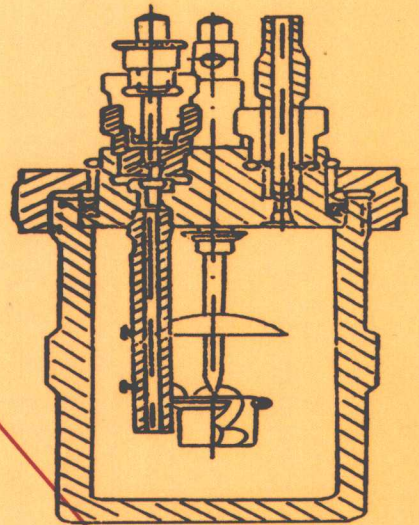


Siliao Fenxi yu Zhiliang Jiance

饲料分析

与质量检测

主 编 夏长友
副主编 马 辉 刘玉芹
 郑基奎 郑亚芳



东北林业大学出版社

饲料分析与质量检测

主 编 夏长友
副主编 马 辉 刘玉芹
郑基奎 郑亚芳

东北林业大学出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

饲料分析与质量检测/夏长友主编. —哈尔滨: 东北林业大学出版社, 2008. 8
ISBN 978-7-81131-096-2

I. 饲… II. 夏… III. ①饲料分析②饲料—检测 IV. S816.17

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 137063 号

责任编辑: 卢 伟

封面设计: 彭 宇



NEFUP

饲料分析与质量检测

Siliao Fenxi Yu Zhiliang Jiance

主 编 夏长友

副主编 马 辉 刘玉芹 郑基奎 郑亚芳

东北林业大学出版社出版发行

(哈尔滨市和兴路 26 号)

哈尔滨天兴速达印务有限责任公司印装

开本 787 × 1092 1/16 印张 11.5 字数 262 千字

2008 年 8 月第 1 版 2008 年 8 月第 1 次印刷

印数 1—1 000 册

ISBN 978-7-81131-096-2

S · 451 定价: 25.00 元

ISBN 978-7-81131-096-2



9 787811 310962 >

定价:25.00元

前 言

随着我国畜牧业的快速发展，饲料作为畜牧业发展的重要条件之一显得尤为重要，饲料质量如何决定家畜和家禽的成长快慢和质量的好坏。饲料由各种饲料原料按规定比例构成，饲料中各种原料成分的检测非常关键，只有建立科学合理的饲料分析与质量检测方法，才能准确把握饲料原料的营养价值，才能根据不同动物的生理特征和相关需求，配置出最优的饲料配方，从而促进我国畜牧业的又好又快发展。

本书主要包括：饲料样本的采集与制备；饲料中常规营养成分分析测定：水分、粗蛋白、粗脂肪、粗纤维、总能、灰分、钙、磷、无氮浸出物等；饲料中纤维素成分的分析；氨基酸含量的分析；维生素含量的分析；微量元素含量的分析；饲料中有毒有害成分的检测：黄曲霉毒素 B₁、菜籽饼粕中呋喃硫酮、重金属元素等；饲料原料质量检测：鱼粉掺假、配合饲料混合物均匀的检测、饲料中水溶性氯化物测定、饲料原料质量检测等；配合饲料均匀度分析；常用饲料中养分含量标准等。

本书适用于高职院校畜牧兽医专业本、专科生及饲料厂化验员，可用作高校相关专业本、专科生教材。由于编者水平有限，书中如有错误和不足之处，请广大读者和专家批评指正，以便今后修改补充、日臻完善。

编 者
2008 年 8 月

目 录

第一章 饲料分析样本的采集与制备	(1)
第一节 饲料样本采集与制样方法	(1)
第二节 风干样本的制备	(6)
第三节 新鲜与半干样本的制备(附:初水分测定)	(7)
第四节 样本的登记与保管	(7)
第二章 饲料常规营养成分含量的分析	(9)
第一节 饲料中水分的测定	(9)
第二节 饲料中粗蛋白质的测定(半微量定氮仪法)	(9)
第三节 饲料中粗脂肪的测定	(11)
第四节 饲料中粗灰分的测定	(12)
第五节 饲料中钙的测定	(12)
第六节 饲料中总磷量的测定	(13)
第七节 饲料中粗纤维的测定	(14)
第八节 饲料中总能的测定	(16)
第九节 饲料中氯化胆碱含量的测定	(25)
第三章 纤维素的分析测定	(27)
第一节 范氏(Van Soest)中性洗涤纤维(NDF)和酸性洗涤纤维(ADF)的 测定方法	(27)
第二节 饲料中纤维素、半纤维素、木质素含量的测定	(30)
第四章 氨基酸的分析测定	(33)
第一节 高效液相色谱法(HPLC)的分析测定	(34)
第二节 氨基酸的自动分析	(40)
第五章 维生素的分析测定	(44)
第一节 概 述	(44)
第二节 维生素 A 醋酸酯微粒(饲料添加剂)的分析测定	(50)
第三节 饲料添加剂维生素 E 粉的分析测定	(53)
第四节 维生素 K ₃ (亚硫酸氢钠甲萘醌)的分析测定	(55)
第五节 采用 HPLC 测定配合饲料和预混合饲料中的维生素 D ₃	(60)
第六节 维生素 B ₁ (盐酸硫胺素)的分析测定	(62)
第七节 饲料添加剂维生素 B ₂ (核黄素)的分析测定	(66)
第八节 饲料添加剂维生素 B ₆ 的分析测定	(69)
第九节 饲料添加剂维生素 B ₁₂ (氰钴胺)粉剂的分析测定	(72)
第十节 饲料添加剂维生素 C(抗坏血酸)的分析测定	(74)

第十一节	饲料添加剂烟酸的分析测定	(77)
第十二节	饲料添加剂烟酰胺的分析测定	(81)
第十三节	饲料添加剂 D - 泛钙酸的分析测定	(84)
第十四节	饲料添加剂叶酸的分析测定	(88)
第十五节	饲料添加剂生物素的分析测定	(91)
第六章	微量元素的分析测定	(93)
第一节	预混物中微量元素的定性检测	(97)
第二节	砷、重金属(以铅计)的检测	(101)
第三节	饲料级矿物质添加剂的测定	(103)
第七章	饲料中有毒有害成分的分析测定	(109)
第一节	饲料中黄曲霉毒素 B ₁ 的分析测定	(109)
第二节	配合饲料中游离棉酚的分析测定——分光光度计法	(118)
第三节	油菜籽和菜籽粕中有害成分的测定	(121)
第四节	饲料中有毒元素砷、重金属及农药六六六、滴滴涕的检测	(126)
第五节	饲料中有毒元素(Hg, As, Pb, Cr, Cd, F)的分析测定	(128)
第八章	饲料质量检测	(143)
第一节	鱼粉掺假检测及真蛋白质的测定	(143)
第二节	配合饲料混合物均匀的检测	(147)
第三节	饲料中水溶性氯化物测定	(149)
第四节	饲料原料质量检测	(151)
附	中国饲料成分及营养价值表	(158)

第一章 饲料分析样本的采集与制备

第一节 饲料样本采集与制样方法

一、采集样本的目的和要求

由一种物品中采集供给分析的样本称为采样。饲料分析的第一步是采集样本。采样和分样是两个极为重要的步骤。对饲料加工业来说，采样左右着许多方面的决策，并且这种影响面要比通常认为的广。因此，在制订整个品质控制方案中，如何获得有代表性的样品是最关键的一个步骤。所以要求所采集的样本必须能代表全部被分析的原料。如果样本不代表整批饲料，那么，无论分析了多少个样本的数据，其意义都不大。饲料组分的可变性很大，这一捆干草的饲料价值与下一捆干草的饲料价值并不一样。因此，正确采样应该从有不同代表性的区域取9个样点，然后把这些样本充分混合，使其成为整个饲料的代表样本，然后再从中分出一小部分作为分析样本之用。因此，这最后分析的结果就作为代表整个被采样本饲料的平均值。

关于样本的定义与分类，由于饲料样本有着各种不同的用途，因此，在实践中有必要把各类样本的定义分类如下：

(1) 核对样本 这是指把同一个样本在分为若干份样本后，再分别送往多个实验室进行分析测定。根据化验结果的方差来核对某一测定方法的准确性。例如，美国饲料监测局的“联合核对样本”及美国油料化学协会的“核对样本 (check samples)”。

(2) 混合样本 把来自一个大批货物（如一船、一卡车等）的多个样本混合以后，用来测定这批货物的平均组成成分。

(3) 单一样本 采自一小批饲料的样本，可用于分析该批饲料的成分变异或混合均匀度等。

(4) 平行样本 将同一个样本一分为二，分别送往两个不同实验室进行分析测定。通常用来比较两个实验室之间分析结果的差异。

(5) 官方样本 指由政府采取的样本，常用于制定规格。

(6) 商业样本 指由卖方发货时，一同送往买方的样本。

(7) 仲裁样本 指由公正的采样员采取的样本。然后送往仲裁实验室分析化验，以有助于买卖双方在商业贸易工作中达成协议。

(8) 参考样本 指具有特定性质的样本，在购买原料时可作为参考比较，或用于鉴定成品与之有无颜色、结构及其他表现特征上的区别。

(9) 备用样本 指在发货后留下的样品，供急需时备用。

(10) 标准样本 是指由权威实验室仔细分析化验后的样本。如再由其他实验室进

行分析化验，可用标准样本来校正或确定某一测定方法或某种仪器的准确性。例如，美国国家标准局的药物样本。标准样品常用于纯的化学药品及维生素等。

(11) 化验样本 亦称“工作样本”，指送往化验室或检验站分析的样本。

采样的责任 要使采样合乎规范化，则必须加强管理。管理人员必须熟悉各种原料，加工工艺、产品，必须严格规定各种采样方法的步骤以及采用特定的仪器设备。此外管理人员应确保采样人员在采样方法及采样原料的基本特点等方面受到指导。

采样人员应明白自己是饲料厂管理及产品质量的“眼睛”。采样人员最主要的责任是发现和报告一切异常的情况。

对采样系统的要求有两点：一是对采样人员的教育与培训；二是对采样工具（包括手动和自动）的正确设计和安装，工具制造原料要耐磨损而且应该是不易损坏的材料（如不锈钢）。

二、样本采集的方法和原则

从生产现场如田间、牧地、仓库、青贮窖、试验场等大量分析对象中采集的样本叫原始样本。原始样本应尽量从大批（或大数量）饲料或大面积牧地上按照不同的部位即浓度和广度来采取，保证每一小部分的成分与其全部的成分完全相同。然后，从原始样本中制备分析样本。

（一）均匀性质的物品

单相的液体或搅拌均匀的籽实、磨成粉末的物品，可用“四分法”来缩减原始样本。方法是：将籽实、粉末及可研碎的物品置于一张方形纸或塑料布上（大小视样本多少而定）。提起纸的一角，使籽实或粉末流向对角，随即提起对角使籽实或粉末等流回，如此，将四角轮流反复提起，使粉末反复移动混合均匀，然后将籽实、粉末等铺平，用药铲、刀子或其他适当器具，从中画一“十”字以对角线相连接，将样品分成4等份，除去对角的两份，将剩余的两份如前述混合均匀，再分成4等份，重复上述过程，直至剩余样本数量与测定所需要的用量相接近时为止。

大量的籽实、粉末也可在洁净的地板上堆成锥形，然后，用铲将堆移至另一处，移动时将每一铲饲料倒于前一铲饲料之上。这样使籽实、粉末由锥顶向下流到周围，如此反复移动3次以上，即可混合均匀。最后，将饲料堆成圆锥形，将顶部略压平使之呈圆台状，再从上部中间分割为十字形的4等份，弃去对角线的两部分，缩减1/2，然后，如上法缩减至适当数量为止。一般饲料样本缩分至500g左右即可作为分析用样本，然后送实验室供化学分析之用。

（二）不均匀性质的物品

对于不均匀的物品如各种粗饲料、块根、块茎饲料、家畜屠体等，则需要较复杂的采样技术。其复杂程度随物品体积的大小和不均匀性质的情况而定。一般可采用“几何法”，具体方法如下：把整个一堆物质看成一种具有规则的几何立体，如立方体、圆柱体、圆锥体等。取样时先将该立体分成若干体积相等的部分，这些部分必须在全体中分布得均匀，而不只是在表面或只是在一面。从这些部分中取出体积相等的样本，称之为支样，将这些支样混合后即为“初级样本”。如此，重复取样多次，得到一系列逐渐

减少的样本叫“初级”、“次级”、“三级”等样本，然后由最后一级样品中制备分析用样本。

对配合饲料或混合饲料来说，如在水平卧式或垂直式混合机（搅拌机）里的饲料进行采样，其采样方法相对而言就比较容易。在肯定饲料充分混合均匀了，那么，样本的采取就可以从混合机的出口处定期（或定时）地取样，其取样的间隔应该是随机的。

混合饲料中不同成分的颗粒料大小及吸湿性可能不一样，这会给混合饲料准确采样带来麻烦。因此，在某些情况下，将混合饲料含有的成分单独进行分析就更为确切。当然，这必须注意在称重上要无误并且是混合均匀的饲料。

总之，采取具有代表性样本的原则是，尽可能地考虑到采取被检饲料的各个不同部分，并把它们磨碎至相当程度（粉碎度要求40~60目），以便增加其均匀性和便于溶样。

三、采样与制备方法

由于饲料种类各异，分析目的不同，采样的方法也有各种各样。

（一）粉料和颗粒料

这类饲料包括磨成粉末的各种谷物和糠麸以及配合饲料或混合饲料、预混料等。这类饲料的采集由于贮存的地方不同，又分为散装、袋装、仓装三种。

1. 散装

散装的原料应在机械运输过程中的不同场所（如滑运道、传送带等处）取样。如果在机械运输过程中未能取样，那么可用探棒取样，但应避免因饲料原料不匀而造成的错误取样。

（1）散装车厢原料及产品 使用抽样锥自每车至少10个不同角落处采样。方法是使用短柄大锥的探针，从距离边缘0.5 m和中间五个不同的地方、不同的深度选取。将从汽车运输散状和颗粒产品中采取的原始样本置于样本容器中混合之，并以“四分法”缩样。

（2）装货柜车原料及产品 从专用汽车和火车车厢里选取散状和颗粒状产品的原始样本可使用抽样锥，自货柜车5~8个不同角落处抽取样品，也可在卸车时用长柄勺、自动选样器或机械选样器等，间隔相同时间，截断落下的料流选取，置于样本容器中混合之，再按“四分法”缩样至适当量。

2. 袋装（包装）

关于袋装饲料的取样问题，可从袋装货运时应用探棒从几个袋中取样，以获得混合的样品。至于从一批货中该取多少袋样品，则有好几个不同的理论。最简单的一种就是按总袋数的10%来抽取代表样品。

（1）袋装车厢原料及产品 使用抽样锥随意地自至少10%袋数的饲料中采取，方法如下。

对编织袋包装的散状或颗粒状饲料的原始样本，用口袋探针从口袋上下两个部位选取。或将料袋放平，从料袋的头到底，斜对角地插入取样器。插探针（取样器）前用软刷刷净选定的位置，插入时应使槽向下，然后转180°，再取出。取完样本将袋口封

好，而用聚乙烯衬的纸袋或编织袋包装的散状成品的原始样本，用短柄大锥体口袋探针从拆了线的口袋中上、中、下三个部位选取，而颗粒状产品的原始样本，是用勺子在拆了线的口袋的上部选取。将采取的原始样本置于样本容器中混合之，按“四分法”缩样至适当量。袋装饲料采样方案见表 1.1。

表 1.1 袋装饲料采集方案

饲料包装单位/袋	取样包装单位/袋
10 以下	每袋取样
10 ~ 100	随机选取 10 袋
100 以上	从 10 个包装单位取样，每增加 100 个包装单位 需补采 3 个单位

(2) 袋装货柜车原料及产品 使用抽样锥随意地自至少 10% 袋数的饲料抽样，置于样本容器中混合之。

(3) 仓装 一种方法是原始样本在饲料进入包装车间或成品库的流水线或传送带上，贮塔下、料斗下、秤上或工艺设备上选取。其方法是用长柄勺，自动或机械式选样器，间隔时间相同，截断落下的饲料流，选择的时间应根据产品移动的速度来确定，同时要考虑到每批选取的原始样本的总质量。对于饲料磷酸盐、动物性饲料粉和鱼粉应不少于 2 kg，而其他饲料产品则不低于 4 kg。

另一种是贮藏在饲料库中的散状产品的原始样本。采样是在料层 1.5 m 以下时从车厢中作探针选取，料层在 1.5 m 以上时，使用有旋杆的探针。采样前先将层表面划分 6 个等份，在每一部分的四方形对角线的四角和交叉点五个不同地方采样。料层厚度在 0.75 m 以下时，从两层中选取，即从距料层表面 10 ~ 15cm 深处的上层和靠近地面上的下层选取。当料层厚度在 0.75 m 以上时，从三层中选取，即从距料层表面 10 ~ 15cm 深处的上层、中层和靠近地面的下层选取。在任何情况下，原始样本都是先从上层，然后是中层、下层选取的。颗粒状产品的原始样本是用长柄勺或短柄大锥体探针，在不少于 30 cm 的深处选取的。

贮藏在贮塔中的散状或颗粒状产品的原始样本，是在其移入另一贮塔或仓库时选取的。

将所抽取的原始样本（包括散装、袋装和仓装）混合搅拌均匀，使用四分法采取 500 g 样品，以粉碎机粉碎通过 1 mm 筛网，混合均匀后盛于两个样品瓶中，一份供鉴定或分析化验用，另一份供检查用（注意封闭，放在干燥洁净处保存 1 个月）。如为不易粉碎的样品，则应尽量磨碎，尤其要注意的是如果所采取的样本为添加剂预混料，由于其粒度小，故制备时应避免样品小颗粒的丢失。

(二) 液体原料

1. 动物性油脂

在—批饲料中由 10% 的包装单位如桶装中采集平均样本，最少不低于三个包装单位。在每一包装单位中至少选择三个部位取样，由—批饲料中采取的平均样本应为 600

g 左右。所使用的取样工具是空心探针（这种取样器实际上是一个镀镍或不锈钢的金属管子），直径为 25 mm，长度为 750 mm，管壁有长度为 715 mm，宽度为 131 mm 的孔，孔的边缘应为圆滑的，管的下端应为圆锥形的，与内壁成 15°角，管上端装有把柄。采样时先打开装有饲料油脂的桶，然后在距油脂层表面深约 50cm 处取样。油脂样本应放在清洁干燥的罐中，通过热水浴加热至油膏状充分搅拌均匀。

2. 糖蜜

糖蜜等浓稠饲料由于富有黏性或含有固形物，故其取样方法较特殊，不能用上述工具采样。一般可在其卸料过程中采用抓取法采样。这同干料的“速脱钩”法类似。可定时用勺等器皿随机取样（约 500 g）即可。例如，分析用糖蜜平均样本可直接由工厂的铁路槽车或仓库采集。用特制的采样器通过槽车和仓库上面的舱口上、中、下三层采集。所采样本的体积为每吨糖蜜至少 1 L。原始样本用木铲充分搅拌后即可作为平均样本。

3. 油饼类

由于加工取样的方法不同，油饼的形状各异，如大块的油饼有方形和圆形两种。一般从堆积油饼的不同部位选取不少于五大块，然后从每块中切取对角的小三角形，将全部小三角形块捶碎混合后用“四分法”取分析样本约 200 g，经粉碎机粉碎后装入样本瓶中。小块的油粕，要选取具有代表性者数 10 片，粉碎后充分混合，用“四分法”取供分析样本约 200 g。

4. 副食及酿造加工副产品

此类饲料包括酒糟、醋糟、粉渣和豆渣等。取样方法是：在贮藏池、木桶或堆中分上、中、下三层取样。视池、桶或堆的大小每层取 5~10 个，每点取 100 g 放入瓷桶内充分混合后随机取分析样品约 1 500 g，用 200 g 测定其初水分，其余放入大瓷盘，在 30~35 °C 恒温干燥箱中干燥。豆渣和粉渣等含水较多的样品，在采样过程中应注意汁液的损失。

5. 块根、块茎和瓜类

这类饲料的特点是含水量大，由不均匀的大体积单位组成的样品，从多个单独样本中取样以消除每个样本间的差异。样本个数的多少，根据样本的种类和成熟的均匀与否，以及所需测定的营养成分而定，见表 1.2。

表 1.2 根块、块茎和瓜类取样数量

种 类	个数/个
一般的块根、块茎饲料	10~20
马铃薯	50
胡萝卜	20
南 瓜	10

取样方法为从田间或贮藏窖内随机分点采取原始样品 15 kg，按大、中、小分堆称重求出比例，按比例取 5 kg。先用水洗干净，洗涤时注意勿损伤样本的外皮，洗涤后用

布拭去表面的水分。然后，从各个块根的顶端至根部纵切具有代表性的对角 $1/4$ ， $1/8$ 或 $1/16$ ……直至适量的分析样品，迅速切碎后混合均匀取 300 g 左右测定初水分，其余样品平铺于洁净的瓷盘内或用线串连置于阴凉通风处风干 $2\sim 3$ 天，然后在 $60\sim 65\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的恒温干燥箱中烘干。

6. 新鲜青绿饲料及水生饲料

新鲜青绿饲料包括天然牧草、蔬菜类、作物的茎叶和藤蔓等。一般取样是在天然牧地或田间，在大面积的牧地上应根据牧地类型划区分点采样。每区选5个以上的点，每点为 1 m^2 的范围，在此范围内离地面 $3\sim 4\text{ cm}$ 处割取牧草，除去不可食草，将各点原始样品剪碎，混合均匀后取分析样品 $500\sim 1\ 000\text{ g}$ 。栽培的青绿饲料应视田块的大小，按上述方法等距离分点，每点采1至数株，切碎混合后取分析样品。该方法也适用于水生饲料，但注意采样后应晾干样品外表游离水分，然后切碎取分析样品。

7. 青贮饲料

青贮饲料的样品一般在圆形窖、青贮塔或长形壕内采样。取样前应除去覆盖的泥土，秸秆以及发霉变质的青饲料。然后分层取样。原始样品重为 $500\sim 1\ 000\text{ g}$ ，长形青贮壕的采样点视青贮壕长度大小分为若干段，每段设采样点分层取样。

8. 粗饲料

这类饲料包括秸秆及干草类。取样方法为在存放秸秆或干草的堆垛中选取5个以上不同部位的点采样（即采用几何法取样），每点采样 200 g 左右，采样时应注意由于干草的叶子极易脱落，影响其营养成分的含量，故应尽量避免叶子的脱落，采取完整或具有代表性的样品，保持原料中茎叶的比例。然后将采取的原始样品放在纸或塑料布上，剪成 $1\sim 2\text{ cm}$ 长度，充分混合后取分析样品约 300 g ，粉碎过筛。少量难粉碎的秸秆渣屑应尽量捶碎弄细混入全部分析样品中，充分混合均匀后装入样本瓶中，千万不能丢弃。

第二节 风干样本的制备

饲料中的水分存在若干种形式：游离水、吸附水（吸附在蛋白质、淀粉及细胞膜上的水）和结合水（与糖和盐类结合的水）。而风干样本系指饲料原样本中不含有游离水，仅含有一般吸附于饲料蛋白质、淀粉等的吸附水，而且吸附水的含量在 15% 以下的样本。例如籽实、糠麸、油饼、干草、秸秆、乳粉、血粉、肉骨粉等。风干样本的采样可按照“四分法”，取得分析样本。所得到的分析样本应经过一定处理如剪碎或捶碎等。再用饲料粉碎机或铁碾粉碎。粉碎后的样品要根据方法需要，通过一定筛孔的筛子，达到一定的细度。样品的细度可用两种方法表示。一种以筛孔即单位面积内筛孔数表示；另一种则按通过筛孔后颗粒的平均直径表示。粉碎后的样品应全部过筛，而且要求粉碎过程应尽可能迅速，以避免吸湿及样品组成成分可能发生的变化。一般说来，饲料分析样品应通过 $40\sim 60$ 目标标准筛（筛孔 $0.42\sim 0.25\text{ mm}$ ），这样使其具备均质性，便于溶样。尤其要注意的是不易粉碎的粗饲料如秸秆渣屑等在粉碎机中会残留极少量难以通过筛孔的部分，应尽力弄碎如用剪刀仔细剪碎后一并均匀混入样品中，决不可抛弃，

避免引起分析误差。粉碎完毕的样品 200 ~ 500 g 装入磨口广口瓶内保存。注明样本名称, 制样日期和制样人等。对于含水较多的根茎类、瓜类、叶菜类及水生饲料, 应先烘干测定其初水分后再粉碎过筛装入样本瓶中。样本的保存应注意保持其稳定性, 防止样本变质的种种因素, 如水分含量的变化, 温度及强烈光线的影响, 虫蛀、微生物以及植物细胞本身呼吸作用等的影响, 样本应密封保存于干燥通风而不受直接光照的地方。

第三节 新鲜与半干样本的制备 (附: 初水分测定)

新鲜样本含有大量的游离水和少量的吸附水, 两者的含水量占样本重的 70% ~ 90%, 这类饲料包括青饲料、多汁饲料 (水生饲料)、青贮饲料等。按照“四分法”和“几何法”, 由新鲜样本中取得分析样本。再将分析样本分为两部分, 一部分分析鲜样 300 ~ 500 g, 用作初水分的测定, 得出半干样本, 半干样本经过饲料粉碎机磨细, 通过 10 目筛孔, 装入磨口样本瓶中, 贴上标签, 注明内容 (同风干样品) 即制备成了分析样品; 另一部分分析鲜样供胡萝卜素的测定用。

新鲜样本由于水分含量高, 不易粉碎和保存。因此通常要先测定其中的初水分。所谓初水分是指首先将新鲜样本置于 60 ~ 65 °C 的恒温干燥箱中烘 8 ~ 12 h, 除去部分水分, 然后回潮使其与周围环境的空气湿度保持平衡, 在这种条件下所失去的水分称为初水分。测定了初水分之后则进行制样从而获得半干样品。

现将初水分的测定介绍如下:

用已知质量的瓷盘在普通台秤上称取鲜样 200 ~ 300 g, 放入 120 °C 烘箱中烘 10 ~ 15 min 灭活酶, 然后迅速将瓷盘移入 60 ~ 70 °C 烘箱中烘 8 ~ 12 h, 取出放置室内空气中冷却 24 h, 使半干样本中水分与室内湿度平衡, 充分回潮后称重, 再将瓷盘放入 60 ~ 70 °C 烘箱内烘 2 h, 按上述方法回潮。称重, 直至两次称重之差不超过 0.5 g 为止。并取最低值进行初水分含量的计算; 也可以将瓷盘由 60 ~ 70 °C 烘箱中取出后移入干燥器中 (以氯化钙为干燥剂), 冷却 30 min 后称量, 直至前后两次称重相差不超过 0.5 g 为止。计算公式如下:

$$\text{初水分}(\%) = \frac{\text{新鲜样本重}(\text{g}) - \text{半干样本重}(\text{g})}{\text{新鲜样本重}(\text{g})} \times 100$$

第四节 样本的登记与保管

制备好的样本应置于干燥且洁净的磨口广口瓶内, 作为分析样本。瓶外应标明样本名称及采样时间、采样人等, 不同的饲料应当额外加以标明秸秆类饲料的收获期, 调制与贮存的方法; 青饲料的生长阶段及收获期, 青贮料的原料种类及收获期, 青贮方式, 品质鉴定结果和混合比例; 根茎类饲料的收获期, 贮藏时间与条件等均应加以记录说明。因此, 要求样本登记的内容如下:

(1) 样本名称 (一般名称, 学名和俗名) 和种类 (必要时须注明品种、质量等级);

- (2) 生长期（成熟程度）、收获期和茬次；
- (3) 调制和加工方法及贮存条件；
- (4) 外观性状及混杂度；
- (5) 采样地点和采集部位；
- (6) 生产厂家和出厂日期；
- (7) 重量；
- (8) 采样人和分析人姓名。

饲料样本都由专人采取、登记、粉碎与保管，如需测氨基酸和矿物质等项目的原料（样本）应用高速粉碎机，粉碎粒度为 100 目。其他样本可用圆环式或自制链片式粉碎机，粒度 40~60 目。样本量一般在千克以上。

样本保存时间的长短应有严格规定，这主要取决于原料更换的快慢及买卖双方谈判情况（如水分含量过高，蛋白质不足是否合乎规定）。此外，对某些饲料在饲喂后可能出现的问题，故该饲料样本应长期保存，备作考验。但一般条件下原料样本应保留两周，成品样本应保留一个月（与对客户的保险期相同），有时为了特殊目的饲料样本需要保管 1~2 年。这种样本的保存可用锡铝纸软包装，经抽真空充 N_2 后（高纯 N_2 ）密封，在冷库中保存备用。

参考文献

- [1] 杨胜. 饲料分析及饲料质量检测技术 [M]. 北京: 北京农业大学出版社, 1998.
- [2] 北京农业大学. 家畜饲养实验指导 [M]. 北京: 中国农业出版社, 1979.

第二章 饲料常规营养成分含量的分析

第一节 饲料中水分的测定

一、适用范围

配合饲料和单一饲料。

二、原理

在 100 ~ 105 °C 下烘去饲料中蛋白质、淀粉及细胞膜上的吸附水，得到干物质含量。

三、试样的制备

用四分法将原始样品缩至 500 g，风干后粉碎至过 40 目，再用四分法缩至 20 g，装入密封器，放阴凉干燥处保存。

四、测定

洗净称样皿，在 100 ~ 105 °C 烘箱中烘 1 h，取出，再干燥器中冷却 30 min 后称重（准确至 0.000 2 g），再烘 30 min，同样冷却，称重，直至二次称重之差小于 0.000 5 g 为止，取最小量为称样皿重。用已恒重称样皿准确称取 5 g 样品（准确至 0.000 2 g），不加称样皿盖，在 100 ~ 105 °C 烘箱中烘 3 h，取出，加盖，同样冷却称重，再同样烘 1 h，冷却，称重，直至二次称重之差小于 0.002 g 即为恒重。

五、结果计算

计算

$$\text{水分}(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0}$$

式中： m_1 ——105 °C 烘干前试样及称样皿重，g；

m_2 ——105 °C 烘干后试样及称样皿重，g；

m_0 ——已恒重的称样皿重，g。

第二节 饲料中粗蛋白质的测定（半微量定氮仪法）

一、适用范围

配合饲料和单一饲料。

二、原理

试样中含氮化合物→浓硫酸处理→氨气→浓硫酸吸收→硫酸铵→浓碱下蒸馏硼酸吸收→四硼酸铵→标准溶液滴定含氮量。

三、试剂

硫酸 (GB 625—77): 化学纯;

硫酸铜 (GB 665—78): 化学纯;

硫酸钾 (HG 3-920—76) 或硫酸钠 (HG 3-908—76): 化学纯;

氢氧化钠 (GB 628—78): 分析纯, 40 g 溶于 100 ml 水中配成 40% 水溶液;

硼酸 (GB 628—78): 分析纯, 40 g 溶于 100 ml 水中配成 2% 溶液;

混合指示剂: 甲基红 (HG 3-958—76) 0.1% 乙醇溶液, 溴甲酚绿 (HG 3-1200—79) 0.5% 乙醇溶液, 二溶液 1:1 混合;

0.01 mol/L 盐酸标准溶液;

硫酸铵 (GB 1396—78): 分析纯;

蔗糖 (HG 3-1001—76): 分析纯。

四、测定步骤

(一) 样品消化

称 0.3~0.5 g 样品于消化管中→加 3~5 g 无水硫酸钠或硫酸钾→加 10 ml 硫酸, 在 420 °C 消化炉上消化 (约 4 h)→深蓝色澄清液体→冷却 15 min, 加 20 ml 蒸馏水转入 100 ml 容量瓶中, 冷却, 摇匀, 定容, 为试样分解液。

(二) 蒸馏

接收瓶的准备: 取 2% 的硼酸 20 ml 于锥形瓶, 加 4 滴混合指示剂, 使蒸馏装置的冷凝管末端浸入此溶液。准确移取样品分解液 10 ml 注入蒸馏装置的反应室中, 塞好玻璃塞, 再加 10 ml 氢氧化钠溶液, 小心提起玻璃塞使其流下, 将玻璃塞塞好, 防止漏气, 并在入口处加水密封。蒸馏 4 min, 使冷凝管末端离开液面。继续蒸馏 1 min。

(三) 滴定

用硼酸吸收氨后, 立即用 0.05 mol/L 的 HCl 标准溶液滴定, 仍以甲基红—溴甲酚绿为指示剂。

(四) 空白实验

称取蔗糖 0.01 g, 以代替样品, 按上述步骤操作, 消耗 0.05 mol/L 的 HCl 标准溶液的体积应不超过 0.3 ml。

五、结果计算

(一) 计算公式

$$\text{粗蛋白质}(\%) = \frac{(v_2 - v_1) \times c \times 0.0140 \times 6.25}{m} \times 100$$