于9月29日形成公开征求意见稿及其编制说明。

二、编制原则、强制性国家标准主要技术要求的依据

（一）基本原则

本标准编写依据国家标准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 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》和GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第10部分：产品标准》的规定起草，在标准技术方面，遵循我国现行法律法规要求，参考国内外相关标准规定，也考虑到与相关通则标准（如：GB/T 22142-2008《饲料添加剂 有机酸通用要求》）的一致性。

（二）标准主要内容及其确定依据

1 工作准备和制定方案

1.1 国内外质量标准的收集

制标组收集了目前与苯甲酸相关的国内外药典、食品法典、我国食品国家标准、以及帝斯曼公司企标，并将这些标准与2007版农业行标制订时相应文献进行了比较，见表4。

从表4可以看出，国内外苯甲酸质量标准中部分指标和检测方法基本相同，包括外观与性状，易氧化物、熔点、氯化物；部分指标和检测方法略有差异，

包括：（1）苯甲酸含量指标的设定，有的方法只规定了下限值，有的方法规定了上限值和下限值，通常以干基计时下限值为99.5%，不以干基计时下限值为99.0%；检测方法除了美国FCC将酸碱滴定法改为液相色谱法外，其他方法都采用酸碱滴定法；（2）鉴别试验除了在各方法中都有苯甲酸根鉴别外，中国药典还有红外光谱鉴别，美国FCC方法不仅有红外光谱还有液相色谱鉴别；（3）易炭化物，不同方法中采用的标准比色液不同，共有三种情况，即Q比色液、Y5比色液和黄色2号比色液。（4）砷，只有少部分标准中规定了砷指标，包括日本添加剂公定书、我国食品标准和帝斯曼企标，而各国药典和FCC中并未规定砷的指标。（5）重金属，多数方法中都规定了重金属指标，只是FCC方法中规定的是铅指标，日本添加剂公定书将重金属更新为铅。（6）水分或干燥减量，主含量以干基计的方法中规定了水分或干燥减量指标，水分测定采用卡尔费休方法，干燥减量测定采用干燥剂干燥法。（7）灼烧残渣，除日本添加剂公定书外的其他方法都规定了此指标；（8）邻苯二甲酸，日本药典和日本添加剂公定书、以及我国食品添加剂和帝斯曼公司企标中规定了邻苯二甲酸限量值和液相色谱检测方法；（9）联苯类物质，虽然各国药典和食品法典中没有此指标，但我国食品国标和帝斯曼企标中规定了联苯类物质限量值和气相色谱法。

1.2 工作方案及其实施情况

2023年5月，在对国内外与苯甲酸相关标准及其更新情况进行分析的基础上，结合对农业行业标准《饲料添加剂 苯甲酸》（NY/T 1447-2007）实施以来发现问题的分析，制定了本标准制订的工作方案。对于标准的范围，通过表1可以看到，饲料添加剂苯甲酸的合成工艺一直以来均是以石油甲苯、空气为原料，经催化氧化、精炼提纯得到的产品，所以本次国标制定采用农业行标中规

定的范围。生产原料采用石油甲苯，指从天然石油中提炼得到的甲苯，比从煤焦油提炼出来的焦化甲苯、或以甲烷和苯等为原料合成得到的甲苯具有更高的纯度，由此可以有效控制苯甲酸生产原料的质量。对于标准中技术指标和试验方法的制定，一是采纳国内外标准以及农业行业标准中规定基本一致的技术内容，二是针对以上标准中有不同规定的通过比较分析，采用优选后的技术指标和试验方法，三是针对农业行业标准实施过程中发现的问题，通过对试验方法的改进进行完善。以 NY/T 1447-2007 为基础，本次标准制订在技术内容方面主要开展的工作，以及完成情况见表 5。

表 4 苯甲酸国内外标准的比较

指标	2007 版行标 制订	美国药典 (1995 年, 第 26 版)	欧洲药典 (2004 年, 第 5 版)	英国药典 (2007 年)	日本药典 (1996 年)	中国药典 (2005)	FCC (2004 年, 第四版)	日本添加物公定书 (1999 年, 第 7 版)	GB 1901-2005	帝斯曼企标 (2006)	
	2023 年国标 制订	美国药典 (2023 版)	欧洲药典 (2023 年第 11 版))	英国药典 (2023)	日本药典 (2021 年)	中国药典 (2020)	FCC (2022 年, 第 13 版)	日本添加物公定书 (2018 年, 第 9 版)	GB 1886.183-2016	帝斯曼企标 (2019)	
外观与性状	2007	指标	/	白色结晶粉末或无色 结晶, 无味或略带特殊 气味, 微溶于水, 溶于 沸水, 溶于乙醇或油脂	未收集	白色结晶体或结 晶粉末, 无味或略 带苯甲醛气味, 易 溶于乙醇、丙酮或 乙醚, 溶于热水, 微溶于水	白色有丝光的鳞片 或针状结晶或结晶 性粉末, 无臭或微 臭, 在热空气中微 有挥发性, 水溶液 显酸性反应	白色结晶, 鳞片状或针 状	白色有丝光的鳞片或 针状结晶, 微有安息 香或苯甲醛气味	白色结晶体, 微有安息香 或苯甲醛气味	白色结晶体, 微有安息香或苯 甲醛气味
		方法	/	感官检验	未收集	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验
	2023	指标	/	同上	白色或类白色结晶 粉末或无色结晶, 微 溶于水, 溶于沸水, 溶于乙醇或油脂	白色结晶体或结 晶粉末, 无味或略 带苯甲醛气味, 易 溶于乙醇、丙酮或 乙醚, 溶于热水, 微溶于水	同上	同上	白色层状或针状结 晶, 无味或有轻微苯 甲醛气味	白色晶体或结晶粉末, 有 轻微苯甲醛气味	同上
		方法	/	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验	感官检验
鉴别	2007	指标	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	未收集	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别
		方法	与三氯化铁溶液生成 赭色沉淀, 与硫酸溶 液生成白色沉淀, 沉 淀溶于乙醚	见 2.3.1, 溶液 S 与三 氯化铁溶液生成赭色 沉淀, 加硫酸溶液少量 并加热产生白色升华 物, 加盐酸生成白色沉 淀, 沉淀熔点 120-124℃	未收集	Qualitative Tests, 与氢氧化钠溶液、 三氯化铁溶液生 成赭色沉淀, 加入 盐酸溶液生成白色 沉淀	与三氯化铁溶液生 成赭色沉淀, 2.红外 光谱	与三氯化铁溶液生成赭 色沉淀	与氢氧化钠溶液、三 氯化铁溶液生成赭色 沉淀	三氯化铁溶液生成赭色沉 淀, 再加盐酸溶液生成白 色沉淀	三氯化铁溶液生成赭色沉淀, 再加盐酸溶液生成白色沉淀
	2023	指标	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸色谱和光谱特性	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别	苯甲酸根鉴别
		方法	与三氯化铁溶液生成 赭色沉淀, 与硫酸溶 液生成白色沉淀, 沉 淀溶于乙醚	见 2.3.1, 溶液 S 与三 氯化铁溶液生成赭色 沉淀, 加硫酸溶液少量 并加热产生白色升华 物, 加盐酸生成白色沉 淀, 沉淀熔点 120-124℃	见 2.3.1, 溶液 S 与 三氯化铁溶液生成 赭色沉淀, 加硫酸溶 液少量并加热产生 白色升华物, 加盐酸 生成白色沉淀, 沉淀 熔点 120-124℃	Qualitative Tests 1.09 (2), 与氢氧化钠溶液、 三氯化铁溶液生 成赭色沉淀, 加入 盐酸溶液生成白色 沉淀	1.与三氯化铁溶液 生成赭色沉淀 2.红 外光谱	1.色谱主峰保留时间比 较; 2.红外光谱特征谱 图比较	与氢氧化钠溶液反 应, Test (2)	三氯化铁溶液, 赭色沉淀, 再加盐酸溶液生成白色沉 淀	三氯化铁溶液, 赭色沉淀, 再 加盐酸溶液生成白色沉淀
含量	2007	指标	99.5%-100.5%, 干基 计	99.0%-100.5%	未收集	≥99.5%, 干基计	≥99.0%	99.5%-100.5%, 干基计	≥99.5%, 以干基计	≥99.5%, 干基计	≥99.9%
		方法	酸碱滴定	酸碱滴定	未收集	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定
2023	指标	99.5%-100.5%, 干基计	99.0%-100.5%	99.0%-100.5%	≥99.5%, 干基计	≥99.0%	99.5%-100.5%, 干基计	≥99.5%, 以干基计	≥99.5%, 干基计	≥99.5%, 干基计	≥99.9%
	方法	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	液相法	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	100-液相杂质-气相杂质
熔点	2007	指标	121℃-123℃	121℃-124℃	未收集	121℃-124℃	121℃-124.5℃	121℃-123℃	121℃-123℃	121℃-123℃	121.5℃-122.5℃
		方法	方法 651	2.2.14	未收集	/	附录 VI C	/	/	/	/
	2023	指标	121℃-123℃	121℃-124℃	121℃-124℃	121℃-124℃	121℃-124.5℃	121℃-123℃	121℃-123℃	121℃-123℃	121℃-123.5℃
		方法	方法 651	2.2.14	/	2.60	通则 0612	/	/	/	/
易氧化物	2007	指标	通过试验	通过试验	未收集	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验
		方法	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	未收集	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定
	2023	指标	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验
		方法	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定	高锰酸钾滴定
易炭化物	2007	指标	通过试验	通过试验	未收集	通过试验	无	通过试验	无	通过试验	无
		方法	方法 271,	Y ₃ 比色法	未收集	Q 比色法	无	/	无	Q 比色法	无

			Q 比色法								
	2023	指标	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	无	通过试验	无
		方法	方法 271, Q 比色	Y _s 比色	Y _s 比色	Q 比色法	黄色 2 号比色液	附录 IIB, Q 比色	无	Q 比色法	无
卤化物或氯化物	2007	指标	无	卤化物≤0.030%	未收集	氯化物(以 Cl 计) ≤0.0852%	无	无	氯化物(≤0.014%)	氯化物(以 Cl 计)≤0.014%	氯化物(以 Cl 计)≤0.014%
		方法	无	比色法	未收集	比浊法	无	无	比浊法	比浊法	比浊法
	2023	指标	无	卤化物≤0.030%	卤化物, ≤0.030%	氯化物(以 Cl 计) ≤0.0852%	卤化物和卤素 ≤0.03%	无	氯化物(≤0.014%)	氯化物(以 Cl 计)≤0.014%	氯化物(以 Cl 计)≤0.014%
		方法	无	比色法	比色法	比浊法	比浊法	无	比浊法	比浊法	比浊法
砷	2007	指标	无	无	未收集	无	无	无	≤4mg/kg	≤2mg/kg	≤2mg/kg
		方法	无	无	未收集	无	无	无	砷斑法	砷斑法	砷斑法
	2023	指标	无	无	无	无	无	无	≤3mg/kg	无	≤2mg/kg
		方法	无	无	无	无	无	无	砷斑法	无	砷斑法
重金属或铅	2007	指标	重金属≤10mg/kg	重金属≤10mg/kg	未收集	重金属≤20mg/kg	重金属≤10mg/kg	铅≤2.0mg/kg	重金属≤10mg/kg	重金属(以 Pb 计)≤10mg/kg	重金属(以 Pb 计)≤10mg/kg
		方法	方法 231	见 2.4.8, 比浊法	未收集	比浊法	比浊法	/	比浊法	比浊法	比浊法
	2023	指标	无	无	无	重金属≤20mg/kg	重金属≤10mg/kg	铅≤2.0mg/kg (10g)	铅≤2mg/kg	重金属(以 Pb 计)≤10mg/kg	重金属(以 Pb 计)≤10mg/kg
		方法	无	无	无	比浊法	比浊法	附录 IIIB, 火焰光度法	火焰光度法	比浊法	比浊法
水分或干燥减量	2007	指标	水分≤0.7%	无	未收集	干燥减量≤0.5%	无	水分≤0.7%	干燥减量≤0.50%	干燥减量≤0.5%	水分≤0.5%
		方法	方法 921, 方法一, 卡尔费休方法	无	未收集	干燥剂干燥法	无	/	3h	干燥剂干燥法	卡尔费休方法
	2023	指标	水分≤0.7%	无	无	干燥减量≤0.5%	无	水分≤0.7%	干燥减量≤0.50%	干燥减量≤0.5%	水分≤0.5%
		方法	方法 921, 方法一, 卡尔费休方法	无	无	干燥剂干燥法	无	方法 921, 卡尔费休方法	3h	干燥剂干燥法	卡尔费休方法
灼烧残渣或灼残渣	2007	指标	≤0.05%	硫酸灰分≤0.1%	未收集	≤0.05% (1g)	灼灼残渣≤0.1%	灼灼残渣≤0.05%	无	≤0.05%	≤0.05%
		方法	方法 281	见 2.4.14, 800℃	未收集	/	附录 VII IN, 800℃	/	无	800℃	800℃
	2023	指标	≤0.05%	硫酸灰分≤0.1%	硫酸灰分≤0.1%	≤0.05% (1g)	灼灼残渣≤0.1%	灼灼残渣即加硫酸灰分	无	≤0.05%	≤0.01%
		方法	方法 281	见 2.4.14, 800℃	800℃	2.41	通则 0841, 800℃	附录 IIC	无	800℃	800℃
邻苯二甲酸	2007	指标	无	无	未收集	浅于标准 (496mg/kg)	无	无	≤50mg/kg	通过试验 (≤0.002%)	≤100mg/kg
		方法	无	无	未收集	比色法	无	无	液相色谱法	荧光显色法	液相色谱法
	2023	指标	无	无	无	浅于标准 (496mg/kg)	无	无	≤50mg/kg	≤100mg/kg	≤100mg/kg
		方法	无	无	无	比色法	无	无	液相色谱法	液相色谱法	液相色谱法
联苯类物质	2007	指标	无	无	未收集	无	无	无	无	无	≤100
		方法	无	无	未收集	无	无	无	无	无	气相色谱法
	2023	指标	无	无	无	无	无	无	无	≤100mg/kg	≤100
		方法	无	无	无	无	无	无	无	气相色谱法	气相色谱法
对比小结	指标	删除了重金属指标	1.外观性状描述变化 2.删除重金属	1.外观性状描述变化 2.删除重金属	无	增加易碳化物、卤化物和卤素	无	1.重金属改为铅, 2.砷指标收严	1.删除砷, 2.修改邻苯二甲酸指标, 3.增加联苯类物质指标	1.熔点范围上限放宽; 2.灼烧残渣由≤0.01%改为≤0.05%	
	方法	删除了重金属方法	删除重金属方法	删除重金属方法	无	增加易碳化物、卤化物和卤素 试验方法	1.含量测定由滴定法改为液相色谱法, 2.鉴别由苯甲酸根鉴别改为液相色谱和红外光谱	比浊法改为火焰光度法	1.删除砷的检测方法, 2.修改邻苯二甲酸方法, 3.增加联苯类物质方法	无	

表5 工作方案及其实施情况

农业行业标准 NY/T 1447-2007			国标制订	
项目	指标	检验方法	工作方案	实施情况
外观和性状	白色结晶体，微有安息香或苯甲醛气味	目视，闻嗅	同行标	征求意见后，按中国药典进行修改
鉴别试验	与三氯化铁溶液生成赭色沉淀，再加盐酸溶液生成白色沉淀	化学鉴别	参考 FCC（2022 版），增加红外光谱	定向征求意见后，删除红外光谱鉴别
苯甲酸 (以干基计)	≥99.5%	滴定法	参考 FCC（2022 版），增加指标上限值，比较酸碱滴定法和液相色谱法	采用酸碱滴定法，未采用液相色谱法
熔点	121℃~123℃	GB/T 617	同行标	/
易氧化物	通过试验	滴定法	同行标	修改高锰酸钾浓度表述： $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.02\text{mol/L}$ 改为 $c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.1\text{mol/L}$
易炭化物	无	无	增加指标，比较 3 种比色液	采用黄色 2 号标准比色液
重金属 (以 Pb 计)	≤0.001%	比浊法	优化重金属检测方法用沉淀剂，比较重金属和铅结果	沉淀剂改为硫代乙酰胺
总砷 (以 As 计)	≤2 mg/kg	砷斑法	比较 NY/T 1447-2007、GB/T 13079-2022 的测定方法，选择适合的方法	定向征求意见后删除此指标
氯化物 (以 Cl 计)	≤0.014%	比浊法	同行标	同行标
水分	≤0.5%	卡尔费休法	同行标	同行标
灼烧残渣	无	无	参考 GB 1886.183-2016，增加指标及试验方法	增加指标和试验方法
邻苯二甲酸	≤100 mg/kg	液相色谱法	参考日本食品公定书，考察方法性能、考察标准溶液稳定性，增加有效期	优化邻苯二甲酸试验方法，补充标准溶液的保存条件和有效期

联苯类物质	≤100 mg/kg	气相色谱法	为解决气相色谱灵敏度低的问题，比较气相色谱和液相色谱方法，考察液相色谱方法性能	液相色谱方法代替气相色谱方法，补充联苯类物质标准溶液的保存条件和有效期
-------	------------	-------	---	-------------------------------------

1.3 样品收集

2023年5月通过联系生产厂家或网上购买，收集到表1中7家企业生产的饲料添加剂苯甲酸产品19批次，表1中其他4家企业已不再生产苯甲酸或实际没有苯甲酸产品，样品信息见表6。

表6 苯甲酸产品信息

生产企业	批号	收集方式
武汉有机实业有限公司	W202306010	企业提供
	W202306011	
	W202306012	
天津东大化工集团有限公司	20230515	企业提供
	20230615	
	20230715	
湖南弘润化工科技有限公司	2023-06-26	企业提供
	2023-07-03	
	2023-07-04	
山东瑞恒生物科技有限公司	20230708	企业提供
	20230710	
	20230715	
滕州市腾龙食品科技发展有限公司	20230608	企业提供
	20230609	
	20230610	
润大食品科技（山东）有限公司	20230722	网上采购
山东同泰维润食品科技股份有限公司	20230420	企业提供
	20230421	
	20230422	

2 各项指标及其试验方法的确定

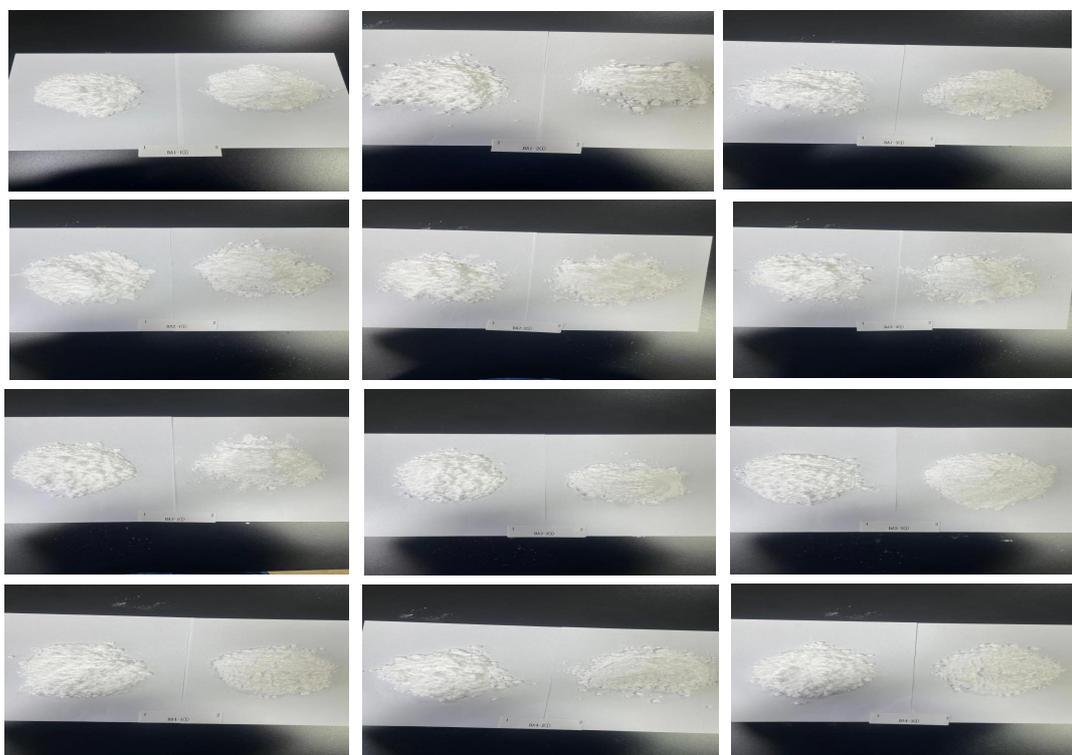
2.1 外观与性状

2.1.1 指标设定

各生产厂家的苯甲酸产品均为白色结晶体，呈片状或细颗粒状；气味上均略有安息香或苯甲醛气味。各国药典中外观与性状的描述略有差异，中国药典中规定为“白色有丝光的鳞片或针状结晶或结晶性粉末，无臭或微臭”，农业行标中规定为“白色结晶体，微有安息香或苯甲醛气味”。在制标阶段采纳农业行业标准中的表述。定向征求意见后按专家建议，修改采用中国药典中的表述，即：白色有丝光的鳞片或针状结晶或结晶性粉末，无臭或微臭，此表述能更好表达苯甲酸产品的性状和气味特点。

2.1.2 试验方法

采用2007版行标中规定感官检验方法，对7个厂家19批次苯甲酸样品进行感官检验，测定结果见图2。从图2可以看出，苯甲酸样品的外观与性状与设定指标相符。



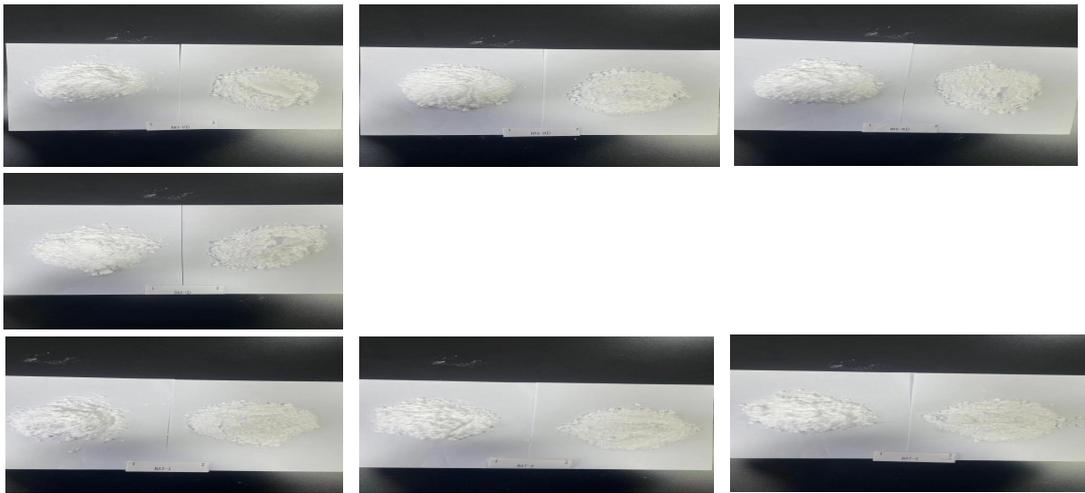


图2 外观与性状

2.2 鉴别

2.2.1 指标设定

采纳 2007 版农业行标中的化学鉴别，即利用苯甲酸化学结构中苯甲酸根与三氯化铁的颜色反应，以及酸化后的沉淀反应来鉴别苯甲酸。对于定向征求意见稿中采纳《中国药典》的苯甲酸红外光谱鉴别，在标准定向征求意见后采纳专家意见进行了删除，但预审会专家认为，采用红外光谱对苯甲酸产品进行鉴别非常有必要，制标组采纳预审会意见，在标准文本中加入了红外光谱鉴别。

2.2.2 试验方法

2.2.2.1 苯甲酸根鉴别

采用 2007 版农业行标规定的苯甲酸根鉴别方法，对 7 个厂家苯甲酸样品的苯甲酸根鉴别试验结果见图 3。从图 3 可以看出，苯甲酸根鉴别实验结果与鉴别规定相符。

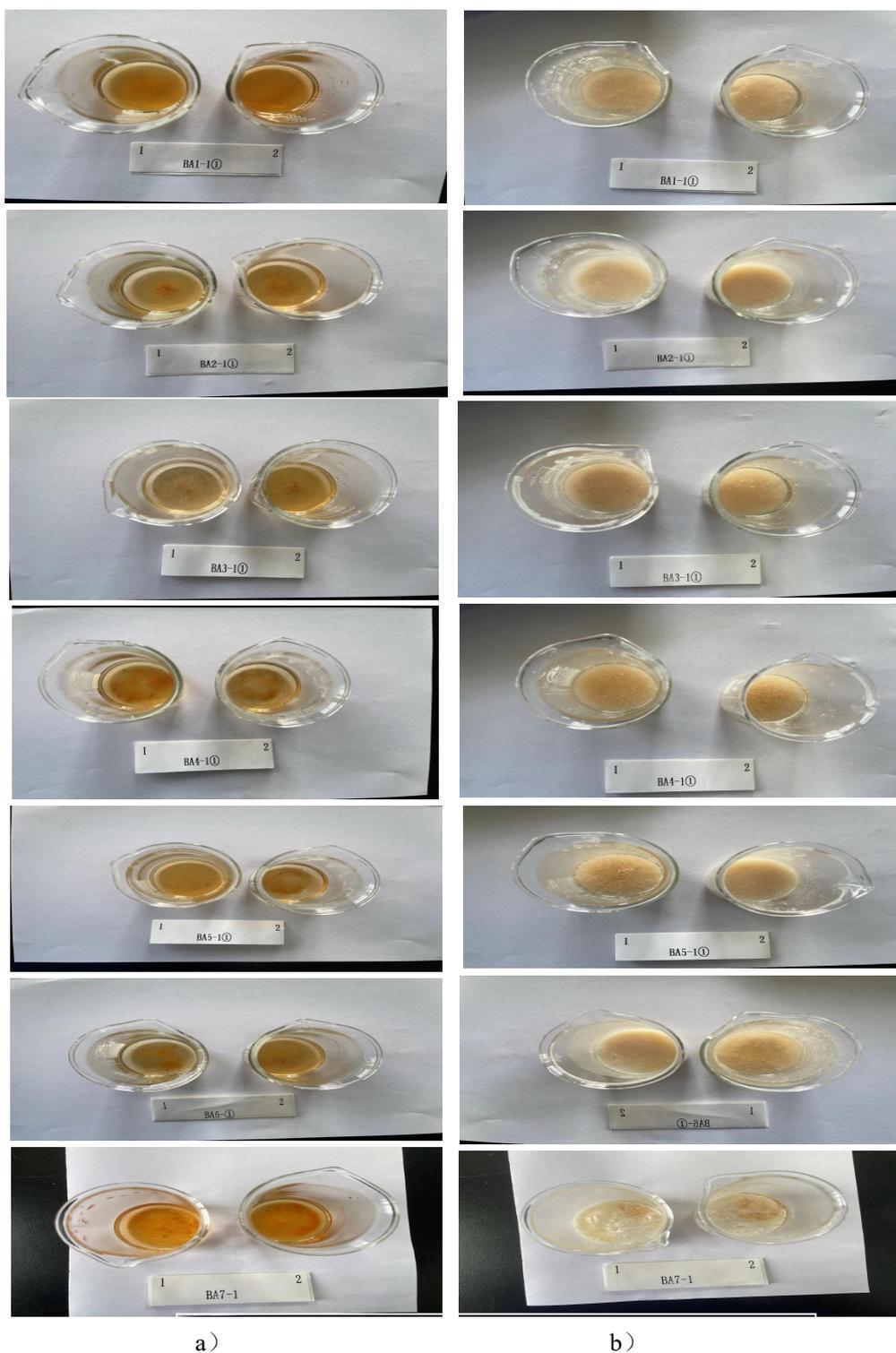


图3 苯甲酸根鉴别

a) 加三氯化铁溶液后生成赭色沉淀；b) 再加盐酸溶液酸化，析出白色沉淀

2.2.2.2 红外光谱鉴别

制标阶段，采用中国药典中苯甲酸产品红外光谱法鉴别，作为饲料添加剂苯甲酸的鉴别方法之一，样品红外光谱测试谱图见图4，苯甲酸标准谱图见图5。图4与

图 5 比较，可以看出苯甲酸样品红外谱图与标准谱图一致。虽在定向征求意见后删除了红外光谱鉴别试验方法，但预审会后采纳预审专家意见加入了红外光谱试验方法。

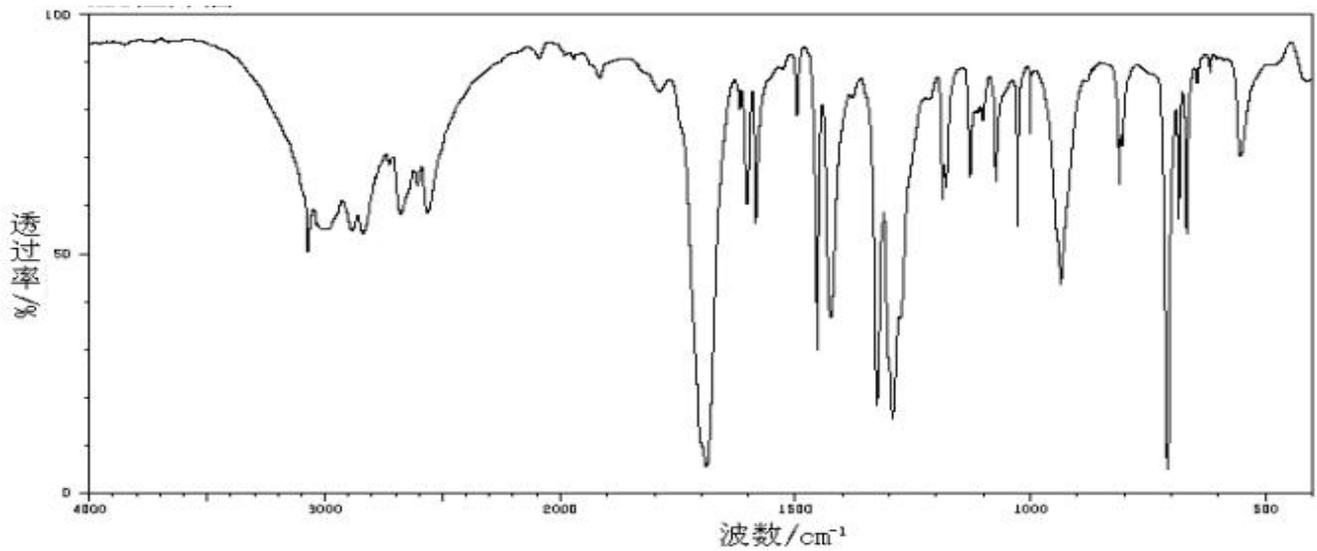
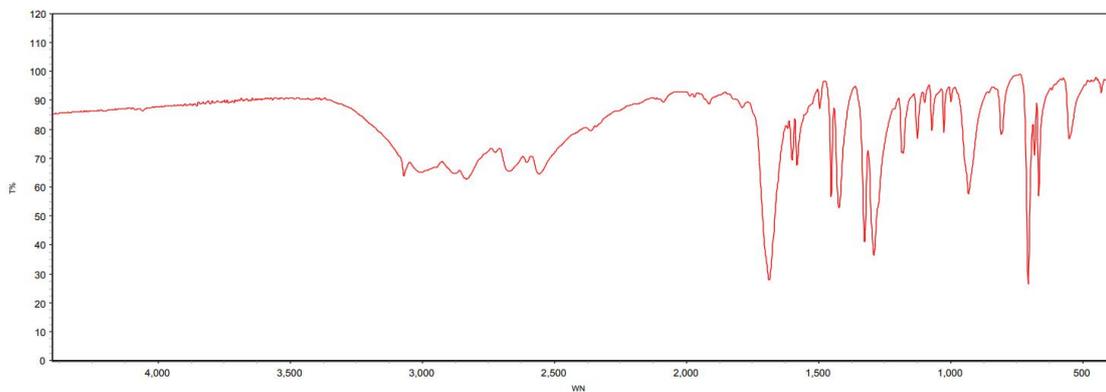


图 4 苯甲酸样品红外谱图



图

5 苯甲酸标准红外谱图

2.3 苯甲酸含量

2.3.1 指标设定

2007版行标苯甲酸指标设定参考日本食品公定书，苯甲酸含量以干基计，苯甲

酸含量 $\geq 99.5\%$ ，此规定只设置了下限值，未设置上限值。本次标准制订，考虑到美国药典、欧洲药典、英国药典和美国FCC等标准中都规定了上限值，且苯甲酸含量测定值应在一定上下限范围内，所以增加了苯甲酸含量指标上限值，苯甲酸含量规定为99.5%~100.5%。

2.3.2 试验方法

多数国内外标准中苯甲酸检测方法采用酸碱滴定法，2007版农业行标中也采用此法。采用此方法对7个厂家样品，用氢氧化钠标准滴定溶液测定苯甲酸含量，结果见表7。从表7可以看出，所有样品的苯甲酸含量结果均能达到设定指标。

表7 苯甲酸含量测定结果

样品编号	批次	测定值, %	平均值, %	相差, %
1	1	100.04 99.97	100.00	0.07
	2	99.73 99.79	99.76	0.06
	3	99.71 99.79	99.75	0.08
2	1	99.76 99.74	99.75	0.02
	2	99.84 99.90	99.87	0.06
	3	99.94 99.87	99.90	0.07
3	1	100.04 99.95	100.00	0.09
	2	99.91 99.84	99.88	0.07
	3	99.93 99.94	99.94	0.01
4	1	99.96 99.89	99.92	0.07
	2	99.96 99.88	99.92	0.08
	3	99.82 99.83	99.82	0.01
5	1	100.01 99.96	99.98	0.05
	2	100.01 100.01	100.01	0.00
	3	99.96 99.99	99.98	0.03
6	1	99.95 99.97	99.96	0.02
7	1	99.95 99.97	99.96	0.02
	2	99.95 99.97	99.96	0.02

	3	99.95 99.95	99.95	0.00
--	---	-------------	-------	------

美国FCC标准2022版采用的液相色谱法测定苯甲酸主含量，此方法给出了样品前处理方法、液相色谱条件、以及仪器性能考察要求，但未给出方法的精密度要求。本制标组对此方法的准确度和精密度进行了考察，农科院质标所和武汉有机分别按照此方法操作，对同一样品进行6个平行测试，计算苯甲酸含量、最小相差、最大相差和变异系数，试验结果见表8。

表8 液相色谱测定苯甲酸含量结果

测定次数	饲料中心			武汉有机		
	第一次	第二次	第三次	第一次	第二次	第三次
1	99.8	99.8	100.2	99.4	99.4	99.7
2	99.6	99.7	100.0	99.4	99.2	100.4
3	99.6	99.1	99.3	99.5	99.7	100.6
4	99.5	99.3	99.7	99.5	99.6	100.5
5	100.4	99.8	99.2	99.4	99.7	100.3
6	100.2	99.2	99.4	99.7	99.2	100.7
平均值	99.8	99.5	100.2	99.5	99.5	100.4
最小相差 (%)	0.1	0.0	0.1	0.0	0.0	0.0
最大相差 (%)	0.9	0.7	1.0	0.3	0.5	1.0
RSD (%)	0.36	0.32	0.38	0.12	0.24	0.35

从表8中测定结果可以看出，两家实验室采用液相色谱测定任意两个平行的相差的变异在0.0%-1.0%之间，此精密度低于滴定法的精密度；2家实验室每次测定6个平行的均值结果虽然都 $\geq 99.5\%$ ，但存在单次测定低于99.5%或高于100.5%的结果。对液相色谱方法进行误差分析，试样称样、试样溶液定容、标准溶液配制、不同来源标准品、液相色谱仪器波动等因素，都是液相色谱法误差的来源。而滴定法的误差来源少，误差值也小于液相色谱法。虽然液相色谱法得到的6个平行样品的均值与酸

碱滴定法测定结果差异不大，但平行样品测定时可能存在结果达不到苯甲酸含量指标要求的风险，所以从方法正确度和精密度方面，酸碱滴定法比液相色谱法更适合于苯甲酸含量测定，所以本次标准制订，采用酸碱滴定法测定苯甲酸含量，未采用液相色谱方法。

2.4 熔点

2.4.1 指标设定

本次国标制订采用NY/T 1447-2007行标中熔点指标，熔点指标为121℃-123℃。

2.4.2 试验方法

试验方法采用NY/T 1447-2007行标中规定，按照GB/T 617的规定执行。由于GB/T 617中未对测定结果的表示进行规定。参考JJG 701-2008《熔点测定仪》中规定熔点仪的示值误差为±0.2℃，示值重复性为0.2℃，对结果的精密度规定为“两次平行测定结果的绝对差值不大于0.2℃”。GB/T 617中规定测熔点前先将样品干燥后再检测熔点，鉴于苯甲酸产品中含水量极低，不影响熔点的测定，可直接测定。

采用熔点仪法，对7个厂家苯甲酸样品的熔点进行测定，结果见表9。从表9可以看出，所有样品的熔点结果均能达到设定指标。

表9 熔点测定结果

样品编号	批次	测定值，%
1	1	122.1-123.1℃、122.0-123.1℃
	2	122.2-123.1℃、122.3-122.9℃
	3	122.3-123.0℃、122.3-123.1℃
2	1	122.2-123.0℃、122.0-123.0℃
	2	122.5-123.2℃、122.4-123.1℃
	3	122.2-122.8℃、122.2-122.61℃
3	1	122.3-123.1℃、122.2-123.0℃
	2	122.4-123.3℃、122.3-123.1℃

	3	122.1-122.9℃、122.2-123.3℃
4	1	122.4-123.1℃、122.4-123.0℃
	2	122.3-122.9℃、122.3-122.9℃
	3	122.0-122.9℃、122.1-123.1℃
5	1	122.5-123.1℃、122.4-123.0℃
	2	122.4-123.1℃、122.1-123.0℃
	3	122.4-123.0℃、122.4-123.0℃
6	1	122.4-122.9℃、122.3-123.0℃
7	1	122.2-122.9℃、122.3-122.9℃
	2	122.4-123.0℃、122.3-122.9℃
	3	122.4-123.2℃、122.4-123.0℃

2.5 易氧化物

2.5.1 指标设定

国内外标准的技术要求中都有易氧化物项目。本次国标制订，在制标阶段该项目的指标采用NY/T 1447-2007行标中指标：通过试验（消耗高锰酸钾标准滴定溶液体积 ≤ 0.5 mL）。定向征求意见后，专家建议量化指标值。采纳GB 12597-2008《工作基准试剂 苯甲酸》中易氧化物指标值：还原高锰酸钾物质以0计，按照本标准消耗高锰酸钾标准滴定溶液的量的规定，此指标为易氧化物（还原高锰酸钾物质以0计） $\leq 0.04\%$ 。

预审专家建议，易氧化物指标维持定向征求意见稿中的表述“通过试验”，制标组采纳专家意见对文本进行了修改，改后表述与NY/T 1447-2007行标中表述一致。

2.5.2 试验方法

实验方法采用NY/T 1447-2007中的高锰酸钾滴定法。高锰酸钾标准滴定溶液的摩尔浓度可以表示为“ $c(\text{KMnO}_4)=0.02 \text{ mol/L}$ ”，也可以表示为“ $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ ”，鉴于“ $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$ ”表示更为通用，且与GB/T 601标准中表述

一致，所以采用“ $c(1/5\text{KMnO}_4)=0.1\text{ mol/L}$ ”的表述方式。

采用此方法，对7个厂家苯甲酸样品的易氧化物进行测定，结果见表10。从表10可以看出，所有样品的易氧化物结果均能达到设定指标。

表 10 易氧化物测定结果

样品编号	批次	消耗 0.02mol/L 高锰酸钾的体积 (mL) (<0.5 mL)	易氧化物
1	1	0.08	通过试验
	2	0.06	通过试验
	3	0.07	通过试验
2	1	0.06	通过试验
	2	0.06	通过试验
	3	0.08	通过试验
3	1	0.06	通过试验
	2	0.05	通过试验
	3	0.07	通过试验
4	1	0.06	通过试验
	2	0.07	通过试验
	3	0.08	通过试验
5	1	0.06	通过试验
	2	0.04	通过试验
	3	0.06	通过试验
6	1	0.04	通过试验
7	1	0.04	通过试验
	2	0.05	通过试验
	3	0.06	通过试验

2.6 易炭化物

2.6.1 指标设定

除了日本食品公定书和帝斯曼企标外，其他国内外标准的技术要求中均有易炭

化物指标。参考这些标准，本次制订增加了易炭化物指标。

2.6.2 试验方法

易炭化物指标的检测方法均为比色法，只是不同标准中采用的标准比色液不同，包括Q比色液、Y5比色液和黄色2号比色液。制标组分别配制了这三种标准比色液，对7家生产企业的苯甲酸样品进行测定，用试样溶液与这三种标准比色液比较，见图6。试样溶液的颜色均浅于这三种标准比色液。从图6可以看出Y5比色液和黄色2号比色液基本一致，均为黄色，Q比色液为浅粉色，试样溶液基本上是无色或浅黄色，所以前两种标准比色液比第三种更合适，综合考虑后，本次标准制订采用了我国药典中黄色2号标准比色液。



图6 易炭化物试验

1：黄色2号标准比色液；2：Y5标准比色液；3：Q标准比色液；4、5：试样溶液

2.6.3 样品测试

7个厂家样品的易炭化物测定结果见表11和图7。从表11可以看出，所有样品的易炭化物结果均能达到设定指标。

表11 易炭化物测定结果

样品编号	批次	Q 比色液 (来源于 GB 1886.183-2016、美国药典、FCC、日本药局方)	黄色 2 号比色液 (来源于中国药典)	Y5 比色液 (来源于英国药典、欧盟药典)
1	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	2	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	3	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
2	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	2	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	3	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
3	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	2	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	3	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
4	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	2	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	3	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
5	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	2	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	3	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
6	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
7	1	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	2	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅
	3	比 Q 比色液浅	比黄色 2 号比色液浅	比 Y5 比色液浅

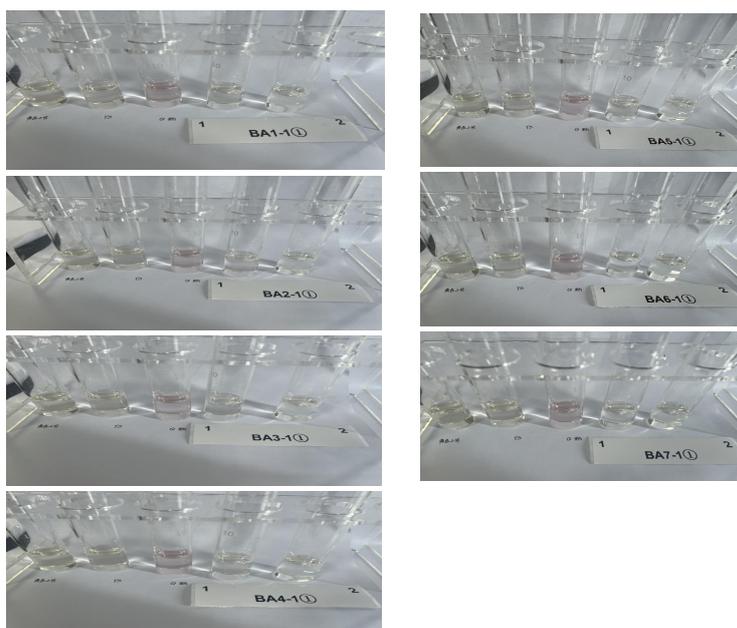


图7 7个样品的易炭化物试验

2.7 氯化物

2.7.1 指标设定

多数国内外标准的技术要求中有氯化物项目。本次标准制订采用 2007 版农业行标中氯化物指标，即 $\leq 0.014\%$ 。

2.7.2 试验方法

采纳 2007 版行标中氯化物指标的试验方法。用此法对 7 个厂家样品的氯化物进行测定，结果见图 8。从图 8 可以看出，样品氯化物结果能达到设定指标。

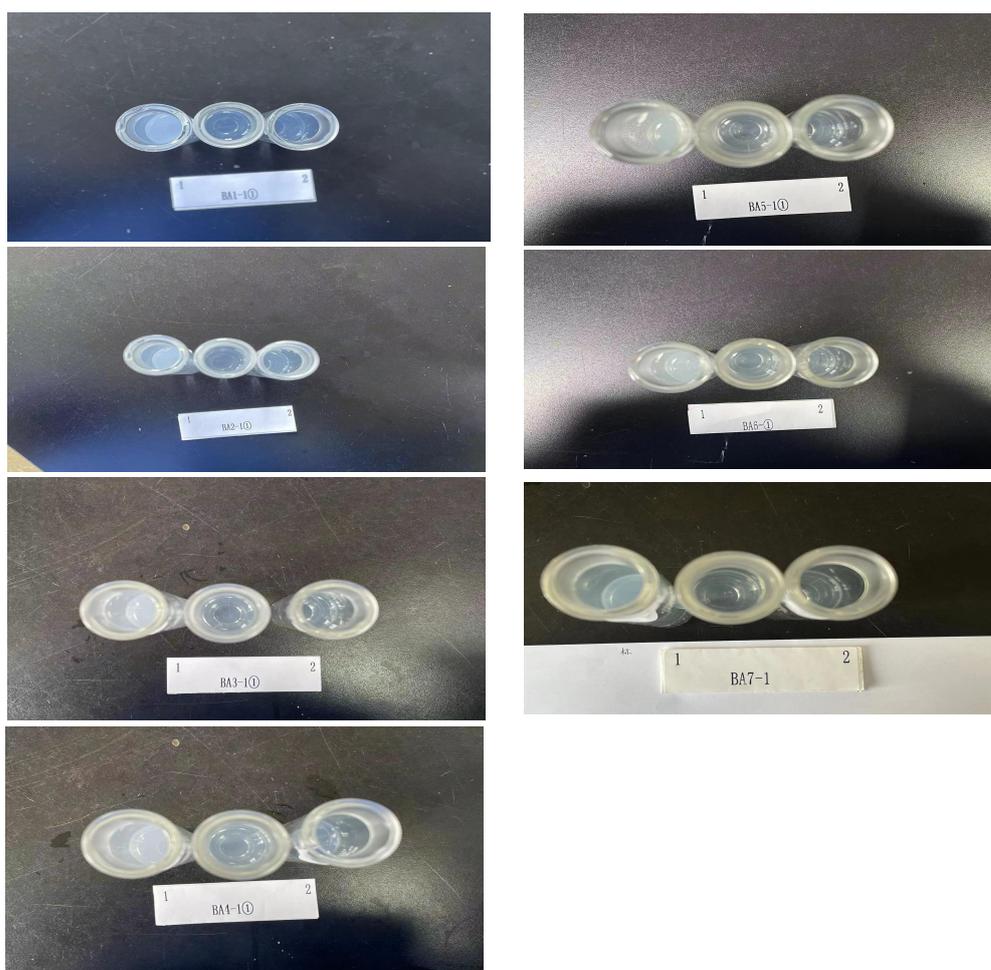


图8 7个样品的氯化物测定

2.8 总砷

2.8.1 指标设定

总砷指标只在日本食品公定书、我国食品添加剂标准和帝斯曼企标中有规定，但其他各国药典和美国 FCC 方法中没有砷指标。2007 版农业行标中砷指标是参考日本食品添加剂公定书制定的，指标为 $\leq 2\text{mg/kg}$ ，制标过程中，采用农业行标中砷的指标；定向征求意见后，考虑到在无论是从原料来源还是生产工艺，苯甲酸基本上不存在被砷污染的可能，所以采纳专家意见，删除了砷的指标。

2.8.2 试验方法

NY/T 1447-2007 中总砷的试验方法为砷斑法。砷斑法是中国药典、中国兽药典

中许多添加剂产品通常采用的总砷测定方法，此方法装置简单、方便易行，适合于生产企业使用。在制标阶段，考虑到我国国家标准 GB/T 13079-2022《饲料中总砷的测定》中规定了银盐法、氢化物发生-原子荧光光谱法和电感耦合等离子体质谱法，从方法适用范围和原理看，也适用于本产品，但银盐法试验操作过于复杂，后面两种方法需要使用大型设备，一般生产企业不具备条件，所以仍采用砷斑法测定总砷。7 个厂家苯甲酸样品，采用砷斑法测定总砷含量的试验结果见表 12。

制标组为了了解苯甲酸样品中总砷的实际含量，采用 GB/T 13079-2022《饲料中总砷的试验方法》中氢化物发生-原子荧光光谱法，对 7 个厂家不同批次共 19 个苯甲酸样品的总砷进行测定，结果均 <0.05 mg/kg。这一结果也佐证了，删除总砷指标是可行的。

表 12 总砷的测定结果

样品编号	批次	砷斑法 (mg/kg)
1	1	<2
	2	<2
	3	<2
2	1	<2
	2	<2
	3	<2
3	1	<2
	2	<2
	3	<2
4	1	<2
	2	<2
	3	<2
5	1	<2
	2	<2
	3	<2

6	1	<2
7	1	<2
	2	<2
	3	<2

2.9. 重金属

2.9.1 指标设定

重金属指在规定实验条件下能与硫代乙酰胺或硫化钠作用显色的金属杂质，包括铅、镉和铬等。重金属是中国药典、中国兽药典中许多添加剂产品中常规的卫生指标。在国内外多数苯甲酸标准都规定了重金属项目，指标为 ≤ 10 mg/kg。只有美国 FCC 中不是重金属而是铅，指标为 ≤ 2 mg/kg。为了了解苯甲酸产品中重金属的具体情况，制标组采用饲料中铅、镉和铬测定的国家标准对苯甲酸产品进行了测定，结果见表 13，表 13 数据表明苯甲酸产品中重金属含量非常低，并非苯甲酸中被重点关注的指标。考虑重金属指标比铅指标检测范围更宽，所以本次国标制订，采纳 2007 版农业行标中重金属指标。

表 13 铅、镉和铬的测定

样品编号	批次	铅 (mg/kg)	镉 (mg/kg)	铬 (mg/kg)
试验方法		GB/T 13080-2018	GB/T 13082-2021	GB/T 13088-2006
1	1	<2	<0.08	0.26
	2	<2	<0.08	0.16
	3	<2	<0.08	0.26
2	1	<2	<0.08	<0.15
	2	<2	<0.08	<0.15
	3	<2	<0.08	<0.15
3	1	<2	<0.08	<0.15
	2	<2	<0.08	<0.15
	3	<2	<0.08	0.52
4	1	<2	<0.08	<0.15

	2	<2	<0.08	<0.15
	3	<2	<0.08	<0.15
5	1	<2	<0.08	<0.15
	2	<2	<0.08	<0.15
	3	<2	<0.08	<0.15
6	1	<2	<0.08	<0.15
7	1	<2	<0.08	<0.15
	2	<2	<0.08	<0.15
	3	<2	<0.08	<0.15

2.9.2 试验方法

2007 版农业行标中重金属测定采用重金属离子与负二价硫离子在弱酸介质中生成有色硫化物沉淀。本次国标制订，对重金属测定用沉淀试剂进行优化，采用中国药典、食品添加剂苯甲酸标准中硫代乙酰胺溶液，代替 2007 版农业行标中的硫化钠溶液。通过颜色观察法，发现硫代乙酰胺溶液与铅沉淀反应效果好于硫化钠溶液与铅的沉淀反应。7 个厂家苯甲酸样品的重金属测定结果见表 14。

表 14 重金属测定结果

样品编号	批次	测定结果	
		硫化钠法 (mg/kg)	硫代乙酰胺法 (mg/kg)
1	1	<10	<10
	2	<10	<10
	3	<10	<10
2	1	<10	<10
	2	<10	<10
	3	<10	<10
3	1	<10	<10
	2	<10	<10
	3	<10	<10
4	1	<10	<10
	2	<10	<10

	3	<10	<10
5	1	<10	<10
	2	<10	<10
	3	<10	<10
6	1	<10	<10
7	1	<10	<10
	2	<10	<10
	3	<10	<10

2.10 水分

2.10.1 指标设定

本次国标制订,采用NY/T 1447-2007农业行标中水分项目的指标,即水分 $\leq 0.5\%$ 。

2.10.2 试验方法

试验方法仍采用卡尔·费休法,即GB/T 606 化学试剂 水分测定通用方法。用此法对7个厂家苯甲酸样品的水分进行测定,结果见表15。从表15可以看出,所有样品的水分结果均能达到设定指标。

表 15 水分测定结果

样品编号	批次	测定值 (%)	平均值 (%)
1	1	0.052、0.049	0.050
	2	0.048、0.042	0.045
	3	0.045、0.048	0.046
2	1	0.026、0.027	0.026
	2	0.024、0.026	0.025
	3	0.030、0.029	0.030
3	1	0.021、0.024	0.022
	2	0.026、0.027	0.026
	3	0.026、0.026	0.026
4	1	0.045、0.043	0.044
	2	0.040、0.041	0.040

	3	0.049、0.053	0.051
5	1	0.030、0.032	0.031
	2	0.027、0.023	0.025
	3	0.023、0.026	0.024
6	1	0.028、0.027	0.028
7	1	0.029、0.029	0.029
	2	0.024、0.022	0.023
	3	0.024、0.023	0.024

2.11 灼烧残渣

2.11.1 指标设定

多数国内外标准中有灼烧残渣项目，本次国标制订参考食品国家标准 GB 1886.183-2016，增加了灼烧残渣项目，指标同 GB 1886.183-2016，即灼烧残渣 \leq 0.05%。

2.11.2 试验方法

试验方法同 GB 1886.183-2016，试样在 800℃ 下灼烧至恒重。采用此法对 7 个厂家苯甲酸样品的灼烧残渣测定结果见表 16。从表 16 可以看出，所有样品的灼烧残渣结果均能达到设定指标。

表 16 灼烧残渣测定结果

样品编号	批次	测定值 (%)	平均值 (%)
1	1	0.02、0.02	0.02
	2	0.01、0.01	0.01
	3	0.01、0.01	0.01
2	1	0.02、0.02	0.02
	2	0.01、0.01	0.01

	3	0.01、0.01	0.01
3	1	0.02、0.02	0.02
	2	0.02、0.02	0.02
	3	0.01、0.01	0.01
4	1	0.01、0.01	0.01
	2	0.00、0.00	0.00
	3	0.01、0.01	0.01
5	1	0.00、0.00	0.00
	2	0.02、0.02	0.02
	3	0.00、0.00	0.00
6	1	0.01、0.01	0.01
7	1	0.01、0.01	0.01
	2	0.01、0.01	0.01
	3	0.00、0.00	0.00

在定向征求意见后，为了考察 800℃ 灼烧 2h 是否达到恒重，7 个厂家样品各选一个批次，按以上方法操作，对 800℃ 灼烧后 1h、1.5h 和 2h 分别称重，计算差值，结果见表 17。

表 17 灼烧恒重试验

样品编号	批次	平行样	800℃灼烧 1h 后试样+干 坩埚质量 (g)	800℃灼烧 1.5h 试样+干 坩埚质量 (g)	800℃灼烧 2h 试样+干坩埚 质量 (g)	800℃灼烧 1.5h 和 2h 试样+ 干坩埚质量差 (g)	灼烧残渣 (%)
1	1	1	25.7072	25.7075	25.7073	0.0002	0.01
		2	25.1796	25.1801	25.1800	0.0001	0.01
2	1	1	24.8987	24.8988	24.8988	0.0000	0.02
		2	25.9427	25.9426	25.9427	0.0001	0.02
3	1	1	25.7077	25.7078	25.7077	0.0001	0.02
		2	25.1803	25.1803	25.1805	0.0002	0.02
4	1	1	25.9439	25.9437	25.9439	0.0002	0.01
		2	24.8986	24.8987	24.8989	0.0002	0.01
5	1	1	25.1804	25.1803	25.1805	0.0002	0.01

		2	25.7073	25.7068	25.7070	0.0002	0.01
6	1	1	25.9443	25.9442	25.9441	0.0001	0.01
		2	24.8991	24.8990	24.8990	0.0000	0.01
7	1	1	24.8981	24.8985	24.8983	0.0002	0.01
		2	25.9430	25.9429	25.9427	0.0002	0.01

从表 17 可以看出，800℃灼烧 1h 以上，质量差值均小于 0.3mg，本标准中规定 800℃灼烧 2h，2h 后称量时已达到恒量。

2.12 邻苯二甲酸指标和试验方法的确定

2.12.1 指标设定

邻苯二甲酸是苯甲酸催化氧化过程中生成的一种副产物，分子结构式见图 9。这类副产物会在合成苯甲酸后的纯化、除杂工艺过程中被去除，所以工业级苯甲酸中邻苯二甲酸含量较高，总量可达几百 mg/kg，工业级苯甲酸经纯化，去除了包括邻苯二甲酸在内的多种杂质后得到食品级或饲料级苯甲酸。

欧盟委员会于 2005 年评估了断奶仔猪中使用添加剂苯甲酸的安全性，提出了饲料添加剂中邻苯二甲酸的安全限量值为 100mg/kg。日本公定书中也规定了邻苯二甲酸指标，为 ≤50mg/kg，严于欧盟指标。NY/T 1447-2007 农业行业标准饲料添加剂苯甲酸中邻苯二甲酸指标是依据欧盟安全评估报告制定的，指标为 ≤100mg/kg。

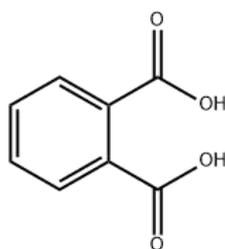


图 9 邻苯二甲酸结构式

本次国标制订标准过程中，查阅到欧盟委员会 2019 年对育肥猪中使用添加剂苯

甲酸的安全性也进行了评价，邻苯二甲酸的安全限量值依然是 100 mg/kg。日本公定书中的指标也依然是 50 mg/kg。我国食品添加剂标准、DSM 公司企业标准中指标规定为 ≤ 100 mg/kg，以上四个标准中规定的试验方法均为液相色谱法。本次国标制订，采用 NY/T 1447-2007 农业行标中指标。

武汉有机公司 2024 年生产的 101 批次苯甲酸产品中邻苯二甲酸测定值在 2 mg/kg-13 mg/kg，天津东大 2024 年生产的 24 批次苯甲酸产品中邻苯二甲酸测定值在 8.6 mg/kg-81.2 mg/kg，湖南弘润 2024 年 1-6 的生产的苯甲酸产品中邻苯二甲酸测定值在未检出-16.87mg/kg，均满足小于 100 mg/kg 的指标。

2.12.2 试验方法

2007 版农业行标中采用日本添加剂公定书中邻苯二甲酸试验方法。本次国标制订过程中，对方法进行优化并对方法性能进行考察。本项目对 NY/T 1447-2007 农业行标中的流动相条件进行了修改，将甲醇-1%乙酸溶液（3：7）调整为甲醇-0.1%乙酸溶液（3：7）。在该条件下，液相色谱背景噪音降低，基线平稳，可实现邻苯二甲酸的分离。

2.12.2.1 液相色谱条件

以甲醇+1%乙酸=2+3 为溶剂配制 10 μ g/mL 邻苯二甲酸标准溶液，用紫外可见分光光度计在 190 nm-400 nm 进行扫描，同步对空白溶剂进行扫描，见图 10 和图 11。

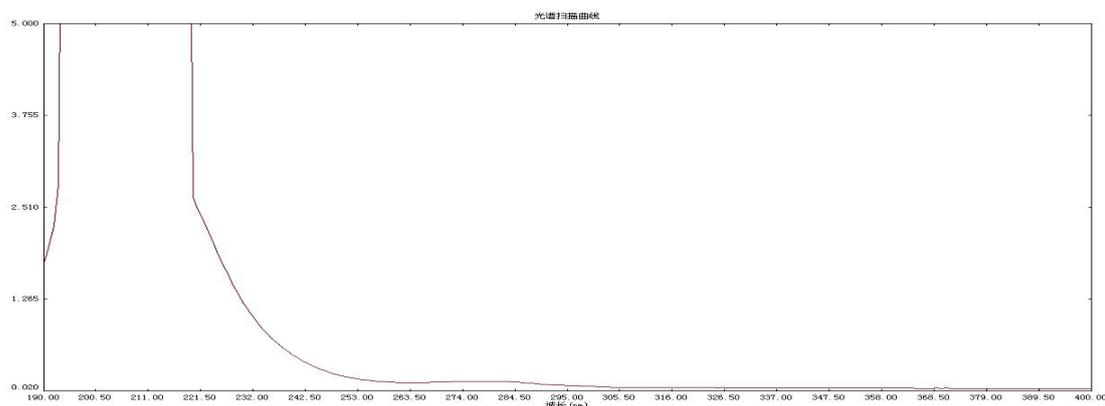


图 10 10 µg/mL 邻苯二甲酸标准溶液（溶剂：甲醇+1%乙酸=2+3）紫外光谱扫描图

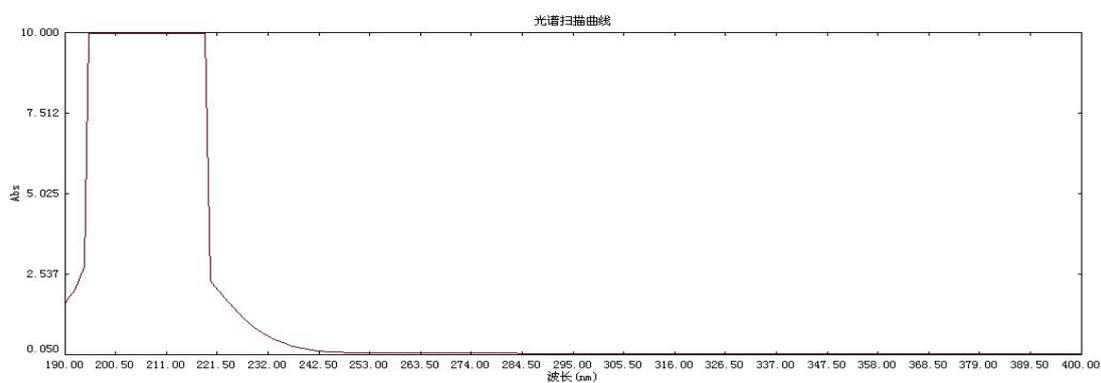


图 11 空白溶剂（甲醇+1%乙酸=2+3）紫外光谱扫描图

从图 10 和图 11 可以看到，空白溶剂和苯甲酸标准溶液的紫外扫描图差别不大，190 nm-240 nm 均有一大峰。为判断此吸收峰，分别对甲醇和稀释 10 倍的乙酸溶液进行扫描，见图 12 和图 13。由图 12 可以看出，甲醇的紫外吸收峰在 200nm 左右，0.1%乙酸在 190 nm-240 nm 的紫外吸收明显降低了，说明图 11 中大吸收峰是 1%乙酸产生的。

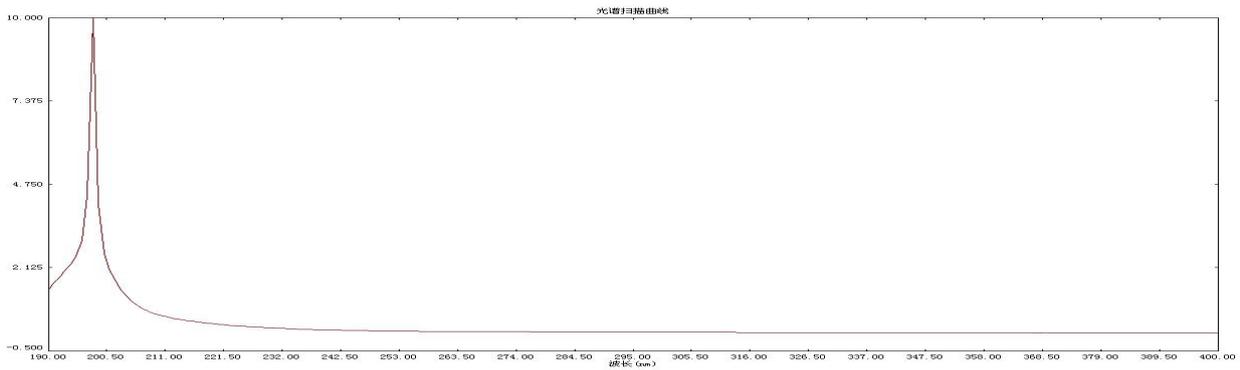


图 12 甲醇紫外扫描图

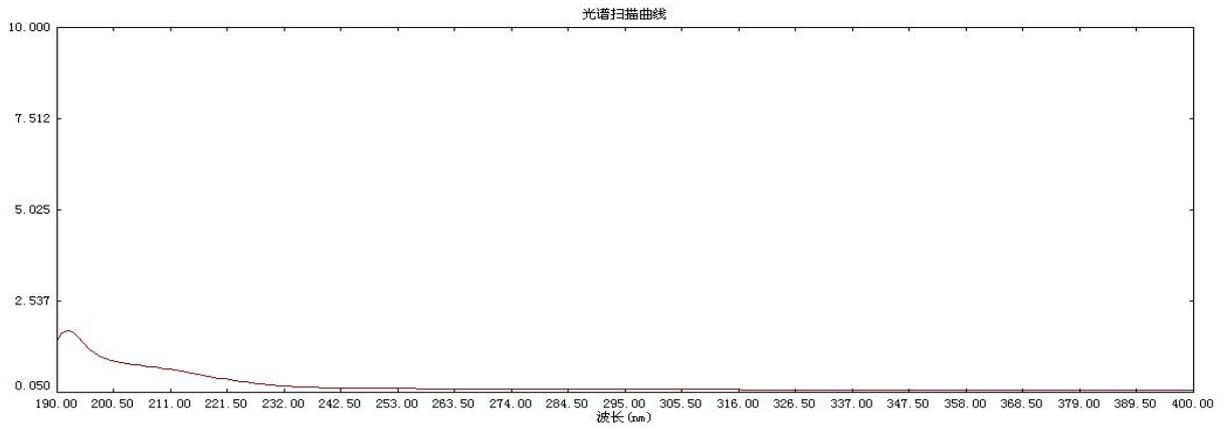


图 13 0.1%乙酸溶液紫外扫描图

用甲醇+0.1%乙酸=2+3 配制不同浓度的邻苯二甲酸标准溶液,用紫外可见分光光度计在 190 nm-400 nm 进行扫描,见图 14,图中自下而上浓度为: 0 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、5 $\mu\text{g/mL}$ 、6 $\mu\text{g/mL}$ 、7 $\mu\text{g/mL}$ 、8 $\mu\text{g/mL}$ 、9 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 。

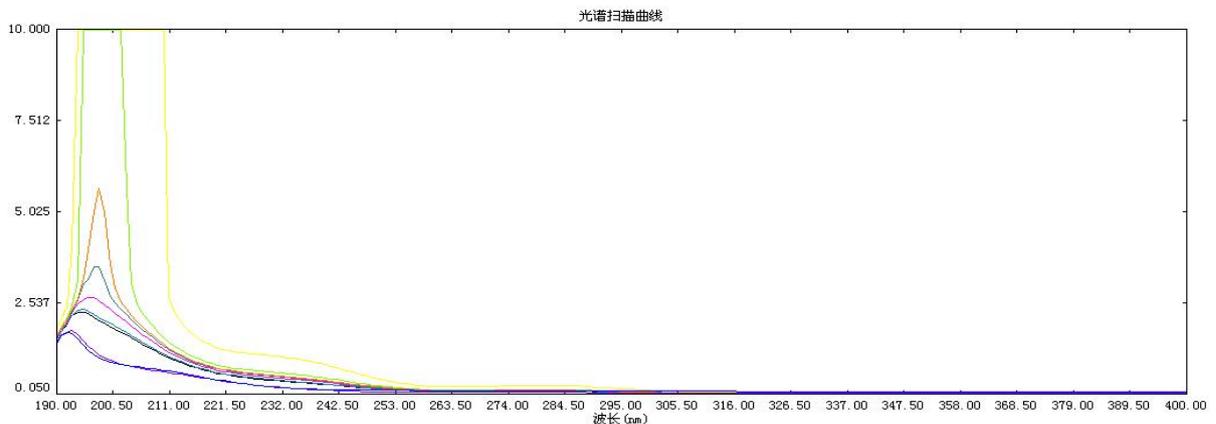


图 14 邻苯二甲酸标准溶液紫外光谱图 (甲醇+0.1%乙酸=2+3 为溶剂)

从图 14 可以看出，虽然邻苯二甲酸标准溶液在 198 nm 处有最大吸收，但乙酸、甲醇等许多物质在 190 nm-210 nm 波段都有吸收，此波段干扰物质较多，所以不宜用于检测波长。邻苯二甲酸溶液在 220 nm-240 nm 紫外吸收平稳，吸收峰响应与邻苯二甲酸浓度有相关性，0.1%乙酸溶液紫外吸收小，可忽略不计，此波段干扰物相对也较少，在此波段选择邻苯二甲酸检测波长较为适宜。

用新配制的 5 μ g/mL 邻苯二甲酸（以甲醇+0.1%乙酸=2+3 为溶剂），采用液相色谱测定，得到二极管阵列检测器光谱图，见图 15。

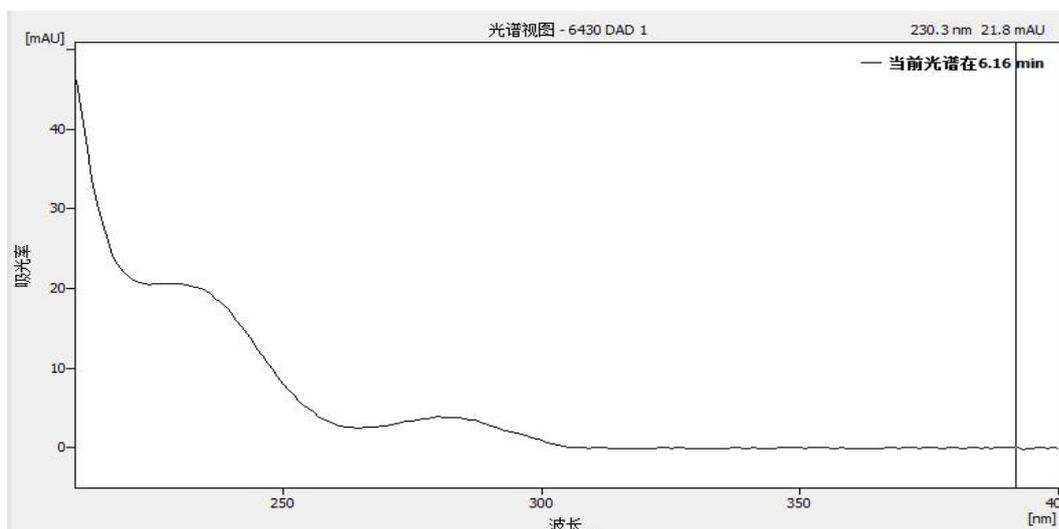
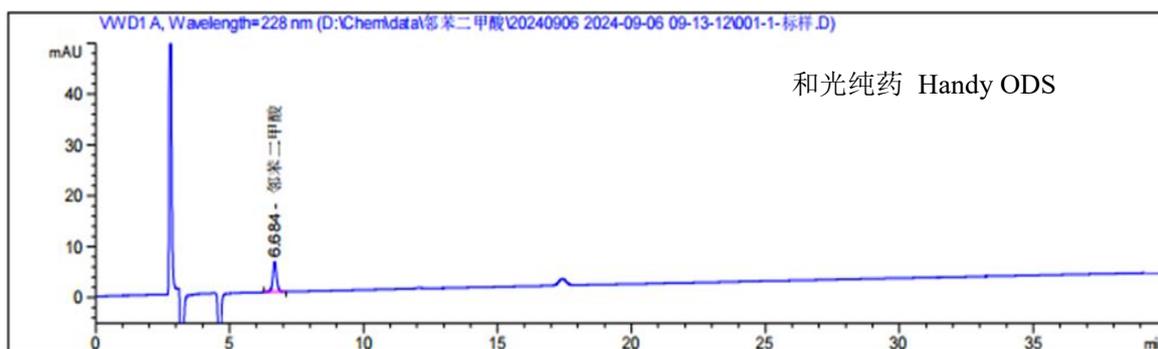
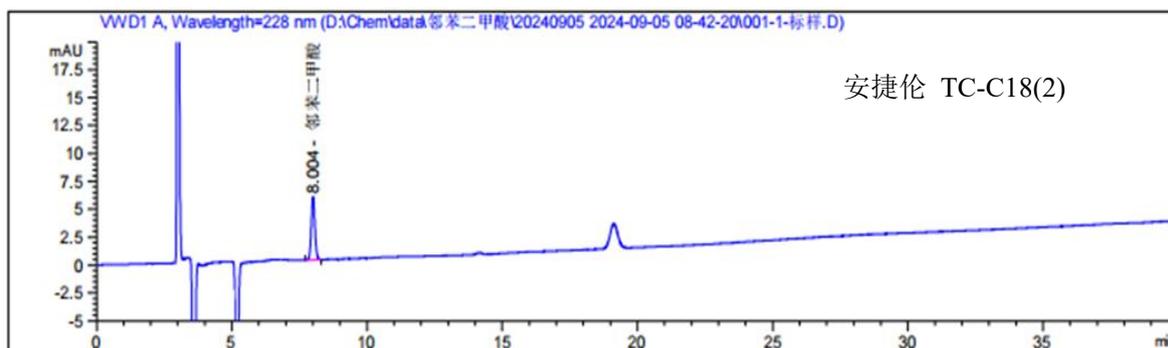
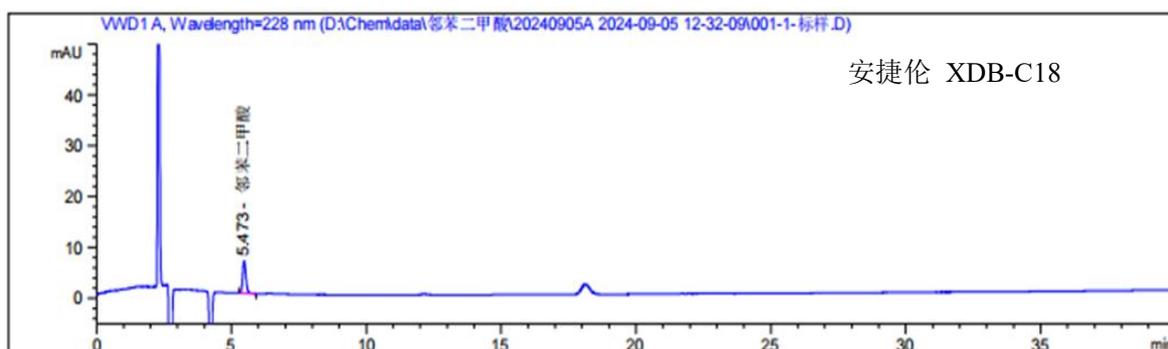


图 15 邻苯二甲酸液相色谱二极管阵列光谱图

从图 15 可以看出，5 μ g/mL 邻苯二甲酸（以甲醇+0.1%乙酸=2+3 为溶剂）在 220 nm-250 nm 有吸收峰，且在 220 nm-230 nm 之间有稳定的紫外吸收，日本食品公定书中选择 228 nm 作为邻苯二甲酸测定波长是适宜的，但应将日本食品公定书中 1%乙酸改为 0.1%乙酸，以降低溶剂紫外吸收对邻苯二甲酸紫外吸收的影响，减少背景干扰，提高检测方法灵敏度。

2.12.2.2 液相色谱柱的选择

按照以上确定的色谱条件，选择不同公司的 C18 色谱柱，包括：美国安捷伦公司的 XDB-C18 色谱柱（250 mm×4.6mm，5 μm）和 TC-C18(2) 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）、日本和光纯药公司的 Handy ODS 色谱柱（250 mm×4.6 mm，5 μm）、美国 waters 公司的 XSelect HSS T3（250 mm×4.6 mm，5 μm）和 XBridge C18（250 mm×4.6 mm，5 μm）色谱柱进行测定，色谱图见图 16。从图 16 上可以看出，邻苯二甲酸保留时间约在 5min-8min 左右。



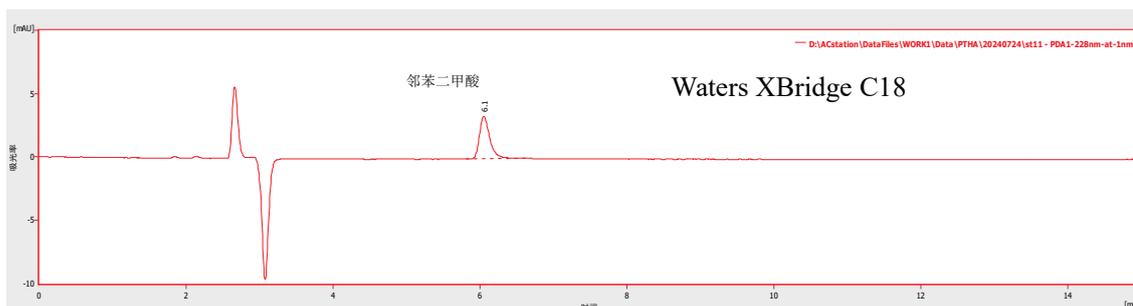
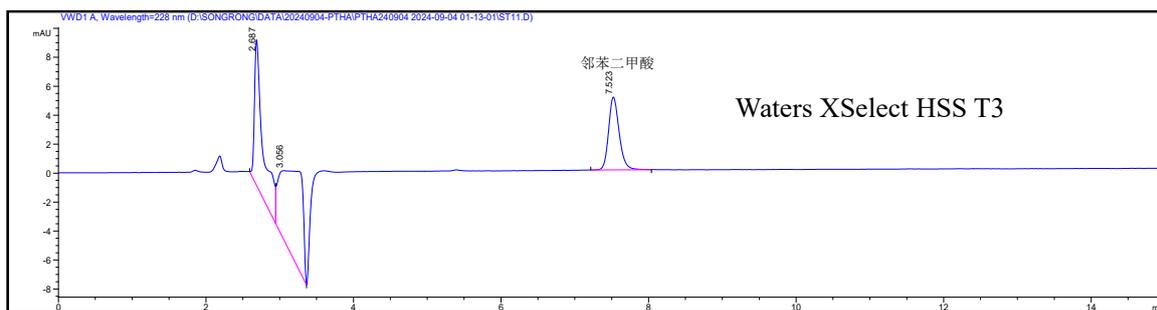


图 16 不同品牌色谱柱测定邻苯二甲酸

2.12.2.3 提取条件

在 2007 版农业行标的提取条件上进行优化，将 1%乙酸改为 0.1%乙酸。甲醇用于溶解试样，0.1%乙酸提供酸性条件。优化后试样提取溶液中的酸度与流动相、标准溶液中的酸度保持一致。方法准确度和精密度（见 2.12.2.6）以及定量限（见 2.12.2.7）考察可以证明修改后的提取液的优化是可行的。

2.12.2.4 标准储备溶液稳定性

对配制的邻苯二甲酸标准储备溶液 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，在配制当天、7 天、14 天、1 月、3 月和 6 月，将储备溶液稀释 10 倍，制备成 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，进行测定，结果见表 18。将每次测试的峰面积与初始峰面积进行比较，计算相对偏差，考察标准储备溶液的稳定性。

表 18 标准溶液稳定性考察

时间	第 1 次 (0 天)	第 2 次 (7 天)	第 3 次 (14 天)	第 4 次 (1 月)	第 5 次 (2 月)	第 6 次 (3 月)	第 7 次 (6 月)
峰面积	373.4	368.0	366.6	365.6	362.4	361.6	356.4
相对偏差 (%)	0	1.4	1.8	2.1	2.9	3.2	4.6

从表 18 可以看出，在 6 个月内邻苯二甲酸标准储备溶液的峰面积变异小于 5%，所以邻苯二甲酸标准储备溶液在 6 个月内稳定，有效期为 6 个月。

2.12.2.5 标准溶液线性范围

用甲醇：0.1%乙酸混合溶液配制邻苯二甲酸标准系列溶液，浓度为 0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.5 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ ，液相色谱测定，结果见表 19、图 17 和图 18。

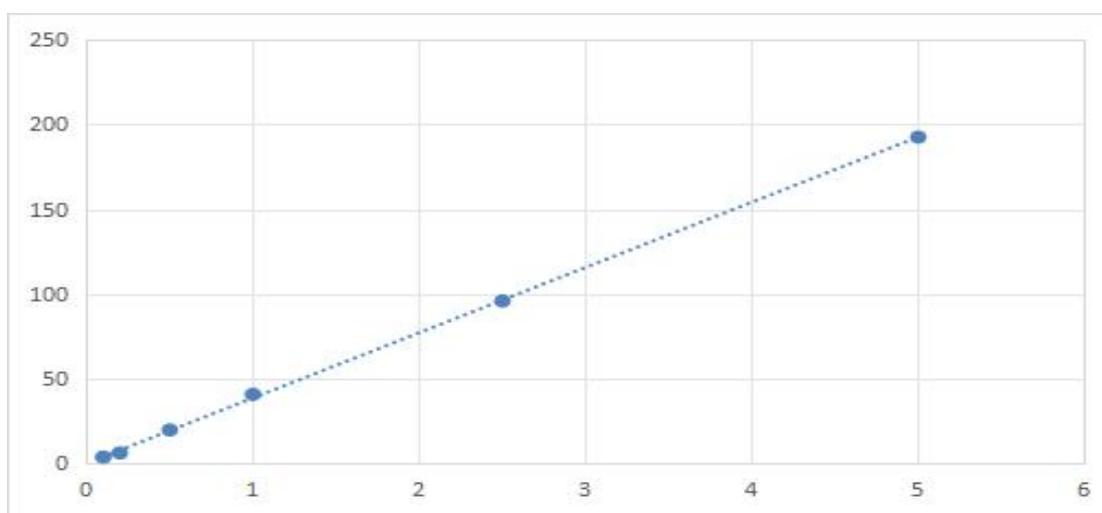


图 17 邻苯二甲酸标准溶液线性范围

表 19 邻苯二甲酸标准溶液线性范围

标液浓度 ($\mu\text{g/mL}$)	0.1	0.2	0.5	1	2.5	5
峰面积	3.701	6.141	19.706	40.705	95.821	192.521
线性方程与 相关系数	$Y=0.06570x+38.52$, $R^2=0.9999$					
	x —浓度; y —峰面积。					



图 18 邻苯二甲酸标准系列溶液液相色谱图

2.12.2.6 准确度和精密度

以邻苯二甲酸指标限量值 100 mg/kg 的 0.5 倍、1 倍和 1.5 倍，即 50 mg/kg 、 100 mg/kg 、 150 mg/kg 为 3 个添加水平，用不含邻苯二甲酸的苯甲酸产品，通过添加标准溶液方式，制备添加回收样品，每个添加水平做 6 次平行，同时做空白样品。计算回收率和变异系数，结果见表 20。

表 20 邻苯二甲酸添加回收率和精密度

添加浓度 (mg/kg)	测定 批次	回收率 (%)							批内相对 偏差 (%)	批间相对 偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6	平均		
50	I	101.6	101.1	101.1	100.8	101.2	100.7	101.1	0.3	1.4
	II	102.0	101.4	100.8	100.8	101.1	102.5	101.4	0.7	
	III	103.9	105.4	103.9	103.6	102.4	103.9	103.9	1.0	
100	I	101.2	101.7	101.1	101.0	101.0	100.3	101.1	0.5	0.9
	II	100.0	99.7	100.3	100.1	100.8	100.7	100.3	0.4	
	III	102.9	102.6	102.4	102.2	101.3	101.5	102.2	0.6	
150	I	100.9	101.1	101.9	101.5	101.9	101.7	101.5	0.4	0.8
	II	101.3	100.9	101.5	99.6	100.6	100.1	100.7	0.7	
	III	101.6	102.2	101.9	102.7	102.6	101.6	102.1	0.5	

2.12.2.7 方法定量限

按 0.1 mg/kg 邻苯二甲酸标准溶液的信噪比 S/N 约为 10 计算，邻苯二甲酸的定量限理论值为 5 mg/kg。按 5 mg/kg 添加浓度，在不含邻苯二甲酸的苯甲酸样品中添加邻苯二甲酸标液，用液相色谱进行测定，重复 3 次，每次 6 个平行，回收率和精密度见图 19 和表 21。

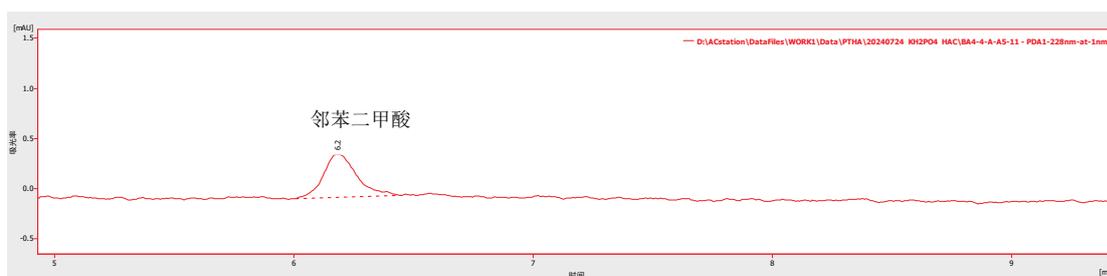


图 19 添加 5 mg/kg 邻苯二甲酸的试样溶液液相色谱图

表 21 邻苯二甲酸定量限试验

添加浓度 (mg/kg)	测定 批次	回收率 (%)							批内相 对偏差 (%)	批间相 对偏差 (%)
		1	2	3	4	5	6	平均		
5	I	98.2	99.2	96.8	96.7	99.5	97.6	98.0	1.2	1.5
	II	97.1	97.0	98.8	97.1	95.2	96.6	97.0	1.2	
	III	97.7	101.5	96.9	95.9	99.8	98.0	98.3	2.0	

从图 19 和表 21 中可以看出, 5 mg/kg 邻苯二甲酸添加回收试验的精密度和准确度能达到检测方法定量分析的要求。方法定量限为 5 mg/kg。

2.12.3 样品测试

7个厂家苯甲酸样品的邻苯二甲酸测定结果见表22。从表22可以看出, 所有样品的邻苯二甲酸结果均能达到设定指标。

表 22 邻苯二甲酸测定结果

样品编号	批次	邻苯二甲酸含量, mg/kg	邻苯二甲酸含量 平均值, mg/kg	相对偏差, %
1	1	42、42	42	0
	2	41、40	40	1.2
	3	40、41	40	1.2
2	1	<5、<5	<5	/
	2	<5、<5	<5	/
	3	<5、<5	<5	/
3	1	11、7	9	22.2
	2	<5、<5	<5	/
	3	<5、<5	<5	/
4	1	<5、<5	<5	/
	2	<5、<5	<5	/
	3	<5、<5	<5	/
5	1	65、64	64	0.6
	2	65、66	66	0.8
	3	64、64	64	0
6	1	<5、<5	<5	/
7	1	<5、<5	<5	/
	2	<5、<5	<5	/
	3	<5、<5	<5	/

实际样品测定结果表明，邻苯二甲酸指标值定为 ≤ 100 mg/kg 是合理的。

2.13 联苯类物质

2.13.1 指标设定

联苯类物质是苯甲酸催化氧化过程中的一类副产物，主要包括苯甲酸苄酯(BB)、联苯(BP)、2-甲基联苯(2-MBP)、3-甲基联苯(3-MBP)和4-甲基联苯(4-MBP)(分子结构式见图 20)。这类副产物会在合成苯甲酸后的纯化、除杂工艺过程中被

去除,所以工业级苯甲酸中联苯类物质含量较高,总量可达到几百 mg/kg 到上千 mg/kg 以上,工业级苯甲酸经纯化,去除了包括联苯类化合物在内的多种杂质后得到食品级或饲料级苯甲酸。

联苯类物质具有一定毒性,欧盟委员会于 2005 年评估了断奶仔猪中使用添加剂苯甲酸的安全性,提出了饲料添加剂中联苯类物质的安全限量值为 100mg/kg。依据此评估报告,NY/T 1447-2007 农业行业标准饲料添加剂苯甲酸中规定了联苯类物质指标为 ≤ 100 mg/kg。本次国标制订标准过程中,查阅到欧盟委员会 2019 年对育肥猪中使用添加剂苯甲酸的安全性进行了评价,联苯类物质的安全限量值依然是 100mg/kg。据此本次国标制订,维持联苯类物质指标为 ≤ 100 mg/kg。

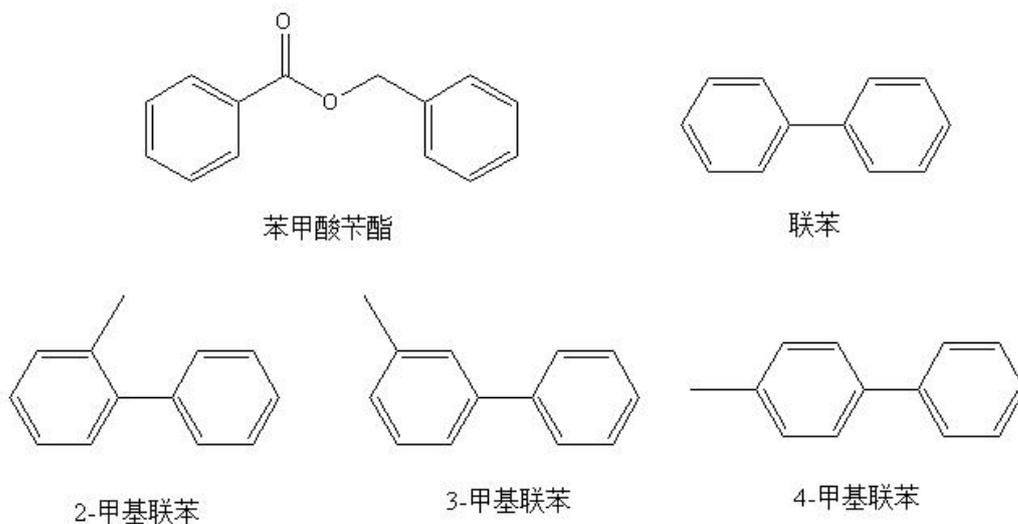


图 20 联苯类物质分子结构式

2.13.2 试验方法

NY/T 1447-2007《饲料添加剂 苯甲酸》中联苯类物质的测定,采用气相色谱法。此标准在应用过程中,发现饲料级苯甲酸中联苯类物质的含量很低,而联苯类物质在气相色谱仪上响应偏低,造成低含量的联苯类物质用气相色谱仪测定时的偏差较

大。经考察发现联苯类物质在液相色谱法的灵敏度比气相色谱高 2 个数量级，见表 23，更适合测定低含量水平联苯类物质，因此此次国标制订将联苯类物质的检测方法修改为液相色谱法，确定了液相色谱法的仪器条件、试样前处理方法，并对方法性能进行了考察。预审专家建议去掉关于色谱柱厂家的脚注，写明建议使用的色谱柱的填料性质，或者同等效用的色谱柱。

表 23 气相色谱和液相色谱灵敏度的比较

化合物	气相色谱			液相色谱		
	保留时间 min	1 μ g/mL 信噪比	10 μ g/mL 信噪比	保留时间 min	0.01 μ g/mL 信噪比	0.1 μ g/mL 信噪比
联苯	22.2	12.4	183.0	14.944	25.65	106.33
2-甲基联苯	20.2	9.5	130.1	20.172	14.17	47.69
3-甲基联苯	25.3	9.8	127.6	21.077	13.31	60.93
4-甲基联苯	25.7	9.2	118.4	21.900	13.75	54.98
苯甲酸苄酯	39.8	7.0	86.5	12.267	12.57	53.58

由于邻苯二甲酸也是采用液相色谱法进行检测，因此项目组尝试过将邻苯二甲酸与联苯类化合物的检测合并为一个液相方法。但试验过程发现，要实现邻苯二甲酸、苯甲酸与联苯类化合物的同步检测比较困难，这是由于邻苯二甲酸的极性较大 ($\log P=0.81$)，三者的极性顺序为邻苯二甲酸>苯甲酸>联苯类化合物。邻苯二甲酸需要采用弱有机相 (30% 甲醇) 进行洗脱，而联苯类物质的极性较弱 (苯甲酸苄酯 $\log P$ 值为 3.97，联苯 $\log P$ 值为 3.98、2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯 $\log P$ 值均为 4.44)，在 C18 柱上保留较强，需要采用 50% 以上的乙腈才能洗脱，而在此条件下，邻苯二甲酸又几乎不保留，无法与杂质分离。因此，邻苯二甲酸和联苯类化合物分开进行检测更好操作。

2.13.2.1 液相色谱条件

2.13.2.1.1 检测波长的选择

从图 20 可见，苯甲酸苄酯、联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯均有两个苯环，具有紫外吸收特征。采用紫外-可见分光光度计在 200 nm~400 nm 进行光谱扫描，得到 5 种联苯类物质的光谱图，如图 21 所示。从图 21 可见，苯甲酸苄酯、联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯的吸收带分别位于 221 nm-245 nm，222 nm-270 nm、222 nm-260 nm、230 nm-280 nm 和 230 nm-285 nm，最大吸收波长分别为 232 nm、245 nm、240 nm、250 nm 和 253 nm，苯甲酸苄酯的吸收带较窄，超过 245 nm 后其吸收值显著降低。检测波长为 240 nm 时，可实现 5 种联苯类物质的同步检测。

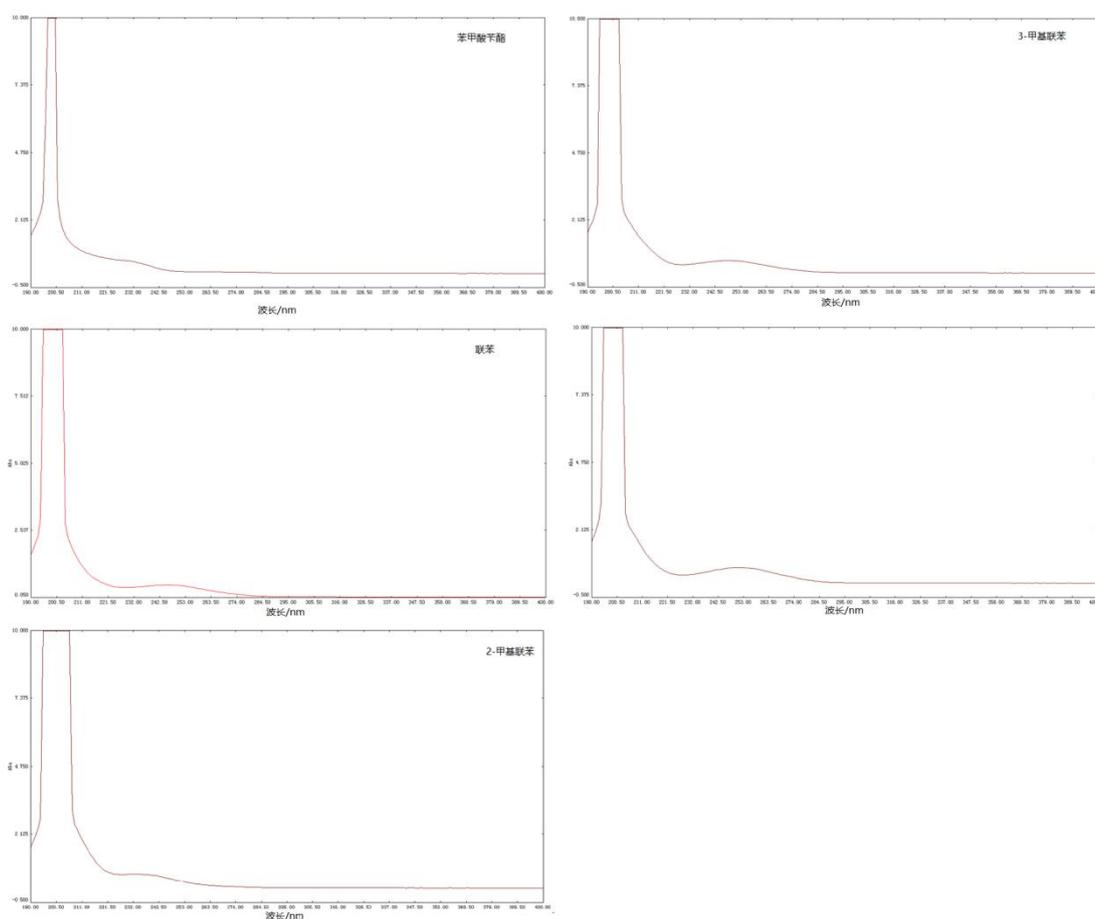


图 21 联苯类物质紫外-可见光谱图

2.13.2.1.2 色谱柱的选择

苯甲酸苄酯 logP 值为 3.97，联苯 logP 值为 3.98、2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯 logP 值均为 4.44，从 logP 值可以看出，联苯类化合物适合采用反相色谱进行分离，而 2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯互为同分异构体，比较难分离，对色谱柱的柱效要求较高。

比较了流动相为 55%乙腈时，不同品牌 C₁₈ 色谱柱的分离效果，结果见表 24，联苯类物质在不同色谱柱上的色谱图见图 22。图 22 中可见，苯甲酸苄酯和联苯在不同色谱柱上均可获得较好的分离效果，但 2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯的分离度在不同色谱柱之间差异较大。所试 8 个不同品牌的 C₁₈ 柱，有 5 个分离效果不佳，分离效果较好的 3 根色谱柱分别是微纯 MicroPulite Gold C18 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μm）、Kromasil 100-5-C18 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μm）和华谱 Unitary C18 色谱柱（4.6 mm×250 mm，5 μm），分离效果最好的是微纯 MicroPulite Gold C18 色谱柱，分离度>1.5。

表 24 不同品牌 C18 色谱的分离效果

序号	色谱柱品牌	规格	分离效果
1	微纯 MicroPulite Gold C18 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	2-MBP、3-MBP、4-MBP 分离度>1.5
2	Kromasil 100-5-C18 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	3-MBP、4-MBP 分离度 1.3
3	华谱 Unitary C18 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	2-MBP、3-MBP 分离度 1.3
4	GL Sciences Inertsil ODS-3	4.6 × 250 mm, 5μm	2-MBA、3-MBA、4-MBA 分不开
5	Thermo Acclaim TM 120 C18 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	2-MBA、3-MBA、4-MBA 分不开
6	Waters X-Bridge C18 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	3-MBA、4-MBA 分不开
7	Waters HSS T3 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	2-MBA、3-MBA、4-MBA 分不开
8	纳谱 Chromcore 120 C18 色谱柱	4.6 × 250 mm, 5μm	3-MBA、4-MBA 分不开

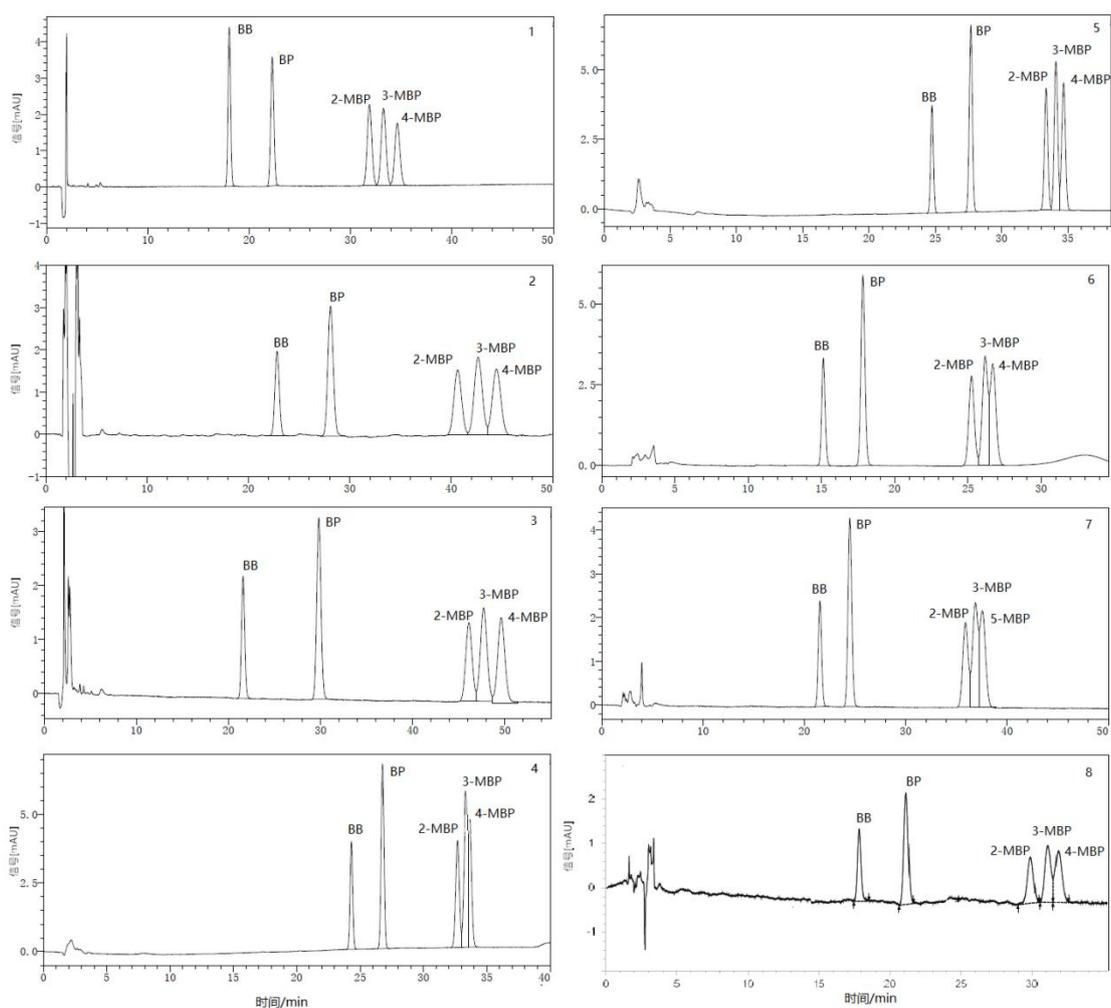


图 22 不同色谱柱分离色谱图 (序号与表 24 对应)

2.13.2.1.3 流动相的选择

设置乙腈的比例分别为 50%、55%、60%、80%，水相为 H₂O，等度洗脱，比较标准溶液中 5 种联苯类物质的分离效果，发现乙腈比例对联苯类物质的分离结果影响显著，随着乙腈比例增加，保留时间提前，乙腈比例为 80% 时，5 种联苯类化合物均在 10 min 内被洗脱，但 2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯的分离度较差；当乙腈比例在 50%-60% 之间时 (图 23)，2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯可达到比较满意的分离效果。因此选择 50% 乙腈为流动相。

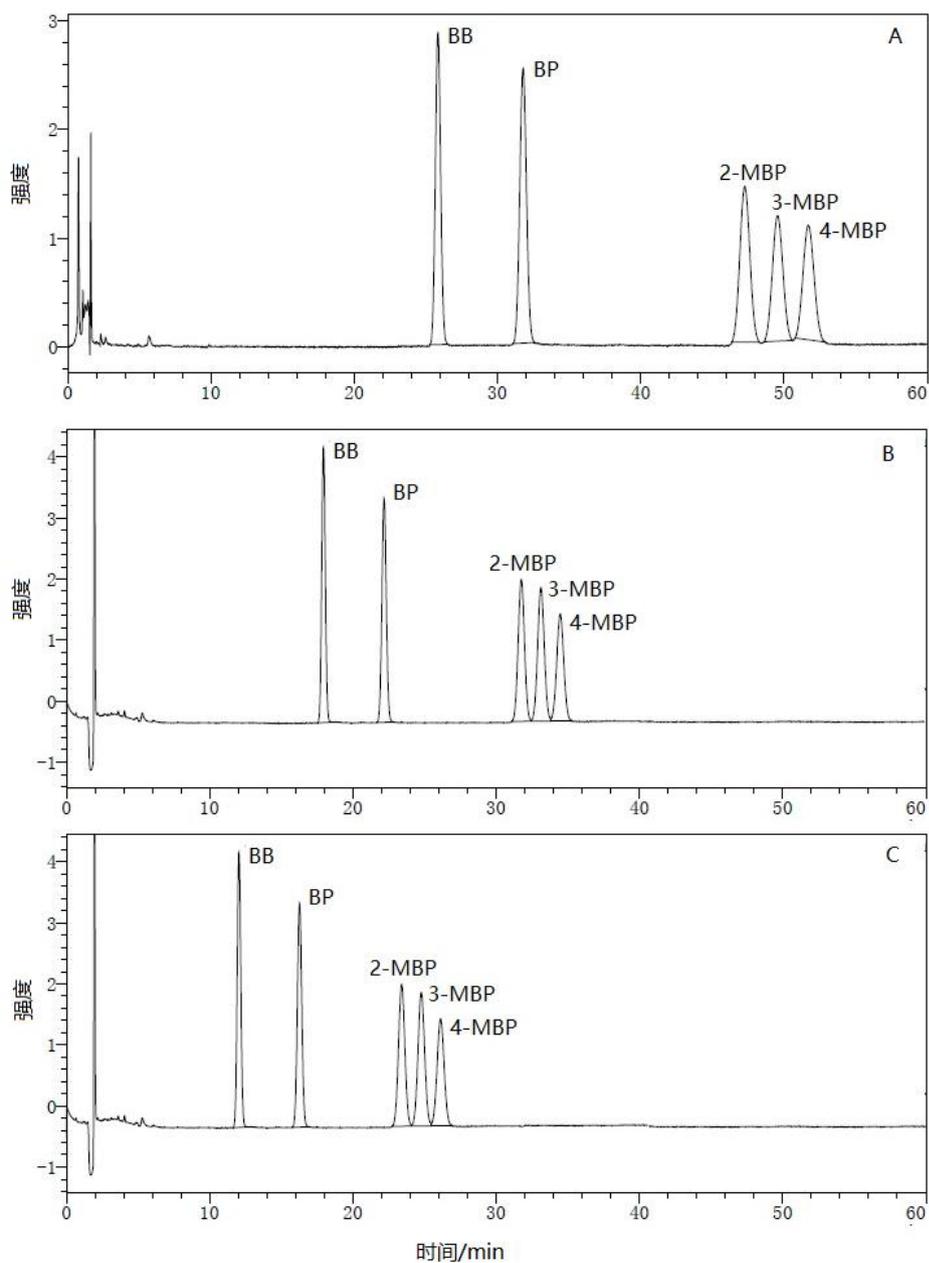


图 23 乙腈比例对分离效果的影响 (a) 50%乙腈; (b) 55%乙腈; (c) 60%乙腈
(色谱柱: 微纯 MicroPulite Gold C18 色谱柱)

比较水相为纯水、10mmol/L NaAc 溶液 (pH=4.2)、10mmol/L KH_2PO_4 溶液的分
离效果, 结果见图 24, 从图 24 可见, 水相组成对联苯类物质的分离效果影响不大, 因
此选择纯水为水相。

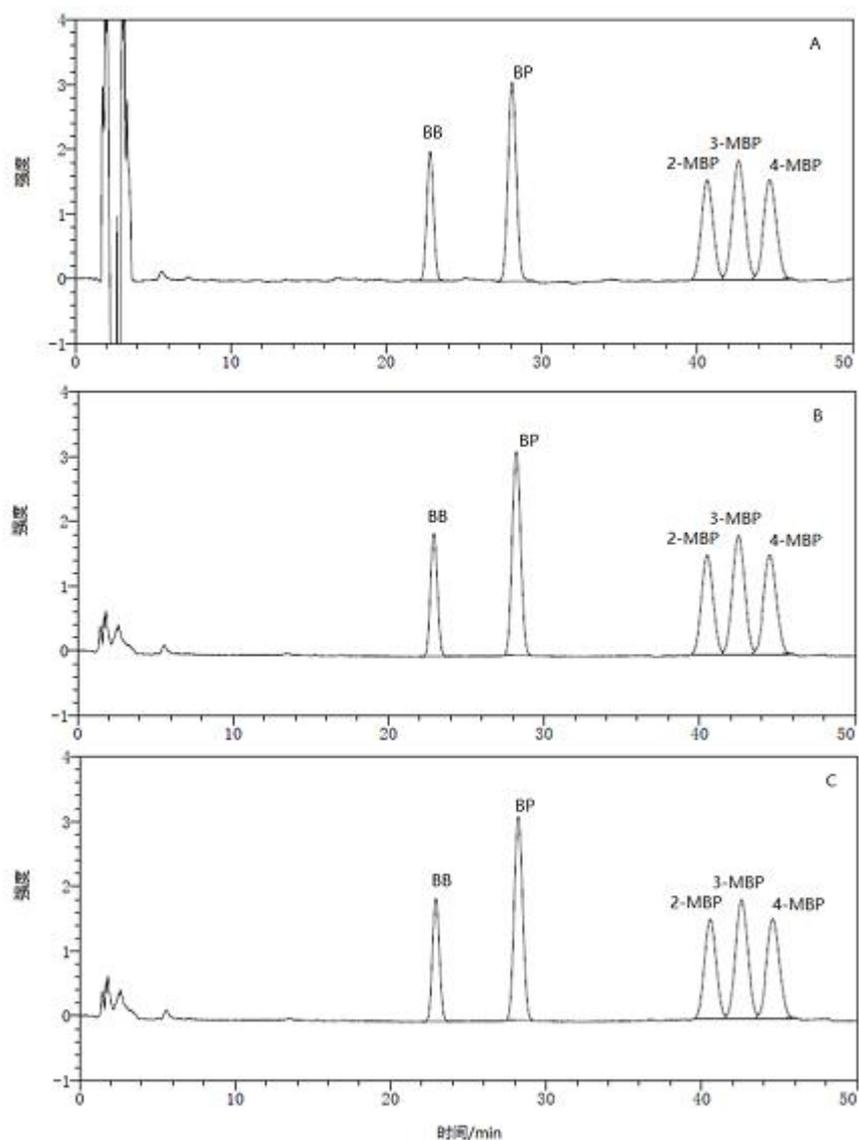


图 24 水相组成对分离效果的影响

(A) H_2O ; (B) 10 mmol/L NaAc 溶液, pH 值 4.2; (C) 10mmol/L KH_2PO_4 溶液

2.13.2.1.4 色谱柱柱温的影响

比较了色谱柱柱温分别为 25°C 和 40°C 时对联苯类物质分离效果的影响, 结果见图 25。结果可见, 柱温为 40°C 时, 联苯类物质的保留时间提前, 但 2-MBP、3-MBP、4-MBP 的分离度有所下降, 色谱柱柱温为 25°C 时, 虽然洗脱时间较长, 但分离效果更好, 因此选择色谱柱柱温为 25°C 。

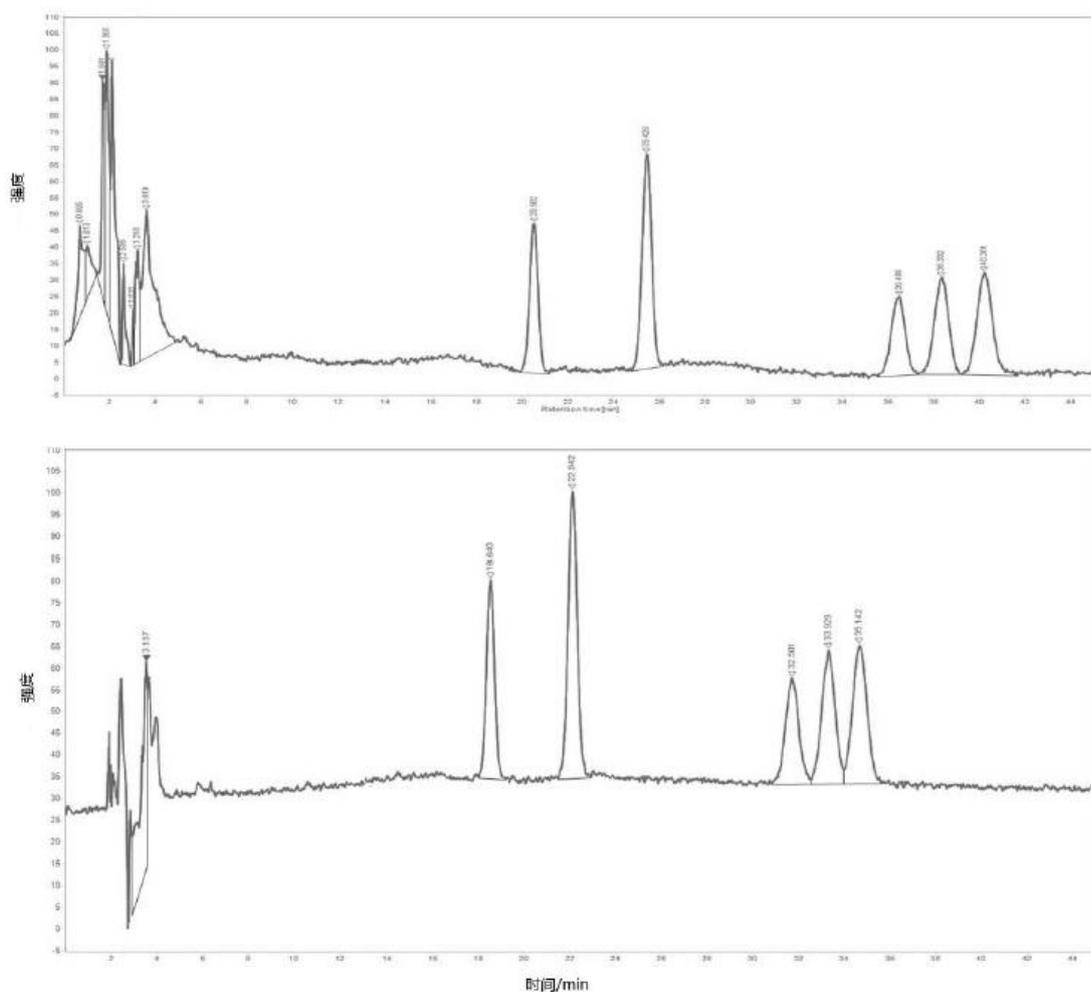


图 25 柱温对联苯类物质分离效果的影响

2.13.2.2 试样提取条件

2.13.2.2.1 提取试剂的选择

联苯类物质不溶于水，可溶于乙醇、甲醇和乙腈。选择实验甲醇、乙醇、乙腈、60%乙腈作为提取剂，采用添加回收的方式考察提取效果，确定提取条件。具体方法为：称取 1 g 苯甲酸样品，加入联苯类物质混合标准溶液，添加量为 10 mg/kg，加入 30 mL 提取试剂，超声 10 min，定容，过 0.45 μm 滤膜，上机测定。

通过比较甲醇、乙醇、乙腈、60%乙腈等 4 种提取试剂的提取效率（结果见图 26），发现 2-甲基联苯用甲醇、乙醇、乙腈提取所得回收率低于 90%，分别为 78.5%、86.5%

和 86.8%。3-甲基联苯用乙醇和乙腈提取所得回收率低于 90%。纯的甲醇、乙醇和乙腈具有一定的挥发性，在溶液转移过程中容易挥发，影响定量结果的准确性，采用 60%乙腈提取所得 5 种联苯类物质的回收率介于 95.0%~103.3%之间，结果重复性好，因此选择 60%乙腈作为提取试剂。

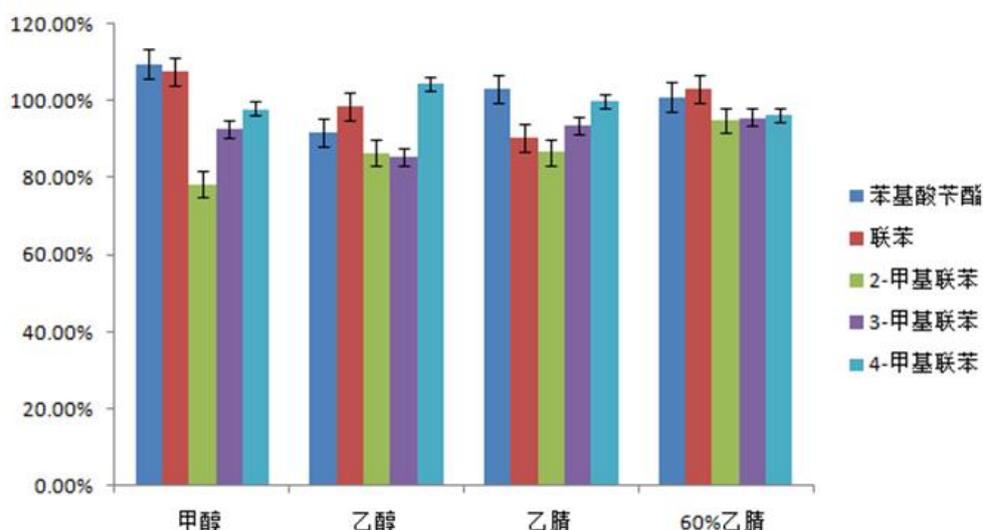


图 26 提取溶剂对联苯类物质提取效率的影响

2.13.2.2.2 超声时间的影响

比较超声时间对联苯类物质提取效率的影响，具体方法为：称取 1 g 苯甲酸样品，加入 30 mL 提取试剂，分别超声 1 min、5 min、10 min、20 min、30 min，定容，过 0.45 μm 滤膜，上机测定。根据实际样品中提取到的 5 种联苯类物质的峰面积，比较超声时间对联苯类物质提取效率的影响，结果见图 27。从图 27 可见，超声时间超过 5 min 后，联苯类物质的峰面积达到平台区，因此选择超声 10 min，即可达到较好的提取效果。

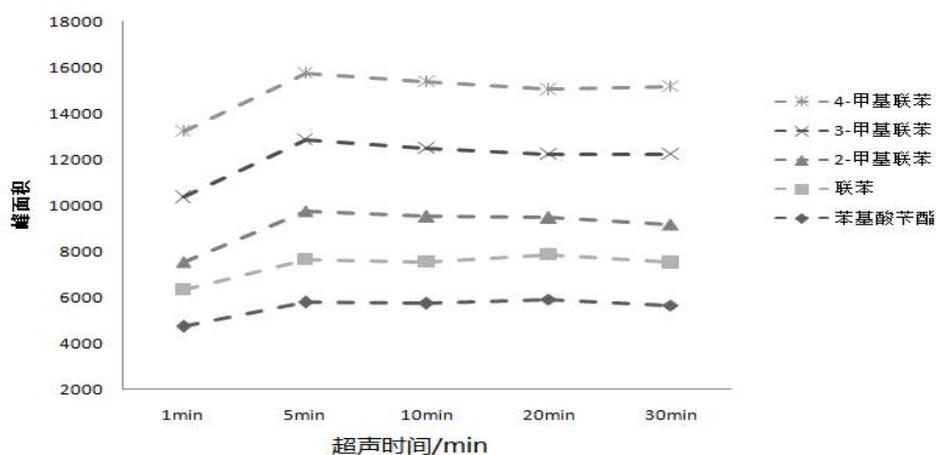


图 27 超声时间对联苯类物质提取效率的影响

2.13.2.3 标液稳定性考察

考察了浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液单标溶液以及浓度为 10 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准中间液的稳定性。

标准储备液稳定性：分别于标准储备液配制后的第 0 天、第 7 天、第 15 天、1 个月、3 个月、6 个月，取标准储备液稀释至 1 $\mu\text{g/mL}$ ，上机测定峰面积，以考察标准储备液的稳定性，结果见图 28。图 28 可见，标准储备液在 6 个月以内峰面积没有发生明显变化，说明其在 6 个月以内是稳定的。

混合标准中间液的稳定性：分别于标准中间液配制后的第 0 天、第 7 天、第 15 天、1 个月、3 个月、6 个月，取标准中间液稀释至 1 $\mu\text{g/mL}$ ，上机测定峰面积，以考察标准中间液的稳定性，结果见图 29。图 29 可见，标准中间液在 3 个月以内峰面积没有发生明显变化，第 6 个月峰面积有所下降。因此标准中间液放置 3 个月是稳定的。

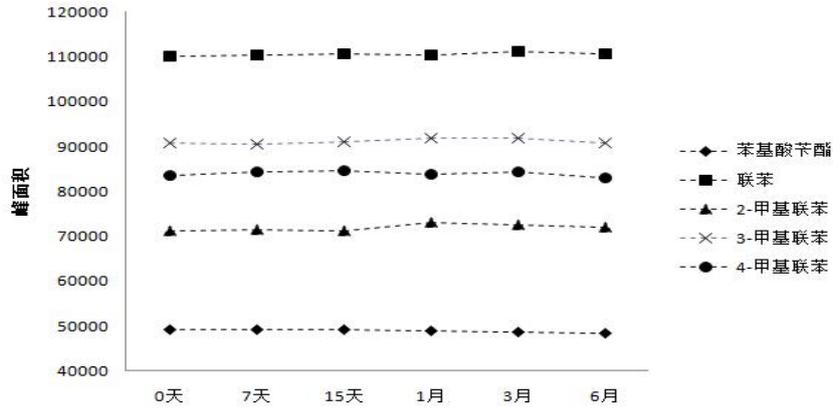


图 28 标准储备液稳定性

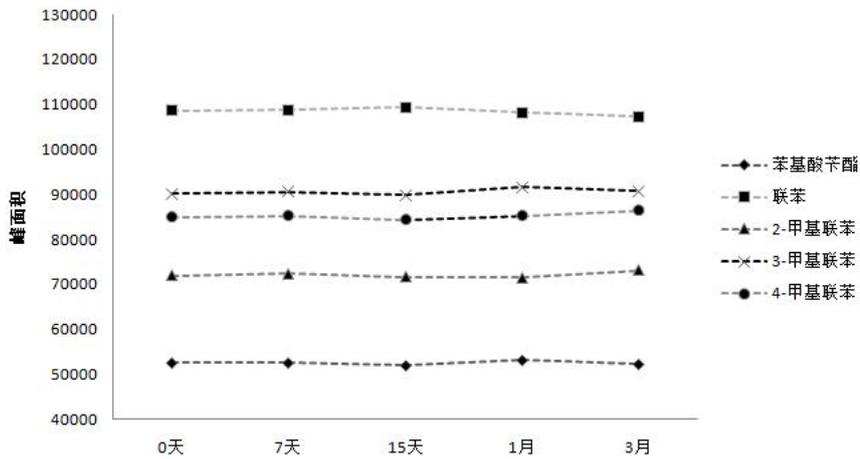


图 29 混合中间溶液稳定性

2.13.2.4 方法定量限

首先将标准溶液逐级稀释，进液相色谱进行分析，考察标准溶液的信噪比，以 S/N 值=10 为仪器的定量限。结果表明，当标准工作溶液的浓度为 50 ng/mL 时（色谱图见图 30A），苯甲酸苄酯、联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯的信噪比 S/N 分别为 24.8、22.1、12.9、10.8 和 10.2，5 种化合物的 S/N 值均 ≥ 10 ，确定仪器的定量限为 50 ng/mL。

按称样量为 1 g，定容体积为 50 mL 计算，单一联苯类化合物的方法定量限的理论值约为 3 mg/kg。按 3 mg/kg 的添加量在空白苯甲酸样品中进行添加，上机测定。在添加量为 3 mg/kg 时（液相色谱图见图 30B），苯甲酸苄酯、联苯、2-甲基联苯、3-甲基联苯和 4-甲基联苯的信噪比 S/N 分别为 31.4、25.5、15.6、12.7 和 10.8，5 种化合物的 S/N 值均 ≥ 10 ，因此确定方法的定量限为 3 mg/kg。

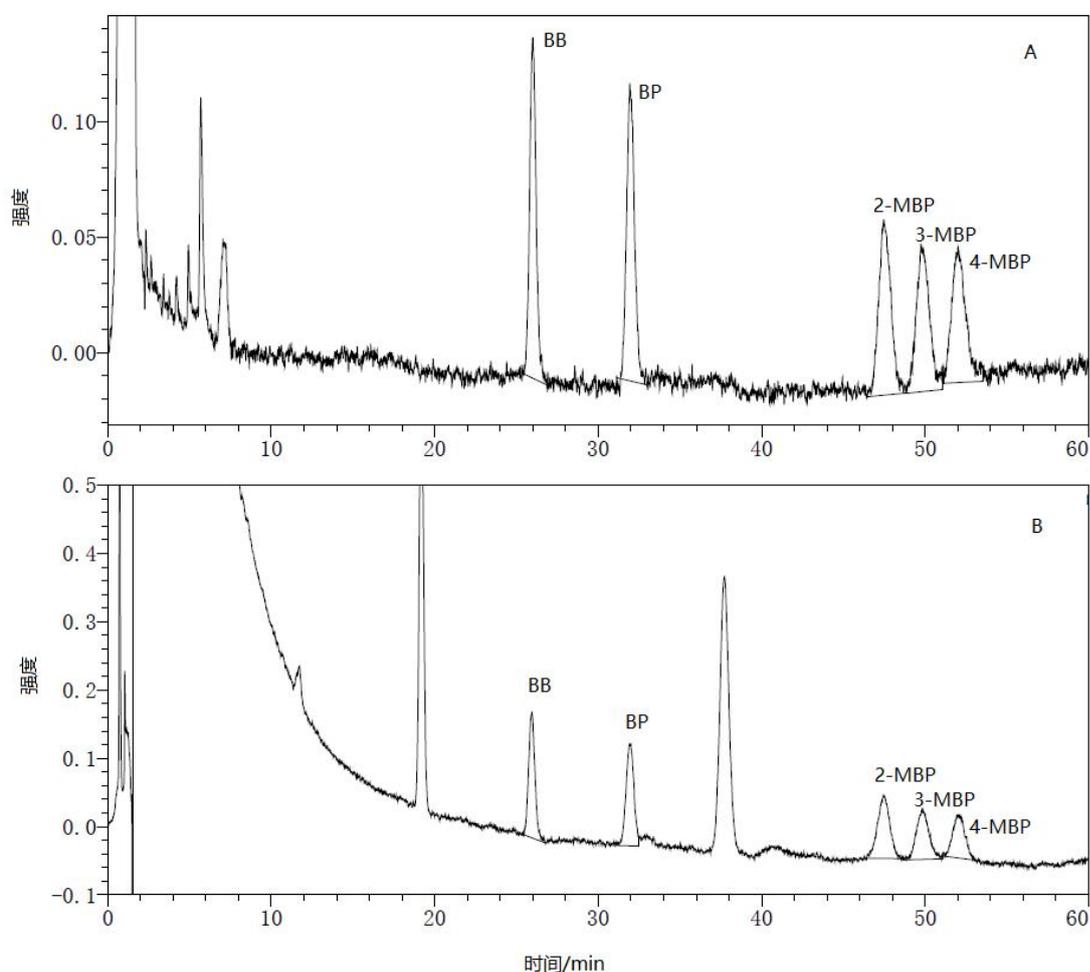


图 30 方法定量限色谱图 (A) 标准溶液，50 ng/mL；
(B) 方法定量限，添加量：3 mg/kg

2.13.2.5 线性范围

移取适量的联苯类物质混合标准中间液，用甲醇稀释成质量浓度为 0.05、0.1、

0.25、1.0、2.5、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 的系列标准工作溶液，按照上述条件进行液相色谱分析。以待测物的浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到的校正曲线见图 31。

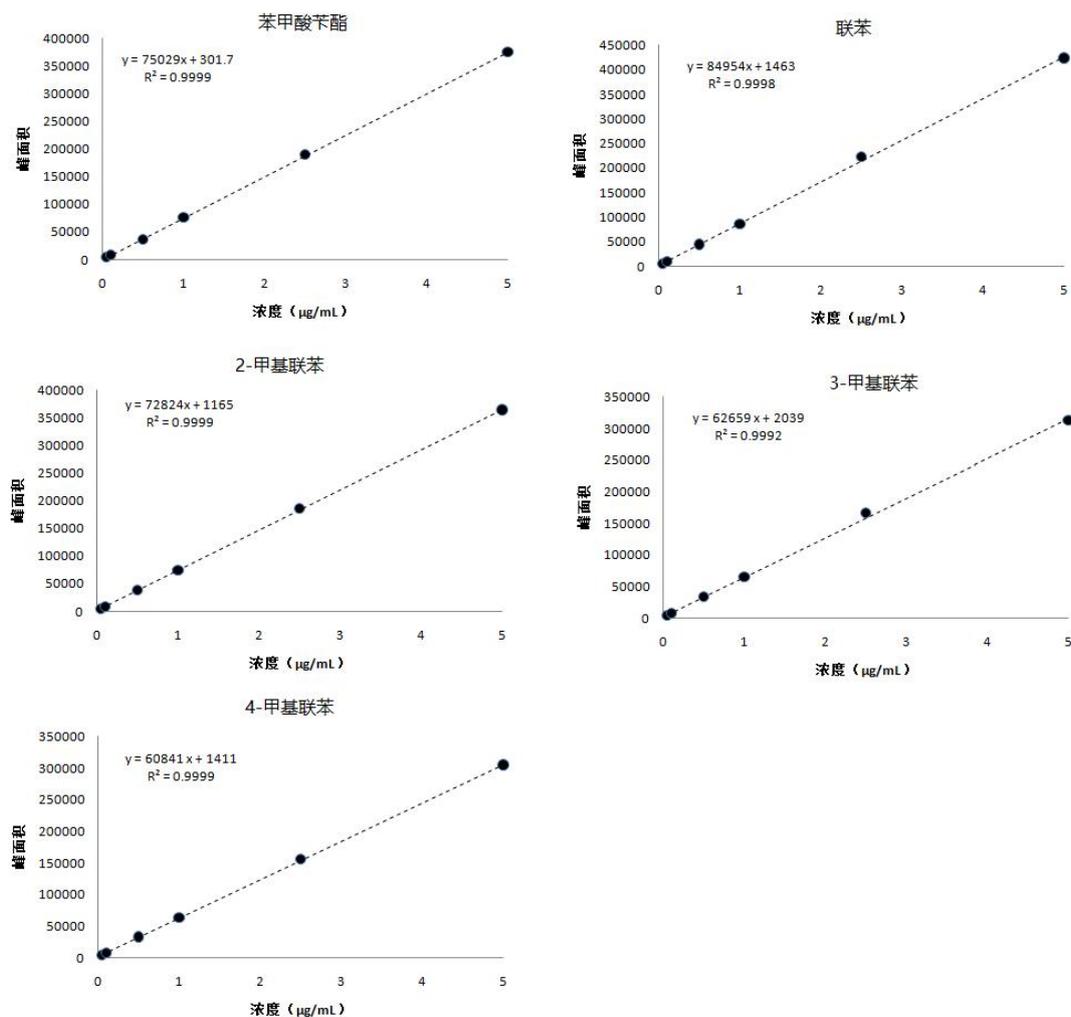


图 31 5 种联苯类物质的标准曲线

对相关数据进行线性回归分析后，结果表明，联苯类物质在 0.05 $\mu\text{g/mL}$ ~5 $\mu\text{g/mL}$ 范围均具有良好的线性，所得方程和相关系数见表 25。

表 25 HPLC 法测定联苯类物质的校正曲线方程及相关系数

待测物	线性回归方程	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)	相关系数 r^2
苯甲酸苄酯	$y = 75029 x + 301.7$	0.05-5.0	0.9999
联苯	$y = 84954 x + 1463$	0.05-5.0	0.9998
2-甲基联苯	$y = 72824 x + 1165$	0.05-5.0	0.9999
3-甲基联苯	$y = 62659 x + 2039$	0.05-5.0	0.9992
4-甲基联苯	$y = 60841 x + 1411$	0.05-5.0	0.9999

2.13.2.6 准确度和精密度

按联苯类物质总量分别为 50 mg/kg、100 mg/kg、150 mg/kg（单种联苯类物质含量分别为 10 mg/kg、20 mg/kg、30 mg/kg），以及方法定量限 3 mg/kg 进行添加回收实验，每个浓度水平平行 6 次，计算回收率及精密度。结果见表 26。

表 26 联苯类物质加标回收率及精密度

化合物	添加量 (mg/kg)	实测值 (mg/kg)						本底值 (mg/kg)	平均回收 率 (%)	RSD (%)
苯甲酸苄酯	3.0	2.65	2.80	2.90	2.85	2.70	2.95	ND	93.6	4.12
联苯	3.0	2.65	2.80	2.95	2.65	2.60	2.85	ND	91.7	5.01
2-甲基联苯	3.0	3.14	2.85	3.30	2.90	3.20	3.05	ND	102.6	5.67
3-甲基联苯	3.0	2.95	2.65	3.10	2.65	3.10	3.10	ND	97.5	7.55
4-甲基联苯	3.0	3.20	3.30	2.85	3.30	3.30	3.10	ND	105.8	5.61
苯甲酸苄酯	10	9.70	9.82	9.99	9.57	9.97	10.0	ND	98.4	1.81
联苯	10	9.54	9.72	9.86	9.43	10.04	9.98	ND	97.6	2.49
2-甲基联苯	10	9.81	9.88	10.2	9.87	9.86	9.88	ND	99.2	1.38
3-甲基联苯	10	9.67	9.82	9.93	9.62	9.56	9.64	ND	97.1	1.44
4-甲基联苯	10	9.87	9.93	10.0	9.81	9.65	10.2	ND	99.1	1.78
苯甲酸苄酯	20	19.9	20.0	19.7	19.7	19.8	20.0	ND	99.2	0.54
联苯	20	19.7	19.7	19.6	19.5	19.6	20.0	ND	98.3	0.87
2-甲基联苯	20	19.6	19.4	19.4	19.6	18.9	19.9	ND	97.5	1.71
3-甲基联苯	20	19.4	19.0	19.1	18.7	16.9	19.0	ND	95.1	1.14
4-甲基联苯	20	19.6	19.2	19.0	18.8	20.1	19.4	ND	96.7	2.35

苯甲酸苄酯	30	30.1	30.1	29.9	30.2	30.3	30.1	ND	100.4	0.39
联苯	30	29.7	29.9	29.7	29.9	30.2	29.7	ND	99.6	0.54
2-甲基联苯	30	30.6	29.6	29.5	29.5	28.7	30.6	ND	99.1	2.35
3-甲基联苯	30	29.3	29.3	28.9	28.3	28.6	29.3	ND	96.3	1.35
4-甲基联苯	30	29.5	29.6	28.9	29.3	30.3	29.5	ND	99.0	2.09

添加回收实验结果表明，在 3.0 mg/kg、10 mg/kg、20 mg/kg 和 30 mg/kg 四个添加水平下，苯甲酸苄酯平均添加回收率分别为介于 93.6%~100.4%之间，RSD 介于 0.39%~4.12%之间；联苯平均添加回收率介于 91.7%~99.6%之间，RSD 介于 0.54%~5.01%之间；2-甲基联苯平均添加回收率介于 97.5%~102.6%之间，RSD 介于 1.38%~5.67%之间；3-甲基联苯平均添加回收率介于 95.1%~97.5%之间，RSD 介于 1.14%~7.55%之间；4-甲基联苯平均添加回收率介于 96.7%~105.8%之间，RSD 介于 1.78%~5.61%之间。

2.13.2.7 实际样品测定结果

2024 年 4 月采用建好的液相色谱法对 2023 年收集的苯甲酸样品进行测定时，发现由于联苯类物质具有的挥发性，其含量已不能反映产品出厂时水平，所以由生产企业采用液相色谱法对其近期生产的 10 批次饲料级苯甲酸样品中联苯类物质含量、以及 3 批次工业级苯甲酸样品中联苯类物质含量进行了测定，结果见表 27，从实际样品的检测结果来看，工业级和饲料级苯甲酸样品中的联苯类物质中以苯甲酸苄酯、3-甲基苯甲酸和 4-甲基苯甲酸为主要存在形式。饲料级苯甲酸中联苯的含量介于 15.2 mg/kg-33.5mg/kg，均低于 100 mg/kg 的限定值，部分产品未检出联苯类物质。而工业级苯甲酸样品中联苯含量介于 570 mg/kg~1048 mg/kg 之间，远远高于饲料级苯甲酸中联苯的含量。

表 27 苯甲酸中联苯类物质检测结果

样品编号	批号	等级	苯甲酸苄酯 (mg/kg)	联苯 (mg/kg)	2-甲基联苯 (mg/kg)	3-甲基联苯 (mg/kg)	4-甲基联苯 (mg/kg)	总量 (mg/kg)
1	N202407010 25Kg	饲料级	13.1	0.9	1.2	4.7	3.6	23.5
2	W202407014 25Kg	饲料级	12.3	1.2	1.4	5.6	3.9	24.2
3	N202407011 25Kg	饲料级	6.3	2.1	3.2	6.9	4.1	22.5
4	W202407010 500Kg	饲料级	7.6	0.6	0.9	3.7	2.5	15.2
5	W202407013 25Kg	饲料级	8.5	0.7	0.9	3.7	2.7	16.3
6	W202407009 500Kg	饲料级	9.0	1.0	1.5	4.7	3.3	19.5
7	W202407002 1000Kg	饲料级	7.0	1.0	1.3	3.7	2.8	15.7
8	W202407001 AHPH	饲料级	15.4	1.4	1.9	9.3	5.7	33.5
9	N202407012 25Kg	饲料级	11.6	0.8	1.0	6.1	3.9	23.2
10	W202407001 650Kg	饲料级	11.8	0.9	1.1	6.1	3.9	23.7
11	N202405023 500Kg	工业级	767	/	2.75	164	114	1048
12	N202405024 500Kg	工业级	654	/	3.15	149	108	914
13	N202405025 500Kg	工业级	353	2.2	5.3	119	90.8	570

2.13.2.8 气相色谱和液相色谱方法比较

采用液相色谱方法和2007版农业行标中规定的气相色谱方法，对苯甲酸样品中联苯类物质进行测定，结果见表28。

表 28 联苯类物质测定方法比较

样品 编号	批号	方法	苯甲酸苄酯 (mg/kg)	联苯 (mg/kg)	2-甲基联苯 (mg/kg)	3-甲基联苯 (mg/kg)	4-甲基联苯 (mg/kg)	总量 (mg/kg)
1	N202407010 25Kg	GC 法	15.5	2.2	1.6	6.8	4.1	30.2
		HPLC 法	13.1	0.9	1.2	4.7	3.6	23.5
2	W202407014 25Kg	GC 法	12.5	1.7	1.3	5.7	2.7	23.9
		HPLC 法	12.3	1.2	1.4	5.6	3.9	24.2
3	N202407011 25Kg	GC 法	4.6	2.8	3.9	7.7	3.7	22.7
		HPLC 法	6.3	2.1	3.2	6.9	4.1	22.5
4	W202407010 500Kg	GC 法	7.3	1.3	1.4	5.3	2.8	18.1
		HPLC 法	7.6	0.6	0.9	3.7	2.5	15.2
5	W202407013 25Kg	GC 法	8.1	1.5	1.2	3.8	2.3	16.9
		HPLC 法	8.5	0.7	0.9	3.7	2.7	16.3
6	W202407009 500Kg	GC 法	7.7	1.5	1.3	4.4	2.3	17.2
		HPLC 法	9.0	1.0	1.5	4.7	3.3	19.5
7	W202407002 1000Kg	GC 法	6.9	0.7	1.1	3.9	2.7	15.3
		HPLC 法	7.0	1.0	1.3	3.7	2.8	15.7
8	W202407001 AHPH	GC 法	21.3	2.1	3.2	10.5	5.9	43.0
		HPLC 法	15.4	1.4	1.9	9.3	5.7	33.5
9	N202407012 25Kg	GC 法	15.2	2.2	1.6	6.8	4.3	30.1
		HPLC 法	11.6	0.8	1.0	6.1	3.9	23.2
10	W202407001 650Kg	GC 法	16.5	1.5	1.7	7.0	3.5	30.2
		HPLC 法	11.8	0.9	1.1	6.1	3.9	23.7

从表28的结果可以看出，HPLC方法与GC方法所得结果基本一致，有的样品GC方法的结果高于HPLC方法的原因是由于联苯类物质在GC上的响应受到基线波动的影响，峰面积虚高造成联苯类物质结果偏高。以上结果表明，HPLC方法优于GC方法。

2.14 生产企业对苯甲酸产品测定数据

采纳预审会专家建议，预审会后补充了武汉有机实业有限公司9月份生产的20个批次产品的出厂检验数据，见表29。

表29 20个批次苯甲酸产品的检验数据

批号	外观	熔点/℃	易氧化物	氯化物 (以Cl 计) /%	水分/%	含量/%	重金属 /%	砷 mg/kg	邻苯二 甲酸 mg/kg	联苯类 mg/kg
	白色结晶体	121-123	通过试验	≤0.014	≤0.5	≥99.5	≤0.001	≤2	≤100	≤100
W202409011	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	5	14
W202409012	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	12	24
W202409013	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	6	20
W202409014	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	7	15
W202409015	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	7	26
W202409016	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	8	24
W202409017	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	10	29
W202409018	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	15	27
W202409019	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	6	18
W202409020	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	7	26
W202409021	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	7	39
W202409022	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	5	24
W202409023	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	4	19
W202409024	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	4	17
W202409025	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	6	34
W202409026	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	5	21
W202409027	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	6	17
W202409028	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	4	20
W202409029	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	5	27
W202409030	白色结晶体	123	通过试验	<0.014	0.01	100.0	<0.001	<2	3	16

3 检验规则

3.1 组批

2007 版农业行标规定以 1000kg 为一检验批。本次国标制订，对各厂家的组批进行调研，见表 28。按表 30 中情况规定组批不超过 200 t。

表 30 各企业组批

生产厂家	组批
武汉有机	组批为 200t/天。
东大化工	以 24 小时生产产品为一批，组批为 200 吨。
湖南弘润	以产品罐一罐的量为一批；以一天生产的量（100 吨）为一组批。

3.2 出厂检验

2007 版农业行标中出厂检验包括苯甲酸含量、熔点、重金属、砷、水分。从苯甲酸产品生产工艺可以看出，重金属和砷含量含量都很低；工艺稳定情况下每批含量变化不大，所以本次国标制订出厂检验种不再保留此两项指标。在苯甲酸合成过程中会产生邻苯二甲酸和联苯类物质两类副产物，每批随生产条件细微变化，其含量也会变化，且此两项指标是区别饲料级苯甲酸和工业级苯甲酸的关键指标，对于饲料添加剂苯甲酸每批产品的质量起到关键作用，所以本次国标制订标准将其列入出厂检验，从而有效控制苯甲酸产品质量，为防止工业级苯甲酸产品混入饲料行业发挥重要作用。此外，补充外观与性状作为出厂检验指标。

4 标签、包装、运输、贮存、保质期

4.1 标签

按照 GB/T 20001.10-2014《标准编写规则 第 10 部分：产品标准》的规定，规定标签按照 GB 10648 规定执行。

4.2 包装

包装材料要求“应清洁、卫生，并能防污染、防泄漏”。预审会后删除“可采

用复合纸袋或复合塑料袋”。

4.3 运输

规定“在运输过程中应防潮、防止包装破损，搬运装卸，小心轻放，严禁与有毒有害物质混运”。

4.4 贮存

规定“本品应贮存于避光、干燥处，密闭保存”。

4.5 保质期

制标阶段采纳NY/T 1447-2007中产品保质期，为24个月。武汉有机实业有限公司提供了2个批次苯甲酸产品的24个月稳定性考察数据，见表31。预审会后将保质期规定修改为“产品保质期与标签中注明的保质期一致”。

表 31 产品稳定性考察

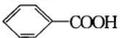
苯甲酸	批号：W202012003						
检测项目	0月	3月	6月	9月	12月	18月	24月
	2020.12.02	2021.03.02	2021.06.02	2021.09.02	2021.12.02	2022.06.02	2022.12.02
含量/%	100.0	99.9	99.9	100.0	99.9	100.0	100.0
水分/%	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1	0.1
熔点/℃	123	123	123	123	123	123	123
易氧化物 试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验
重金属/%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
砷(As) /mg/kg	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2
氯化物(以Cl 计)/%	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014
邻苯二甲 酸/mg/kg	4	5	5	3	6	1	1
联苯类 /mg/kg	24	26	4	7	5	3	未检出
外观	白色结晶体	白色结晶体	白色结晶体	白色结晶体	白色结晶体	白色结晶体	白色结晶体
苯甲酸	批号：W202111001						
检测项目	0月	3月	6月	9月	12月	18月	24月
	2021.10.30	2022.01.30	2022.04.30	2022.07.30	2022.10.30	2023.04.30	2023.10.30

含量/%	100.0	100.0	100.0	99.9	99.9	99.9	99.9
水分/%	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0	0.0
熔点/°C	123	123	123	123	123	123	123
易氧化物 试验	通过试验						
重金属/%	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001	<0.001
砷(As) /mg/kg	<2	<2	<2	<2	<2	<2	<2
氯化物(以Cl 计)/%	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014	<0.014
邻苯二甲 酸/mg/kg	6	8	7	7	7	8	6
联苯类 /mg/kg	32	8	11	2	3	未检出	未检出
外观	白色结晶体						

(三) 与农业行业标准技术内容的对比

国标稿与农业行业标准 NY/T 1447-2007《饲料添加剂 苯甲酸》的比较见表 32。

表 32 国标稿与 NY/T 1447-2007 的比较

NY/T 1447-2007		国标稿		比较
章节号和 章节标题	内容	章节号和 章节标题	内容	
1 范围	<p>本文件规定了饲料添加剂苯甲酸的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存和保质期。</p> <p>本文件适用于以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸。该产品主要用作饲料的防腐剂、防霉剂和酸化剂。</p> <p>分子式：$C_7H_6O_2$ 结构式： 相对分子质量：122.12(按 2001 年国际相对</p>	1 范围	<p>本文件规定了饲料添加剂苯甲酸的技术要求、取样、试验方法、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期。</p> <p>本文件适用于以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯制得的饲料添加剂苯甲酸。</p>	<p>1. 按照 GB/T 20001.10-2014 修改；</p> <p>1. 去掉对苯甲酸用途的表述。</p> <p>2. 分子式、结构式、相对分子质量，放入第 4 章</p> <p>3. 相对分子质量计算依据更新为 2022 年国际相对原子质量</p>
2 规范性引用文件	<p>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。...</p> <p>GB/T 601 ...</p> <p>GB/T 602 ...</p>		<p>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。...</p> <p>GB/T 601 ...</p>	<p>1. 按 GB/T 601-2016 的标准名称更新 GB/T 601 文件名</p> <p>2. 增加 GB/T 14699</p>

	GB/T 603 ... GB/T 606 ... GB/T 617 ... GB/T 6682 ... GB 10648 ...		GB/T 602 ... GB/T 603 ... GB/T 606 ... GB/T 617 ... GB/T 6682 ... GB 10648 ... GB/T 14699 ... 中国药典	3. 增加中国药典
/	/	3 定义和术语	本文件没有需要界定的术语和定义。	按照 GB/T 1.1-2020 补充
/	/	4 化学名称、分子式、相对分子质量和化学结构式	化学名称：苯甲酸 分子式：C ₇ H ₆ O ₂ 相对分子质量：122.12（按2022年国际相对原子质量） 化学结构：略	按照 GB/T 1.1-2020 规范
3 要求		5 技术要求		
3.1 外观和性状	白色结晶体，微有安息香或苯甲醛气味。	5.1 外观与性状	白色有丝光的鳞片或针状结晶或结晶性粉末，无臭或微臭。	同中国药典
3.2 技术指标	苯甲酸：≥99.5% 易氧化物：通过试验 砷（As）≤2mg/kg	5.3 技术指标	苯甲酸：99.5%~100.5% 易氧化物（还原高锰酸钾物质以0计）≤0.04% 易炭化物：通过试验 灼烧残渣 ≤0.05%	修改苯甲酸指标 增加易炭化物、灼烧残渣 征求意见后删除砷
/	/	6 取样	按 GB/T 14699 的规定执行。	按照 GB/T 20001.10-2014
4 试验方法		7 试验方法		
4.1 外观与性状	/	7.1 外观与性状	取适量试样置于干净白色背景下，在自然光下观察其性状、色泽和气味	补充实验要求
4.1 鉴别试验	苯甲酸根鉴别	7.2 鉴别实验	苯甲酸根鉴别 红外鉴别	补充红外鉴别
4.2 苯甲酸含量的测定	4.2.1 4.2.2 4.2.3 4.2.4	7.3 苯甲酸含量的测定	7.2.1 7.2.2 7.2.3 7.2.4	增加仪器设备； 试验步骤：将称取干燥试样改为折算水分方法计算含量

4.3 熔点的测定	按 GB/T 617 的规定执行。	7.4 熔点的测定	按 GB/T 617 的规定执行。 取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值不大于 0.2℃。	补充了取样，结果标示和精密度要求
4.4 易氧化物试验	4.4.1 4.4.2 4.4.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $C(1/5KMnO_4) = 0.02mol/L$ 。 4.4.3	7.5 易氧化物的测定	7.5.1 7.5.2 7.5.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液： $c(KMnO_4) = 0.02 mol/L$ 。 7.5.3 7.5.4	增加仪器设备；修改了高锰酸钾标准滴定溶液的表示
/	/	7.6 易炭化物的测定	7.6.1 7.6.2 7.6.3	按 GB 1886.183 食品添加剂苯甲酸
4.5 重金属（以 Pb 计）含量的测定	4.5.1 4.5.2 4.5.2.2 乙酸溶液 4.5.2.3 硫化钠溶液： $0.1g/mL$ ， $1g$ 硫化钠溶于 $10mL$ 水中，临用时配制。 4.5.3	7.12 重金属（以 Pb 计）含量的测定	7.12.1 7.12.2 乙酸盐缓冲溶液 7.12.2.3 硫代乙酰胺溶液：7.12.3 7.12.4	更改乙酸溶液和沉淀剂溶液
4.6 砷（As）含量的测定	4.6.1 4.6.2 4.6.3 4.6.4	/	/	征求意见后删除
4.7 氯化物（以 Cl 计）含量的测定	4.7.1 4.7.2 4.7.3	7.7 氯化物（以 Cl 计）含量的测定	7.7.1 7.7.2 7.7.3 7.7.4	增加仪器设备
4.8 水分	按照 GB/T 606 规定执行。	7.8 水分的测定	按照 GB/T 606 规定执行。	相同
/	/	7.9 灼烧残渣的测定	7.9.1 7.9.2 7.9.3 7.9.4 7.9.5	按 GB 1886.183 食品添加剂苯甲酸
4.9 邻苯二甲酸试验	4.9.1 4.9.2 4.9.2.3 1%乙酸溶液	7.10 邻苯二甲酸含量的测定	7.10.1 7.10.2 7.10.2.3 0.1%乙酸	1. 1%乙酸溶液改为 0.1%乙酸溶液 2. 增加邻苯二甲酸

	4.9.2.4 甲醇：1%乙酸混合溶液 4.6.3 4.9.4 4.9.4.1 ...1%乙酸溶液 4.9.4.2 流动性：甲醇：1 乙酸溶液		溶液 7.10.2.4 甲醇：0.1% 乙酸混合溶液 7.10.2.44℃ 保存，有效期3个月。 7.10.3 7.10.4 7.10.4.1 ...0.1%乙酸溶液 7.10.4.2 流动性：甲醇：0.1 乙酸溶液 7.10.5 7.10.6 精密度	标准储备溶液保存条件和有效期 3. 补充精密度要求
4.10 联苯类物质	4.10.1 4.10.2 4.10.3 4.10.4	7.11 联苯类物质含量的测定	7.11.1 7.11.2 7.11.3 7.11.4 7.11.5	气相色谱方法改为液相色谱方法
5 检验规则		8 检验规则		
5.1 检验分类	产品检验分为出厂检验和型式检验两类。	/	/	按 GB/T 20001.10-2014 规范
5.2 组批及抽样	以 1000kg 为一检验批，按每批袋数的 2%选取试样，小批的不得少于 3 袋。从选出的袋数中，用取样工具伸入每袋四分之三处，取出不少于 100g 的样品。将取出的样品迅速混匀，用四分法缩分，装于清洁、干燥、带磨口的广口瓶（容量不少于 250ml）中，蜡封或用封口膜封严。粘贴标签，注明生产厂名称、生产日期、品名、批号及取样日期，送交化验室及时分析。	8.1 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，但每一组批产品不得超过 200t。	增加组批要求
5.3 出厂检验	含量、熔点、重金属、砷、水分。	8.2 出厂检验	出厂检验项目为外观和性状、苯甲酸含量、水分、邻苯二甲酸、联苯类物质。	增加外观与性状、邻苯二甲酸、联苯类物质；去掉重金属、砷、熔点 2. 合格判定放入

				“判定规则”
5.4 型式检验	5.4.1 5.4.2	8.3 型式检验	型式检验项目为本标准第5章规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行1次型式检验。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：.....	1. 按 GB/T 20001.10-2014 规范 2. 合格判定放入“判定规则”
5.3.3 、 5.4.3	合格判定... 合格判定...	8.4 判定规则	8.4.1 8.4.2 8.4.3 8.4.4	按 GB/T 20001.10-2014 规范
6 标志、包装、运输、贮存、保质期	6.1 6.2 ... 铝箔袋..., 外包装为硬纸板箱。... 6.3 6.4 ... 避光、阴凉、干燥处... 6.5	9 标签、包装、运输、贮存和保质期	9.1 按GB 10648规定执行。 9.2 包装材料应清洁、卫生,并能防污染、防泄漏。 9.3 在运输过程中应防潮、防止包装破损,搬运装卸,小心轻放,严禁与有毒有害物质混运。 9.4 本品应贮存于避光、干燥处,密闭保存。 9.5 未开启包装的产品,在规定的包装、运输、贮存条件下,原包装自生产之日起的保质期为24个月。	1. 按 GB/T 20001.10-2014 规范 2. 标志改为标签 3. 给出了包装材料的基本要求,删除了具体材质规定。 4. 贮存去掉了“阴凉”

三、与有关法律、行政法规和其他强制性标准的关系，配套推荐性标准的制定情况

本标准所涉及的引用标准均为本行业现行有效的饲料添加剂国家标准及行业标准，强制性标准有GB 10648《饲料标签》，其余均为推荐性标准。本标准与其它现行法律、法规、规章保持一致。

四、与国际标准化组织、其他国家或者地区有关法律法规和标准的比对分析

国标制订稿，主要参考了日本添加剂公定书和我国食品添加剂国家标准，主要变化包括：

（一）与日本添加剂公定书的主要变化

增加了红外光谱鉴别、易炭化物、灼烧残渣和联苯类物质，删除了砷指标、干燥减量改为水分、修改邻苯二甲酸指标和测定方法。

（二）与我国食品添加剂国家标准的主要变化

增加了红外光谱鉴别和联苯类物质，修改了易炭化物的标准比色液，干燥减量改为水分，修改了邻苯二甲酸和联苯类物质测定方法。

五、重大分歧意见的处理过程、处理意见及其依据

在标准的修订中没有产生重大分歧意见。

六、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织实施、技术措施、过渡办法、实施日期等）

建议按照强制性国家标准管理办法设置自发布日期至实施日期的过渡期，并

在过渡期期间，对已生产产品库存销售和已经印刷的包装材料消耗；产品标签重新根据标准进行修改设计印刷，并与供应商沟通确认；与下游客户沟通修改质量规格协议，修订相关的合同内容；根据企业情况评估是否需要购进或改进技术装备、检测手段等，以配合产品的质量达标或相关检测。整个改造过程完成，需要6个月左右时间。

七、与实施强制性国家标准有关的政策措施

根据《强制性国家标准管理办法》第九条，县级以上人民政府标准化行政主管部门和有关行政主管部门依据法定职责，对强制性国家标准的实施进行监督检查。根据《饲料和饲料添加剂管理条例》第三条规定，国务院农业行政主管部门负责全国饲料、饲料添加剂的监督管理工作。县级以上地方人民政府负责饲料、饲料添加剂管理的部门（以下简称饲料管理部门），负责本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作。第四条，县级以上地方人民政府统一领导本行政区域饲料、饲料添加剂的监督管理工作，建立健全监督管理机制，保障监督管理工作的开展。

违反该强制性国家标准的行为，依据第609号国务院令《饲料和饲料添加剂管理条例》、农业农村部公告第2625号《饲料添加剂安全使用规范》、主席令2000年第33号《中华人民共和国产品质量法》和主席令第11号《中华人民共和国标准化法》等相关法律法规相关条款进行处理。

八、是否需要对外通报的建议及理由

无。本产品目前无进口及出口情况，故无需通报。

九、废止现行有关标准的建议

无。

十、涉及专利的有关说明

经检索，本标准不涉及专利。

十一、强制性国家标准所涉及的产品、过程或者服务目录

本文件给出了苯甲酸的化学名称、分子式、相对分子质量和化学结构式，规定了饲料添加剂苯甲酸的技术要求、取样、检验规则及标签、包装、运输、贮存和保质期，描述了试验方法。

本文件适用于以石油甲苯为原料，经催化氧化、精制提纯直接制得的饲料添加剂苯甲酸，或以石油甲苯经催化氧化制得的工业级苯甲酸为原料，经进一步精制制得的饲料添加剂苯甲酸。

十二、其他应当予以说明的事项

为控制饲料添加剂强制性国家标准数量，规范标准名称，2019年，全国饲料工业标准化技术委员会以《关于报送饲料添加剂产品强制性标准分类原则和编号方法建议的函》（全饲标【2019】16号）文件的形式向市场监管总局标准技术管理司建议饲料添加剂强制性标准按GB 7300饲料添加剂产品系列标准进行编号。截止2023年年底，我国已经发布GB 7300系列强制性国家标准25项，本标准名称是参照此文件对标准名称进行了编辑性修改，确定标准名称为：饲料添加剂 第8部分：防腐剂、防霉剂和酸度调节剂 苯甲酸。

参考文献

1. 美国药典，2023 版第 46 版
2. 欧洲药典，2023 年第 11 版
3. 英国药典，2023 年
4. 中国药典，2020 年
5. 日本药局方，2021 年
6. 美国食品化学法典（FCC），2022 年第 13 版
7. 日本添加物公定书，2018 年，第 9 版
8. 食品安全国家标准 食品添加剂 苯甲酸（GB 1886.183-2016）
9. 帝斯曼企标（2019）
10. Opinion of the Scientific Panel on Additives and Products or Substances used in Animal Feed on the safety and efficacy of the product VevoVital[®] as a feed additive for weaned piglets in accordance with Regulation (EC) No 1831/2003. The EFSA Journal, 2005, 290: 1-13
11. Vasileios Bampidis, Giovanna Azimont, Maria de Lourdes Bastos. Safety and efficacy of VevoVital[®](benzoic acid) as feed additive for pigs for fattening. The EFSA Journal, 2019, 17(6): 5727
12. 王晓君, 刘吉平. 苯甲酸的合成工艺. 化工进展, 2011, 30: 603-605