

黄福辉 周荣昌 编著

粮油饲料检测技术



中国商

社

粮油饲料检测技术

黄福辉 周荣昌 编 著

13017-010-1105-1W821
中国商业出版社

粮 油 饲 料 检 测 技 术

黄福辉 周荣昌 编著

※

中国商业出版社出版

中国商业出版社中南书社发行

湖南省常德市建民印刷厂印刷

※

787×1092毫米 1/32 5.5印张 119千字

1989年5月第1版 1989年7月湖南第1次印刷

印数：1—7000册 定价：2.20元

ISBN7—5044—0461—6/F·298

前 言

我国经济建设飞速发展，粮食丰收，饲料工业起步腾飞，必须加强粮油饲料检测工作。贯彻粮油质量标准、卫生标准，以满足人民生活日益提高的需要；进行饲料检测，保证饲料质量，以提高饲料效果和经济效益，促进养殖业由传统的饲养方法向科学饲养转化，以适应四化建设的需要。

参考有关资料，结合我们多年的实践经验，特编著《粮油饲料检测技术》一书，，适于从事粮油饲料工作的业务技术人员作岗位培训教材，亦是粮库检验员、防化员、保管员及饲料检验员、加工人员的技术良友，同时可供粮食学校的师生学习参考。

由于我们水平所限，书中缺点错误之处，敬请读者批评指正。

编 者

1988年8月

目 录

第一章 粮油饲料成分分析	(1)
第一节 水分的测定.....	(1)
第二节 粗脂肪的测定.....	(7)
第三节 粗蛋白质的测定.....	(10)
第四节 还原糖的测定.....	(16)
第五节 非还原糖与总糖的测定.....	(21)
第六节 淀粉的测定.....	(24)
第七节 粗纤维素的测定.....	(27)
第八节 灰分的测定.....	(30)
第二章 粮油品质化学检测	(33)
第一节 粮食酸度的测定.....	(33)
第二节 粮食脂肪酸值的测定.....	(35)
第三节 粮食粘度的测定.....	(39)
第四节 淀粉碘蓝值的测定.....	(45)
第五节 油脂酸价的测定.....	(46)
第六节 油脂杂物的测定.....	(48)
第七节 皂化价的测定.....	(49)
第八节 碘价的测定.....	(52)
第九节 过氧化物价的测定.....	(55)
第十节 酯价的测定.....	(56)

第十一节	磷脂的测定	(57)
第十二节	柠檬醛含量的测定	(60)
第十三节	食用油互混检验	(65)
第三章	粮油饲料中有毒物质的测定	(69)
第一节	农药残留量的测定	(69)
第二节	储粮薰蒸剂残留量的测定	(72)
第三节	金属毒物的测定	(78)
第四节	植物、矿物毒品的测定	(90)
第五节	粮油饲料中黄曲霉毒素B ₁ 的测定	(104)
第四章	粮油综合利用产品的检测	(115)
第一节	白酒质量的检测	(115)
第二节	饴糖品质的测定	(119)
第三节	肌醇的测定	(121)
第四节	丙酮及糠醛含量的测定	(122)
第五节	磷脂有机肥料的测定	(124)
第五章	饲料质量检验	(136)
第一节	原料鉴别	(136)
第二节	鱼粉的测定	(137)
第三节	无氮浸出物的计算	(142)
第四节	钙含量的测定	(142)
第五节	磷含量的测定	(144)
第六节	盐分含量的测定	(146)
第七节	能量的测算	(148)
附录:		
一、	粮油质量标准表	(152)

二、猪鸡配合饲料营养成分指标表.....	(164)
三、几种标准溶液的配制和标定.....	(166)

第一章 粮油饲料成分分析

第一节 水分的测定

一、105°C恒重法

1、仪器和用具

(1) 电热恒温箱;

(2) 分析天平: 感量0.001克;

(3) 实验室用电动粉碎机或手摇粉碎机;

(4) 谷物选筛;

(5) 备有变色硅胶的干燥器(变色硅胶一经呈现红色就不能继续使用,应在130~140℃温度下烘至全部呈蓝色后再用)。

(6) 铝盒: 内径4.5厘米、高2厘米。

2、试样制备:

从平均样品中分取一定样品,按表1规定的方法制备试样。

试样制备方法表

表 1

粮 种	分样数量 (g)	制 备 方 法
粒状原粮和成品粮	30—50	除去大样杂质和矿物质，粉碎细度通过 1.5 mm 圆孔筛的不少于 90%。
大 豆	30—50	除去大样杂质和矿物质，粉碎细度通过 2 mm 圆孔筛不少于 90%。
花生仁、桐仁等	约 50	取净仁用手摇切片机或小刀切成 0.5 mm 以下的薄片或剪碎
花生果、茶籽、桐子、蓖麻籽、等	约 100	取净果(籽)剥壳，分别称重，计算壳、仁百分比，将壳磨碎或研碎；将仁切成薄片
棉子、葵花子等	约 30	取净籽剪碎或用研钵敲碎
油菜籽、芝麻等	约 30	除去大样杂质的整粒试样
甘 薯 片	约 100	取净片粉碎，细度同粒状粮
甘薯丝、甘薯条	约 100	取净丝、条粉碎，细度同粒状粮

3、操作方法

(1) 定温：使烘箱中温度计的水银球距离烘网 2.5 厘米左右，调节烘箱温度定在 $105 \pm 2^{\circ}\text{C}$

(2) 烘干铝盒：取干净的空铝盒，放在烘箱内温度计水银球下烘网上，烘 30 分钟至 1 小时取出，置于干燥器内冷却至室温，取出称重，再烘 30 分钟，烘至前后两次重量差不超过 0.005 克，即为恒重。

(3) 称取试样：用烘至恒重的铝盒 (W_0) 称取试样约 3 克，对带壳油料可按仁、壳比例称样或将仁壳分别称样 (W_1 ，准确至 0.001 克)。

(4) 烘干试样：将铝盒盖套在盒底上，放入烘箱内温度计周围的烘网上，在 105℃ 温度下烘 3 小时（油料烘 90 分钟）后取出铝盒，加盖，置于干燥器内冷却至室温，取出称重后，再按以上方法进行复烘，每隔 30 分钟取出冷却称重一次，烘至前后两次重量差不超过 0.005 克为止。如后一次重量高于前一次重量，以前一次重量计算 (W_2)。

4、结果计算

粮食、油料含水量按公式 (1) 计算：

$$\text{水分}(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中： W_0 ——铝盒重，克；

W_1 ——烘前试样和铝盒重，克；

W_2 ——烘后试样和铝盒重，克；

对带壳油料按仁、壳分别测定水分时，则带壳油料含水量按公式 (2) 计算：

$$\text{水分}(\%) = M_1 \times \frac{A}{100} + M_2 \times \frac{(100 - A)}{100} \dots\dots (2)$$

式中： M_1 ——仁水分百分率，%；

M_2 ——壳水分百分率，%；

A ——出仁总量百分率，%。

双试验结果允许差不超过 0.2%，求其平均数，即为测定结果。测定结果取小数点后第一位。

采取其他方法测定含水量时，其结果与此方法比较不超过0.5%。

二、定温定时烘干法

1、仪器和用具：同105℃恒重法 1

2、试样制备：同105℃恒重法 2

3、试样用量计算：

本法用定量试样，先计算铝盒底面积，再按每平方厘米为0.126克计算试样用量（底面积 $\times$ 0.126）。如用直径4.5厘米的铝盒，试样用量为2克，用直径5.5厘米的铝盒，试样用量为3克。

4、操作方法

用已烘至恒重的铝盒称取定量试样（准确至0.001克），待烘箱温度升至135~145℃时，将盛有试样的铝盒送入箱内温度计周围的烘网上，在5分钟内，将烘箱温度调到 $130 \pm 2^\circ\text{C}$ ，开始计时，烘40分钟后取出放干燥器内冷却称重。

5、结果计算

定温定时法的含水量计算与105℃恒重法4相同。

三、两次烘干法

粮食饲料水分在18%以上，大豆、甘薯片水分在14%以上，油料水分在13%以上，采取两次烘干法。

1、第一次烘干

称取整粒试样20克(W ，准确至0.001克)，放入直径10或15厘米、高2厘米的烘盒中摊平。粮食在105℃温度下，大豆和油料在70℃温度下烘30~40分钟。饲料在105℃烘箱中烘15分钟，再降至65℃，烘5~6小时取出，自然冷却至恒重(两次称置差不超过0.005克)，为此。第一次烘后试样重量(W_1)。

2、第二次烘干

试样制备及操作方法与105恒重法相同。

3、结果计算

用两次烘干法测定含水量时按公式(3)计算：

$$\text{水分}(\%) = \frac{W \cdot W_2 - W_1 \cdot W_3}{W \cdot W_2} \times 100 \dots \dots (3)$$

式中： W ——第一次烘前试样重量，克；

W_1 ——第一次烘后试样重量，克；

W_2 ——第二次烘前试样重量，克；

W_3 ——第二次烘后试样重量，克；

双试验结果允许差不超过0.2%，求其平均数，即为测定结果。测定结果取小数点后第一位。

四、甲苯蒸馏法

1、仪器(如图1)

(1) 500毫升短颈圆底烧瓶

(2) 水分测定管

(3) 直形冷凝管、外管长40厘米

2、操作方法

使用水分测定器前全部仪器应清洁，并置烘箱中烘干后再用。称取样品50克、置于500毫升的短颈圆底烧瓶、加甲苯100毫升、将仪器各部连接好、自冷凝管顶端加甲苯至充满水分测定管的狭细部分，将狭瓶置于封闭式电炉上加热，以每秒钟馏出二滴为宜。待水分完全馏出，即测定管刻度部分的水量不再增加时，用甲苯冲冷凝管内部，将管壁上附着的甲苯推下，继续蒸馏5分钟，待冷至室温，拆下装置，如有水粘附在测定管的管壁上，可用蘸甲苯的铜丝推下放置，使水分与甲苯完全分层，检读水量，读数乘2即为水分的百分数。

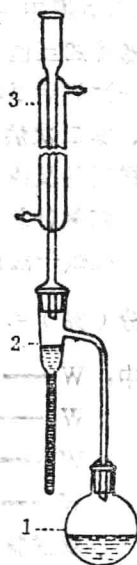


图1、水分蒸馏装置

1、短颈圆底烧瓶，

2、水分测定器，

3、直形冷凝管。

第二节 粗脂肪的测定

一、索氏抽提法

1、仪器和用具

- (1) 分析天平：感量0.0001克；
- (2) 电热恒温箱；
- (3) 电热恒温水浴锅；
- (4) 粉碎机，研钵；
- (5) 各有变色硅胶的干燥器；
- (6) 滤纸筒；
- (7) 索氏抽器一套(各部件见图2)
- (8) 广口瓶、脱脂线、脱脂棉、脱脂细砂。

2、试剂：无水乙醚(A.R)

3、样品制备

(1) 禾谷类粮食和豆类(花生除外)分取除去杂质的净试样30~50克，磨碎通过直径1.0毫米圆孔筛装入广口瓶内备用。

(2) 小粒油料如芝麻、油菜籽、亚麻籽等分取除去杂质的净试样20克，装入广口瓶内备用。

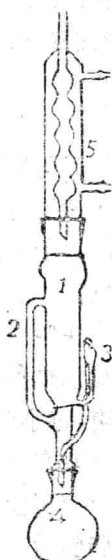


图2 索氏抽提器

- 1 抽提瓶 2 联接管
- 3 虹吸管 4 提取瓶
- 5 冷凝管

(3) 大粒油料如花生果、蓖麻籽、葵花籽籽茶等分取30~50克样品，除杂后，逐粒剥壳，仁、壳分别称重，计算仁出总量百分率，然后将仁剪碎或切片，装入广口瓶内备用。

4、操作方法

(1) 试样包扎：从备用的样品中，用烘盒称取2~5克试样，在105℃温度下烘30分钟，趁热倒入研钵中，加入约2克脱脂细砂一同研磨。将试样和细砂研到出油状后，干净地转入滤纸筒内（筒底塞一层脱脂棉，并在105℃温度下烘30分钟），用脱脂棉蘸揩净研钵上的试样和脂肪，并入滤纸筒内，最后再用脱脂棉塞入上部，压住试样。

(2) 抽提与烘干：将抽提器安装妥当，然后将装有试样的滤纸筒置于抽提筒内，同时注入乙醚至虹吸管高度以上，待乙醚流净后，再加入乙醚至虹吸管高度的三分之二处。用一小块脱脂棉轻轻地塞入冷凝管上口，打开冷凝管进水管，开始加热抽提。加热的温度以每分钟回流的乙醚在120~150滴，每小时回流七次以上。抽提的时间须视试样含油量而定，一般在8小时以上，抽提至抽提管内的乙醚用玻璃片检查（点滴实验）无油迹为止。

抽净脂肪后，用长柄镊子取出滤纸筒，再加热使乙醚回流2次，然后收回乙醚，取下冷凝管和抽提筒，加热除尽抽提瓶中残余的乙醚，用脱脂棉蘸揩净抽提瓶外部，然后将抽提瓶在105℃温度下先烘90分钟，再烘20分钟，烘至恒重为止（前后二次重量差在0.0002克以内即视为恒重）。抽提瓶增加的重量即为粗脂肪的重量。

5、结果计算：

粗脂肪湿基含量、干基含量和标准水杂下含量分别按公式（1）、（2）和（3）计算：

$$\text{粗脂肪（湿基\%）} = \frac{W_1}{W} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{粗脂肪（干基\%）} = \frac{W_1}{W(100-M)} \times 10000 \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{粗脂肪（标准水杂下，\%）} = \frac{W_1(100-M_{\text{标}})}{W(100-M)} \times 100 \dots\dots (3)$$

式中， W_1 ——粗脂肪重量，克；

W ——试样重量，克；

M ——试样水分百分率，%；

$M_{\text{标}}$ ——试样标准水分、标准杂质之和，%。

双试验结果允许差：粮食不超过0.1%、油料不超过0.4%；大豆不超过0.2%，求其平均数，即为测定结果。测定结果取小数点后第一位。

如测定带壳粗料油脂含量，则必须分别用公式（4）和公式（5）进行换算：

$$\text{带壳油料粗脂肪（湿基\%）} = \frac{N \times A}{100} \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{带壳油料粗脂肪（干基\%）} = \frac{N \times A}{100 - M} \dots\dots\dots (5)$$

式中： N ——带壳油料子仁粗脂肪湿基含量百分率，%；

A ——带壳油料出仁总量百分率，%；

M ——带壳油料水分百分率，%。

二、快速法（抽滤浸洗法）

这种方法是以前石油醚（沸点 $60\sim 90^{\circ}\text{C}$ ）代替乙醚，以洗涤代替浸抽，可将浸抽时间缩短到 $5\sim 9$ 分钟。

操作过程

（1）先以三号滤片的10毫升玻璃过滤器与50毫升已知重量的三角烧瓶各一只作成洗滤装置。

（2）精确称取磨细样品 $0.3\sim 0.5$ 克，置于玛瑙玻璃研钵中，加洁净的石英砂2克和无水硫酸钠2克一并研磨3分钟，移入玻璃滤器中，上面盖以少许脱脂棉，然后以每次3毫升石油醚冲洗数次，并用抽气过滤，洗涤次数以含油量高低而异，洗 $5\sim 6$ 次即可，洗后将三角瓶内的石油醚收回，移入 100°C 的烘箱中烘至恒重计算油脂含量百分率。

第三节 粗蛋白质的测定

蛋白质含量的测定是测定氮量换算出来的粮食中含氮物主要是蛋白质，此外还有少量的非蛋白质氮。所测定的氮量如果包括蛋白质氮和非蛋白质氮，其换算出来的蛋白质是不纯蛋白质，因而把这种测定结果叫做粗蛋白质以区别纯蛋白质含量，如果不用系数换算时，其结果叫做总氮量。欲测定纯蛋白质含量，首先必须去掉试样中的非蛋白质的含氮物质，然后才能得纯蛋白质。

一、凯氏半微量法