

《饲料添加剂 碳酸氢钠》 编制说明 (报批稿)

中国农业科学院饲料研究所
中海油天津化工研究设计院有限公司

《饲料添加剂 碳酸氢钠》标准编制组

二〇一七年十二月

项目名称：《饲料添加剂 碳酸氢钠》

国家标准项目计划编号：20140213-Q-469

承担单位：中国农业科学院饲料研究所，中海油天津化工研究设计院

编制组主要成员：乔宇、丁灵、王琪、彭晴、石波、徐小轻、张宇微、
魏晨阳

一、标准制定背景及任务来源

（一）标准制定背景

目前，碳酸氢钠作为允许使用的饲料添加剂收载于农业部颁布的《饲料添加剂品种目录》中，饲料添加剂碳酸氢钠生产中使用的是行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》和国家标准 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》两个标准，迫切需要制定饲料添加剂-碳酸氢钠的国家标准，指导饲料添加剂碳酸氢钠生产企业控制产品质量、规范饲料级碳酸氢钠的使用。当前我国的饲料添加剂产品标准基本上是推荐性的，与其安全使用的强制性要求之间存在矛盾。由于饲料安全即食品安全的概念在世界范围内已成为共识。随着《饲料添加剂安全使用规范》和《饲料和饲料添加剂管理条例》颁布实施，将推荐性标准转为强制性标准迫在眉睫。我们承担的《饲料添加剂 碳酸氢钠》国家标准的制定工作，力求制定的标准即能够与先进方法融合，又符合我国国情，准确科学的评价产品质量，对动物食品的安全具有十分重要意义。

（二）任务来源

根据国家标准化管理委员会〔2014〕67号文《关于下达2014年第一批国家标准制修订计划的通知》的要求，2017年将完成《饲料添加剂 碳酸氢钠》强制性国家标准的制定工作，计划编号：20140213-Q-469。该标准由农业部提出并归口；由中国农业科学院饲料研究所、中海油天津化工研究设计院有限公司负责组织起草。

二、主要工作过程

（一）成立标准编制小组

2017年6月，中国农业科学院饲料研究所和中海油天津化工研究设计院接到《饲料添加剂 碳酸氢钠》国家标准制定项目任务后，对该标准的具体工作进行了认真研究，确立了总体工作方案和任务分工，并组建了标准编制组。

（二）查询国内外相关标准和文献资料

2017年6月~7月，本标准编制组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料，确立了建立标准的指导思想，制定了标准的技术路线，形成了开题报告，并制定了初步的实验方案。

（三）收集市场上销售的碳酸氢钠产品及生产企业和用户的意见

2017年8月，我们收集了生产企业的技术标准和样品。收到了内蒙古远兴能源股份有限公司、河南中源化学股份有限公司、桐柏博源新型化工有限公司、天津渤化永利化工有限公司、湖南海联三一小苏打有限公司、山东海化集团有限公司小苏打厂、青岛碱业发展有限公司平度

分公司等 15 家生产企业以及 4 家用户对制标的意见。这 15 家企业的生产工艺涵盖了天然碱法、纯碱法和碳铵法。其中采用天然碱法的企业有 9 家，占全国天然碱法生产企业总产量的比例为 100%；采用纯碱法的企业 4 家，占全国纯碱法生产企业总产量的比例为 68%；采用碳铵法的企业 2 家，占全国碳铵法生产企业总产量的比例为 100%。

（四）进行技术指标的验证试验，确立了产品的质量技术指标和相应的试验方法

2017年8月～9月，在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料的基础上，在参照国际和国外先进标准的基础上，结合目前企业的技术标准情况，初步确定了产品的质量技术指标和相应的试验方法，形成了标准草案。之后，工作组对标准草案进行了多次讨论研究，同时对标准中采用的试验方法进行了对比验证工作，积累了检验数据。经认真研究分析，完成了标准文本及编制说明的征求意见稿。

（五）征求专家意见，完成标准征求意见稿

2017年10月～11月，向有关专家和生产企业发送26份征求意见函，其中包括19位专家和7个碳酸氢钠的生产厂家。收到意见回复23份，其中有意见的22份，无意见的1份。共收集到意见105条，其中采纳84条，未采纳21条，具体见“《饲料添加剂 碳酸氢钠》征求意见汇总处理表”。根据有关专家和生产企业的意见，对标准内容进行了补充完善，在此基础上，编写完成了国家标准《饲料添加剂 碳酸氢钠》（征求意见稿）及编制说明（征求意见稿）。

（六）组织专家进行预审

2017年12月9日，全国饲料工业标准化技术委员会组织有关专家对国家标准《饲料添加剂 碳酸氢钠》（征求意见稿）进行了预审。与会专家一致同意国家标准《饲料添加剂 碳酸氢钠》（征求意见稿）按预审意见修改后形成送审稿，送全国饲料工业标准化技术委员会秘书处审核。

（七）组织专家进行终审

2017年12月28日，全国饲料工业标准化技术委员会组织专家对由中国农业科学院饲料研究所和中海油天津化工研究设计院有限公司负责起草的国家标准《饲料添加剂 碳酸氢钠》（送审稿）进行了认真的审查。经审查认为：该标准起草单位在参考国内外文献的基础上，结合国内实际情况制定，达到国际先进水平。与会专家一致同意标准起草单位按照终审意见修改形成报批稿，送全国饲料工业标准化技术委员会秘书处，经审核合格后，作为强制性标准报国家标准化管理委员会批准、发布。

三、标准编制原则

（一）编制原则

在编制过程中，起草单位查阅了国内国外有关文献资料，参考了其他行业部门制定的类似的标准方法，本着严格遵循科学依据，与国际水平接轨，并且准确、实用的原则，完成了检测方法标准的研究工作。

（二）制订本标准的依据

积极采用国内外先进国家标准，同时结合我国实际情况；依据有利于促进技术进步，提高产品质量；有利于合理利用资源，提高经济效益；符合用户要求，保护消费者利益，促进对外贸易的原则。

标准编制参考国内生产企业及用户要求、国内外相关标准，原行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》和国家标准 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》以及饲料添加剂碳酸氢钠产品质量数据及制标过程中的试验验证数据。

四、国内外相关标准情况

经查阅，与碳酸氢钠相关的国际标准和国外标准有：国际食品法典委员会(CAC)标准《碳酸氢钠(2002)》，俄罗斯国家标准 ГОСТ2156—1976(1992)《碳酸氢钠技术条件》，美国食品化学品药典(FCC)、《日本食品添加剂公定书》、中国药典(2015版)、我国颁布的行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》和国家标准 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》。表1和表2是饲料添加剂碳酸氢钠国内外质量标准中技术指标和相应试验方法的对比情况。

表 1 碳酸氢钠质量标准技术指标对照表

标准 项目								
	本标准	CAC 标准	美国 FCC	俄罗斯	日本食品添加剂 公定书	中国药典 (2015 版)	GB 1886.2—2015	HG/T 3972—2007
总碱量 (以 NaHCO_3 计), $\omega/\%$ \geq	99.0	99.0	99.0~100.5	99.0	99.0	99.0~100.5	99.0~100.5	99.0
干燥失重, $\omega/\%$ \leq	0.20	0.25	0.25	0.20	0.25	0.25	0.20	0.20
pH (10g/L 水溶液) \leq	8.6	8.0~8.6	——	——	——	8.6	8.5	8.6
砷 (As) / (mg/kg) \leq	1.0	——	——	通过试验	4.0	2.0	1.0	1.0
重金属(以 Pb 计) / (mg/kg) \leq	5.0	——	——	——	10.0	5.0	5.0	5.0
澄清度	——	——	——	——	通过试验	通过试验	通过试验	通过试验
镉 (Cd) / (mg/kg) \leq	2.0	——	——	——	——	——	——	2.0
铵盐	通过试验	通过试验	通过试验	——	通过试验	通过试验	通过试验	——
氯化物 (以 Cl^- 计) / % \leq	——	——	——	0.04	0.021	0.02	0.40	——
白度 \geq	——	——	——	——	——	——	85.0	——

表 2：国内外标准试验方法对照表

项目 \ 标准							
	本标准	CAC 标准	美国 FCC	俄罗斯	中国药典 (2015 版)	GB 1886.2—2015	HG/T 3972—2007
总碱量(以 NaHCO_3 计), $\omega/\%$ \geq	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定	酸碱滴定
干燥失重, $\omega/\%$ \leq	重量法	重量法	重量法	重量法	重量法	重量法	重量法
pH (10g/L 水溶液) \leq	1g 样溶于 100mL 水	1g 样溶于 100mL 水	——	——	0.2g 样溶于 20mL 水	1g 样溶于 100mL 水	1g 样溶于 100mL 水
砷 (As) / (mg/kg) \leq	银盐法	——	砷斑法	砷斑法	银盐法与砷斑法并列	银盐法与氢化物原子荧光法并列	银盐法与砷斑法并列
重金属(以 Pb 计) / % \leq	硫化氢目视比色法	原子吸收法	——	——	硫化钠目视比色法	硫化氢目视比色法	硫化钠目视比色法
澄清度	——	——	——	——	目视法	目视法	目视法
镉 (Cd) / (mg/kg) \leq	原子吸收分光光度法	——	——	——	——	——	原子吸收分光光度法
铵盐	1g 样溶于 10 mL 水, 在加热至沸过程中无氨味	1g 样溶于 10 mL 水, 在加热至沸过程中无氨味	1g 样溶于 10 mL 水, 在加热至沸过程中无氨味	——	1g 溶于 10ml 氢氧化钠溶液, 加热发生的蒸汽遇湿润的红色石蕊试纸不得变蓝色	1g 样溶于 10 mL 水, 在加热至沸过程中无氨味	——

氯化物（以 Cl ⁻ 计）/% ≤	——	——	——	汞量法	目视比浊法	汞量法与目视比浊法并列	——
白度 ≥	——	——	——	——	白度仪	——	——

五、 碳酸氢钠的生产及样品采集情况

（一）饲料添加剂碳酸氢钠的产品功效

碳酸氢钠俗称小苏打，国内广泛用于食品工业和医药、兽药中，在国外则较多地用作畜禽饲料添加剂。据近几年国内外的研究，在畜禽饲料中添加适量的碳酸氢钠，可使采食量大大增加，对提高饲料利用率、能量转化率、促进家禽生长和增加产蛋量、提高蛋壳的质量、提高产乳量等均有显著效果。碳酸氢钠主要具备以下的性质：1、能中和胃酸，溶解粘液，降低消化液的粘度，并加强胃肠的收缩，起到健胃、抑酸和增进食欲的作用。2、能补充家禽因热喘息（呼出 CO₂ 过多）造成血液中碳酸盐的减少，从而改善机体的钙代谢。3、能提高磷在畜禽体内的移动性，可使畜禽血液磷的浓度维持在最适水平。

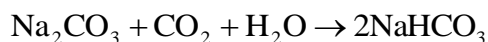
（二）碳酸氢钠的生产工艺

碳酸氢钠产品为白色结晶粉末，相对密度 2.159。无臭。可溶于水，微溶于乙醇。其水溶液因水解而呈微碱性。受热易分解放出二氧化碳，100℃时变成倍半碳酸钠（Na₂CO₃ NaHCO₃ 2H₂O）在（270~300）℃下加热 2 小时，完全失去二氧化碳而成碳酸钠。干燥空气中无变化，在潮湿空气中缓慢分解。

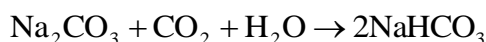
目前国内小苏打生产厂家共 22 家，年生产能力 220 万吨，实际年产量近三年来均为 145 万吨左右。生产工艺分为天然碱法、纯碱法和碳铵法，用天然碱法生产小苏打年产量 85 万吨，用纯碱法生产小苏打的产量为 45 万吨，碳铵法生产小苏打的年产量 15 万吨。

方法一：天然碱法，以天然碱为原料，碱液配制时，需严格控制化碱温度、浓度及母液循环次数，母液中总盐量应大于 240g/L。

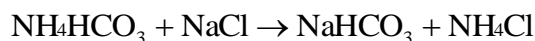
化碱后碱浓度碳酸钠>150 g/L、氯化钠<50 g/L、硫酸钠<90 g/L，所得碱液经过滤除渣，然后与二氧化碳碳化生成碳酸氢钠结晶，经洗涤脱水，洗液可返回化碱或排放，结晶经干燥，制得碳酸氢钠成品。其反应式如下：



方法二：纯碱法又称合成法，纯碱碳化法。将纯碱溶解，过滤除去杂质后，浓度保持在（23～24）℃。石灰窑发生的二氧化碳浓度保持在（20～25）%，经洗涤净化处理，与热碱液进行碳化，塔压保持在（0.2～0.25）MPa，待物料浓度达 13℃时，反应終了。经冷却、结晶、过滤得小苏打结晶，再经气流干燥即得碳酸氢钠成品。其反应式如下：



方法三：碳铵法：卤水（NaCl 溶液）与农用碳酸氢铵进行复分解反应，利用碳酸氢钠的溶解度较小直接从溶液中析出，离心分离出湿重碱（含水的碳酸氢钠），经水洗、离心分离、气流干燥、流化冷却包装后出厂，生产过程中出现副产品氯化铵。



各个小苏打生产厂家的产品除北京凌云建材少部分生产医药级小苏打外，其它均为食用级小苏打。由于生产食用级小苏打和饲料级小苏打的生产成本没有差异，所以也没有单独生产饲料级小苏打的厂家。下游客户一般直接将食用级小苏打作为饲料级小苏打使用，在部分地区监管部门要求必须使用饲料级产品时，饲料和养殖客户通常要求小苏打生产厂家更换包装和名称，将食品级小苏打包装成饲料级小苏打。

国内合成法小苏打生产装置基本都是与纯碱装置配套建设的，近两年来，因受环保影响，纯碱限产、减产，纯碱法生产小苏打产量受到较大影响。目前仅河南中源化学天然碱小苏打总产量将占全国同行业的 50%以上，中源化学 2018 年 40 万吨精品小苏打项目投产后，中源化学总体小苏打产能将达到 110 万吨，届时产能产量将达到全球第一，约占全球总产能的 20%左右，全国产量占比将达到 60%以上。

目前饲料添加剂碳酸氢钠的生产企业使用行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》和国家标准 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》两个标准进行产品质量控制。迫切需要制定饲料添加剂-碳酸氢钠的国家标准，指导饲料添加剂碳酸氢钠生产企业控制产品质量、规范饲料级碳酸氢钠的使用。

（三）样品采集情况

我们一共收集到 4 家饲料添加剂碳酸氢钠样品，每个样品三个批次，具体生产厂家包括：桐柏博源新型化工有限公司、桐柏海晶碱业有限责任公司、锡林郭勒苏尼特碱业有限公司、湖

南海联三一小苏打有限公司。

表 3 样品采集情况

样品来源	企业编号	样品编号
桐柏博源新型化工有限公司	企业 1	1
		2
桐柏海晶碱业有限责任公司	企业 2	3
		4
		5
锡林郭勒苏尼特碱业有限公司	企业 3	6
		7
		8
湖南海联三一小苏打有限公司	企业 4	9
		10
		11

六、主要技术内容的依据

本标准的主要技术内容（包括技术要求和试验方法）说明如下：

（一）标准编写格式的依据

按照 GB/T 1.1—2009《标准工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》、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》中给出的规则起草，以增强标准结构和编写的规范性。

（二）外观与性状

本标准的外观与性状要求包括了色泽和状态，要求为：本品为白色结晶或结晶性粉末。无臭。具体测定结果见表 4。

表 4 感官要求测定结果

样品编号	性状
1	白色结晶性粉末，无臭
2	白色结晶性粉末，无臭
3	白色结晶性粉末，无臭
4	白色结晶性粉末，无臭
5	白色结晶性粉末，无臭
6	白色结晶性粉末，无臭
7	白色结晶性粉末，无臭
8	白色结晶性粉末，无臭
9	白色结晶性粉末，无臭

10	白色结晶性粉末，无臭
11	白色结晶性粉末，无臭

（三）技术指标修改情况

与原行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》相比，本次制标删除了澄清度指标，增加了铵盐项目的检测，和原标准指标对比见表 5。

表 5 本次制标与原标准指标对比表

指 标 项 目		HG/T 3972-2007	本次制标
总碱量（以 NaHCO ₃ 计）/%	≥	99.0	99.0
干燥失重/%	≤	0.20	0.20
pH (10g/L 水溶液)	≤	8.6	8.6
砷(As)/(mg/kg)	≤	1.0	1.0
重金属(以 Pb 计)/(mg/kg)	≤	5.0	5.0
澄清度		通过试验	——
镉(Cd)/(mg/kg)	≤	2.0	2.0
铵盐		——	通过试验

具体指标变化情况如下：

1、原标准对于澄清度指标要求偏高，因饲料级产品一般干法制料，对澄清度一般无要求，并且饲料小苏打溶液澄清度主要取决于其中微量钙镁盐和泥沙的含量多少，根据用户要求，澄清度指标对使用没有影响，因此本次制标删减了“澄清度”指标项目。

2、增加铵盐检测项目

针对碳铵法生产工艺生产的碳酸氢钠，产品可能会混有碳酸氢铵和氯化铵两类铵盐。因此本次制标增加铵盐检测项目，实现对该项指标的质量控制。

3、在标准的征求意见阶段，采用天然碱法生产碳酸氢钠的企业建议将总碱量指标由“≥99.0%”修改为“≥98.0%”。因为天然碱生产工艺原料中含盐量较高，目前产品中总碱量偏低，含盐量高，盐中的钠元素为动物所需的重要无机物，并且氯化钠是调味剂兼有去除饲料中异味的优点，生产过程中氯化钠含量提高的同时总碱量含量会有所下降，根据用户反馈，总碱量的下降对用户使用无影响，可满足饲料添加要求。相关企业按用户要求生产的总碱量为 98% 含量的小苏打产品中氯化钠的测定值，具体见表 6。

表 6：企业 98% 含量的小苏打产品中氯化钠的测定值

桐柏博源新型化工有限公司		锡林郭勒苏尼特碱业有限公司		桐柏海晶碱业有限责任公司	
总碱%	NaCl 含量	总碱%	NaCl 含量	总碱%	NaCl 含量
98.77	1.17	98.5	1.47	98.77	1.23
98.81	1.15	98.3	1.77	98.94	1.08

98.98	1.00	98.2	1.78	98.88	1.10
98.61	1.33	98.2	1.78	98.93	1.04
98.37	1.57	98.2	1.77	98.94	1.03
98.39	1.56	98.2	1.76	98.75	1.21
98.43	1.51	98.2	1.76	98.92	1.06
98.79	1.17	98.3	1.65	98.94	1.04
98.76	1.18	98.2	1.77	98.88	1.01
98.54	1.38	98.3	1.67	98.79	1.19
98.60	1.35	98.3	1.65	98.75	1.23
97.61	2.31	98.3	1.67	98.90	1.08
97.72	2.34	98.2	1.78	98.99	1.04
98.45	1.49	97.8	2.15	98.81	1.19
98.12	1.83	98.2	1.76	98.77	1.21
98.59	1.35	98.2	1.76	98.83	1.15
98.77	1.18	98.2	1.78	98.70	1.27
98.70	1.25	98.3	1.64	98.78	1.20
98.81	1.16	98.2	1.75	98.94	1.03
98.92	1.03	98.2	1.76	98.96	1.04
98.86	1.08	98.2	1.79		
98.82	1.15	98.2	1.78		
98.70	1.16	98.2	1.74		
98.57	1.38	97.9	2.06		

《饲料添加剂 碳酸氢钠》标准范围还包括利用碳铵法生产的碳酸氢钠产品，如果将总碱量指标由“ $\geq 99.0\%$ ”降低为“ $\geq 98.0\%$ ”，产品会混有含量较高的铵盐，而不是对畜禽无害的氯化钠。为了更好地实现对饲料添加剂碳酸氢钠的产品质量控制，指导企业的生产，评审专家在标准的预审会上充分了解碳酸氢钠产品标准中总碱量指标的制定背景和广泛争取企业意见的前提下，建议将总碱量指标维持在“ $\geq 99.0\%$ ”。

（四）总碱量的测定

采用行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》方法，以溴甲酚绿-甲基红为指示剂，用盐酸标准滴定溶液滴定。此方法为目前企业普遍采用的方法。

表 7 不同批次碳酸氢钠产品总碱量检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
总碱量%	98.43	97.79	98.93	99.94	97.86	99.47	98.34	97.41	99.84	99.87	99.98
RSD(%)	0.06	0.08	0.35	0.03	0.02	0.02	0.02	0.02	0.02	0.09	0.15

（五）干燥失重的测定

干燥失重的测定采用重量法，将试样置于真空干燥箱中，在一定温度下放置，称量得出结果。

1) 真空条件的确定

国际食品法典委员会(CAC)标准《碳酸氢钠(2002)》干燥失重的测定采用硅胶干燥法。即

将试样置于硅胶干燥器中放置 4 h 后, 继续称量, 得出结果。俄罗斯国家标准 ГOCT2156—1992《碳酸氢钠技术条件》, 采用的是将样品置于硫酸干燥器中干燥至恒重, 得出结果。在 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》标准制定过程中, 有部分厂家提出采用硅胶干燥器准确性差, 南方企业在湿度大的天气经常出现负值, 建议采用真空干燥器(经立江等, 2009)。真空干燥器是玻璃材质, 能耐受的真空气度是 0.06 MPa 以下, 因此, 采用真空干燥箱对碳酸氢钠产品进行干燥失重测定时, 沿用真空干燥器的控制条件, 真空气度保持在 0.04 MPa。

为了验证真空气度对测定结果的影响, 我们比较了真空气度在 0.04 MPa 和 0.1 MPa 的条件下的干燥失重, 如表 8 所示。从表中结果可看出真空气度在 0.04MPa 和 0.1 MPa 条件下测定样品的干燥失重存在着差异, 在真空气度 0.1 MPa 时碳酸氢钠干燥失重远大于在 0.04MPa 测定的干燥失重, 可能在真空气度 0.1 MPa 时, 碳酸氢钠样品发生了分解反应。因此, 最终确定采用真空气度 0.04MPa 的条件对碳酸氢钠产品进行干燥失重的测定。

表 8 不同真空条件下样品的干燥失重

样品 真空气度	1 (%)	2 (%)	3 (%)	4 (%)	5 (%)	6 (%)	平均值 (%)	标准差 (%)
0.04MPa	0.034	0.034	0.026	0.04	0.036	0.028	0.033	0.005
0.1MPa	0.224	0.204	0.228	0.216	0.206	0.252	0.222	0.017

2) 温度的确定

Kuu 等报道, 在温度 25℃、湿度低于 76%和 40℃、湿度低于 48%两种条件下, 碳酸氢钠能够稳定(Kuu et al, 1998)。经力江等在温度 25±2℃条件下, 放置试样 6 h, 称量计算结果, 测定干燥失重出现 0 值(试验室的湿度不是最大情况下)。在 40±2℃条件下, 放置 4 h, 称量得出的测定结果稳定, 故采用 40±2℃方法测定干燥失重。

因此确定干燥失重的条件: 称取试样约 5.0 g (精确至 0.0002 g), 置于已在真空干燥箱中干燥至质量恒定的称量瓶中, 慢慢摇动称量瓶使试料厚度均匀, 放入真空干燥箱中, 用真空泵抽取真空 0.04 MPa, 并保持此真空气度, 在 40℃ ±2℃条件下放置 4 h, 取出称量。

3) 对收集到的碳酸氢钠产品进行检测, 结果如表 9 所示。

表 9 不同批次碳酸氢钠产品干燥失重检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
干燥失重%	0.12	0.13	0.16	0.17	0.08	0.08	0.08	0.07	0.08	0.03	0.04
RSD(%)	3.78	4.28	2.19	2.06	4.35	0.00	0.00	0.00	5.16	4.18	2.70

(六) pH 的测定

按照GB/T 9724的规定进行测定。这种方法为目前生产企业和用户采用的方法。

表 10 不同批次碳酸氢钠产品 pH 检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
pH	8.2	8.2	8.21	8.32	8.26	8.40	8.21	8.29	8.23	8.16	8.20
RSD (%)	0.43	0.57	0.09	0.19	0.13	0.11	0.14	0.10	0.35	0.19	0.20

（七）砷含量的测定

原行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》采用 GB/T 13079—1999《饲料中总砷的测定》的银盐法与 GB/T 5009.76—2003《食品添加剂中砷的测定》砷斑法并列，银盐法作为仲裁法。目前新版食品添加剂标准已修订为 GB/T 5009.76—2014，其中删除了砷斑法，因此本次修标只采用新版 GB/T 13079—2006《饲料中总砷的测定》中的银盐法。

表 11 不同批次碳酸氢钠产品砷含量检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
砷含量 mg/kg	0.31	0.40	0.46	0.46	0.45	0.50	0.50	0.50	0.02	0.02	0.02
RSD(%)	1.51	0.88	1.99	1.13	1.15	1.77	2.25	2.14	8.17	13.0	10.2

（八）重金属含量的测定

原行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》标准测定方法是在弱酸性（pH 3~4）条件下，试样中的重金属离子与硫化钠溶液作用，生成棕黑色，与同法处理的铅标准溶液比较。本次修标采用 GB/T 5009.74—2014 中方法。在弱酸性（pH 3~4）条件下，试样中的重金属离子与硫化氢作用，生成棕黑色，与同法处理的铅标准溶液比较。

表 12 不同批次碳酸氢钠产品重金属含量检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
重金属含量 mg/kg	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<3	<1	<1	<1

（九）镉含量的测定

原标准采用 GB13082—1991《饲料中镉的测定方法》原子吸收分光光度法。本次修标仍采用此方法。

表 13 不同批次碳酸氢钠产品镉含量检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
镉含量 mg/kg	0.40	0.30	0.41	0.42	0.43	0.41	0.42	0.43	0.79	0.70	0.84
RSD(%)	1.16	1.73	0.86	1.11	0.82	1.14	1.29	1.08	2.1	2.3	1.7

（十）铵盐的测定

目前，碳酸氢钠中铵盐测定主要有两种方法，一是中国药典中使用的试纸检测的方法，即称取试样约 1.0 g，加氢氧化钠溶液 10 mL，加热，发生的蒸汽遇湿润的红色石蕊试纸不得变蓝色。第二种方法是国家标准 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》中采用的闻味法检测，既称取约 1 g 试样，置于 50 mL 烧杯中，加 10 mL 水溶解。在加热至沸过程中无氨味。我们在实验室按照上述两种方法配制含不同浓度氯化铵的碳酸氢钠样品溶液，同时进行加热，红色石蕊变蓝和闻到氨气味道所用的时间及石蕊试纸显色如表 14 所示。

表 14 2 种铵盐检测方法的对比试验结果

	1	2	3	4	5	6
	99%碳酸氢钠 1%氯化铵	99%碳酸氢钠 0.5%氯化铵 0.5%氯化钠	99%碳酸氢钠 0.1%氯化铵 0.9%氯化钠	99%碳酸氢钠 0.05%氯化铵 0.95%氯化钠	99%碳酸氢钠 0.01%氯化铵 0.99%氯化钠	99%碳酸氢钠 0.002%氯化铵 0.998%氯化钠
试纸法	30 秒 变蓝	2 分 30 秒 变蓝	3 分 30 秒 变蓝	4 分 05 秒 变蓝	4 分 30 秒 变蓝	未变蓝
闻味法	55 秒 有明显气味	65 秒 有明显气味	1 分 30 秒 有明显气味	1 分 50 秒 有明显气味	未闻到明显 氨气味道	未闻到明显氨 气味道

分析表中数据可以得到以下结论：

- 1) 在铵盐含量为 1%时，试纸法所用时间少于闻味法。铵盐含量在 0.5%, 0.1%, 0.05%时，闻味法时间少于试纸法。因此，在氯化铵含量大于 0.1%时，闻味法和试纸法的差别在于所用时间不同，对检测结果无影响。
- 2) 氯化铵含量在 0.01%时，试纸法仍然能检测到颜色变化，而闻味法基本上检测不到氨气味道，试纸法较闻味法的灵敏度高。而氯化铵含量在 0.002%时，闻味法和试纸法均检测不到阳性结果。

最终确定铵盐项目检测采用闻味法，即称取约 1 g 试样，置于 50mL 烧杯中，加 10 mL 水溶解。在加热至沸过程中无氨味。理由如下：

（一）在查询到的国外、国内标准中对碳酸氢钠所含的铵盐检测用的都是闻味法，只有中国药典规定的是试纸法。中国药典规定的碳酸氢钠的用途是供注射、血液透析使用，并不适合对饲料添加剂碳酸氢钠的铵盐指标进行控制。因此本次制标参照 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》中规定的闻味法对本标准的铵盐指标进行质量控制。

（二）闻味法具有检测时间短，操作简单，检测结果稳定等优点。虽然灵敏度略低，但完全能满足铵盐检测的需求。

3) 对收集的碳酸氢钠产品进行铵盐检测，结果如下表 15 所示：

表 15 不同批次碳酸氢钠产品铵盐检测结果

样品号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
试纸法	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	通过试验	通过试验

其中 9, 10, 11 号样品用湖南裕华科技集团股份有限公司碳酸氢钠产品代替湖南海联三一小苏打有限公司产品。

（十一）饲料添加剂碳酸氢钠测定结果汇总及评价

饲料添加剂碳酸氢钠测定结果的汇总及评价，见表16。

表16 测定结果汇总及评价

样品来源	样品编号	总碱量（以 NaHCO ₃ 计） / %	干燥失重 / %	pH (10g/L 水溶液)	砷（As）	重金属(以 Pb 计)	镉（Cd）	铵盐
		≥98.0	≤0.2	≤8.6	≤1.0 mg/kg	≤5.0 mg/kg	≤2.0 mg/kg	通过试验
企业 1	1	98.43	0.12	8.2	0.31	<3	0.40	通过试验
	2	97.79	0.13	8.2	0.40	<3	0.30	通过试验
企业 2	3	98.93	0.16	8.21	0.46	<3	0.41	通过试验
	4	99.94	0.17	8.32	0.46	<3	0.42	通过试验
	5	97.86	0.08	8.26	0.45	<3	0.43	通过试验
企业 3	6	99.47	0.08	8.40	0.50	<3	0.41	通过试验
	7	98.34	0.08	8.21	0.50	<3	0.42	通过试验
	8	97.41	0.07	8.29	0.50	<3	0.43	通过试验
企业 4	9	99.84	0.08	8.23	0.02	<1	0.79	通过试验
	10	99.87	0.03	8.16	0.02	<1	0.70	通过试验
	11	99.98	0.04	8.20	0.02	<1	0.84	通过试验
指标与方法的评价		适宜	适宜	适宜	适宜	适宜	适宜	适宜

说明：企业 1 为桐柏博源新型化工有限公司，企业 2 为桐柏海晶碱业有限责任公司，企业 3 为锡林郭勒苏尼特碱业有限公司，企业 4 为湖南海联三一小苏打有限公司。在进行铵盐检测验证试验时，企业 4 为湖南裕华科技集团股份有限公司。

七、结论

饲料添加剂碳酸氢钠是在广泛调研参考国内外相关标准及征求生产企业、用户和业内专家

意见的基础上制定而成，该标准的技术指标值及相关测定方法科学、合理，具有良好的操作性，能有效控制饲料添加剂碳酸氢钠的质量。该产品国家标准的制定完成及随后颁布实施，不仅有利于行业内的技术交流和科技进步，而且有利于对该产品的市场监管，规范市场行为及公平贸易。

八、标准水平

标准编制工作组对相关的标准、技术资料进行分析、研究，参考了最新的碳酸氢钠的质量规格，根据我国碳酸氢钠产品生产经营的现状，同时结合国内产品的生产工艺、质量水平及检验水平的实际情况，提出控制饲料添加剂碳酸氢钠的通用要求及指标，制定的标准具有科学性、先进性及合理适用性，具有良好的操作性，能有效控制碳酸氢钠的质量。综合分析本标准可达到国内先进水平。

九、与有关现行法律、法规和强制性标准的关系

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，遵循政策性和协调统一性的原则。

十、作为强制性标准或推荐性标准的建议

本标准第1章、第4章和第6章为强制性的、其余为推荐性的。目前，碳酸氢钠作为允许使用的酸度调节类饲料添加剂被列在农业部颁布的《饲料添加剂品种目录（2013）》中，虽然目前有行业标准 HG/T 3972—2007《饲料级 碳酸氢钠》和国家标准 GB 1886.2—2015《食品安全国家标准 食品添加剂 碳酸氢钠》两个标准，但该产品未有饲料添加剂的国家标准，不利于对该产品的市场监管，规范市场行为及公平贸易。为此，需制定该产品的国家标准。与此同时，当前我国的饲料添加剂产品标准基本上是推荐性的，与其安全使用的强制性要求之间存在矛盾。由于饲料安全即食品安全的概念在世界范围内已成为共识。饲料添加剂是饲料的核心，饲料添加剂的质量安全直接影响饲料产品的质量安全。为此，通过制定《饲料添加剂碳酸氢钠》的国家标准，可科学界定该产品的强制性指标，确保该产品的安全性，对动物食品的安全具有十分重要意义。为此，该项标准应作为强制性标准。

十一、标准在编制过程中意见分歧情况

本标准在编制过程中没有重大意见分歧。征求意见稿形成后，将征求意见汇总在此。

参考文献:

- 1 经立江, 赵美敬, 刘幽若。中国碳酸氢钠标准研究现状分析, 化工科技市场, 2009, 32 (8) 15-19
- 2 Kuu W Y, Chilamkurti R, Chen C. Effect of relative humidity and temperature on moisture sorption and stability of sodium bicarbonate powder. International Journal of Pharmaceutics, 1998(166): 167-175
- 3 Lide, D.R. CRC Handbook of Chemistry and Physics 86TH Edition 2005-2006. CRC Press, Taylor & Francis, Boca Raton, FL 2005, p. 4-87

附表 1：企业一 近两年产品质量月报

批号	总碱量（以 NaHCO ₃ 计） /%	干燥失重/ %	pH （10g/L 水溶液）	砷（As）/ （mg/kg）	重金属（以 Pb 计）/（mg/kg）	镉（Cd） （质量分 数）/%	澄清度
2015.9	98.4	0.08	8.1	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2015.1	99.3	0.12	8.3	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2015.11	98.8	0.08	8.1	<1.0	<5.0	<0.0002	不合格
2015.12	99.1	0.11	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.1	98.5	0.12	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	不合格
2016.2	98.9	0.09	8.3	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.3	99.8	0.13	8.3	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.4	99.1	0.09	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	不合格
2016.5	98.6	0.11	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	不合格
2016.6	99.3	0.1	8.1	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.7	98.9	0.11	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.8	99.6	0.12	8.3	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.9	98.7	0.09	8.1	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.1	99.3	0.11	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2016.11	98.2	0.11	8.3	<1.0	<5.0	<0.0002	不合格
2016.12	99.2	0.09	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.1	99.1	0.09	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.2	98.9	0.11	8.3	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.3	98.8	0.12	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	不合格
2017.4	99.3	0.13	8.1	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.5	99.1	0.08	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.6	98.9	0.01	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.7	99	0.12	8.1	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.8	98.4	0.11	8.2	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验
2017.9	98.5	0.12	8.28	<1.0	<5.0	<0.0002	通过实验

附表 2：企业二 近两年产品质量月报

批号	总碱量（以 NaHCO ₃ 计）/ %		干燥失重/ %	pH （10g/L 水溶液）	砷（As） / （mg/kg）	重金属（以 Pb 计） / （mg/kg）	镉（Cd） （mg/kg）	澄清度
	最低	最高						
2015.9	99.20	99.48	0.12	8.2	<1.0	<4.0	0.6	通过试验
2015.10	98.80	99.55	0.12	8.2	<1.0	<4.0	0.9	浑浊
2015.11	99.05	99.43	0.13	8.1	<1.0	<4.0	1.0	通过试验
2015.12	98.50	99.36	0.12	8.2	<1.0	<4.0	0.8	通过试验
2016.1	96.35	98.57	0.14	8.2	<0.2	<4.0	1.3	浑浊
2016.2	99.02	99.30	0.15	8.2	<1.0	<4.0	0.7	通过试验
2016.3	98.56	99.40	0.16	8.2	<1.0	<4.0	0.9	浑浊
2016.4	98.47	99.68	0.16	8.3	<1.0	<4.0	0.8	通过试验
2016.5	98.40	99.54	0.12	8.2	<1.0	<4.0	0.7	通过试验
2016.6	99.30	99.60	0.13	8.2	<1.0	<4.0	0.9	通过试验
2016.7	97.28	99.24	0.14	8.2	<1.0	<3.0	0.8	浑浊
2016.8	97.2	99.38	0.11	8.2	<1.0	<3.0	1.8	浑浊
2016.9	95.02	99.12	0.14	8.2	<1.0	<3.0	1.3	浑浊
2016.10	95.33	99.05	0.13	8.2	<1.0	<3.0	1.0	浑浊
2016.11	95.80	98.60	0.10	8.2	<1.0	<3.0	1.0	浑浊
2016.12	95.77	98.84	0.11	8.2	<1.0	<3.0	0.9	浑浊
2017.1	95.50	99.84	0.12	8.2	<1.0	<3.0	0.6	浑浊
2017.2	98.79	99.90	0.15	8.3	<0.5	<3.0	未检出	浑浊
2017.3	98.29	99.43	0.14	8.3	<1.0	<3.0	0.7	通过试验
2017.4	98.7	99.4	0.13	8.2	<1.0	<3.0	0.9	浑浊
2017.5	98.1	99.2	0.12	8.2	<1.0	<4.0	0.8	浑浊
2017.6	97.7	99.2	0.12	8.2	<1.0	<4.0	1.0	浑浊
2017.7	97.03	99.20	0.11	8.2	<1.0	<4.0	0.9	浑浊
2017.8	98.17	99.3	0.11	8.2	<1.0	<4.0	1.0	浑浊
2017.9	95.02	99.2	0.11	8.2	<1.0	<4.0	1.0	浑浊

附表 3: 企业三质量月报

批号	总碱量	干燥失重	pH	砷(以 As 计) %	重金属 (以 Pb 计) %	性状	澄清度	镉质量分 数%
1	100.24	0.08	8.28	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
2	100.22	0.13	8.28	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00006
3	100.32	0.17	8.26	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00006
4	100.30	0.12	8.26	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
5	100.27	0.13	8.29	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00006
6	100.25	0.09	8.31	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
7	100.35	0.08	8.34	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
8	100.37	0.06	8.31	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
9	100.28	0.05	8.29	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
10	100.34	0.09	8.27	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
11	100.20	0.06	8.26	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
12	100.21	0.06	8.29	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
13	100.21	0.04	8.27	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
14	100.20	0.07	8.28	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
15	100.24	0.05	8.30	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
16	100.22	0.06	8.29	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007
17	100.16	0.06	8.24	<0.0001	<0.0005	合格	通过试验 (小于 2mL)	0.00007

附件 4: 企业四质量月报

批号	总碱量(以 NaHCO ₃ 计) / %		干燥失重/ %	pH (10g/L 水溶液)	砷 (As) / (mg/kg)	重金属 (以 Pb 计) / (mg/kg)	镉 (Cd) (mg/kg)	澄清度
	最低	最高						
2015.9	99.89	100.13	0.18	8.31	<1.0	<4.0	0.6	通过
2015.10	96.85	100	0.16	8.3	<1.0	<4.0	0.9	通过
2015.11	99.94	99.98	0.17	8.29	<1.0	<4.0	1.0	通过
2015.12	99.92	99.96	0.17	8.29	<1.0	<4.0	0.8	通过
2016.1	99.86	100.06	0.16	8.3	<0.2	<4.0	1.3	通过
2016.2	97.92	99.98	0.18	8.26	<1.0	<4.0	0.7	通过
2016.3	99.86	99.94	0.17	8.26	<1.0	<4.0	0.9	通过
2016.4	99.94	99.98	0.17	8.29	<1.0	<4.0	0.8	通过
2016.5	98.95	99.98	0.17	8.29	<1.0	<4.0	0.7	通过
2016.6	99.94	99.96	0.17	8.28	<1.0	<4.0	0.9	通过
2016.7	99.89	99.97	0.16	8.28	<1.0	<3.0	0.8	通过
2016.8	99.94	99.98	0.16	8.29	<1.0	<3.0	1.8	通过
2016.9	99.86	99.92	0.16	8.28	<1.0	<3.0	1.3	通过
2016.10	99.84	99.94	0.16	8.28	<1.0	<3.0	1.0	通过
2016.11	99.77	99.88	0.17	8.27	<1.0	<3.0	1.0	通过
2016.12	99.63	99.86	0.17	8.26	<1.0	<3.0	0.9	通过
2017.1	97.86	99.98	0.17	8.28	<1.0	<3.0	0.6	通过
2017.2	99.93	99.98	0.16	8.29	<0.5	<3.0	未检出	通过
2017.3	99.88	100.02	0.16	8.3	<1.0	<3.0	0.7	通过
2017.4	99.96	100.11	0.16	8.32	<1.0	<3.0	0.9	通过
2017.5	99.96	100.22	0.16	8.34	<1.0	<4.0	0.8	通过
2017.6	99.96	100.23	0.16	8.34	<1.0	<4.0	1.0	通过
2017.7	99.97	100.01	0.15	8.3	<1.0	<4.0	0.9	通过
2017.8	99.88	100.02	0.16	8.28	<1.0	<4.0	1.0	通过
2017.9	99.83	99.98	0.16	8.28	<1.0	<4.0	1.0	通过