

国家“十一五”重点规划图书

中国农业标准汇编

饲料检测方法卷

中国标准出版社第一编辑室 编



 中国标准出版社

国家“十一五”重点规划图书

中国农业标准汇编

饲料检测方法卷

图书在版编目(CIP)数据

中国农业标准汇编. 饲料检测方法卷. 北京: 中国标准出版社, 2010

第一编辑室编. 北京: 中国标准出版社, 2010

中国标准出版社第一编辑室编

ISBN 958-1-2008-2943-9

I. 中... II. 中... III. ①农业-标准-汇编-中国 ②饲料-标准-汇编-中国 IV. S-62

饲料-标准-汇编-中国 IV. S-62

中国版本图书馆CIP数据核字(2009)第251256号

中国标准出版社出版发行

北京复兴门外三里河北京18号

邮政编码: 100042

网址: www.spc.net.cn

电话: 68253046 68253048

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各省市新华书店经销

开本 880×1230 1/16 印张 60.2 字数 1 520 千字

2010年1月第1版 2010年1月第1次印刷

定价 382.00 元

中国标准出版社

版权登记 01-2009-00000000

举报电话 010-68253323

“十一·五”国家重点图书出版规划项目

22-2
9/1/5

中国农业出版社

饲料检测标准汇编

图书在版编目 (CIP) 数据

中国农业标准汇编. 饲料检测方法卷/中国标准出版社第一编辑室编. —北京: 中国标准出版社, 2010

国家“十一·五”重点规划图书

ISBN 978-7-5066-5642-9

I. 中… II. 中… III. ①农业-标准-汇编-中国②饲料-检测-标准-汇编-中国 IV. S-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2009) 第 221226 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 60.5 字数 1 750 千字

2010 年 1 月第一版 2010 年 1 月第一次印刷

*

定价 285.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68533533

出版说明

《中国农业标准汇编》是我国农业标准化方面的一套大型系列丛书,是国家“十一五”重点规划图书。它在一定程度上反映了我国农业标准化事业的发展进程,尤其是“十一五”期间的发展状况和成就,是各级农业标准化管理机构,科研、生产、检验、监督、教学等单位必不可少的工具书。

农业作为我国第一产业,是关系国计民生的基础产业。农业标准是农业科研、技术和实践经验的结晶,是组织现代化农业生产的重要科学技术依据,对发展农村社会主义市场经济,促进科技进步,增强农业综合生产能力,改善农产品质量,扩大农产品对外出口,增加农民收入,提高社会、经济及生态效益具有重要意义。《中国农业标准汇编》系列丛书旨在引导和规范农业标准化生产、加工、经营和管理活动,为农业领域的相关部门提供比较全面的农业标准信息。

本系列丛书的出版,将对推行农业标准化,提高农业科技创新和转化生产力,健全农业技术推广,确保农产品的质量安全,发展现代农业具有重要意义。

本系列汇编以国家标准为主,同时收录部分相关的行业标准。为了给读者提供更多信息,书后附有未收录的相关行业标准目录,以便读者查询。

本系列汇编共设 19 卷 23 个分册,具体如下:

- 质量管理卷;
- 土壤和肥料卷;
- 农药管理和使用卷;
- 农药残留卷(上、下);
- 兽药残留卷(上、下);
- 种子苗木卷;
- 粮油作物卷;

- 果蔬卷(上、下);
- 纤维作物卷;
- 香辛料和药用植物卷;
- 茶叶和咖啡卷;
- 食用菌卷;
- 动物防疫卷(上、下);
- 畜禽卷;
- 饲料产品卷;
- 饲料添加剂卷;
- 饲料检测方法卷;
- 水产养殖卷;
- 水产加工品卷。

本卷是《中国农业标准汇编》中的一卷,内容全部为饲料相关检测方法,收集截至2009年10月底由国务院标准化行政主管部门和相关行业标准主管部门正式批准发布的国家标准136项和行业标准4项。

中国标准出版社第一编辑室

2009年11月

目 录

GB/T 5917.1—2008	饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法	1
GB/T 5918—2008	饲料产品混合均匀度的测定	5
GB/T 6432—1994	饲料中粗蛋白测定方法	10
GB/T 6433—2006	饲料中粗脂肪的测定	15
GB/T 6434—2006	饲料中粗纤维的含量测定 过滤法	25
GB/T 6435—2006	饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定	35
GB/T 6436—2002	饲料中钙的测定	43
GB/T 6437—2002	饲料中总磷的测定 分光光度法	48
GB/T 6438—2007	饲料中粗灰分的测定	53
GB/T 6439—2007	饲料中水溶性氯化物的测定	61
GB/T 8381—2008	饲料中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定 半定量薄层色谱法	69
GB/T 8381.2—2005	饲料中志贺氏菌的检测方法	81
GB/T 8381.3—2005	饲料中林可霉素的测定	95
GB/T 8381.4—2005	配合饲料中 T-2 毒素的测定 薄层色谱法	103
GB/T 8381.5—2005	饲料中北里霉素的测定	109
GB/T 8381.6—2005	配合饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 薄层色谱法	117
GB/T 8381.7—2009	饲料中喹乙醇的测定 高效液相色谱法	123
GB/T 8381.8—2005	饲料中多氯联苯的测定 气相色谱法	129
GB/T 8381.9—2005	饲料中氯霉素的测定 气相色谱法	135
GB/T 8381.10—2005	饲料中磺胺喹噁啉的测定 高效液相色谱法	141
GB/T 8381.11—2005	饲料中盐酸氨丙啉的测定 高效液相色谱法	145
GB/T 8622—2006	饲料用大豆制品中尿素酶活性的测定	151
GB/T 10649—2008	微量元素预混合饲料混合均匀度的测定	157
GB/T 13079—2006	饲料中总砷的测定	161
GB/T 13080—2004	饲料中铅的测定 原子吸收光谱法	171
GB/T 13080.2—2005	饲料添加剂 蛋氨酸铁(铜、锰、锌)螯合率的测定 凝胶过滤色谱法	177
GB/T 13081—2006	饲料中汞的测定	183
GB/T 13082—1991	饲料中镉的测定方法	190
GB/T 13083—2002	饲料中氟的测定 离子选择性电极法	193
GB/T 13084—2006	饲料中氰化物的测定	197
GB/T 13085—2005	饲料中亚硝酸盐的测定 比色法	203
GB/T 13086—1991	饲料中游离棉酚的测定方法	208
GB/T 13087—1991	饲料中异硫氰酸酯的测定方法	211
GB/T 13088—2006	饲料中铬的测定	217

注：本汇编收集的国家标准和行业标准的属性已在本目录中标明(GB 或 GB/T、NY 或 NY/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准和行业标准是在标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样；读者在使用这些国家标准时，其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

GB/T 13089—1991	饲料中噻唑烷硫酮的测定方法	224
GB/T 13090—2006	饲料中六六六、滴滴涕的测定	227
GB/T 13091—2002	饲料中沙门氏菌的检测方法	235
GB/T 13092—2006	饲料中霉菌总数的测定	253
GB/T 13093—2006	饲料中细菌总数的测定	259
GB/T 13882—2002	饲料中碘的测定(硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法)	267
GB/T 13883—2008	饲料中硒的测定	273
GB/T 13884—2003	饲料中钴的测定 原子吸收光谱法	279
GB/T 13885—2003	动物饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法	283
GB/T 14698—2002	饲料显微镜检查方法	299
GB/T 14699.1—2005	饲料 采样	305
GB/T 14700—2002	饲料中维生素 B ₁ 的测定	319
GB/T 14701—2002	饲料中维生素 B ₂ 的测定	327
GB/T 14702—2002	饲料中维生素 B ₆ 的测定 高效液相色谱法	335
GB/T 14924.10—2008	实验动物 配合饲料 氨基酸的测定	341
GB/T 15399—1994	饲料中含硫氨基酸测定方法——离子交换色谱法	345
GB/T 15400—1994	饲料中色氨酸测定方法 分光光度法	348
GB/T 17480—2008	饲料中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定 酶联免疫吸附法	353
GB/T 17481—2008	预混料中氯化胆碱的测定	361
GB/T 17776—1999	饲料中硫的测定 硝酸镁法	368
GB/T 17777—2009	饲料中钼的测定 分光光度法	371
GB/T 17778—2005	预混合饲料中 d-生物素的测定	377
GB/T 17811—2008	动物性蛋白质饲料胃蛋白酶消化率的测定 过滤法	383
GB/T 17812—2008	饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法	389
GB/T 17813—1999	复合预混料中烟酸、叶酸的测定 高效液相色谱法	396
GB/T 17814—1999	饲料中丁基羟基茴香醚、二丁基羟基甲苯和乙氧喹的测定	400
GB/T 17815—1999	饲料中丙酸、丙酸盐的测定	406
GB/T 17816—1999	饲料中总抗坏血酸的测定 邻苯二胺荧光法	410
GB/T 17817—1999	饲料中维生素 A 的测定 高效液相色谱法	414
GB/T 17818—1999	饲料中维生素 D ₃ 的测定 高效液相色谱法	419
GB/T 17819—1999	维生素预混料中维生素 B ₁₂ 的测定 高效液相色谱法	424
GB/T 18246—2000	饲料中氨基酸的测定	428
GB/T 18397—2001	复合预混合饲料中泛酸的测定 高效液相色谱法	434
GB/T 18633—2002	饲料中钾的测定 火焰光度法	438
GB/T 18634—2009	饲用植酸酶活性的测定 分光光度法	441
GB/T 18868—2002	饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外 光谱法	449
GB/T 18869—2002	饲料中大肠菌群的测定	457
GB/T 18872—2002	饲料中维生素 K ₃ 的测定 高效液相色谱法	467
GB/T 18969—2003	饲料中有机磷农药残留量的测定 气相色谱法	473
GB/T 19371.2—2007	饲料中蛋氨酸羟基类似物的测定 高效液相色谱法	481
GB/T 19372—2003	饲料中除虫菊酯类农药残留量测定 气相色谱法	487
GB/T 19373—2003	饲料中氨基甲酸酯类农药残留量测定 气相色谱法	493

GB/T 19423—2003	饲料中尼卡巴嗪的测定 高效液相色谱法	499
GB/T 19539—2004	饲料中赭曲霉毒素 A 的测定	505
GB/T 19540—2004	饲料中玉米赤霉烯酮的测定	513
GB/T 19542—2007	饲料中磺胺类药物的测定 高效液相色谱法	521
GB/T 19684—2005	饲料中金霉素的测定 高效液相色谱法	527
GB/T 20189—2006	饲料中莱克多巴胺的测定 高效液相色谱法	531
GB/T 20190—2006	饲料中牛羊源性成分的定性检测 定性聚合酶链式反应(PCR)法	536
GB/T 20191—2006	饲料中嗜酸乳杆菌的微生物学检验	545
GB/T 20194—2006	饲料中淀粉含量的测定 旋光法	553
GB/T 20195—2006	动物饲料 试样的制备	563
GB/T 20196—2006	饲料中盐霉素的测定	571
GB/T 20363—2006	饲料中苯巴比妥的测定	583
GB/T 20805—2006	饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定	589
GB/T 20806—2006	饲料中中性洗涤纤维(NDF)的测定	596
GB/T 21033—2007	饲料中免疫球蛋白 IgG 的测定 高效液相色谱法	603
GB/T 21035—2007	饲料安全性评价 喂养致畸试验	609
GB/T 21036—2007	饲料中盐酸多巴胺的测定 高效液相色谱法	615
GB/T 21037—2007	饲料中三甲氧苄胺嘧啶的测定 高效液相色谱法	621
GB/T 21100—2007	动物源性饲料中骆驼源性成分定性检测方法 PCR 方法	627
GB/T 21101—2007	动物源性饲料中猪源性成分定性检测方法 PCR 方法	633
GB/T 21102—2007	动物源性饲料中兔源性成分定性检测方法 实时荧光 PCR 方法	639
GB/T 21103—2007	动物源性饲料中哺乳动物源性成分定性检测方法 实时荧光 PCR 方法	645
GB/T 21104—2007	动物源性饲料中反刍动物源性成分(牛、羊、鹿)定性检测方法 PCR 方法	653
GB/T 21105—2007	动物源性饲料中狗源性成分定性检测方法 PCR 方法	661
GB/T 21106—2007	动物源性饲料中鹿源性成分定性检测方法 PCR 方法	667
GB/T 21107—2007	动物源性饲料中马、驴源性成分定性检测方法 PCR 方法	673
GB/T 21108—2007	饲料中氯霉素的测定 高效液相色谱串联质谱法	679
GB/T 21514—2008	饲料中脂肪酸含量的测定	687
GB/T 21542—2008	饲料中恩拉霉素的测定 微生物学法	701
GB/T 21995—2008	饲料中硝基咪唑类药物的测定 液相色谱-串联质谱法	709
GB/T 22146—2008	饲料中洛克沙胍的测定 高效液相色谱法	717
GB/T 22147—2008	饲料中沙丁胺醇、莱克多巴胺和盐酸克仑特罗的测定 液相色谱质谱联用法	723
GB/T 22259—2008	饲料中土霉素的测定 高效液相色谱法	729
GB/T 22260—2008	饲料中甲基睾酮的测定 高效液相色谱串联质谱法	735
GB/T 22261—2008	饲料中维吉尼亚霉素的测定 高效液相色谱法	743
GB/T 22262—2008	饲料中氯羟吡啶的测定 高效液相色谱法	749
GB/T 22487—2008	水产饲料安全性评价 急性毒性试验规程	755
GB/T 22488—2008	水产饲料安全性评价 亚急性毒性试验规程	765
GB/T 23179—2008	饲料毒理学评价 亚急性毒性试验	771
GB/T 23182—2008	饲料中兽药及其他化学物检测试验规程	777
GB/T 23186—2009	水产饲料安全性评价 慢性毒性试验规程	785
GB/T 23187—2008	饲料中叶黄素的测定 高效液相色谱法	793
GB/T 23385—2009	饲料中氨苄青霉素的测定 高效液相色谱法	797

GB/T 23388—2009	水产饲料安全性评价 残留和蓄积试验规程	803
GB/T 23389—2009	水产饲料安全性评价 繁殖试验规程	811
GB/T 23390—2009	水产配合饲料环境安全性评价规程	817
GB/T 23710—2009	饲料中甜菜碱的测定 离子色谱法	825
GB/T 23737—2009	饲料中游离刀豆氨酸的测定 离子交换色谱法	831
GB/T 23741—2009	饲料中 4 种巴比妥类药物的测定	837
GB/T 23742—2009	饲料中盐酸不溶灰分的测定	845
GB/T 23743—2009	饲料中凝固酶阳性葡萄球菌的微生物学检验 Baird-Parker 琼脂培养基 计数法	853
GB/T 23744—2009	饲料中 36 种农药多残留测定 气相色谱-质谱法	863
GB/T 23873—2009	饲料中马杜霉素铵的测定	873
GB/T 23874—2009	饲料添加剂木聚糖酶活力的测定 分光光度法	881
GB/T 23877—2009	饲料酸化剂中柠檬酸、富马酸和乳酸的测定 高效液相色谱法	889
GB/T 23881—2009	饲用纤维素酶活性的测定 滤纸法	895
GB/T 23882—2009	饲料中 L-抗坏血酸-2-磷酸酯的测定 高效液相色谱法	901
GB/T 23883—2009	饲料中蓖麻碱的测定 高效液相色谱法	907
GB/T 23884—2009	动物源性饲料中生物胺的测定 高效液相色谱法	913
GB/T 24318—2009	杜马斯燃烧法测定饲料原料中总氮含量及粗蛋白质的计算	921
NY/T 724—2003	饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法	935
NY/T 725—2003	饲料中莫能菌素的测定 高效液相色谱法	939
NY/T 726—2003	饲料中杆菌肽锌的测定 高效液相色谱法	943
NY/T 727—2003	饲料中呋喃唑酮的测定 高效液相色谱法	949
附录	相关行业标准目录	958



中华人民共和国国家标准

GB/T 5917.1—2008
代替 GB/T 5917—1986

饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

Determination of feed particle size—
Two-sieve screening method

2008-08-01 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

GB/T 5917《饲料粉碎粒度测定》包含两部分,第1部分为两层筛筛分法,第2部分为几何平均粒径法。本部分为GB/T 5917的第1部分。

本部分代替GB/T 5917—1986《配合饲料粉碎粒度测定法》。

本部分与GB/T 5917—1986相比主要变化如下:

- 标准名称改为“饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法”;
- 增加了前言部分;
- 将标准的适用范围扩大到配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、单一饲料、饲料添加剂等;
- 引用了GB/T 6005、GB/T 6003.1、GB/T 14699.1—2005;
- 规定试验筛质量要符合GB/T 6005、GB/T 6003.1的要求;
- 规定了“根据不同饲料产品、单一饲料等的质量要求,选用相应规格的两个标准试验筛、一个盲筛(底筛)及一个筛盖”;
- 规定了电动振筛机的振幅、振动频率和筛理运动方式;
- 修改了测定步骤,规定了手工筛分的工作条件;
- 规定了电动振筛机筛分法为仲裁法;
- 将原双试验允许误差不得超过1%,改为“第二层筛筛下物质量的双试验误差不得超过2%”;
- 按GB/T 20001.4的要素要求重新编写了标准的章节。

本部分由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本部分起草单位:河南工业大学。

本部分主要起草人:王卫国、张勇、周孟清、刘珍、张慧茹、李浩楠、张粟。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 5917—1986。

饲料粉碎粒度测定 两层筛筛分法

1 范围

GB/T 5917 的本部分规定了饲料粉碎粒度测定的两层筛筛分法。

本部分适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料、单一饲料的粉碎粒度测定,也可用于饲料添加剂粉碎粒度的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过 GB/T 5917 的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分,然而,鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本部分。

GB/T 6003.1 金属丝编织网试验筛

GB/T 6005 试验筛 金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸

GB/T 14699.1—2005 饲料 采样

3 原理

用规定的标准试验筛在振筛机上或人工对试料进行筛分,测定各层筛上留存物料质量,计算其占试料总质量的百分数。

4 仪器

4.1 标准试验筛

4.1.1 采用金属丝编织的标准试验筛,筛框直径为 200 mm,高度为 50 mm。试验筛筛孔尺寸和金属丝选配等制作质量应符合 GB/T 6005 和 GB/T 6003.1 的规定。

4.1.2 根据不同饲料产品、单一饲料等的质量要求,选用相应规格的两个标准试验筛、一个盲筛(底筛)及一个筛盖。

4.2 振筛机

采用拍击式电动振筛机,筛体振幅 $35\text{ mm} \pm 10\text{ mm}$,振动频率为 $220\text{ 次/min} \pm 20\text{ 次/min}$,拍击次数 $150\text{ 次/min} \pm 10\text{ 次/min}$,筛体的运动方式为平面回转运动。

4.3 天平

感量为 0.01 g 的天平。

5 采样

采样方法按 GB/T 14699.1—2005 的第 4 章、第 5 章、6.1、6.2、6.4、7.1~7.3、8.1、8.3、8.4.2~8.4.6、8.5、第 9 章和第 10 章的规定进行。

6 测定步骤

- 6.1 将标准试验筛和盲筛(4.1.2)按筛孔尺寸由大到小上下叠放。
- 6.2 从试样中称取试料 100.0 g,放入叠放好的组合试验筛的顶层筛内(6.1)。
- 6.3 将装有试料的组合试验筛放入电动振筛机(4.2)上,开动振筛机,连续筛 10 min。在无电振筛机的条件下,可用手工筛理 5 min。筛理时,应使试验筛做平面回转运动,振幅为 25 mm~50mm,振动频率为 120 次/min~180 次/min。

电动振筛机筛分法为仲裁法。

- 6.4 筛分完后将各层筛上物分别收集、称重(精确到 0.1 g),并记录结果。

7 结果计算与表述

7.1 结果计算

按式(1)计算各层筛上物的质量分数:

$$P_i = \frac{m_i}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

P_i ——某层试验筛上留存物料质量占试料总质量的百分数($i=1,2,3$), %;

m_i ——某层试验筛上留存的物料质量($i=1,2,3$),单位为克(g);

m ——试料的总质量,单位为克(g)。

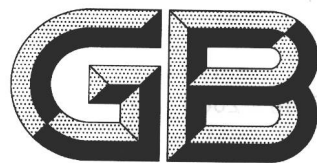
7.2 结果表示

每个试样平行测定两次,以两次测定结果的算术平均值表示,保留至小数点后一位。

筛分时若发现有未经粉碎的谷粒、种子及其他大型杂质,应加以称重并记入实验报告。

8 允许误差

- 8.1 试料过筛的总质量损失不得超过 1%。
- 8.2 第二层筛筛下物质量的两个平行测定值的相对误差不超过 2%。



中华人民共和国国家标准

GB/T 5918—2008
代替 GB/T 5918—1997

饲料产品混合均匀度的测定

Determination of mixing homogeneity for feed products

2008-08-01 发布

2008-11-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5918—1997《配合饲料混合均匀度的测定》。

本标准与 GB/T 5918—1997 的主要技术差异如下：

- 标准名称改为“饲料产品混合均匀度的测定”；
- 增加了前言部分；
- 将标准的适用范围改为“配合饲料、浓缩饲料、精料补充料”；
- 对采样量统一规定为 200 g；
- 对氯离子选择电极法(仲裁法)原理的文字表述、采样与试样制备的内容进行了部分修改；
- 对甲基紫法原理的文字表述、示踪物的制备与添加以及测定步骤中的文字表述进行了部分修改；
- 删除了注意事项部分；
- 按 GB/T 20001.4 的要素要求重新编写了标准的章节。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位：河南工业大学、河南省饲料产品质量监督检验站。

本标准主要起草人：王卫国、苏兰利、王金荣、崔朝霞、林慧仙、贾振民、周红霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 5918—1986、GB/T 5918—1997。

饲料产品混合均匀度的测定

1 范围

本标准规定了饲料产品混合均匀度的两种测定方法,即氯离子选择电极法和甲基紫法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料混合均匀度的检测,也适用于混合机混合性能的测试。

2 规范性引用文件

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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992, neq ISO 3696:1987)

3 氯离子选择电极法(仲裁法)

3.1 原理

通过氯离子选择电极的电极电位对溶液中氯离子的选择性响应来测定氯离子的含量,以同一批次饲料的不同试样中氯离子含量的差异来反映饲料的混合均匀度。

3.2 试剂

以下试剂除特别注明外,均为分析纯。水为蒸馏水,符合 GB/T 6682 的三级用水规定。

3.2.1 硝酸溶液:浓度约为 0.5 mol/L,吸取浓硝酸 35 mL 用水稀释至 1 000 mL。

3.2.2 硝酸钾溶液:浓度约为 2.5 mol/L,称取 252.75 g 硝酸钾于烧杯中,加水微热溶解,用水稀释至 1 000 mL。

3.2.3 氯离子标准溶液:称取经 550 °C 灼烧 1 h 冷却后的氯化钠 8.244 0 g 于烧杯中,加水微热溶解,转入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,溶液中含氯离子 5 mg/mL。

3.3 仪器

3.3.1 氯离子选择电极。

3.3.2 双盐桥甘汞电极。

3.3.3 酸度计或电位计:精度 0.2 mV。

3.3.4 磁力搅拌器。

3.3.5 烧杯:100 mL, 250 mL。

3.3.6 移液管:1 mL, 5 mL, 10 mL。

3.3.7 容量瓶:50 mL。

3.3.8 分析天平:感量 0.000 1 g。

3.4 采样

3.4.1 本法所需样品应单独采取。

3.4.2 每一批饲料产品抽取 10 个有代表性的原始样品,每个样品的采样量约 200 g。取样点的确定应考虑各方位的深度、袋数或料流的代表性,但每一个样品应由一点集中取样。取样时不允许有任何翻动或混合。

3.5 试样制备

将每个样品在实验室内充分混合。颗粒饲料样品需粉碎通过 1.40 mm 筛孔。

3.6 分析步骤

3.6.1 标准曲线绘制

精确量取氯离子标准工作溶液(3.2.3)0.1,0.2,0.4,0.6,1.2,2.0,4.0和6.0 mL于50 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸溶液(3.2.1)和10 mL硝酸钾溶液(3.2.2),用水稀释至刻度,摇匀,即可得到0.50,1.00,2.00,3.00,6.00,10.00,20.00和30.00 mg/50 mL的氯离子标准系列,将他们倒入100 mL的干燥烧杯中,放入磁力搅拌子一粒,以氯离子选择电极为指示电极,甘汞电极为参比电极,搅拌3 min。在酸度计或电位计上读取电位值(mV),以溶液的电位值为纵坐标,氯离子浓度为横坐标,在半对数坐标纸上绘制出标准曲线。

3.6.2 试液制备

准确称取试料 $10.00 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$ 置于250 mL烧杯中,准确加入100 mL水,搅拌10 min,静置澄清,用干燥的中速定性滤纸过滤,滤液作为试液备用。

3.6.3 试液的测定

准确吸取试液10 mL,置于50 mL容量瓶中,加入5 mL硝酸溶液(3.2.1)和10 mL硝酸钾溶液(3.2.2),用水稀释至刻度,摇匀,然后倒入100 mL的干燥烧杯中,放入磁力搅拌子一粒,以氯离子选择电极为指示电极,甘汞电极为参比电极,搅拌3 min。在酸度计或电位计上读取电位值(mV),从标准曲线上求得氯离子浓度的对应值 X 。按此步骤依次测定出同一批次的10个试液中的氯离子浓度 $X_1, X_2, X_3, \dots, X_{10}$ 。

3.7 结果计算

3.7.1 试液氯离子浓度平均值 $\bar{X}$

试液氯离子浓度平均值 $\bar{X}$ 按式(1)计算:

$$\bar{X} = \frac{X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_{10}}{10} \quad \dots\dots\dots(1)$$

3.7.2 试液氯离子浓度的标准差 S

试液氯离子浓度的标准差 S 按式(2)计算:

$$S = \sqrt{\frac{(X_1 - \bar{X})^2 + (X_2 - \bar{X})^2 + (X_3 - \bar{X})^2 + \dots + (X_{10} - \bar{X})^2}{10 - 1}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

3.7.3 混合均匀度值

混合均匀度值以同一批次的10个试液中氯离子浓度的变异系数 CV 值表示, CV 值越大,混合均匀度越差。

10个试液中氯离子浓度的变异系数 CV 值(%)按式(3)计算:

$$CV = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

计算结果精确到小数点后两位。

4 甲基紫法

4.1 适用范围的限定

本法主要适用于混合机和饲料加工工艺中混合均匀度的测定。不适用于添加有苜蓿粉、槐叶粉等含色素组分的饲料产品混合均匀度的测定。

4.2 方法原理

本法以甲基紫色素作为示踪物,在大批饲料加入混合机后,再将甲基紫与添加剂一起加入混合机,混合规定时间,然后取样,以比色法测定样品中甲基紫的含量,以同一批次饲料的不同试样中甲基紫含量的差异来反映饲料的混合均匀度。