

中华人民共和国农业行业标准

《饲料中抗生素滤渣的鉴别 显微红外
光谱法》

编制说明

(征求意见稿)

中国农业大学

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

料质量检验检测中心(北京)]

布鲁克(北京)科技有限公司

XXXXXX

2025年1月

目 录

一、工作简况	1
1.1 任务来源	1
1.2 制定背景	1
1.3 工作过程	3
二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据	5
2.1 标准编制原则	5
2.2 主要技术内容确定的依据	6
2.2.1 抗生素滤渣显微红外光谱获取	6
2.2.2 抗生素滤渣显微红外光谱库建立及鉴别阈值的确定	8
2.2.3 抗生素滤渣的鉴别	18
2.2.4 饲料中抗生素滤渣的鉴别	20
三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果	35
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况	35
五、采标情况	35
六、与有关法律、法规的关系	35
七、重大分歧意见的处理经过和依据	35
八、涉及专利的有关说明	35
九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议	35

一、工作简况

1.1 任务来源

应行业监管需要，制订行业标准《饲料中抗生素滤渣的鉴别 显微红外光谱法》，承担单位为中国农业大学，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）].....。

1.2 制定背景

1.2.1 抗生素滤渣的处理

抗生素滤渣是采用工业发酵法生产抗生素后剩余的多组分固体废弃物，其成分大致包括三部分：一是微生物菌丝体及未完全利用的培养基；二是提取抗生素时加入的絮凝剂、酸化剂、助滤剂等；三是未提取完全的抗生素及未知的发酵过程中间产物。以发酵生产土霉素为例，抗生素滤渣的产生过程为：（1）斜面培养基生长制备微生物孢子，培养基成分由麸皮、水、琼脂等组成；（2）种子培养，培养基成分由水、玉米浆、原辅料、氯化钠、黄豆饼粉、碳酸钙、糊精、淀粉等组成；（3）发酵，培养基成分由氯化钠、硫酸铵、磷酸二氢钾、淀粉、酵母粉、黄豆饼粉、碳酸钙、玉米浆等组成；（4）酸化，该过程需要加入黄血盐、硫酸锌、草酸等；（5）结晶过滤，将滤液分离后剩下的残渣即为土霉素滤渣。

抗生素滤渣营养成分丰富，粗蛋白含量高，很多抗生素滤渣粗蛋白含量高在 40 %以上，加之我国蛋白饲料资源短缺，在畜牧业发展初期，抗生素滤渣曾被作为饲料或饲料添加剂饲喂动物。但抗生素滤渣用作饲料的风险隐患逐渐显现：一是畜禽动物长期食用含有低剂量抗生素的饲料会破坏肠道内的有益微生物，降低动物消化吸收的能力，甚至会使动物的免疫力

下降，容易感染疾病；二是长期低剂量的抗生素环境还会使动物体内某些细菌逐渐产生耐药性，耐药性细菌的产生不仅会增加养殖厂家保障动物健康的生产成本，还会增加耐药性细菌通过食物链危害生态环境与人类健康的几率；三是抗生素滤渣种类繁多，成分复杂，含有大量次级代谢产物，这些中间产物的种类、含量是否具有致病性以及动物体内的吸收、转化、蓄积情况不明，安全性尚不明确，将其添加到饲料中，会给动物性食品乃至人类健康造成诸多的潜在风险。

2002年我国将抗生素滤渣确定为禁止在饲料和动物饮用水中使用的物质；同年，最高人民法院和人民检察院共同发布了《关于办理非法生产、销售、使用禁止在饲料和动物饮用水中使用药品等刑事案件具体应用法律若干问题的解释》（法释[2002]26号），进一步强化了禁止将抗生素滤渣应用到饲料中的管理规定；2008年我国又将抗生素滤渣按照化学药品原料药生产过程中的培养基废物列入了《国家危废名录》，按规定抗生素滤渣只能被焚烧处置和限制填埋。

1.2.2 制定行业标准的意义

我国是抗生素生产大国，抗生素的产量约占全球的20%~30%。抗生素的生产方法主要是工业发酵法，根据抗生素产量与对应滤渣产量的比例关系取均值后的换算比为12.8，即生产1吨抗生素，会产生12.8吨抗生素滤渣。2020年，我国抗生素的总产量已达23.14万吨，计算抗生素滤渣约300万吨。我国蛋白资源短缺，抗生素滤渣作为工业废弃物成本低廉，受利益驱使，将抗生素滤渣作为饲料的现象仍可能存在。为了保证饲料安全，促进饲料行业与畜牧业的健康发展，保障消费者能够获得健康安全放心的

动物性食品，因此，制订饲料中抗生素滤渣的鉴别方法标准具有重要意义。

1.2.3 抗生素滤渣检测方法进展

抗生素滤渣检测的相关研究较少，目前已有的报道多是将抗生素滤渣中残留的抗生素作为检测目标。抗生素常采用高效液相色谱、液相色谱-串联质谱、气相色谱-质谱、液相色谱-飞行时间质谱等方法检测。但饲料中有抗生素残留无法判断是否来自抗生素滤渣，饲料中抗生素滤渣的检测一直是个难题。

中红外光谱（Mid infrared spectroscopy, MIR），简称红外光谱（IR），其波数范围是 $4000\text{ cm}^{-1}\sim 400\text{ cm}^{-1}$ （波长范围是 $2500\text{ nm}\sim 25000\text{ nm}$ ），是由分子中基团原子间振动跃迁时吸收红外光产生的，发生振动能级跃迁所需要的能量是由化学键两端原子的折合质量和化学键的键力常数共同决定的。不同的有机化合物，其原子质量与化学键的键力常数各不相同，吸收频率也不尽相同，因此就会出现具有不同特征的红外光谱。

显微红外光谱是样品微区红外光谱，其由显微红外成像系统获取，该系统将红外光谱分析技术与显微镜技术相结合，利用显微镜将光聚焦到样品的微区，从而获得微区样品的红外光谱。抗生素滤渣掺入饲料是个物理混合过程，借助红外显微镜成像系统可以获得饲料颗粒样品的红外光谱，这些红外光谱是饲料各组成成分的指纹光谱，基于饲料颗粒的红外光谱借助化学计量学和机器学习等解析方法就可以从饲料中鉴别出抗生素滤渣成分。

1.3 工作过程

1.3.1 成立标准编制小组

2024年6月，中国农业大学工学院和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)]接到行业标准修订任务后，成立了标准编制小组，落实了人员分工，详见表1。

表1 标准主要起草人员和任务分工

人 员	职 称	任 务 分 工
杨增玲	教授	项目主持人，负责项目的全面工作
樊 霞	研究员	抗生素滤渣样品获取、标准文本和编制说明完善、方法意见、征求意见
韩鲁佳	教授	实施方案制定，征求意见
葛辰俊	研究生	检测方法研究、样品检测、数据收集分析
...		

1.3.2 标准修订技术路线和方案制定

2024年6月，标准编制小组查阅了抗生素滤渣检测方法国内外研究现状，同时调研国内抗生素滤渣生产状况，基于已有的研究基础形成标准制订内容和技术路线草案，草案经制定团队多轮讨论，最终确定了标准制订的主要内容、技术路线（见图1）、分工、完成时限等。

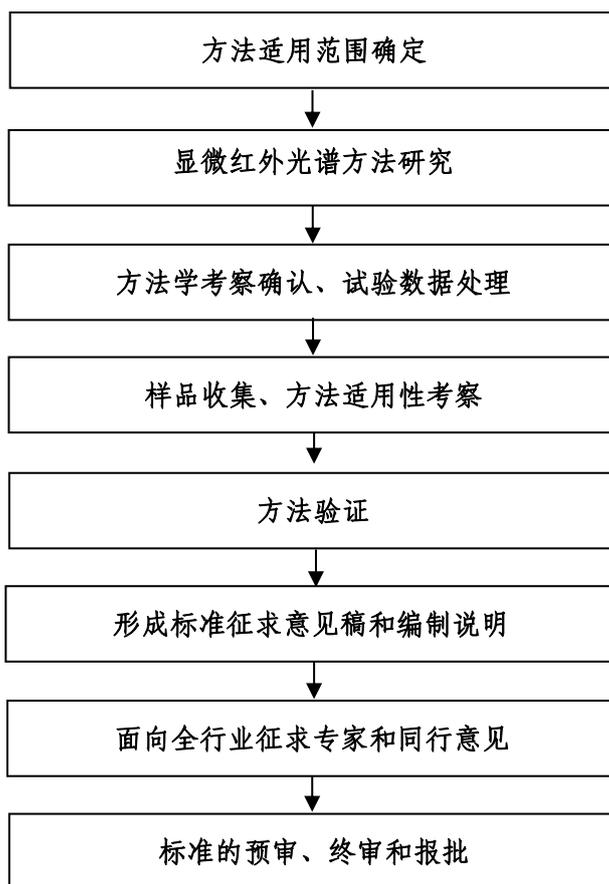


图 1 标准制订技术路线图

1.3.3 样品收集、方法学研究 and 实际样品检测

2024 年 6 月~2025 年 1 月,开展样品收集、方法学研究和实际样品检测。

1.3.4 编写编制说明和征求意见稿、定向征求意见和标准验证

2025 年 1 月,标准编制小组完成标准文本、编制说明定向征求意见稿编制工作。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

2.1 标准编制原则

本标准的结构、技术要素及表述方法是按照 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》以及 GB/T 20001.4 – 2015《标准编制规则第 4 部分:试验方法标准》的规定和要求进行编写。编制依据如下:

- (1) 遵循国家颁布的相关法律法规；
- (2) 有关国家或行业标准；
- (3) 国内外有关标准和参考文献；
- (4) 标准编制小组调研和实测的样品检测数据。

标准制订结合国内外检测技术发展趋势和我国饲料行业发展现状，力求做到技术上先进、经济上合理，确保标准方法的准确性、可靠性和通用性。

2.2 主要技术内容确定的依据

2.2.1 抗生素滤渣显微红外光谱获取

样品采集：收集来自河北、山东、河南、内蒙古、浙江、湖北、福建等多个省份共 22 家抗生素生产厂家的不同处理工艺和不同生产批次的抗生素滤渣样本 44 个，种类及数量见表 2，共 19 类抗生素滤渣。采集的样品均为湿滤渣，统一将湿滤渣放置在空气中自然晾晒风干，所有样品使用旋风磨（ZM100，德国 Restsh 公司）粉碎过 0.425 mm 筛。

试验压片的制备：为获得信噪比良好的显微红外光谱，需制备试样压片。制备压片时压片直径、所用试样质量、压力、压制时间的确定应保证获得表面平整且完整不易破损的压片，本实验采用的压片机（BHY-81A，AZZOTA Corporation，美国）的压片直径是 13 mm，为保证获得表面平整且完整的厚度约为 1 mm 的圆形压片，经过多次试验尝试，确定的制备压片用试样质量约为 200 mg，压力为 40 MPa，压片时间 2 min。制备好的试样压片（图 2）在进行显微红外光谱采集前，应检查表面平整度，避免出现凹陷、突起、裂痕等影响红外光谱采集的物理缺陷。在试样压片制备过程中，应保持压片模具的清洁，避免出现样品污染。试样压片在制备过程

中应避免触摸，避免污染样品。



图 2 试样压片

表 2 抗生素滤渣采集信息表

类别	抗生素滤渣名称	数量
氨基糖苷类	单硫酸卡那霉素滤渣	1
	硫酸新霉素滤渣	5
	硫酸安普霉素滤渣	2
	吉他霉素滤渣	1
	硫酸庆大霉素滤渣	1
	盐酸大观霉素滤渣	2
	硫酸链霉素滤渣	2
	酒石酸泰万菌素滤渣	4
大环内酯类	酒石酸泰乐菌素滤渣	4
	阿维菌素滤渣	3
	硫氰酸红霉素滤渣	1
	截短侧耳素类	
截短侧耳素类	截短侧耳素滤渣	1
	泰妙菌素滤渣	1
四环素类	盐酸金霉素滤渣	3
	土霉素滤渣	4
林可酰胺类	盐酸林可霉素滤渣	1
多肽类	硫酸粘菌素滤渣	4
β -内酰胺类	青霉素滤渣	3
其它类	黄霉素滤渣	1

显微红外光谱获取:本实验采用傅里叶变换显微红外成像系统采集试样的显微红外光谱，显微红外成像系统原理图如图 3 所示。按显微红外成像系统仪器厂商规定的操作指南或使用说明书，采集光谱前，添加液氮对检测器进行制冷，并预热 1h，然后进行设备自检，设备自检成功后采集显微红外图像。综合考虑鉴别的准确度和分析效率等，确定的扫描参数如下：

波数范围 $4\ 000 \sim 750\ \text{cm}^{-1}$ ，光谱分辨率为 $8\ \text{cm}^{-1}$ ，扫描次数为 16 次，干涉仪动镜移动速度为 $1\ \text{cm/s}$ ，空间分辨率为 $25\ \mu\text{m} \times 25\ \mu\text{m}$ 。每个试样压片选取 $4\ 000\ \mu\text{m} \times 4\ 000\ \mu\text{m}$ 的区域进行显微红外光谱成像分析，因此每个压片试样共获得 25 600 ($4000/25 \times 4000/25$) 条光谱。

显微红外光谱预处理：对显微红外图像进行降噪处理，具体做法是利用主成分分析 (PCA) 方法选取显微红外成像的前 20 个主成分对图像进行重构。采用二阶导数处理 (窗口宽度为 5) 提高光谱的分辨率，通过剔除 CO_2 在 $2\ 422\ \text{cm}^{-1} \sim 2\ 263\ \text{cm}^{-1}$ 波段的红外波段扣除 CO_2 信号对分析的干扰。

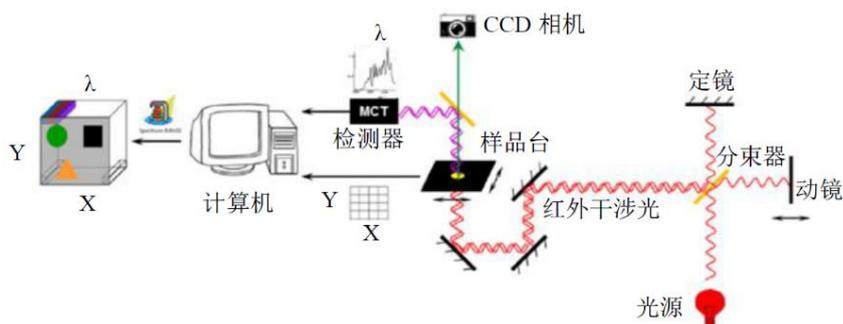


图 3 显微红外成像系统原理图

2.2.2 抗生素滤渣显微红外光谱库建立及鉴别阈值的确定

对每一个抗生素滤渣的显微红外图像，提取前 20 个主成分对图像进行重构，从而实现光谱的降噪处理，图像降噪后提取各个抗生素滤渣显微红外图像各个像素点的红外光谱，每个样品获得 25 600 条显微红外光谱，基于光谱间的欧氏距离从每个抗生素滤渣样品 25 600 条显微红外光谱中选取代表性光谱用于构建抗生素滤渣的显微红外光谱库及确定鉴别阈值的光谱集。具体做法如下：第一步，计算每个光谱与其余光谱之间的欧氏距离，根据欧式距离内距的 6 倍作为判断依据剔除异常的显微红外光谱；第二步，剔除异常光谱后的光谱计算两两光谱之间的欧氏距离，找到距离最远的两

条光谱将它们分配到抗生素滤渣显微红外光谱库中；第三步，在剩余光谱中找到与抗生素滤渣显微红外光谱库中光谱距离最远的光谱分配到确定鉴别阈值的光谱集中；第四步，在剩余光谱中找到与抗生素滤渣显微红外光谱库中光谱距离最远的光谱添加到抗生素滤渣显微红外光谱库中；第五步，重复第三、四步骤，交替将光谱分配到抗生素滤渣显微红外光谱库和确定鉴别阈值的光谱集中，直到抗生素滤渣显微红外光谱库达到指定数量。抗生素滤渣显微红外光谱库中代表性光谱的数量可由用户根据鉴别准确度和鉴别效率确定，也可设置一个较小的欧式距离（根据数据集特性调整）作为光谱数量选择的依据。为了保证鉴别准确度，选用了 4 000 条代表性显微红外光谱用于构建抗生素滤渣显微红外光谱库，4 000 条代表性显微红外光谱作为确定鉴别阈值的光谱集。构建的抗生素滤渣显微红外光谱库中不同抗生素滤渣平均显微红外光谱如图 4 所示，为了直观观察光谱的差异，对光谱进行了基线校正和最大最小值归一化处理。从图 4 中可以看出抗生素滤渣显微红外光谱吸收峰较多，信息丰富，尤其在 $2\ 000\ \text{cm}^{-1}$ - $400\ \text{cm}^{-1}$ 波数范围内。各类抗生素滤渣的显微红外光谱存在较大差异，但也有些抗生素滤渣的显微红外光谱比较接近，比如卡那霉素、新霉素、安普霉素和庆大霉素的显微红外光谱很相似。

此外，比较了不同来源的同一类抗生素滤渣的显微红外光谱，从图 5-15 可以看出即使是同一种类抗生素滤渣，因加工工艺和处理技术的不同其显微红外光谱也存在不同程度的差异，比如：不同来源的安普霉素和土霉素滤渣的显微红外光谱非常相似，但不同来源的阿维菌素、大观霉素、金霉素、链霉素、硫酸粘菌素、泰乐菌素、泰万菌素、新霉素和青霉素滤渣的

显微红外光谱存在一定差异，有的差异还非常大。

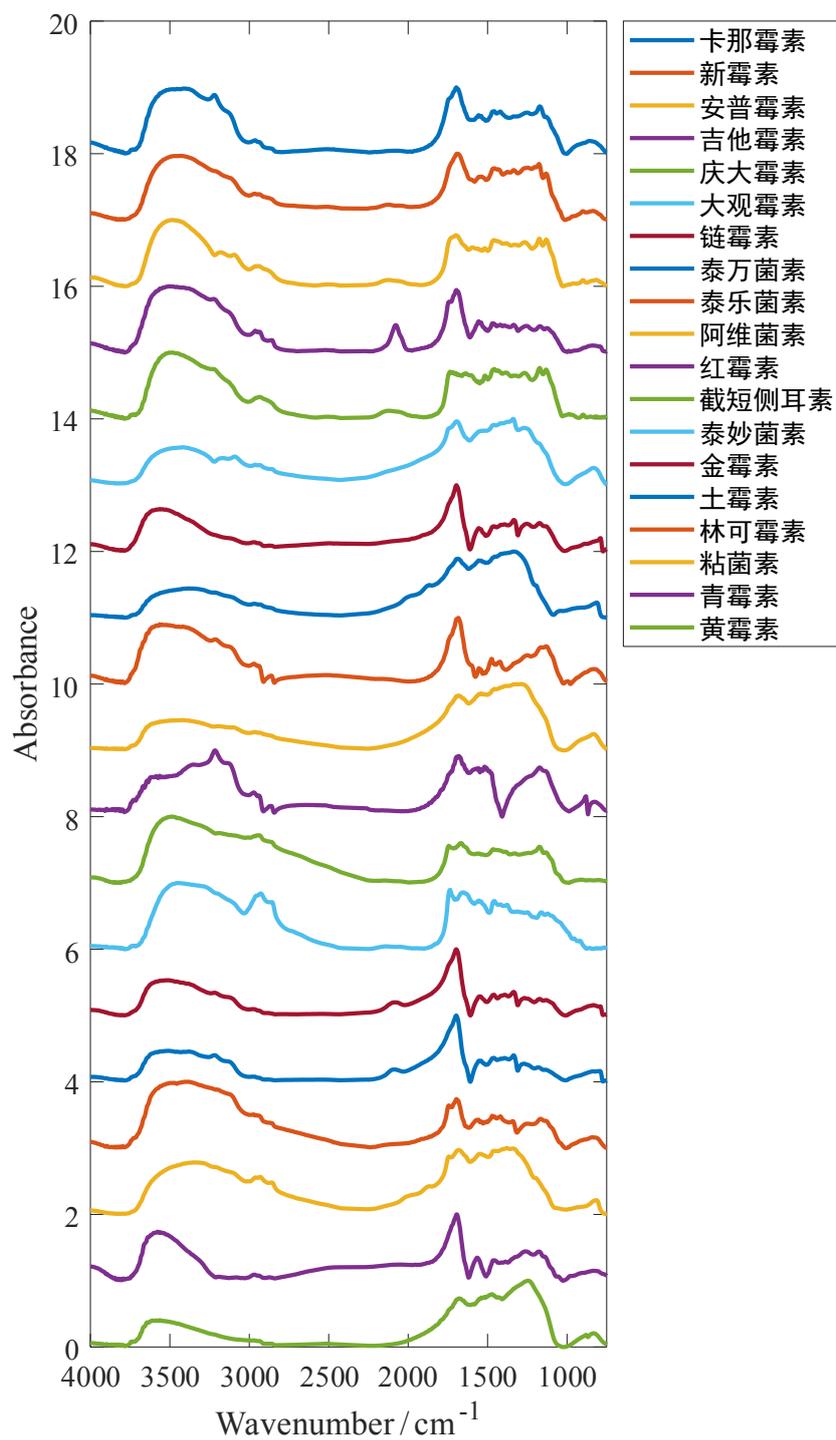


图4 各类抗生素滤渣的平均显微红外光谱

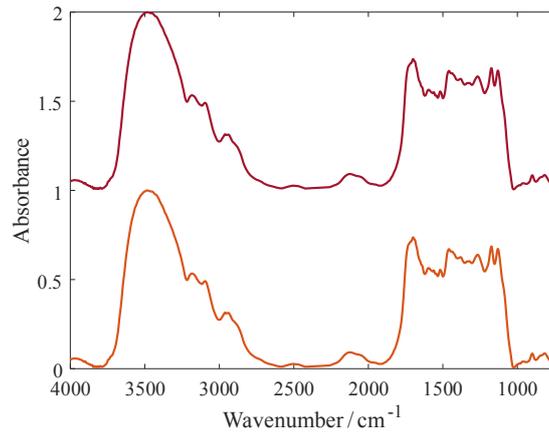


图 5 不同来源安普霉素滤渣的平均显微红外光谱

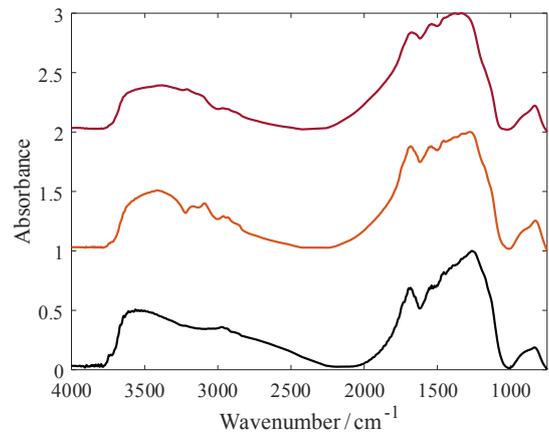


图 6 不同来源阿维菌素滤渣的平均显微红外光谱

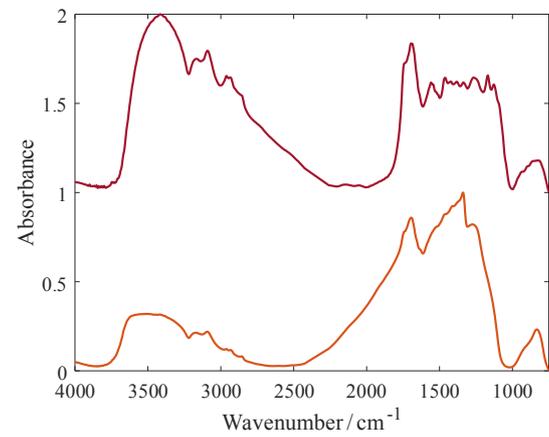


图 7 不同来源大观霉素滤渣的平均显微红外光谱

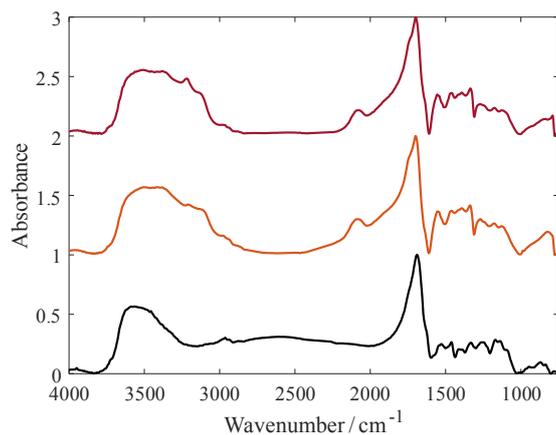


图 8 不同来源金霉素滤渣的平均显微红外光谱

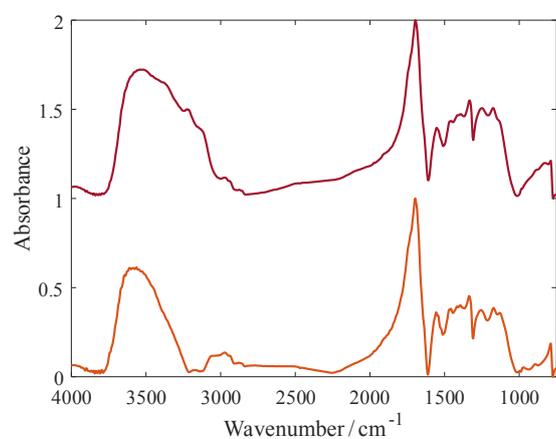


图 9 不同来源链霉素滤渣的平均显微红外光谱

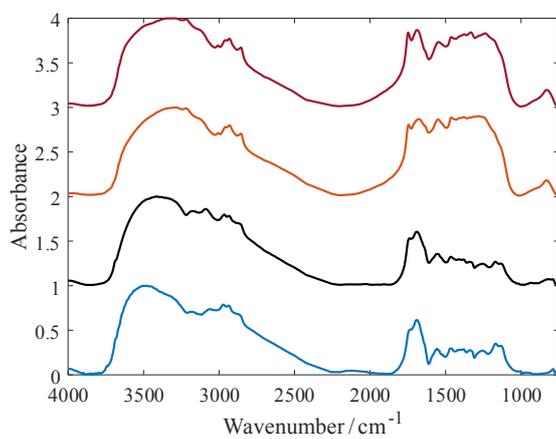


图 10 不同来源硫酸粘菌素滤渣的平均显微红外光谱

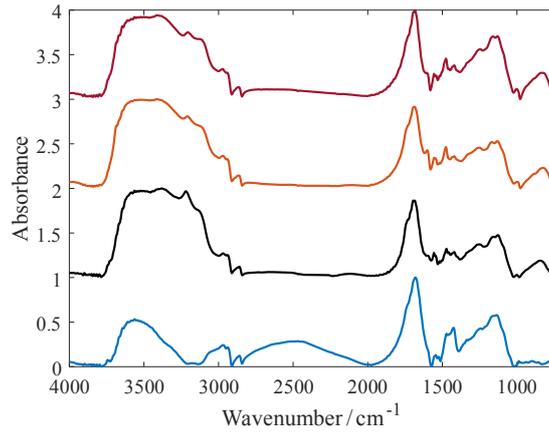


图 11 不同来源泰乐菌素滤渣的平均显微红外光谱

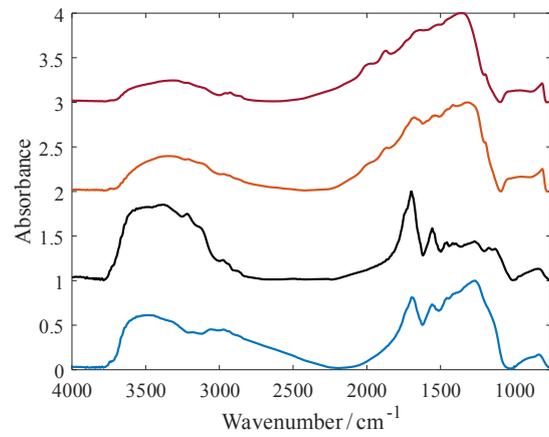


图 12 不同来源泰万菌素滤渣的平均显微红外光谱

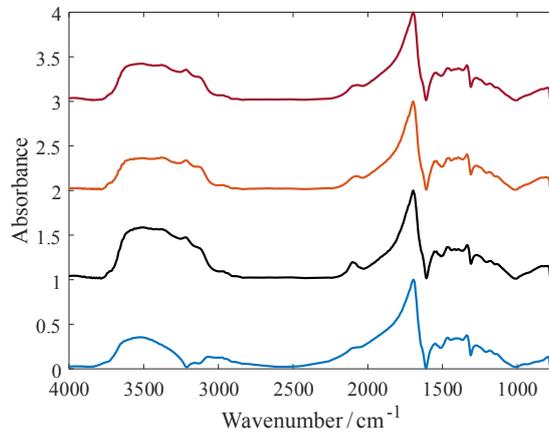


图 13 不同来源土霉素滤渣的平均显微红外光谱

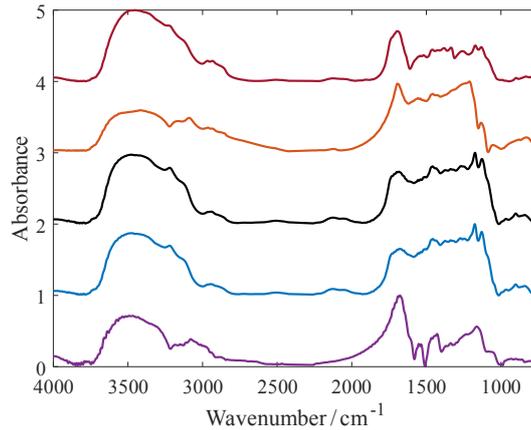


图 14 不同来源青霉素滤渣的平均显微红外光谱

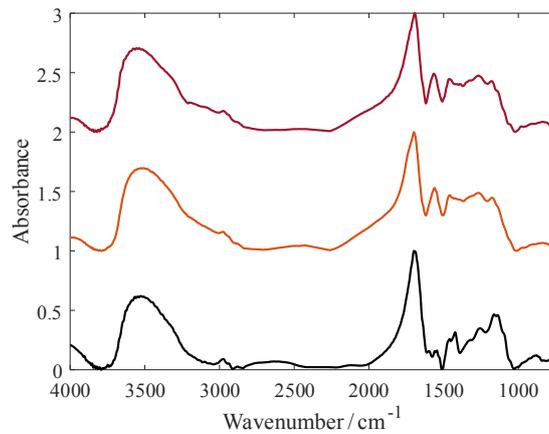


图 15 不同来源青霉素滤渣的平均显微红外光谱

仔细分析图 4 还可发现，部分抗生素滤渣，如金霉素、大观霉素、土霉素、链霉素和粘杆菌素滤渣显微红外光谱在 1692 cm^{-1} （C=O 伸缩振动）、 1336 cm^{-1} （O-H 面内弯曲振动）、 828 cm^{-1} （COO-变形振动）波数附近存在明显的吸收峰，如图 16 所示。分析这些抗生素菌渣的生产工艺发现，这些抗生素菌渣的生产过程中，均存在酸化工艺，以将菌丝体内部附着在蛋白质上的抗生素释放到发酵液中，由于抗生素发酵培养基中添加了碳酸钙，在酸化阶段加入草酸进行酸化时就会形成大量的草酸钙，如图 17 所示为发酵生产土霉素的流程图，表 3 给出了土霉素滤渣和豆粕、棉粕、DDGS 等蛋白饲料原料中的总钙含量和草酸钙含量的分析结果，可以看出饲料中的草酸钙含量非常低，但采用草酸酸化工艺的抗生素滤渣中草酸钙的含量

很高。图 18 是草酸钙水合物的中红外光谱图，草酸钙水合物在 1621 cm^{-1} 、 1317 cm^{-1} 、 781 cm^{-1} 、 521 cm^{-1} 波数附件有明显的吸收峰，图 18 草酸钙水合物的中红外光谱是采用衰减全反射模式（ATR-IR）获得的红外光谱，而抗生素滤渣是通过显微红外成像系统获得的红外光谱，受光谱获取方式的影响，吸收峰会存在轻微的波数偏移，所以上述抗生素滤渣显微红外光谱在 1692 cm^{-1} （C=O 伸缩振动）、 1336 cm^{-1} （O-H 面内弯曲振动）、 828 cm^{-1} （COO-变形振动）波数附近的吸收峰为草酸钙信息，上述分析证明了基于显微红外光谱鉴别抗生素滤渣具有可行性。

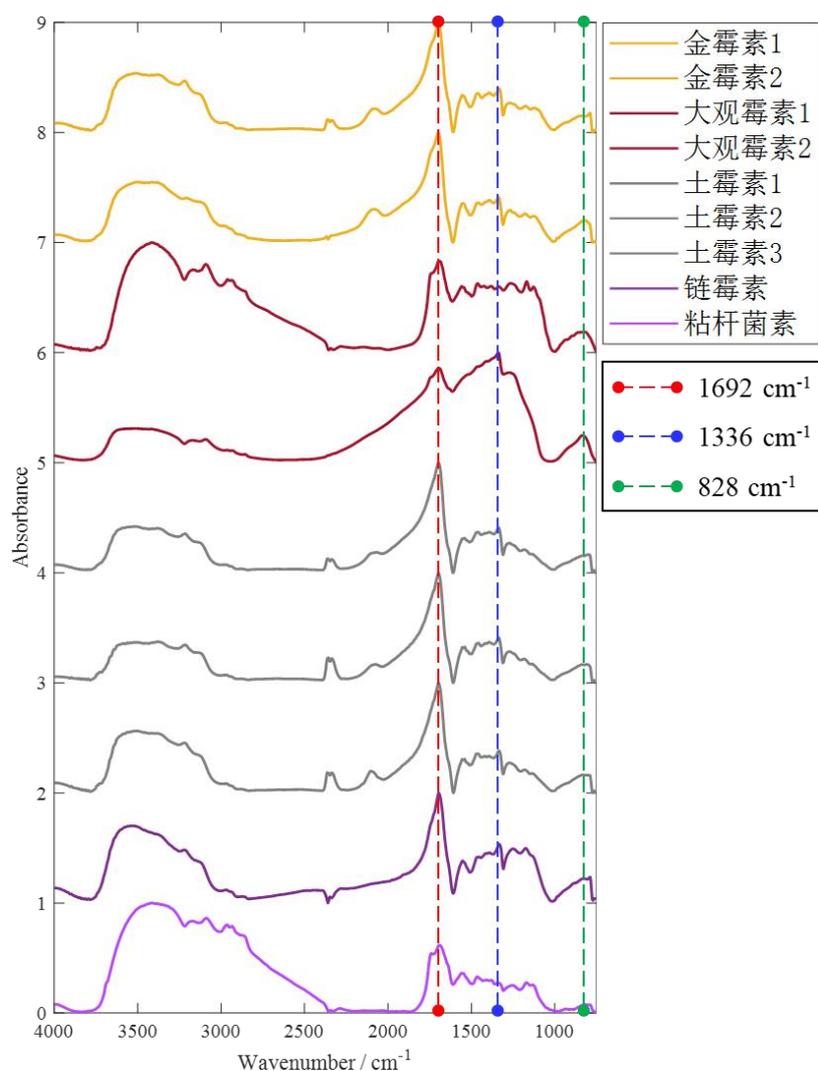


图 16 抗生素滤渣显微红外光谱

表 3 蛋白质饲料原料与抗生素菌渣中总钙和草酸钙的含量

名称	总钙(g/100g)	草酸钙 (g/100g)
土霉素滤渣	4.023±1.392 ^a	0.182±0.078 ^a
棉粕	0.190±0.016 ^b	<0.010 ^b
豆粕	0.302±0.004 ^c	<0.010 ^b
DDGS	0.058±0.022 ^d	<0.010 ^b

注：同列数据肩标字母不同者,表示有显著性差异(P<0.05), 字母相同表示无显著性差异(P>0.05)。

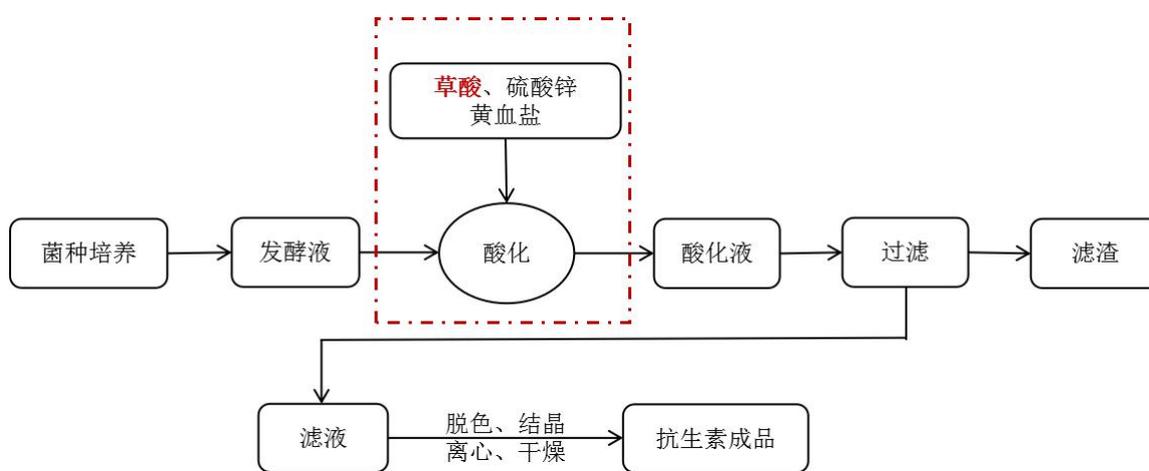


图 17 发酵生产抗生素流程图

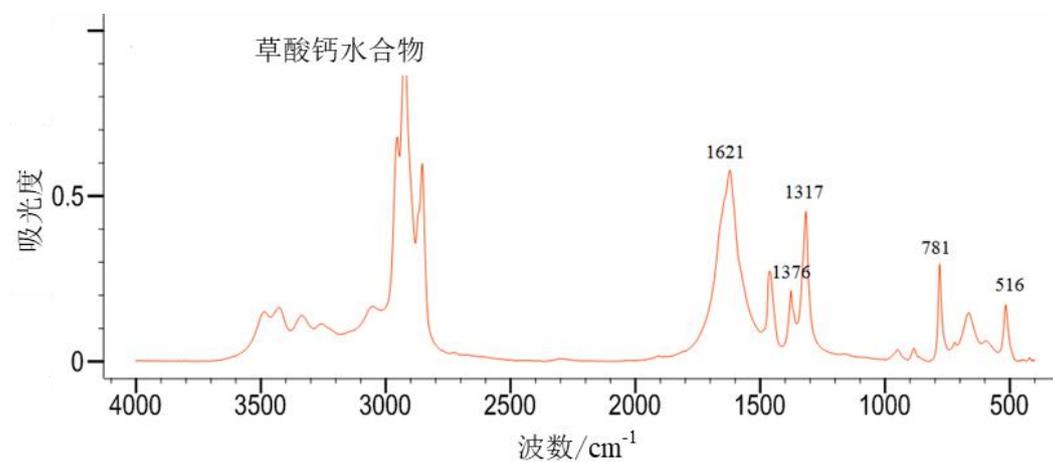


图 18 草酸钙水合物的中红外光谱图 (ATR-IR)

通过上述分析发现显微红外光谱对不同的抗生素滤渣具有很好的辨识能力，如果再借助可以利用所有波长信息的多元分析技术则可以很好的实现不同抗生素滤渣的鉴别。

本标准选用余弦相似度来衡量光谱的相似性,余弦相似度计算两个光谱向量的夹角余弦值,计算公式如式(1)所示:

$$\text{similarity} = \cos(\theta) = \frac{A \cdot B}{|A| \cdot |B|} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

similarity——光谱 A、B 的余弦相似度;

θ ——光谱 A、B 的夹角;

A——光谱 A;

B——光谱 B。

余弦相似度值越接近 1,说明两个光谱越相似。

对每一类抗生素滤渣样品,按公式(1)计算确定鉴别阈值光谱集光谱与抗生素滤渣显微红外光谱库中同类抗生素滤渣光谱的余弦相似度值,按照余弦相似度值 2.5%下百分位数确定判别阈值。抗生素滤渣名称、抗生素滤渣显微红外光谱库中该类抗生素滤渣显微红外光谱数量及判定阈值如表 4 所示。

表 4 抗生素滤渣鉴别显微红外光谱余弦相似度阈值

抗生素滤渣名称	光谱库中显微红外光谱数	判定阈值
单硫酸卡那霉素滤渣	4 000	0.94
硫酸新霉素滤渣	20 000	0.92
硫酸安普霉素滤渣	8 000	0.91
吉他霉素滤渣	4 000	0.95
硫酸庆大霉素滤渣	4 000	0.93
盐酸大观霉素滤渣	8 000	0.90
硫酸链霉素滤渣	8 000	0.92
酒石酸泰万菌素滤渣	16 000	0.94
酒石酸泰乐菌素滤渣	16 000	0.92
阿维菌素滤渣	12 000	0.90
硫氰酸红霉素滤渣	4 000	0.94
截短侧耳素滤渣	4 000	0.93
泰妙菌素滤渣	4 000	0.93
盐酸金霉素滤渣	8 000	0.93
土霉素滤渣	16 000	0.96
盐酸林可霉素滤渣	4 000	0.95
硫酸粘菌素滤渣	16 000	0.95
青霉素滤渣	12 000	0.92
黄霉素滤渣	4 000	0.93

注：判定阈值会随抗生素滤渣显微红外光谱库的变化而变化，但随着代表性抗生素滤渣样品的丰富，该阈值会逐渐趋于稳定。

2.2.3 抗生素滤渣的鉴别

选择有代表性的蛋白饲料原料及配合饲料,包含植物性蛋白饲料原料豆粕,发酵类蛋白饲料酵母蛋白渣、玉米酒精糟(DDGS)和核苷酸渣,及鸡配合饲料。饲料样品按照与抗生素滤渣相同的方法(参见2.2.1)获得饲料样品的显微红外光谱,按照与抗生素滤渣显微红外光谱库建立相同的方法建立饲料显微红外光谱库,上述饲料样品显微红外光谱库中光谱的平均光

谱如图 19 所示。

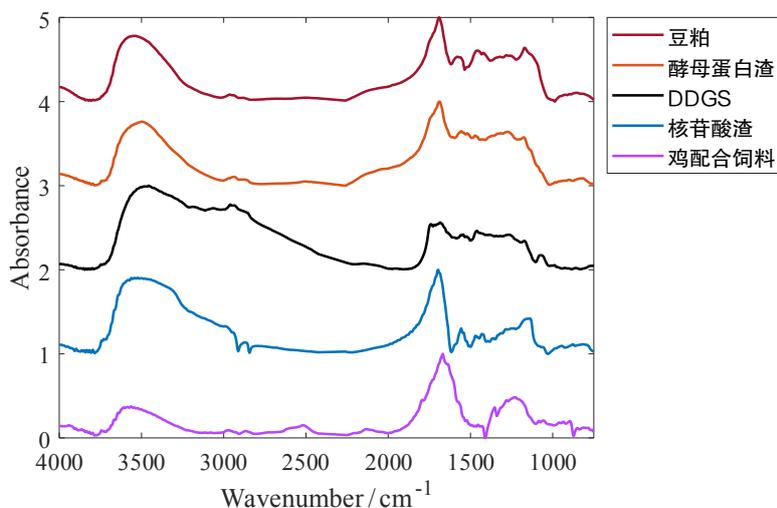
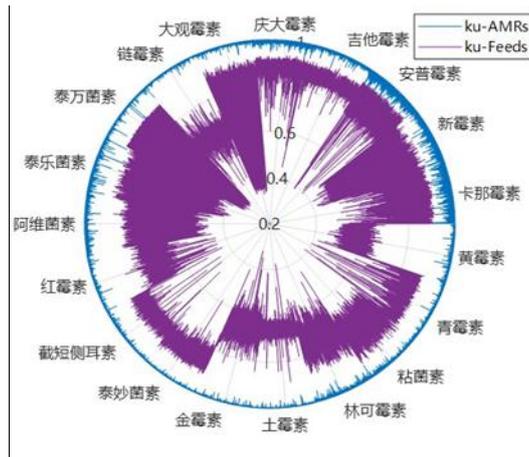


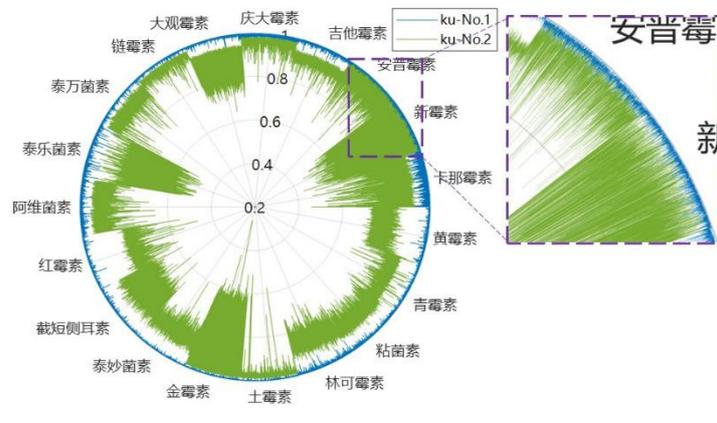
图 19 饲料样品平均显微红外光谱

比较图 4 与图 19 可以发现，抗生素滤渣和饲料的显微红外光谱有很多相似的光谱信号，因此借助利用所有波长信息的多元分析技术，比如余弦相似度，进行饲料和抗生素滤渣的鉴别非常必要。

从未参与抗生素滤渣显微红外光谱库建立的抗生素滤渣光谱中随机选取 50 000 条光谱，分别计算这 50 000 条光谱与饲料显微红外光谱库和抗生素滤渣显微红外光谱库光谱的余弦相似度，结果如图 20 所示。可以看出，抗生素滤渣光谱与饲料光谱间的相似度普遍较低，且均低于与抗生素滤渣光谱库的相似度，说明饲料和抗生素滤渣之间存在明显差异，可以通过该方法进行区分。根据最高余弦相似度光谱对 50 000 条抗生素滤渣显微红外光谱所隶属的抗生素滤渣类型进行判断，识别为抗生素滤渣光谱的准确率为 100%，识别为正确抗生素滤渣类型光谱的准确率为 99.9994%，仅有 3 条光谱识别为了其它抗生素滤渣类型。



(a)



(b)

图 20 50000 条抗生素滤渣光谱与(a)饲料显微红外光谱库；(b)抗生素滤渣显微红外光谱库的余弦相似度
(a) 蓝色：与抗生素滤渣显微红外光谱库的最高余弦相似度，紫色：与饲料显微红外光谱库的最高余弦相似度；(b) 蓝色：最高余弦相似度，绿色：次高的余弦相似度

2.2.4 饲料中抗生素滤渣的鉴别

样品的采集与制备：采集 5 类代表性饲料样品，包括：植物性蛋白饲料原料豆粕，发酵类蛋白饲料原料酵母蛋白渣、玉米酒精糟（DDGS）、核苷酸渣（NR）和配合饲料鸡配合饲料，上述饲料样品来自于国家饲料质量监督检验中心（北京）。所有样品使用旋风磨（ZM100，德国 Restsh 公司）粉碎过 0.425 mm 筛。将抗生素滤渣以 5%（质量分数）的掺假量添加到 5 类饲料中，制备掺有抗生素滤渣的饲料试样。

每个试样称取 200 mg，用压片机（AZZOTA Corporation）制备压片试样，压片机压力设定为 40 MPa，压片时间 2 min，压片试样的直径是 1.3 cm、

厚度是 1 mm。

显微红外光谱获取：采用傅里叶变换显微红外成像系统（Spotlight 400, PerkinElmer, USA）采集显微红外光谱。采集光谱前，添加液氮对检测器进行制冷，并预热 1h 之后，进行设备自检，自检成功后采集光谱。扫描参数：波数范围 4 000~750 cm^{-1} ，光谱分辨率为 8 cm^{-1} ，扫描次数为 16 次，干涉仪动镜移动速度为 1 cm/s ，空间分辨率为 25 $\mu\text{m}\times 25 \mu\text{m}$ ，压片试样分析面积为 4 000 $\mu\text{m}\times 4 000 \mu\text{m}$ 。每个压片试样获得 25 600 条光谱。

光谱预处理：显微红外光谱预处理：对显微红外图像进行降噪处理，具体做法是利用主成分分析（PCA）方法选取显微红外成像的前 20 个主成分对图像进行重构。采用二阶导数处理（窗口宽度为 5）提高光谱的分辨率，通过剔除 CO_2 在 2 422 cm^{-1} ~ 2 263 cm^{-1} 波段的红外波段扣除 CO_2 信号对分析的干扰。

计算掺有抗生素滤渣的饲料样品的显微红外光谱与抗生素滤渣显微红外光谱库中光谱的余弦相似度，根据 2.2.2 确定的鉴别阈值，进行饲料中抗生素滤渣的鉴别，鉴别结果如图 21-39 所示。从结果可以看出含有抗生素滤渣的饲料试样中均检测出了对应的抗生素滤渣光谱。

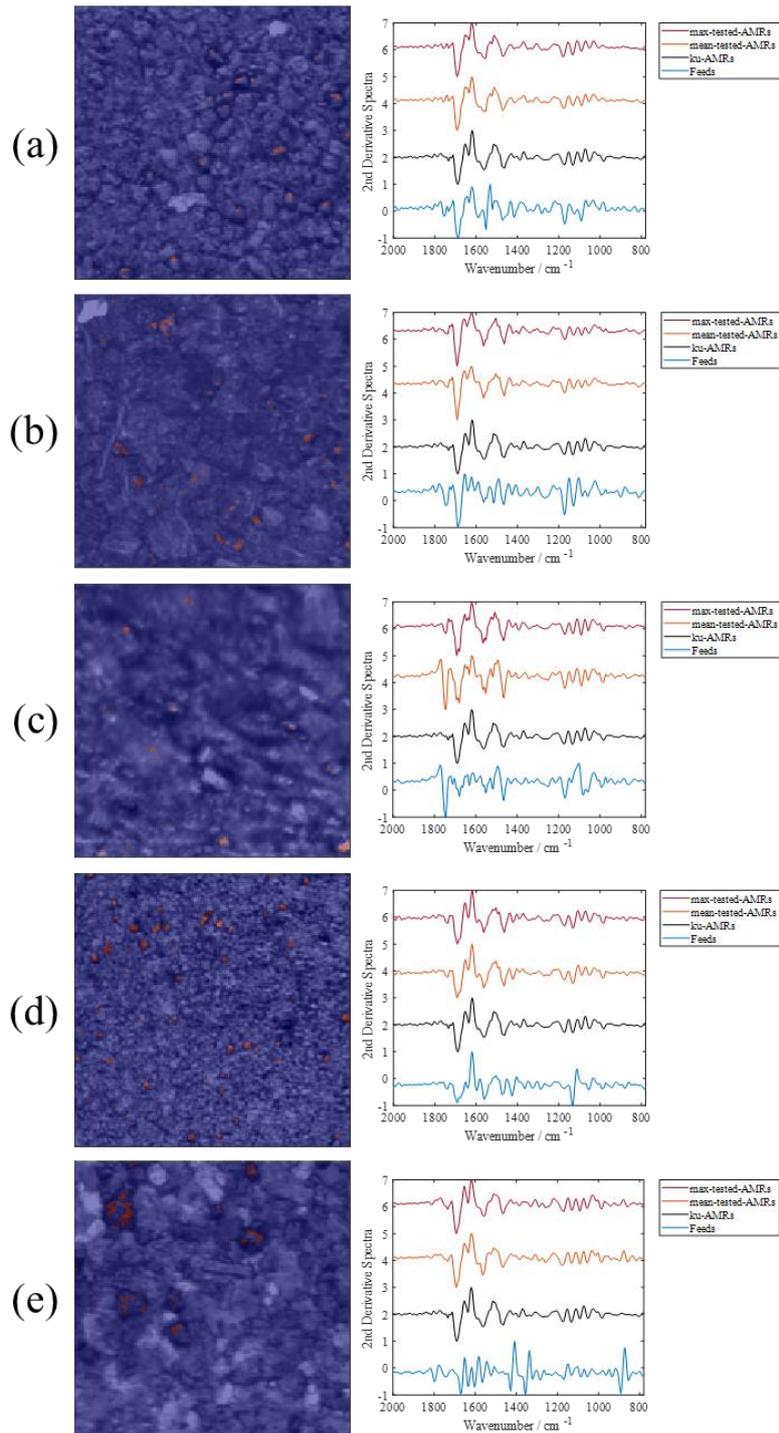


图 20 饲料 (a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中青霉素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中青霉素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

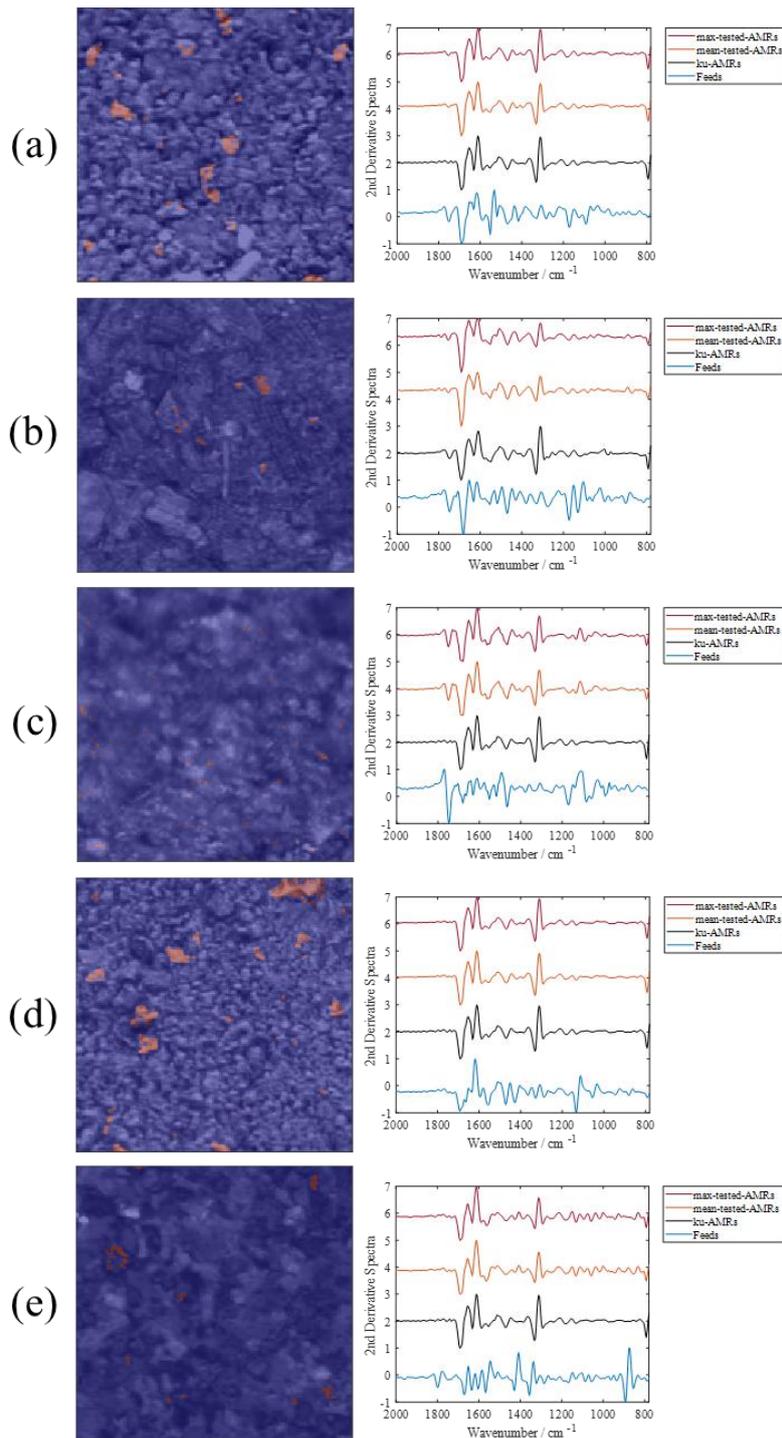


图 21 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中土霉素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中土霉素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

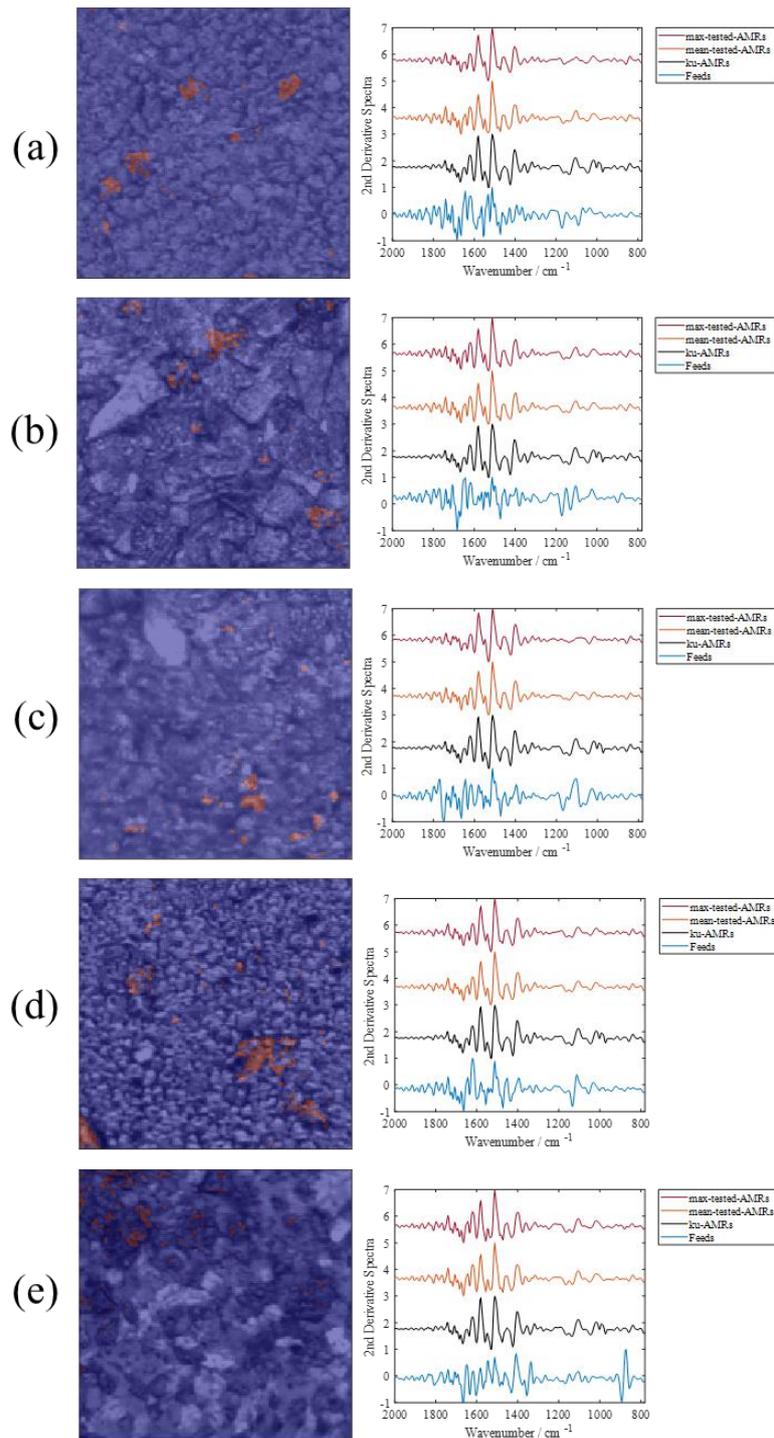


图 23 饲料 (a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中新霉素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中新霉素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

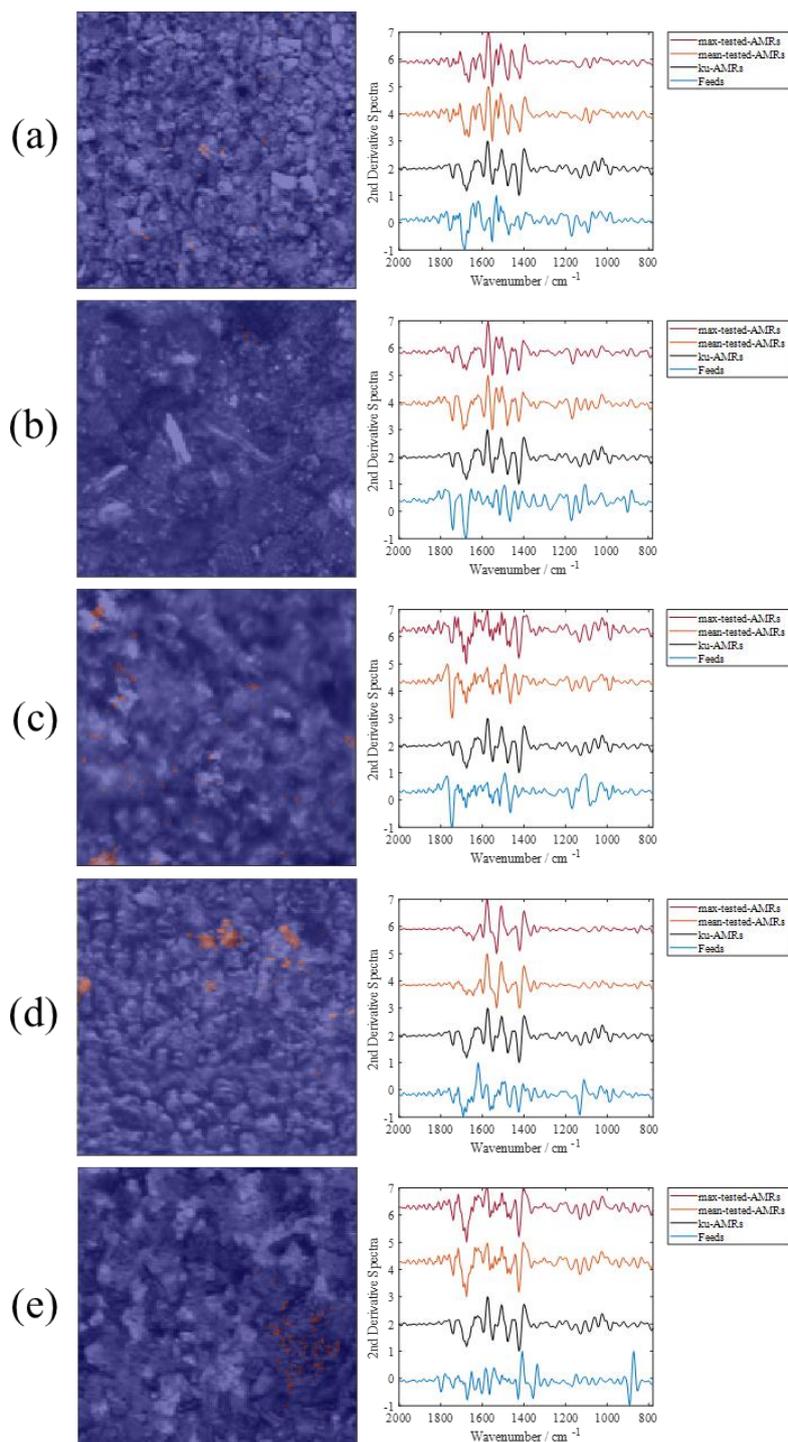


图 24 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中泰乐菌素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中泰乐菌素滤渣的平均光谱、
 饲料的平均光谱

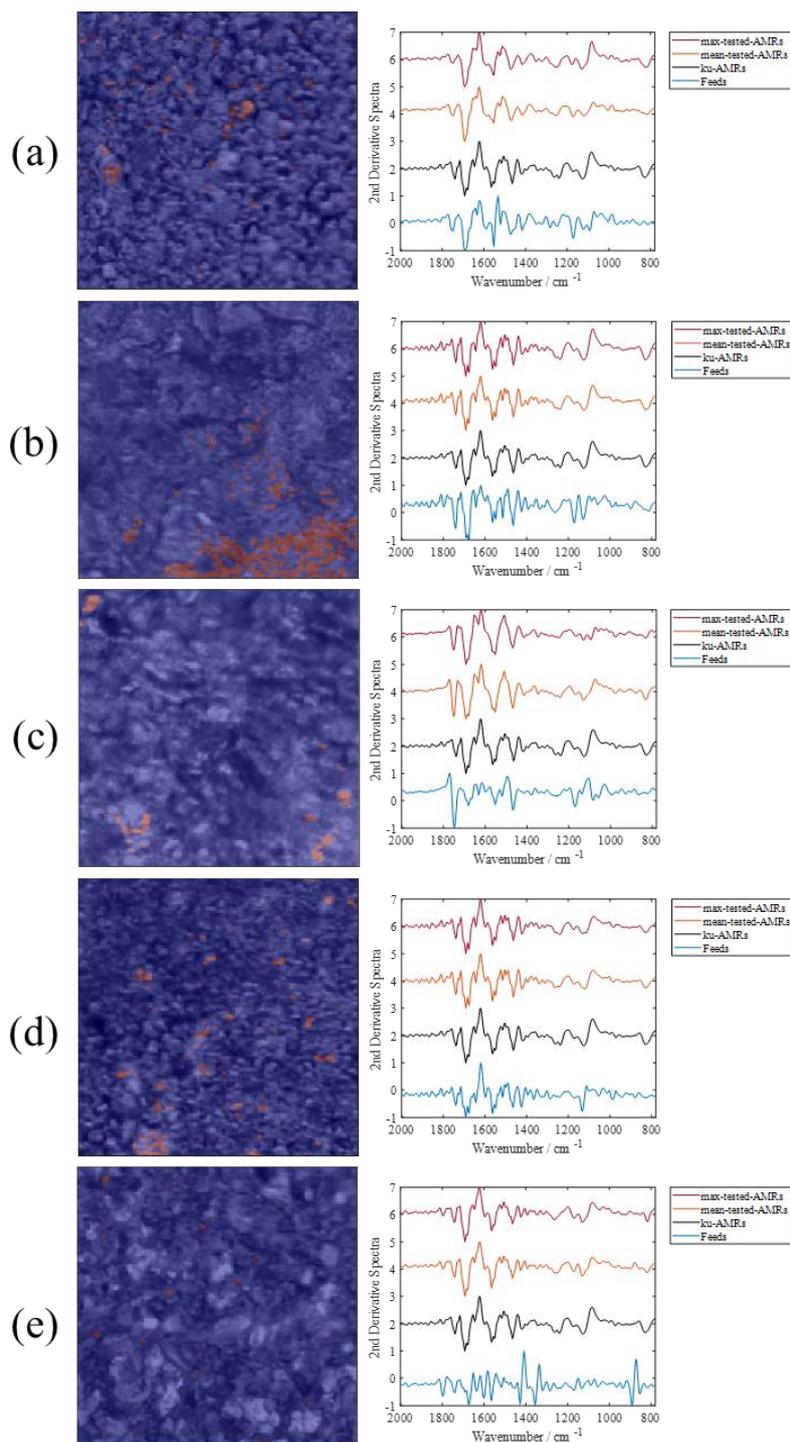


图 25 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中泰万菌素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中泰万菌素滤渣的平均光谱、
 饲料的平均光谱

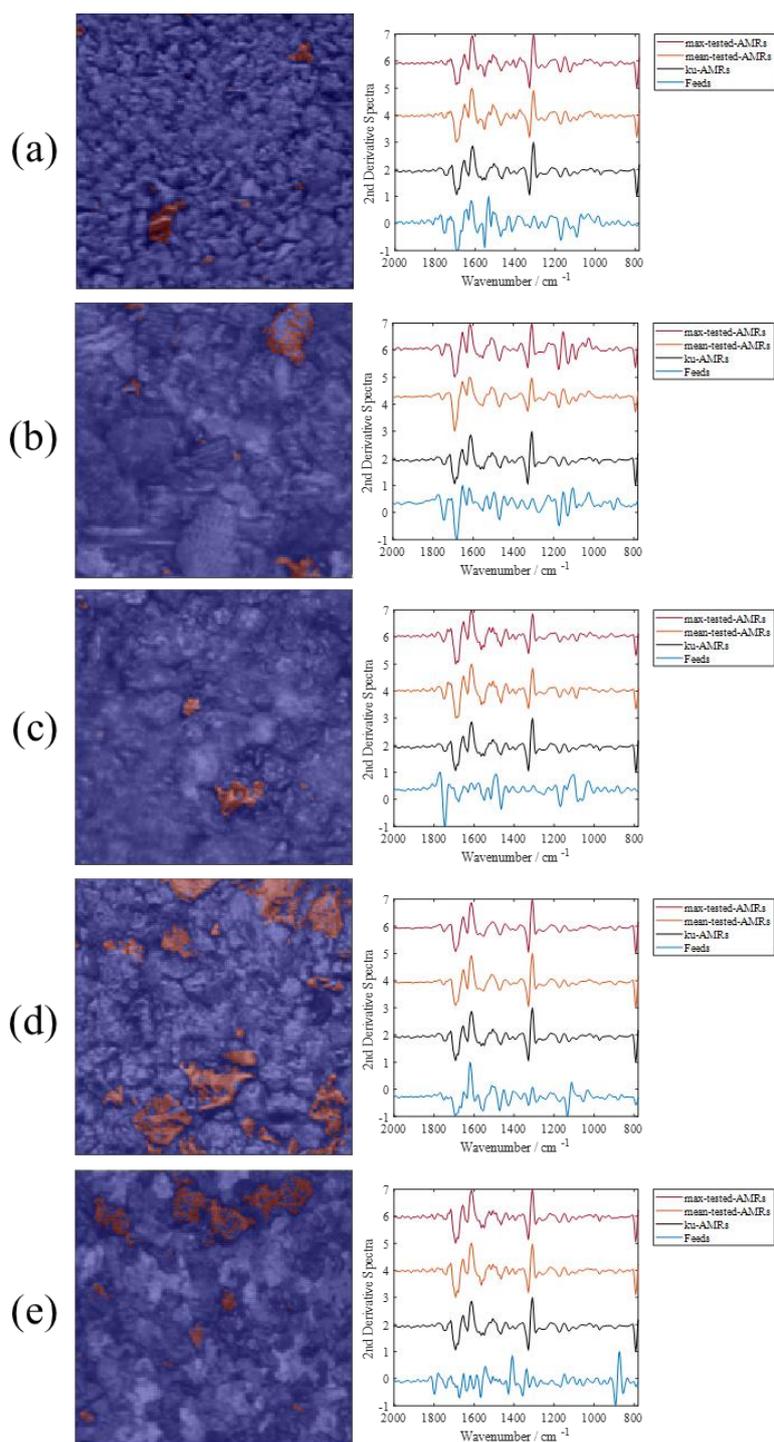


图 26 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中链霉素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中链霉素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

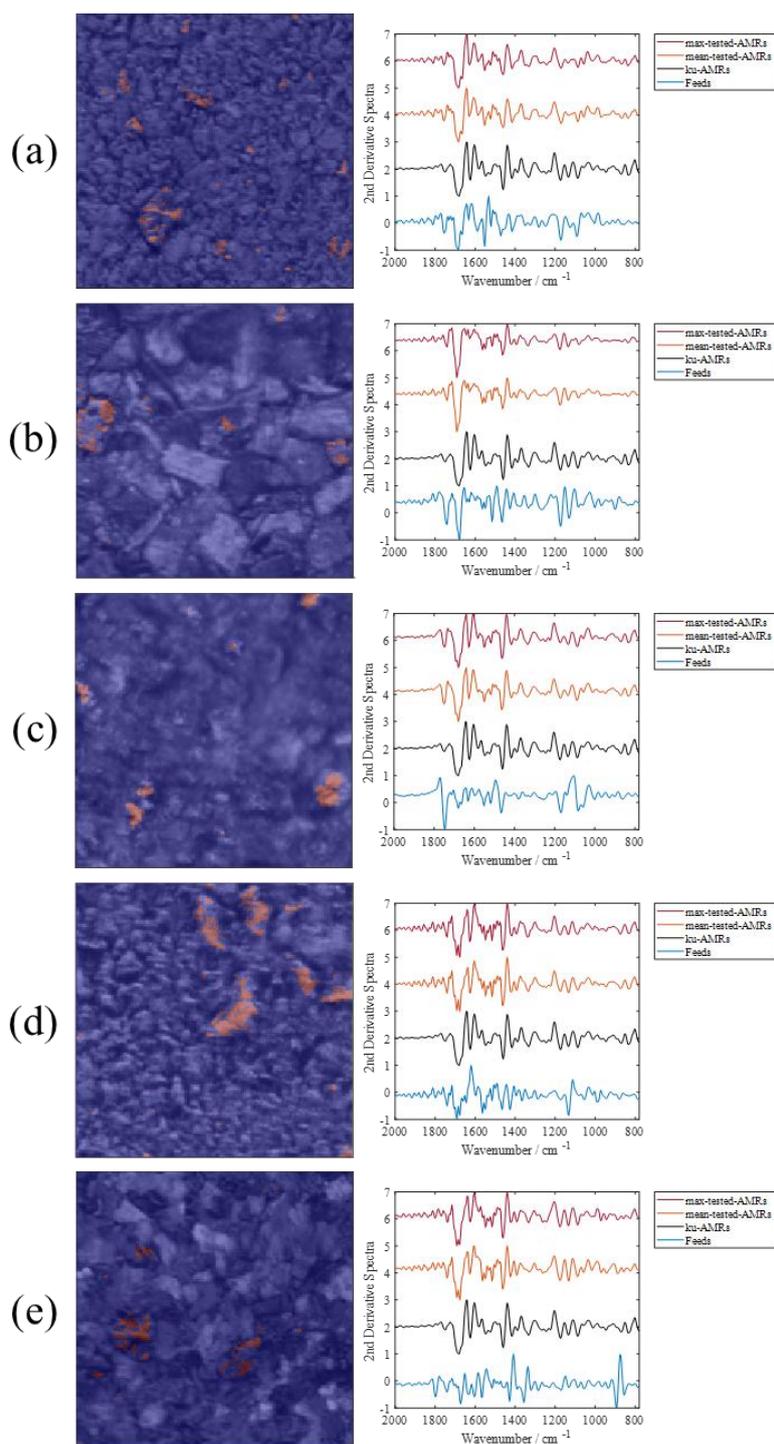


图 27 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中金霉素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中金霉素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

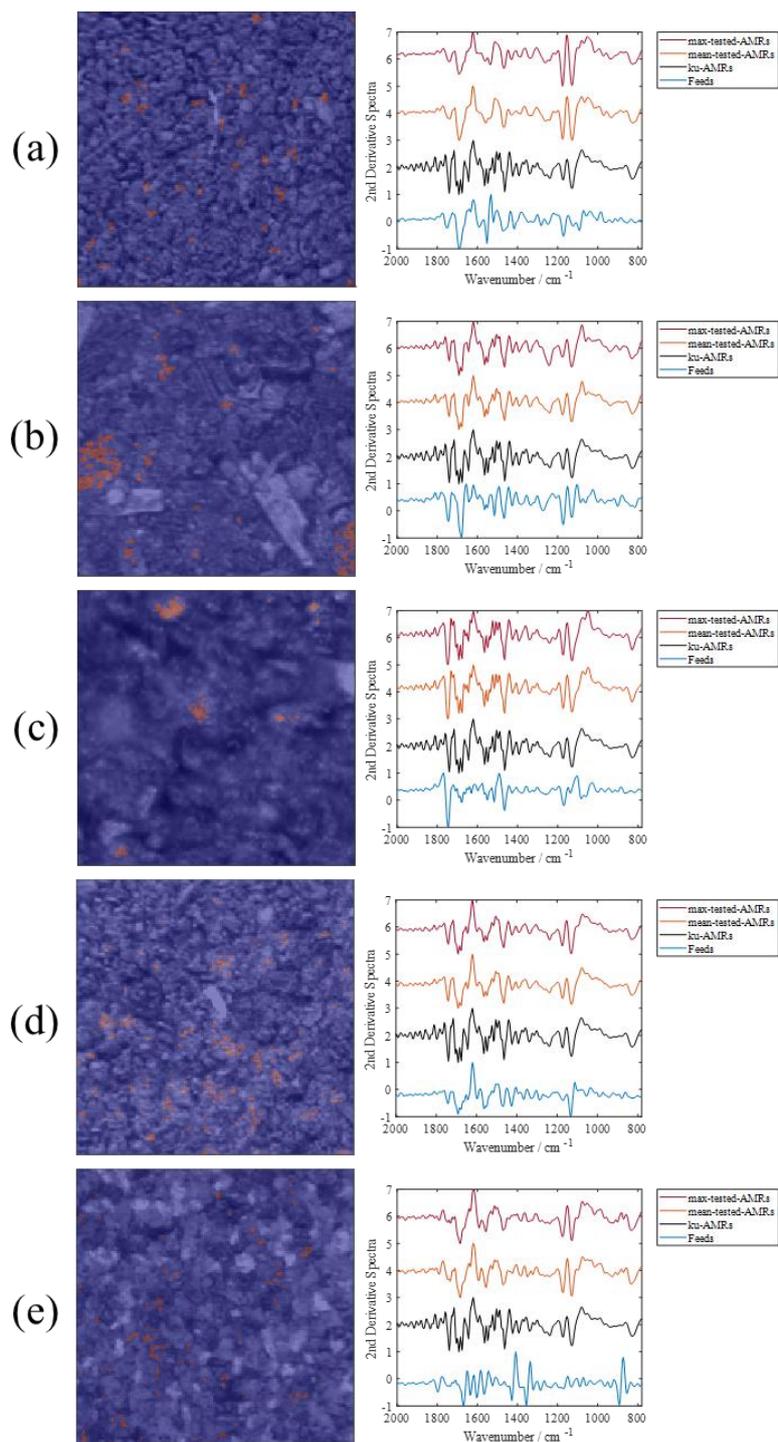


图 28 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中阿维菌素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中阿维菌素滤渣的平均光谱、
 饲料的平均光谱

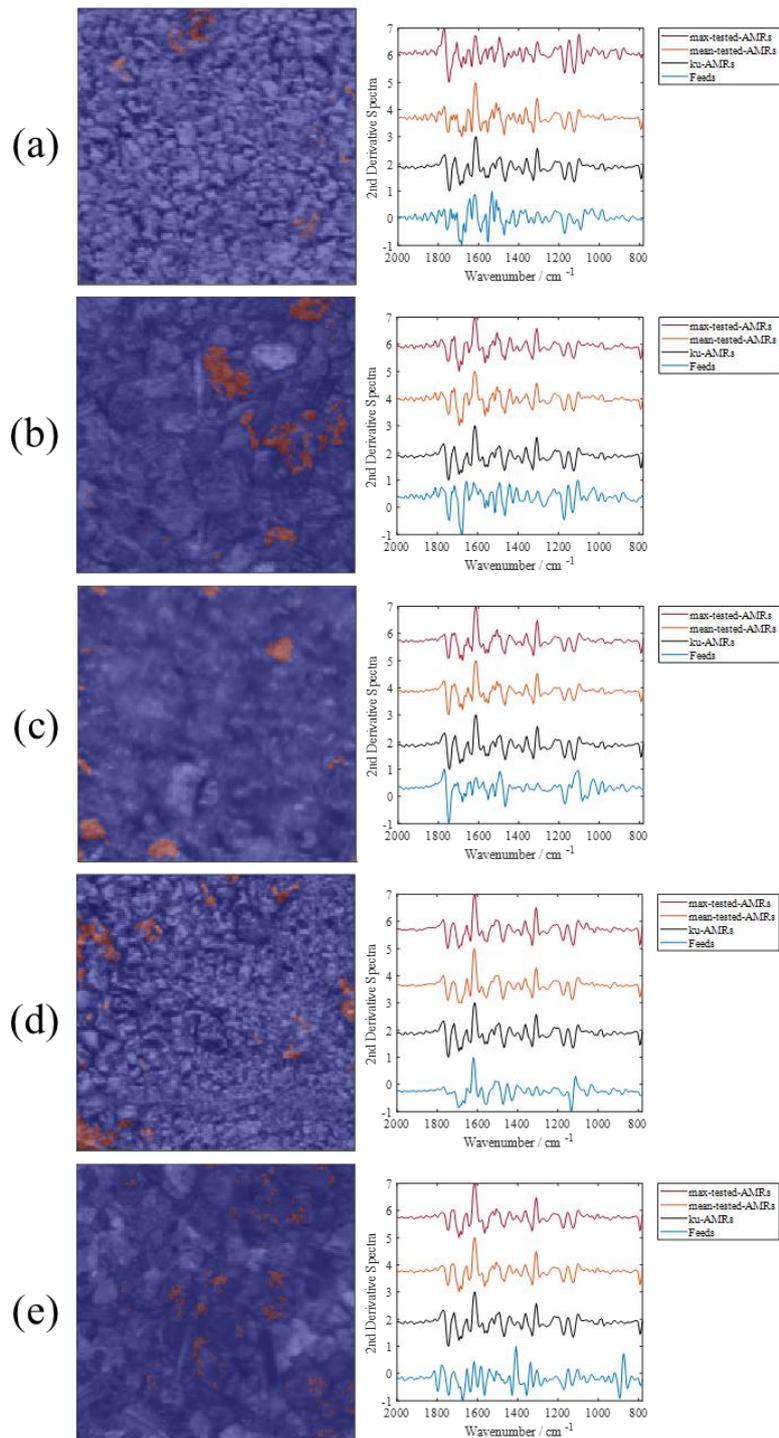


图 29 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中粘菌素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中粘菌素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

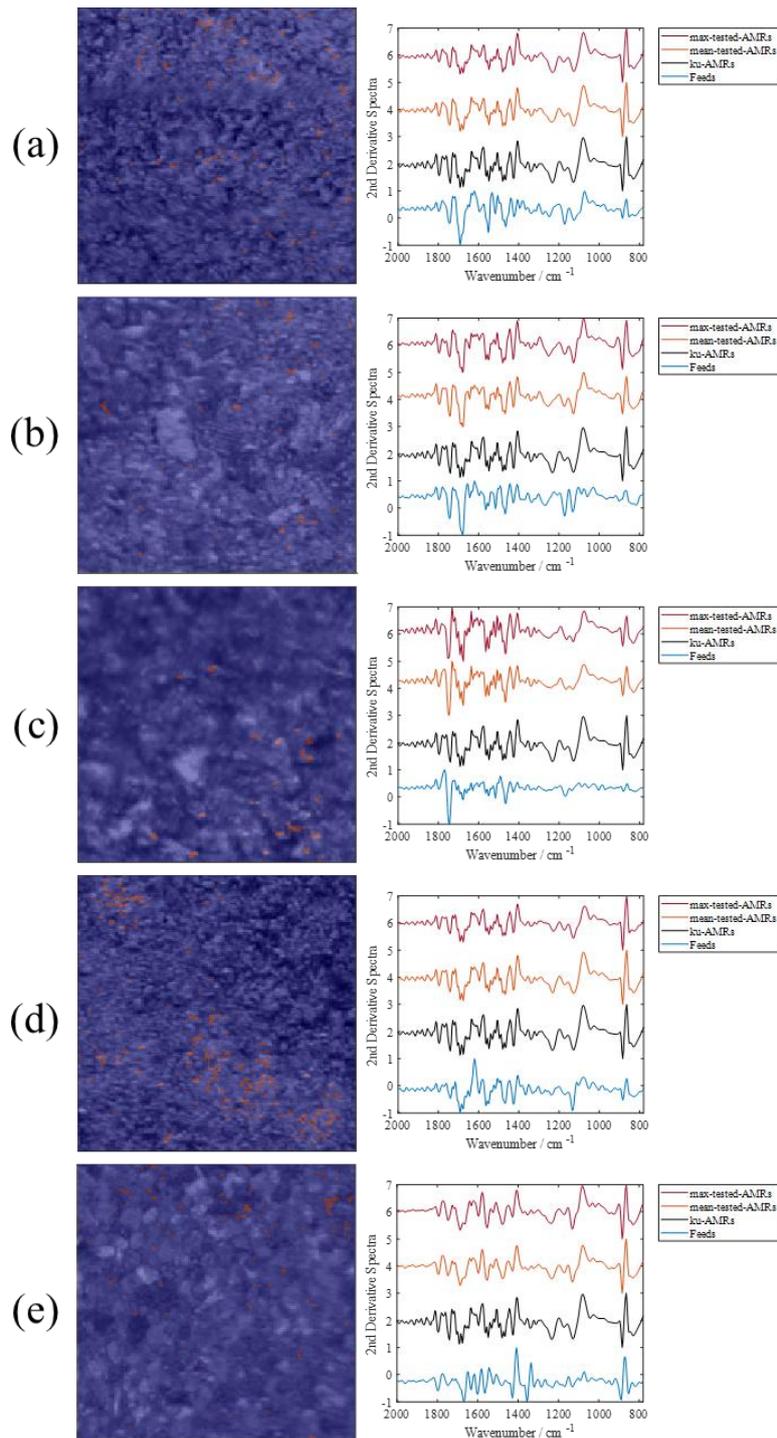


图 30 饲料 ((a-e) 分别为豆粕、酵母蛋白渣、DDGS、核苷酸渣和鸡配合饲料) 中黄霉素滤渣鉴别结果
 左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微
 红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中黄霉素滤渣的平均光谱、饲
 料的平均光谱

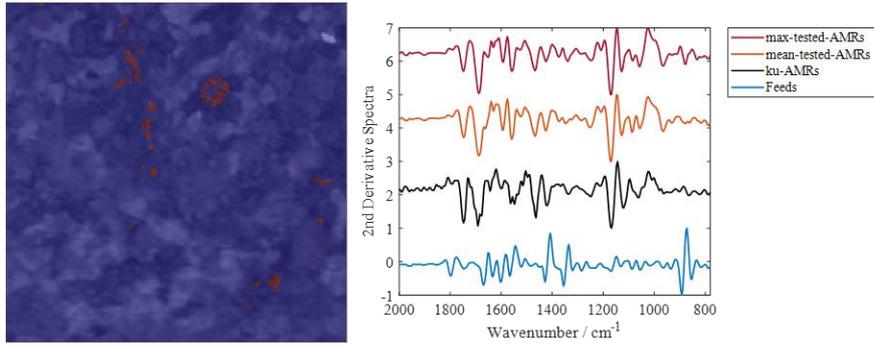


图 31 鸡配合饲料中卡那霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中卡那霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

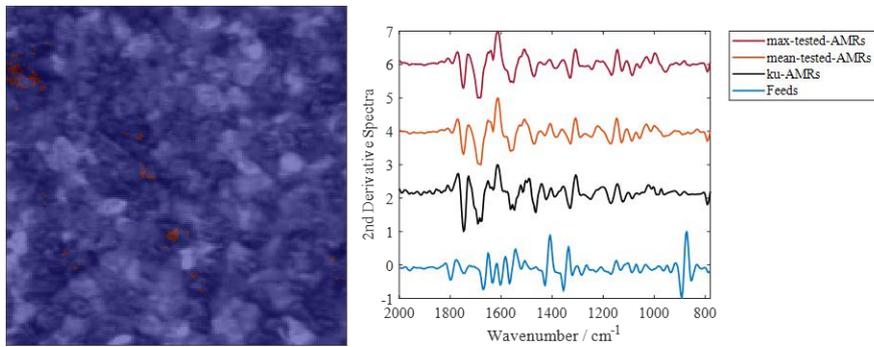


图 32 鸡配合饲料中吉他霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中吉他霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

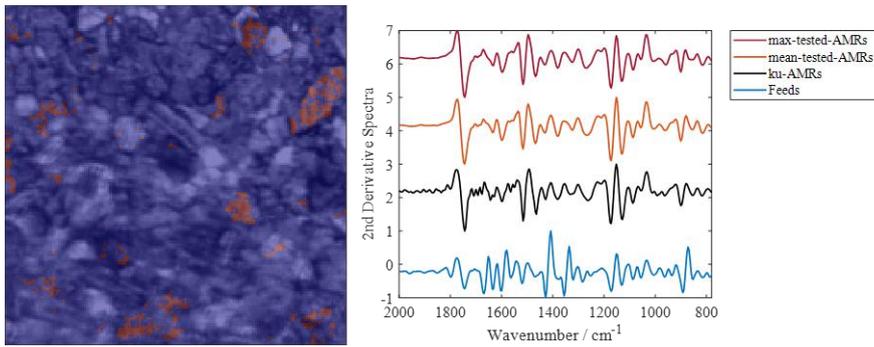


图 33 鸡配合饲料中庆大霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中庆大霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

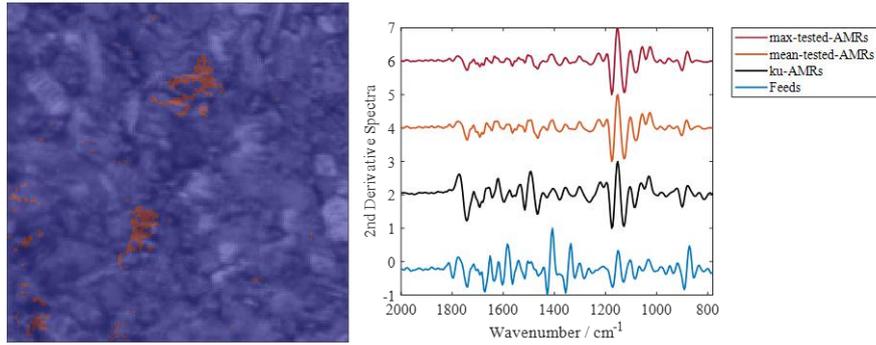


图 34 鸡配合饲料中安普霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中安普霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

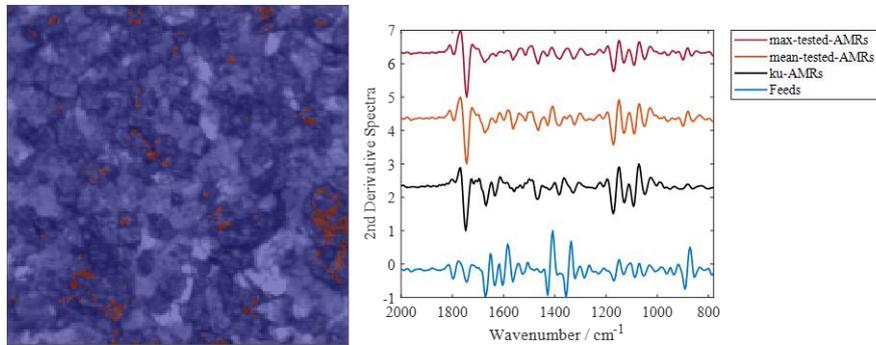


图 35 鸡配合饲料中截短侧耳素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中截短侧耳素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

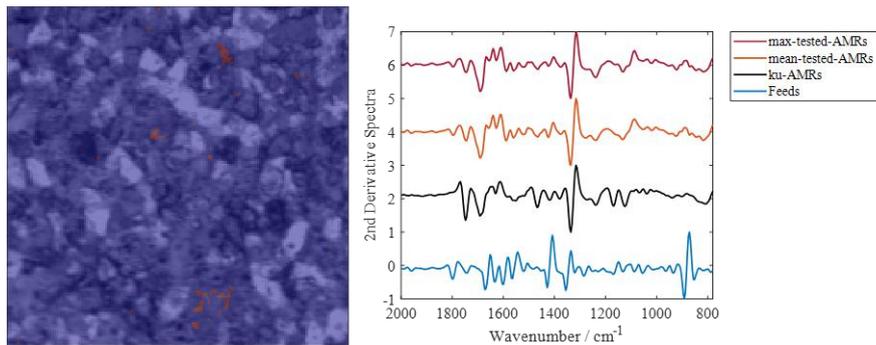


图 36 鸡配合饲料中大观霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中大观霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

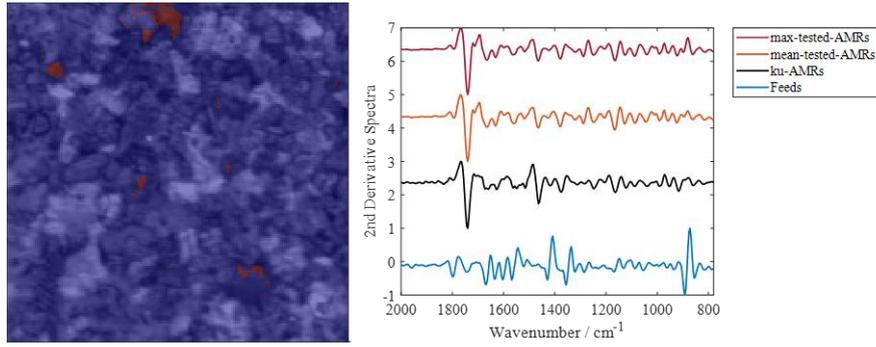


图 37 鸡配合饲料中泰妙菌素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中泰妙菌素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

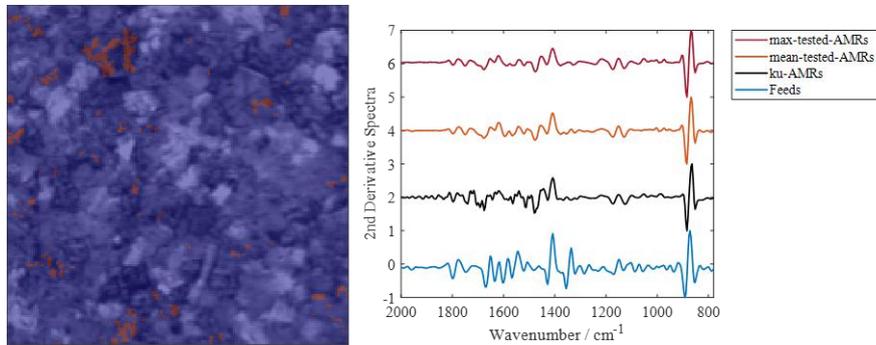


图 38 鸡配合饲料中红霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中红霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

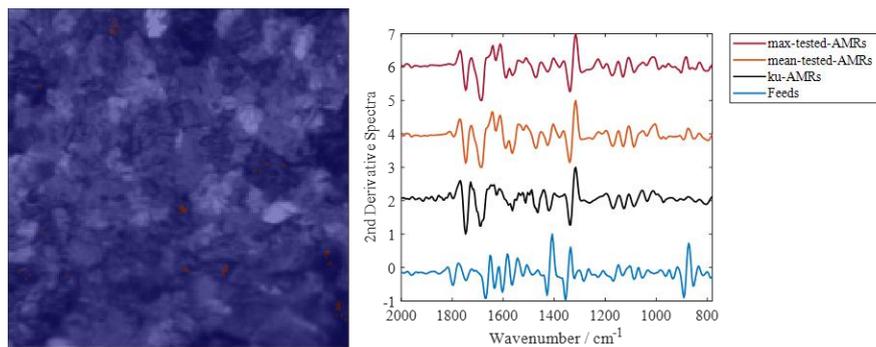


图 38 鸡配合饲料中林可霉素滤渣鉴别结果

左侧图像中红色像素点是鉴别出的抗生素滤渣、蓝色像素点是饲料；右侧光谱从上到下分别为：与抗生素滤渣显微红外光谱库余弦相似度最大的光谱、鉴别为抗生素滤渣的像素点光谱的平均光谱，库中林可霉素滤渣的平均光谱、饲料的平均光谱

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

2025年1月~2月，标准编制小组委托辽宁省农产品及兽药饲料产品检验检测院、北京市兽药饲料监测中心和浙江省动物疫病预防控制中心完成本标准的复核验证工作。三家检测机构对本标准的复核验证结论为：经试验验证，采用该规定的方法能满足饲料中抗生素滤渣的鉴别，故该方法通过验证，可作为饲料中抗生素滤渣的鉴别标准方法。详见附件。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况

本标准制定过程中未查到同类国际、国外标准。

五、采标情况

本标准未采用国际国外标准。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

无。

八、涉及专利的有关说明

本标准未明确涉及某一具体专利，但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。

九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作。

(3) 建议本标准正式发布后，设定6个月的过渡期，过渡6个月后实施。

十、其他应当说明的事项

无。

参考文献

- [1] 谢玉荣. 畜禽养殖中饲料安全影响因素及解决措施[J]. 畜牧兽医科学(电子版), 2019(10):98-99.
- [2] 陈立文, 方森海, 王明兹. 抗生素发酵废菌渣的无害化及资源再利用研究进展[J]. 生物技术通报, 2015,31(5):13-19.
- [3] 邹书娟, 王一迪, 张均雅, 杨萍, 王伟. 抗生素菌渣理化性质分析[J]. 环境科学与技术, 2018,41(S1):47-52.
- [4] 白净, 张娇娇, 常春, 陈俊英. 抗生素菌渣的综合处理研究进展: 中国环境科学学会 2019 年科学技术年会[C]——环境工程技术创新与应用分论坛, 中国陕西西安, 2019.
- [5] 邓良斌. 固体菌渣处理技术与装置研究[J]. 中国设备工程, 2020(8):73-74.
- [6] 朱培, 张建斌, 陈代杰. 抗生素菌渣处理的研究现状和建议[J]. 中国抗生素杂志, 2013,38(09):647-651.
- [7] 石鹏, 艾晗, 王辉, 孙德智. 抗生素制药菌渣的处理处置技术进展与分析[J]. 中国抗生素杂志, 2015,40(07):486-494.
- [8] 苑丽梅, 王梦梦, 王璞, 刘惠玲. 头孢菌渣理化性质研究[J]. 哈尔滨商业大学学报(自然科学版), 2015,31(06):691-693.
- [9] 任士明. 土霉素药渣作为饲料蛋白添加剂的应用研究[D]. 河北大学, 2016.
- [10] 肖艳春, 黄婧, 林香信, 陈彪. 抗生素菌渣饲料化工艺技术[J]. 能源与环境, 2016(05):25-26.
- [11] Chen B, Hao L, Guo X, Wang N, Ye B. Prevalence of antibiotic resistance genes of wastewater and surface water in livestock farms of Jiangsu Province, China[J]. Environmental Science and Pollution Research, 2015,22(18):13950-13959.
- [12] Cheng W, Chen H, Su C, Yan S. Abundance and persistence of antibiotic resistance genes in livestock farms: A comprehensive investigation in eastern China[J]. Environment International, 2013,61:1-7.
- [13] 李阳. 链霉素药渣危害因子确证及其诱导细菌耐药机制研究[D]. 中国农业科学院, 2017.
- [14] 李再兴, 田宝阔, 左剑恶, 余忻, 沈洪艳, 王勇军, 赵秀梅. 抗生素菌渣处理处置技术进展[J]. 环境工程, 2012,30(02):72-75.
- [15] 杨帆, 张莲. 我国抗生素菌渣处置现状及建议[J]. 科技与创新, 2017(15):86-87.
- [16] 霍然, 李再兴, 钟为章, 李贵霞. 菌渣中土霉素残留的高效液相检测法[J]. 煤炭与化工, 2019,42(12):120-124.
- [17] 郑景娇. 食品中抗生素残留常用检测技术应用浅析[J]. 食品安全质量检测学报, 2020,11(21):7884-7889.
- [18] 林嫚婷, 苏亚霞, 胡汉昆. 食品中抗生素残留的预处理及检测方法研究进展[J]. 食品与药品, 2020,22(04):304-309.
- [19] Dhakal S, Schmidt W F, Kim M, Tang X, Peng Y, Chao K. Detection of Additives and Chemical Contaminants in Turmeric Powder Using FT-IR Spectroscopy[J]. Foods, 2019,8(5):143.
- [20] Song S Y, Kim C H, Im S J, Kim I. Discrimination of citrus fruits using FT-IR fingerprinting by quantitative prediction of bioactive compounds[J]. Food Science

- and Biotechnology, 2017,27(3):1-8.
- [21] Hammoudeh A Y, Obeidat S M, Abboushi E K, Mahmoud A M. FT-IR Spectroscopy for the Detection of Diethylene Glycol (DEG) Contaminant in Glycerin-Based Pharmaceutical Products and Food Supplements[J]. Acta Chimica Slovenica, 2020,67(2):530-536.
- [22] Gao B, Xu S, Han L, Liu X. FT-IR-based quantitative analysis strategy for target adulterant in fish oil multiply adulterated with terrestrial animal lipid[J]. Food Chemistry, 2021,343:128420.
- [23] 叶树彬. 傅里叶变换红外光谱定性识别分析方法研究[D]. 中国科学技术大学, 2017.
- [24] 邹小波, 崔雪平, 石吉勇, 胡雪桃, 徐艺伟, 薛瑾. 基于近红外与中红外光谱技术的淀粉回生度检测[J]. 农业机械学报, 2018,49(3):341-346.
- [25] Vollmer M, Möllmann K. Advanced Methods in IR Imaging[M]. Infrared Thermal Imaging: Fundamentals, Research and Applications, Second Edition, 2017