

Compilation of
Standards for Feed Industry

饲料工业标准汇编

(下册)

中国标准出版社第一编辑室 编



 中国标准出版社

饲料工业标准汇编

(下册)

中国标准出版社第一编辑室 编

中国标准出版社 (CIP) 目次

饲料工业标准汇编 下册 中国标准出版社 2008

ISBN 978-7-206-04222-9

1. 饲料工业标准汇编 下册 中国标准出版社 2008

2. 饲料工业标准汇编 下册 中国标准出版社 2008

中国标准出版社 CIP 数据 2008.12 第 083321 号

中国标准出版社 2008

北京 2008 年 12 月 18 日

中国标准出版社 2008

网址: www.spc.org.cn

电话: 88233316 88213248

中国标准出版社 2008

中国标准出版社 2008

开本: 880×1230 1/16 印张: 48.25 字数: 382 千字

2008 年 12 月 18 日 第 1 次印刷

定价: 548.00 元

中国标准出版社

北京 100044

电话: 88233316 88213248

饲料工业标准汇编

(下册)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

图书在版编目 (CIP) 数据

饲料工业标准汇编. 下册/中国标准出版社第一编辑
室编. —北京: 中国标准出版社, 2008

ISBN 978-7-5066-4936-0

I. 饲… II. 中… III. ①饲料工业-国家标准-汇编-
中国 ②饲料工业-行业标准-汇编-中国 IV. S817.1-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2008) 第 092953 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 48.25 字数 1 395 千字

2008 年 7 月第一版 2008 年 7 月第一次印刷

*

定价 245.00 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

饲料工业的健康发展直接关系到我国畜牧业的稳定和可持续发展,为此我国制定了大量的国家标准和行业标准。为方便读者使用,现将饲料工业国家标准和部分行业标准汇集成册,共收集截至2008年4月底前批准发布的现行国家标准161项和部分行业标准73项,还收录了4项国内相关法律法规和规章。

本汇编分上、下两册。上册共收集饲料工业标准120项,其中国家标准55项,行业标准65项。其内容包括综合、饲料产品、饲料原料、饲料添加剂四部分。下册共收集饲料工业标准114项,其中国家标准106项,行业标准8项,国内相关法律法规4项。其内容包括检测方法、其他相关标准、国内相关法律法规、附录四部分,在附录中给出了未收集的饲料工业行业标准目录,以便读者查找。

本汇编收集的最新饲料工业标准将为饲料企业生产合格的产品、管理机构及检验机构的有效监督提供标准指南,适合于广大饲料生产、使用、销售单位和科研机构技术人员,以及饲料质检单位和各级饲料标准化管理部门人员参考使用。

编 者

2008年5月

目 录

五、检测方法

GB/T 5917—1986	配合饲料粉碎粒度测定法	3
GB/T 5918—1997	配合饲料混合均匀度的测定	4
GB/T 6432—1994	饲料中粗蛋白测定方法	8
GB/T 6433—2006	饲料中粗脂肪的测定	13
GB/T 6434—2006	饲料中粗纤维的含量测定 过滤法	23
GB/T 6435—2006	饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定	33
GB/T 6436—2002	饲料中钙的测定	41
GB/T 6437—2002	饲料中总磷的测定 分光光度法	46
GB/T 6438—2007	饲料中粗灰分的测定	51
GB/T 6439—2007	饲料中水溶性氯化物的测定	59
GB/T 8381—1987	饲料中黄曲霉素 B ₁ 的测定方法	67
GB/T 8381.2—2005	饲料中志贺氏菌的检测方法	73
GB/T 8381.3—2005	饲料中林可霉素的测定	87
GB/T 8381.4—2005	配合饲料中 T-2 毒素的测定 薄层色谱法	95
GB/T 8381.5—2005	饲料中北里霉素的测定	101
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	109
GB/T 8381.7—2005	饲料中喹乙醇的测定 高效液相色谱法	115
GB/T 8381.8—2005	饲料中多氯联苯的测定 气相色谱法	119
GB/T 8381.9—2005	饲料中氯霉素的测定 气相色谱法	125
GB/T 8381.10—2005	饲料中磺胺噻恶啉的测定 高效液相色谱法	131
GB/T 8381.11—2005	饲料中盐酸氨丙啉的测定 高效液相色谱法	135
GB/T 8622—2006	饲料用大豆制品中尿素酶活性的测定	141
GB/T 10649—1989	微量元素预混合饲料混合均匀度测定法	146
GB/T 13079—2006	饲料中总砷的测定	149
GB/T 13080—2004	饲料中铅的测定 原子吸收光谱法	159
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	165
GB/T 13081—2006	饲料中汞的测定	171
GB/T 13082—1991	饲料中镉的测定方法	178
GB/T 13083—2002	饲料中氟的测定 离子选择性电极法	181
GB/T 13084—2006	饲料中氰化物的测定	185
GB/T 13085—2005	饲料中亚硝酸盐的测定 比色法	191
GB/T 13086—1991	饲料中游离棉酚的测定方法	196

注：本汇编收集的国家标准的属性已在本目录中标明(GB 或 GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准是在国家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 13087—1991	饲料中异硫氰酸酯的测定方法	199
GB/T 13088—2006	饲料中铬的测定	205
GB/T 13089—1991	饲料中噁唑烷硫酮的测定方法	212
GB/T 13090—2006	饲料中六六六、滴滴涕的测定	215
GB/T 13091—2002	饲料中沙门氏菌的检测方法	223
GB/T 13092—2006	饲料中霉菌总数的测定	241
GB/T 13093—2006	饲料中细菌总数的测定	247
GB/T 13882—2002	饲料中碘的测定(硫氰酸铁-亚硝酸催化动力学法)	255
GB/T 13883—1992	饲料中硒的测定方法 2,3-二氨基萘荧光法	260
GB/T 13884—2003	饲料中钴的测定 原子吸收光谱法	263
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	267
GB/T 14698—2002	饲料显微镜检查方法	283
GB/T 14699.1—2005	饲料 采样	289
GB/T 14700—2002	饲料中维生素 B ₁ 的测定	303
GB/T 14701—2002	饲料中维生素 B ₂ 的测定	311
GB/T 14702—2002	饲料中维生素 B ₆ 的测定 高效液相色谱法	319
GB/T 15399—1994	饲料中含硫氨基酸测定方法——离子交换色谱法	324
GB/T 15400—1994	饲料中色氨酸测定方法 分光光度法	327
GB/T 17480—1998	饲料中黄曲霉毒素 B ₁ 的测定 酶联免疫吸附法	331
GB/T 17481—2008	预混料中氯化胆碱的测定	337
GB/T 17776—1999	饲料中硫的测定 硝酸镁法	344
GB/T 17777—1999	饲料中钼的测定 分光光度法	347
GB/T 17778—2005	预混合饲料中 d-生物素的测定	351
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	357
GB/T 17812—1999	饲料中维生素 E 的测定 高效液相色谱法	362
GB/T 17813—1999	复合预混料中烟酸、叶酸的测定 高效液相色谱法	367
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	371
GB/T 17815—1999	饲料中丙酸、丙酸盐的测定	377
GB/T 17816—1999	饲料中总抗坏血酸的测定 邻苯二胺荧光法	381
GB/T 17817—1999	饲料中维生素 A 的测定 高效液相色谱法	385
GB/T 17818—1999	饲料中维生素 D ₃ 的测定 高效液相色谱法	390
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	395
GB/T 18246—2000	饲料中氨基酸的测定	399
GB/T 18397—2001	复合预混合饲料中泛酸的测定 高效液相色谱法	405
GB/T 18633—2002	饲料中钾的测定 火焰光度法	409
GB/T 18634—2002	饲用植酸酶活性的测定 分光光度法	412
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	419
GB/T 18869—2002	饲料中大肠菌群的测定	427
GB/T 18872—2002	饲料中维生素 K ₃ 的测定 高效液相色谱法	437
GB/T 18969—2003	饲料中有机磷农药残留量的测定 气相色谱法	443
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	451
GB/T 19372—2003	饲料中除虫菊酯类农药残留量测定 气相色谱法	457
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	463

GB/T 19423—2003	饲料中尼卡巴嗪的测定 高效液相色谱法	469
GB/T 19539—2004	饲料中赭曲霉毒素 A 的测定	475
GB/T 19540—2004	饲料中玉米赤霉烯酮的测定	483
GB/T 19542—2007	饲料中磺胺类药物的测定 高效液相色谱法	491
GB/T 19684—2005	饲料中金霉素的测定 高效液相色谱法	497
GB/T 20189—2006	饲料中莱克多巴胺的测定 高效液相色谱法	501
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	506
GB/T 20191—2006	饲料中嗜酸乳杆菌的微生物学检验	515
GB/T 20194—2006	饲料中淀粉含量的测定 旋光法	523
GB/T 20195—2006	动物饲料 试样的制备	533
GB/T 20196—2006	饲料中盐霉素的测定	541
GB/T 20363—2006	饲料中苯巴比妥的测定	553
GB/T 20805—2006	饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定	559
GB/T 20806—2006	饲料中中性洗涤纤维(NDF)的测定	566
GB/T 21033—2007	饲料中免疫球蛋白 IgG 的测定 高效液相色谱法	573
GB/T 21035—2007	饲料安全性评价 喂养致畸试验	579
GB/T 21036—2007	饲料中盐酸多巴胺的测定 高效液相色谱法	585
GB/T 21037—2007	饲料中三甲氧苄胺嘧啶的测定 高效液相色谱法	591
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	597
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	603
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	609
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	615
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	623
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	631
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	637
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	643
GB/T 21108—2007	饲料中氯霉素的测定 高效液相色谱串联质谱法	649
GB/T 21514—2008	饲料中脂肪酸含量的测定	657
GB/T 21542—2008	饲料中恩拉霉素的测定 微生物学法	671
NY 438—2001	饲料中盐酸克仑特罗的测定	678
NY/T 724—2003	饲料中拉沙洛西钠的测定 高效液相色谱法	683
NY/T 725—2003	饲料中莫能菌素的测定 高效液相色谱法	687
NY/T 726—2003	饲料中杆菌肽锌的测定 高效液相色谱法	691
NY/T 727—2003	饲料中呋喃唑酮的测定 高效液相色谱法	697

六、其他相关标准

GB 18596—2001	畜禽养殖业污染物排放标准	709
GB/T 21439—2008	草原健康状况评价	715
NY/T 471—2001	绿色食品 饲料及饲料添加剂使用准则	727
NY/T 728—2003	禾本科牧草干草质量分级	733
NY 5072—2002	无公害食品 渔用配合饲料安全限量	737

七、国内相关法律、法规、规章

中华人民共和国饲料和饲料添加剂管理条例	745
---------------------	-----

动物源性饲料产品安全卫生管理办法.....	749
关于禁止在反刍动物饲料中添加和使用动物性饲料的通知.....	753
最高人民法院最高人民检察院关于办理非法生产、销售、使用禁止在饲料和动物饮用水中使用的 药品等刑事案件具体应用法律若干问题的解释.....	754

附录

饲料工业部分行业标准目录.....	759
GB/T 20191-2006 饲料中吡啶羧酰胺类维生素B ₆ 含量的测定 高效液相色谱法	759
GB/T 20194-2006 饲料中吡啶羧酰胺类维生素B ₆ 含量的测定 分光光度法	759
GB/T 20195-2006 饲料中吡啶羧酰胺类维生素B ₆ 含量的测定 分光光度法	759
GB/T 20196-2006 饲料中吡啶羧酰胺类维生素B ₆ 含量的测定 分光光度法	759
GB/T 20363-2006 饲料中苯巴比妥的测定	759
GB/T 20805-2006 饲料中维生素B ₁₂ 的测定	759
GB/T 20806-2006 饲料中维生素B ₁₂ 的测定	759
GB/T 21693-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21695-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21696-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21697-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21698-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21699-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21701-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21702-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21703-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21704-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21705-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21706-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21707-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21708-2007 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21714-2008 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
GB/T 21715-2008 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
NY 438-2001 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
NY/T 734-2003 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
NY/T 752-2003 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
NY/T 758-2003 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759
NY/T 759-2003 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	759

六、其他相关标准

GB 18386-2001 畜禽养殖业污染物排放标准	760
GB/T 21439-2008 草饲健康饮水标准	761
NY/T 471-2001 绿色食品 饲料及饲料添加剂使用准则	762
NY/T 758-2003 饲料中维生素B ₁₂ 的测定 分光光度法	763
NY 5075-2002 无公害食品 兽药配合饲料安全限量	763

七、国内相关法律法规、规章

中华人民共和国饲料添加剂管理条例	765
------------------	-----



五、检测方法



配合饲料粉碎粒度测定法

GB 5917—86

Determination for formula feed particle size

本测定法适用于用规定的标准编织筛测定配合饲料成品的粉碎粒度。

1 仪器

1.1 标准编织筛

筛目(目/英寸)4, 6, 8, 12, 16

净孔边长(mm)5.00, 3.20, 2.50, 1.60, 1.25。

1.2 摇筛机

统一型号电动摇筛机。

1.3 天平

感量为0.01g。

2 测定步骤

从原始样品中称取试样100g,放入规定筛层的标准编织筛内,开动电动机连续筛10min,筛完后将各层筛上物分别称重,计算:

$$\text{该筛层上留存百分率}(\%) = \frac{\text{该筛层上留存粉料的重量}}{\text{试样重量}} \times 100$$

检验结果计算到小数点后第一位,第二位四舍五入。

过筛的损失量不得超过1%,双试验允许误差不超过1%,求其平均数即为检验结果。

3 注意事项

3.1 测定结果以统一型号的电动摇筛机为准,在该摇筛机未定型与普及前,各地暂用测定面粉粗细度的电动筛筛理(或手工筛5min计算结果)。

3.2 筛分时若发现有未经粉碎的谷粒与种子时,应加以称重并记载。

附加说明:

本标准由中华人民共和国商业部、农牧渔业部提出。

本标准由无锡轻工业学院、商业部饲料局负责起草。

前 言

混合均匀度是配合饲料产品质量的重要指标,通过成品中各组分含量差异性的测量,不仅可以反映饲料成品的质量,也可用以评价混合设备及加工工艺的合理性。

自本标准实施之日起,同时代替 GB 5918—86。

本标准采用氯离子选择性电极法替代沉淀法测定配合饲料的混合均匀度,并对甲基紫法作了文字上的修改;在“样品的采集与制备”中增加了“对颗粒饲料和较粗的粉状饲料应将样品粉碎后再取试样”的规定。

本标准由中华人民共和国国内贸易部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:无锡轻工大学。

本标准主要起草人:王唏东、张晓鸣、袁信华。

中华人民共和国国家标准

配合饲料混合均匀度的测定

GB/T 5918—1997

Determination of mixing homogeneity for formula feed

代替 GB 5918—86

1 范围

本标准规定了配合饲料混合均匀度的两种测定方法,即氯离子选择性电极法和甲基紫法。

本标准适用于各种配合饲料的质量检测,也适用于混合机和饲料加工工艺中混合均匀度的测试。

2 氯离子选择性电极法

2.1 方法原理

本法通过氯离子选择性电极的电位对溶液中氯离子的选择性响应来测定氯离子的含量,以饲料中氯离子含量的差异来反映饲料的混合均匀度。

2.2 仪器

2.2.1 氯离子选择性电极。

2.2.2 双盐桥甘汞电极。

2.2.3 酸度计或电位计:精度 0.2 mV。

2.2.4 磁力搅拌器。

2.2.5 烧杯:100 mL,250 mL。

2.2.6 移液管:1 mL,5 mL,10 mL。

2.2.7 容量瓶:50 mL。

2.2.8 分析天平:分度值 0.000 1 g。

2.3 试剂与溶液

本标准所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水。

2.3.1 硝酸(GB 626—78)溶液:浓度(HNO_3)约为 0.5 mol/L,吸取浓硝酸 35 mL,用水稀释至 1 000 mL。

2.3.2 硝酸钾(GB 647—77)溶液:浓度(KNO_3)约为 2.5 mol/L,称取 252.75 g 硝酸钾于烧杯中,加水加热溶解,用水稀释至 1 000 mL。

2.3.3 氯离子标准液:称取经 500℃灼烧 1 h 冷却后的氯化钠(GB 1253—89)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。

2.4 样品的采集与制备

2.4.1 本法所需的样品系配合饲料成品,必须单独采制。

2.4.2 每一批饲料至少抽取 10 个有代表性的样品。每个样品的数量应以畜禽的平均一日采食量为准,即肉用仔鸡前期饲料取样 50 g;肉用仔鸡后期饲料与产蛋鸡饲料取样 100 g;生长肥育猪饲料取样 500 g。样品的布点必须考虑各方位深度、袋数或料流的代表性,但是,每一个样品必须由一点集中取样。取样时不允许有任何翻动或混合。

2.4.3 将上述每个样品在化验室充分混匀,以四分法从中分取 10 g 试样进行测定。对颗粒饲料与较粗

国家技术监督局 1997-03-31 批准

1997-10-01 实施

的粉状饲料需将样品粉碎后再取试样。

2.5 测定步骤

2.5.1 标准曲线的绘制

吸取氯离子标准液(2.3.3)0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 1.2, 2.0, 4.0, 6.0 mL, 分别加入 50 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸溶液(2.3.1), 10 mL 硝酸钾溶液(2.3.2), 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, 30.00 mg/50 mL 的氯离子标准系列, 将它们分别倒入 100 mL 的干燥烧杯中, 放入磁性搅拌子一粒, 以氯离子选择性电极为指示电极, 双盐桥甘汞电极为参比电极, 用磁力搅拌器搅拌 3 min(转速恒定), 在酸度计或电位计上读取指示值(mV), 以溶液的电位值(mV)为纵坐标, 氯离子浓度为横坐标, 在半对数坐标纸上绘制标准曲线。

2.5.2 试样的测定

称取试样 10 g(准确至 0.000 2 g)置于 250 mL 烧杯中, 准确加入 100 mL 水, 搅拌 10 min, 静置 10 min 后用干燥的中速定性滤纸过滤。吸取试样滤液 10 mL 置于 50 mL 容量瓶中, 加入 5 mL 硝酸溶液(2.3.1)及 10 mL 硝酸钾溶液(2.3.2), 用水稀释至刻度, 摇匀, 按标准曲线的操作步骤进行测定, 读取电位值, 从标准曲线上求得氯离子含量的对应值。

2.5.3 混合均匀度的计算

以各次测定的氯离子含量的对应值为 $X_1, X_2, X_3, \dots, X_{10}$, 其平均值 $\bar{X}$, 标准差 S 与变异系数 CV 按式(1)~式(4)计算。

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

其标准差 S 为:

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

或

$$S = \sqrt{\frac{X_1^2 + X_2^2 + X_3^2 + \dots + X_{10}^2 - 10\bar{X}^2}{10 - 1}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

由平均值 $\bar{X}$ 与标准差 S 计算变异系数 CV :

$$CV(\%) = \frac{S}{\bar{X}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

若求得饲料中的氯离子含量时, 可按式(5)计算。

$$C(\%) = \frac{X}{W \times \frac{V}{100} \times 1000} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: C ——氯离子(Cl^-)含量;

X ——从标准曲线上求得的氯离子(Cl^-)含量, mg;

W ——测定时试样的重量, g;

V ——测定时样品滤液的用量, mL。

3 甲基紫法

3.1 方法原理

本法以甲基紫色素作为示踪物, 将其与添加剂一起加入, 预先混合于饲料中, 然后以比色法测定样品中甲基紫含量, 以饲料中甲基紫含量的差异来反映饲料的混合均匀度。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试。

3.2 仪器

3.2.1 分光光度计: 有 5 mm 比色皿。

3.2.2 标准筛:筛孔基本尺寸 100 μm 。

3.3 试剂

3.3.1 甲基紫(生物染色剂)。

3.3.2 无水乙醇(GB 678—90)。

3.4 示踪物的制备与添加

将测定用的甲基紫混匀并充分研磨,使其全部通过 100 μm 标准筛。按照配合饲料成品量十万分之一用量,在加入添加剂的工段投入甲基紫。

3.5 样品的采集与制备

样品的采集与制备和 2.4 相同。

3.6 测定步骤

称取试样 10 g(准确至 0.000 2 g),放在 100 mL 的小烧杯中,加入 30 mL 无水乙醇,不时地加以搅动,烧杯上盖一表面玻璃,30 min 后用滤纸过滤(定性滤纸,中速),以无水乙醇作空白调节零点,用分光光度计,以 5 mm 比色皿在 590 nm 的波长下测定滤液的吸光度。

以各次测定的吸光度值为 $X_1, X_2, X_3, \dots, X_{10}$, 其平均值 $\bar{X}$, 标准差 S 与变异系数 CV 按式(1)~式(4)计算。

4 注意事项

- 同一批饲料的 10 个样品测定时应尽量保持操作的一致性,以保证测定值的稳定性和重复性。
- 由于出厂的各批甲基紫的甲基化程度不同,色调可能有差别,因此,测定混合均匀度所用的甲基紫,必须用同一批次的并加以混匀,才能保持同一批饲料中各样品测定值的可比性。
- 配合饲料中若添加苜蓿粉、槐叶粉等含有色素的组分时,则不能用甲基紫法测定混合均匀度。

中华人民共和国国家标准

饲料中粗蛋白测定方法

GB/T 6432—94

Method for the determination of
crude protein in feedstuffs

代替 GB 6432—86

本标准参照采用 ISO 5983—1979《动物饲料——氮含量的测定和粗蛋白含量计算》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了饲料中粗蛋白含量的测定方法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和单一饲料。

2 引用标准

GB 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

3 原理

凯氏法测定试样中的含氮量,即在催化剂作用下,用硫酸破坏有机物,使含氮物转化成硫酸铵。加入强碱进行蒸馏使氨逸出,用硼酸吸收后,再用酸滴定,测出氮含量,将结果乘以换算系数 6.25,计算出粗蛋白含量。

4 试剂

4.1 硫酸(GB 625):化学纯,含量为 98%,无氮。

4.2 混合催化剂:0.4g 硫酸铜,5 个结晶水(GB 665),6g 硫酸钾(HG 3—920)或硫酸钠(HG 3—908),均为化学纯,磨碎混匀。

4.3 氢氧化钠(GB 629):化学纯,40%水溶液(m/V)。

4.4 硼酸(GB 628):化学纯,2%水溶液(m/V)。

4.5 混合指示剂:甲基红(HG 3—958)0.1%乙醇溶液,溴甲酚绿(HG 3—1220)0.5%乙醇溶液,两溶液等体积混合,在阴凉处保存期为三个月。

4.6 盐酸标准溶液:邻苯二甲酸氢钾法标定,按 GB 601 制备。

4.6.1 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 。8.3mL 盐酸(GB 622,分析纯),注入 1 000mL 蒸馏水中。

4.6.2 盐酸标准溶液: $c(\text{HCl})=0.02\text{mol/L}$ 。1.67mL 盐酸(GB 622,分析纯),注入 1 000mL 蒸馏水中。

4.7 蔗糖(HG 3—1001):分析纯。

4.8 硫酸铵(GB 1396):分析纯,干燥。

4.9 硼酸吸收液:1%硼酸水溶液 1 000mL,加入 0.1%溴甲酚绿乙醇溶液 10mL,0.1%甲基红乙醇溶液 7mL,4%氢氧化钠水溶液 0.5mL,混合,置阴凉处保存期为一个月(全自动程序用)。

5 仪器设备

5.1 实验室用样品粉碎机或研钵。

国家技术监督局 1994-07-18 批准

1995-01-01 实施

- 5.2 分样筛:孔径 0.45mm(40 目)。
- 5.3 分析天平:感量 0.000 1g。
- 5.4 消煮炉或电炉。
- 5.5 滴定管:酸式,10、25mL。
- 5.6 凯氏烧瓶:250mL。
- 5.7 凯氏蒸馏装置:常量直接蒸馏式或半微量水蒸气蒸馏式。
- 5.8 锥形瓶:150、250mL。
- 5.9 容量瓶:100mL。
- 5.10 消煮管:250mL。
- 5.11 定氮仪:以凯氏原理制造的各类型半自动,全自动蛋白质测定仪。

6 试样的选取和制备

选取具有代表性的试样用四分法缩减至 200g,粉碎后全部通过 40 目筛,装于密封容器中,防止试样成分的变化。

7 分析步骤

7.1 仲裁法

7.1.1 试样的消煮

称取试样 0.5~1g(含氮量 5~80mg)准确至 0.000 2g,放入凯氏烧瓶(5.6)中,加入 6.4g 混合催化剂(4.2),与试样混合均匀,再加入 12mL 硫酸(4.1)和 2 粒玻璃珠,将凯氏烧瓶(5.6)置于电炉(5.4)上加热,开始小火,待样品焦化,泡沫消失后,再加强火力(360~410℃)直至呈透明的蓝绿色,然后再继续加热,至少 2h。

7.1.2 氨的蒸馏(蒸馏步骤的检验见附录 A)

7.1.2.1 常量蒸馏法

将试样消煮液(7.1.1)冷却,加入 60~100mL 蒸馏水,摇匀,冷却。将蒸馏装置(5.7)的冷凝管末端浸入装有 25mL 硼酸(4.4)吸收液和 2 滴混合指示剂(4.5)的锥形瓶内。然后小心地向凯氏烧瓶(5.6)中加入 50mL 氢氧化钠溶液(4.3),轻轻摇动凯氏烧瓶(5.6),使溶液混匀后再加热蒸馏,直至流出液体积为 100mL。降下锥形瓶,使冷凝管末端离开液面,继续蒸馏 1~2min,并用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液均需流入锥形瓶内,然后停止蒸馏。

7.1.2.2 半微量蒸馏法

将试样消煮液(7.1.1)冷却,加入 20mL 蒸馏水,转入 100mL 容量瓶中,冷却后用水稀释至刻度,摇匀,做为试样分解液。将半微量蒸馏装置(5.7)的冷凝管末端浸入装有 20mL 硼酸(4.4)吸收液和 2 滴混合指示剂(4.5)的锥形瓶(5.8)内。蒸汽发生器(5.7)的水中应加入甲基红指示剂数滴,硫酸数滴,在蒸馏过程中保持此液为橙红色,否则需补加硫酸。准确移取试样分解液 10~20mL 注入蒸馏装置(5.7)的反应室中,用少量蒸馏水冲洗进样入口,塞好入口玻璃塞,再加 10mL 氢氧化钠溶液(4.3),小心提起玻璃塞使之流入反应室,将玻璃塞塞好,且在入口处加水密封,防止漏气。蒸馏 4min 降下锥形瓶(5.8)使冷凝管末端离开吸收液面,再蒸馏 1min,用蒸馏水冲洗冷凝管末端,洗液均流入锥形瓶内,然后停止蒸馏。

注:7.1.2.1 和 7.1.2.2 蒸馏法测定结果相近,可任选一种。

7.1.2.3 蒸馏步骤的检验

精确称取 0.2g 硫酸铵(4.8),代替试样,按 7.1.2 或 7.2.2 步骤进行操作,测得硫酸铵含氮量为 $21.19 \pm 0.2\%$,否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。

7.1.3 滴定

用 7.1.2.1 或 7.1.2.2 法蒸馏后的吸收液立即用 0.1mol/L(4.6.1)或 0.02mol/L(4.6.2)盐酸标