

# 山东省饲料兽药工程职称考试

## 生产操作

### 参 考 材 料

(饲料专业)

2023 年 3 月

# 目 录

一、饲料厂平面设计以及饲料生产工艺流程.....	1
二、饲料原料接收计划与程序、接收设备、称重与验收、清理与储藏； 饲料样品采集与制备、登记与保管；饲料厂常用的输送机.....	3
三、饲料的粉碎方法、粉碎工艺和粉碎设备.....	19
四、饲料配料系统、配料工艺和配料辅助设备.....	23
五、饲料混合的机理、常见的饲料混合机、混合机的合理利用、混合工 艺及影响混合效果的因素、混合均匀度的测定.....	32
六、畜禽饲料的制粒工艺；水产和宠物饲料的膨化工艺.....	41
七、包装设备及工艺、智能打包技术及码垛技术.....	52
八、预混合饲料成分载体和稀释剂、预混料生产工艺流程；配合浓缩饲 料生产的质量控制及中控室操作流程.....	60
九、饲料中水分、粗蛋白、粗脂肪、粗灰分、钙磷等指标的测定原理 及过程；颗粒饲料硬度的测定、含粉率的测定、膨化饲料吸水率、漂浮 率测定.....	71
十、饲料生产设备的故障原因，故障排除技术.....	75
附件1：《配合饲料粉碎粒度测定法》（GB/T 5917）.....	81
附件2：《饲料产品混合均匀度的测定》（GBT5918-2008）.....	85
附件3：《饲料中水分的测定》（GB/T 6435-2014）.....	90
附件4：《饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法》（GB/T 6432-2018）....	101
附件5：《饲料中粗脂肪的测定》（GB/T 6433-2006）.....	108
附件6：《饲料中粗灰分的测定》（GB/T 6438-2007）.....	117
附件7：《饲料中钙的测定》（GB/T 6436-2018）.....	124

附件8: 《饲料中总磷的测定 分光光度法》 (GB/T 6437-2018) .....	132
附件9: 《饲料中粗纤维的含量测定》 (GB/T 6434-2022) .....	138
附件10: 《饲料中氟的测定 离子选择性电极法》 (GB/T 13083-2018) .....	151
附件11: 《饲料中水溶性氯化物的测定》 (GB/T 6439-2007) .....	157
附件12: 《渔用配合饲料通用技术要求》 (SC/T 1077-2004) .....	165
附件13: 《颗粒饲料通用技术条件》 (GB/T 16765-1997) .....	173
附件14: 《进出口粮食、饲料 大豆粉吸水率检验方法》 (SN/T 0800.10-2019) .....	177

## 一、饲料厂平面设计以及饲料生产工艺流程。

### （一）饲料厂的平面设计

#### 1.饲料厂的可行性研究、设计和建造

- （1）确定从现有工厂转到新工厂的设备；
- （2）确定重新安装的设备的制造者、型号和功率；
- （3）确定可供选择的特种商标设备以及制造者和型号、数量；
- （4）确定可供选择的输送和处理设备的类型；
- （5）确定是选择钢结构还是混凝土结构；
- （6）确定需要的过程控制水平；
- （7）确定汽车秤及铁路轨道衡的数目；
- （8）确定所需的办公室、餐厅、休息室、衣帽间和洗漱设备及司机休息室。

#### 2.总体规划

总体规划的概念已经被广泛地应用在团体、办公和工业综合体的设计上，用于有效地管理、控制和为长期发展和变化提供方向。不管是新建厂还是改造老厂，总体规划对于饲料加工厂来说都是一个有效的工具，管理部门可以用来在短期和长期内评估、实施和控制主要投资项目。

一个总体规划至少应包括以下要素：

- （1）加工能力分析文件。
- （2）贮存能力分析文件。
- （3）工厂的基本图纸包括：工艺流程图、厂址平面图、



设备布置图、立面图。其中设备布置图包括：地面层设备布局图、工作层设备布局图、屋顶平面设备布局图、料仓排列布局图。

（4）列出设备、劳力和材料费用估算。

（5）解释说明设计选择、分析过程和前期及建设工作。

总体规划是管理部门对一个工程的物质和财政方面的最初的考察。而设计工作已到了所有主要建筑和机械要素都被描述过了的阶段。总体规划交与厂方之后，管理部门要审阅该规划并指明需变更的事项，然后设计者在图上做改动并为最后审定重新编制概算，一旦批准就要固定下来，设计者进入到详细设计阶段。

### 3.详细设计

要检查设计人员在设计建筑和机械组成部分。这些组成部分包括：维修、运行和劳动力费用的资金平衡可能的扩建、效率，安全性、外观、实用性、期望的使用寿命期、应变能力、质量控制和评价，然而，可能需要突出说明工厂主要工段的设计原理和经常被业主和管理人员问及有关设计方面的问题。

#### （二）饲料生产工艺流程

饲料的加工过程主要包含以下工序，即原料接收、原料清理、粉碎、配料混合、制粒、挤压膨化、包装贮存等。其中部分工序可根据饲料厂的生产要求增添或删除。

二、饲料原料接收计划与程序、接收设备、称重与验收、清理与储藏；饲料样品采集与制备、登记与保管；饲料厂常用的输送机。

### （一）原料的接收计划与程序

固体原料接收是将饲料厂所需的各种原料用一定的运输设备运送到厂，并经质量检验、称重计量、初清入库存放或直接投入使用。

液态如油脂接收工艺路线。油脂接收后，使用前加热至 $75 \sim 80^{\circ}\text{C}$ ，如用泵循环，可提高加热速度，使加热时间缩短一半。对于内设搅拌器的贮罐要间隙搅动。搅拌器的性能与贮罐的容积有关。

### （二）接收设备

饲料原料接收设备主要有刮板输送机、带式输送机、螺旋输送机、斗式提升机、气力输送机以及一些附属设备和设施（如台秤、自动秤等称量设备、存仓及卸货台、卸料坑设施等）。饲料接收设备应根据原料的特性、数量、输送距离、能耗等来选用，例如，刮板输送机和螺旋输送机一般都作水平输送，但前者多用于远距离，而后者宜用短距离。气力输送机宜作容重轻的物料的水平 and 垂直输送，特别适用于船舶的粉、粒料装卸工作，其优点是粉尘小、劳动强度低；缺点是动力消耗大。容重大的原料以机械输送为好。

### （三）原料的称重

饲料厂对全部接收原料进行检查是控制进厂和随后厂

内损耗的一个重要步骤。安排原料接收计划和调度原料时，应规定称重地点，如果可能，最好在厂内设置原料固定称重地点。不管接收原料称重地点在何处，一旦发现发票上的重量与实际的重量不一致时。应根据供货渠道向供货方和运输方提出要求，并按规定追究责任。秤是所有饲料原料重量得以准确的必要保证，饲料厂原料用秤的类型很多，其中比较常见的可归纳为三种基本类型，即杠杆秤、字盘秤和电子秤。

1.杠杆秤是最简单的秤，它由悬置在中心支点上的杠杆和支点组成，杠杆的一端挂砝码，另一端是原料。当杠杆水平时，两边重量相等。某些较老式的卡车秤也是用杠杆系统和砝码来称重。

2.字盘秤是对杠杆秤的一种改进，它能通过重量显示器连续自动地显示重量。施加在未知重量上的力按比例变化以保持连续平衡状态。由于该力的位移正好与施加力的重量成正比，所以用此平衡装置中摆砵、偏心块或弹簧构成的位移量可以转换成指针的角位移，从而连续显示重量值。

3.电子秤用负荷传感器检测重量。被测物料的重量作为一种压力或拉力施加在负荷传感器上，这种力使粘合在传感器上的应变片电阻值发生改变。重量值通常由电子数字显示器读出。电子秤分辨率高，操作简便，价格性能比好，称重结果可直接输入计算机等外围设备进行处理，便于饲料原料接收与库存管理。近年来，电子秤得到了广泛的应用，特别是在新建饲料厂，电子秤越来越广泛地应用于大型内装式地

磅秤的火车车厢或卡车称重，替代了价格昂贵的庞大的杠杆系统。电子秤还可以实现快速称重，遥控称重，以及把称重读数信息输入计算机做进一步处理或者库存管理。当要直观的重量读数时，可安装一个辅助的电子显示器。但不论采用什么方式显示重量，多数电子秤都能直接显示净重。

#### （四）原料的验收

1.采购行政许可的国产单一饲料、饲料添加剂、药物饲料添加剂、添加剂预混合饲料采购部、品管部需查验许可证明文件编号和产品质量检验合格证，无许可证明文件编号和产品质量检验合格证的，或者经查验许可证明文件编号不实的，不得接收、使用。国产单一饲料还需对原料的主要成分进行自行检验不符合原料接收标准的，不得接收、使用。

2.采购实施登记或者注册管理的进口单一饲料、饲料添加剂、药物饲料添加剂的，采购部、品管部需查验进口许可证明文件编号，无进口许可证明文件编号的，或者经查验进口许可证明文件编号不实的，不得接收、使用；进口的单一饲料还需对原料的主要成分进行自行检验不符合原料接收标准的，不得接收、使用。

3.采购不需行政许可的原料的，公司逐批对原料的主要成分进行自行检验或者委托检验，不符合原料接收标准的，不得接收、使用。

#### （五）原料的清理

清理的目的与要求。保证成品的含杂不要过量；保证加

工设备的安全生产，减少设备损耗；改善加工时的环境卫生。使物料能顺利地通过其他设备，有效地保证后段加工设备及输送设备的正常工作，以保证配合饲料的质量。

### 1.常用的清理方法有：

（1）筛选法。用以筛除大于及小于饲料的泥沙、秸秆等大杂质和小杂质。筛选是根据物料与杂质的粒度大小不同而进行分离的操作。饲料厂常用的筛理设备有圆筒（或圆锥）初清筛、粉料初清筛和平面回转分级筛。

#### ①筛分原理

采用筛理机械可清除饲料中的杂质，也可进行饲料的分级筛理。筛理是根据物料粒子的粒形、宽、厚等方面的差别，使它们一部分通过筛面成为筛下物，另一部分留于筛面上成为筛上物，从而使饲料与杂质分离，达到去除杂质的目的，或供不同大小、不同形状的饲料分开，以进行分级处理。

#### ②筛分类型

圆孔筛或方孔筛，可按颗粒宽度不同进行分离。长孔筛，可按颗粒厚度不同进行分离。筛理三要素：

- a.物料和筛面有相对运动；
- b.需过筛物和筛面接触；
- c.有合适的孔形和尺寸。

#### ③常用的清理设备

a.圆筒初清筛。应用于饲料厂、粮食加工厂、粮食立筒库及其他行业的原料接收清理。主要用于清除粉状原料的大

杂质，改善车间环境，保护机械设备，减少故障或损坏。该系列初清筛主要由冲孔圆形筛筒、清理刷、传动装置、机架和吸风口等部分组成。除尘：上设吸风口可与中央吸风系统连接，防止尘土飞扬，清理刷可以清理筛筒，防止筛孔堵塞。

b.回转振动分级筛：回转分级筛主要用于饲料厂的粉状物料或颗粒饲料的筛选和分级，也可用于饲料厂原料的初清，以及大、中型饲料厂二次粉碎后中间产品的分级。

（2）磁选法。利用磁场的吸力分离磁性杂质的方法，称为磁选。在饲料原料中所夹杂的磁性杂质，如铁、钴、镍等金属碎块以及磁铁矿矿砂等。在饲料生产中一般只按除强磁性杂质的要求选用磁选设备。磁选设备的主要工作构件是磁铁，根据产生磁场的方法不同，磁铁可分为电磁铁和永久磁铁两大类。

### ①磁选的原理

利用饲料原料与磁性金属杂质在磁化率上的差异来清除磁性杂质的。对磁选设备的要求是，饲料中的磁性金属杂质去除率须大于 98%以上。

### ②常用的清理设备

箅式磁选器。它常安装在粉碎机、制粒机喂料器和料斗的进料口处，磁铁呈栅状排列，磁场相互叠加，强度高。磁铁栅上放置导流栅，起导流和保护磁铁的作用。当物料通过磁铁时，物料中的磁性金属杂质被吸住，定期人工清除。缺点是磁铁栅的磁场作用范围有限，两栅棒中心磁力弱，磁性

金属杂质可能未被吸住而通过。此外，磁铁栅经常处于摩擦状态，退磁较快，吸附的铁杂物对物料流也有阻碍作用。

## （五）原料及成品的贮存

### 1. 仓型

用于原料及成品的贮存主要有房式仓和立筒库（也称为筒仓）。

#### （1）房式仓

优点：造价低，容易建造，适合于粉料、油料饼粕及包装的成品。小品种价格昂贵的添加剂原料还需用特定的小型房式仓由专人管理。

缺点：装卸工作机械化程度低、劳动强度大，操作管理较困难。

#### （2）立筒库

优点：个体仓容量大、占地面积小，便于进出仓机械化，操作管理方便，劳动强度小。

缺点：造价高，施工技术要求高，适合于存放谷物等粒状原料。

立筒库具有对散粒体物料进行接收、贮存、卸出、倒仓并指示料位等功能，它起着平衡生产过程、保证连续生产、节省人力、提高机械化自动化程度，以及防止物料病虫害和变质等作用。立筒库常用钢板和钢筋混凝土制作，多为圆筒形。

### 2. 筒仓的出料形式

平底出料：基础建设费用相对较少，但需配置出仓机械，另外，平底仓卸料不彻底，残留较多，需人工清理。

锥底出料：基础建筑费用高，施工周期长，但不需扫仓机，卸料较干净。

### 3.立筒库装卸工艺流程

（1）干燥和通风。烘干干燥由干燥塔和热风炉组成。烘干干燥过程包括对物料进行快速高温干燥和缓慢冷却过程。

（2）料仓物料的熏蒸。大型筒仓群应设置灭杀粮食虫害的熏蒸系统。该系统采用鼓风机将含有一定浓度的有毒的熏蒸气（如甲基溴气）强制循环，密闭熏蒸。该系统主要有风机、加温器、气化槽、气体排出口、粉尘过滤器、滑动阀等组成。

#### （3）仓顶、仓底装卸及输送物料

①仓顶输送装料：仓顶输送装料一般采用刮板输送机。

②底仓卸料：底仓卸料有多种形式：

a.锥形料斗自流出料型

b.流化出料降温型

c.平底扫仓型

③仓底输送设备：仓底卸料器卸下的物料大都采用刮板输送机输送走。

#### （六）饲料样本的采集、制备、登记与保管

饲料分析的第一步是采集样本。从大批原料（或饲料）中抽取一部分以供分析的操作过程称为采样，所抽取的这部



分原料或饲料称为样品。用于分析的样品总是少量的，但却要用其分析结果来代表大量原料或饲料的成分，因此，所采集的样品一定要有代表性。如果采样不准确，缺乏代表性，则分析工作进行得再准确也没有意义。由于饲料的种类繁多，来源、组成复杂，均匀程度差异很大，采样的方法要根据其性质、均匀程度、数量和分析项目来确定。正确采样应该从有不同代表性的区域取几个样点，然后把这些样本充分混合，使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。

由生产现场如田间、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）饲料或大面积牧场上，按照不同的部位即深度和广度来采取，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。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，以便增加其均匀性和便于溶样。由于饲料种类各异，分析目的不同，因此采样的方法也是各种各样，下面将对常见饲料的采样方法及制备处理做一概述。

## 1. 样本的采集

### （1）粉料和颗粒料

这类饲料包括磨成粉末的各种谷物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地点的不同，

又分为散装、袋装、仓装三种。所选用的取样器探棒，可以是有槽的单管或双管。

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，而且应多选几个采样点，以确保选取样本的代表性。

袋装原料采样时应从麻袋垛的上、中、下各部位，先取出有代表性的麻袋，取袋数量至少为总袋数的 1/2。然后，将取出的麻袋平放，用采样锥沿每只麻袋的对角线取样，原始样品在一千克以上。

对于贮藏在饲料库中的散装产品的原始样本，采样是在料层以下时用探针选取，料层在以上时使用有旋杆的探针。采样前先将层表面划分六个等份，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。料层厚度在以下时，从两层中选取，即从距料层表面 10~15 cm 深处的上层和靠近地面的下层选取。当料层厚度在以上时，从三层中选取，即从距料层表面 10~15 cm 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 深处选取的。

将所抽取的原始样本（包括散装、袋装、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，一份供鉴定或分析试

验用，另一份供检查用（注意封闭，放于干燥洁净处保存一个月）。如为不易粉碎的样品，则应尽量磨碎，尤其是对添加剂预混料，由于其粒度小，故制备时应避免样品小颗粒的丢失。原始样品中的土块、石块、杂物，须在取样后用镊子取出并称重，求出混杂物的百分含量。若是供测定的平均试样，应保留夹杂物在内，以保持其实际饲用状态。

## （2）新鲜青绿饲料

事先调查饲料的生长阶段、俗名和学名，主要包括天然牧草、蔬菜类，作物的茎叶和藤蔓。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。每区选取5个以上的采样点，每点一平方米。从植株的平均高度具有代表性的点上剪取可食部分并立即称重，而后送实验室制样。如果采集样品的对象是单一品种时，须注意勿混入其他杂草，如果采集样品的对象是混合牧草，则应测定各种草类所占的比例。藤蔓类的叶子极易脱落，采集时要特别注意茎叶的比例，要有代表性。采集来的原始样品要抖掉泥沙。

## （3）块根、块茎和瓜果类

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，由多个单独样本中取样以消除每个样本间的差异。取样方法为从大面积收获现场或贮藏窖中的各部位，随机采取新鲜完整的原始样本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  $1/4$ 、 $1/8$ 、 $1/16$ .....直至适量的分析样品，迅速切碎后混合均匀取 300 g 左右测定出水分，其余样品平铺于洁净的瓷盘内或用线串联置于阴凉通风处风干 2~3 天，然后在  $60\sim 65^{\circ}\text{C}$  的恒温干燥箱中烘干。

#### （4）油饼类

事先了解油饼、油粕的来源及出厂规格、产地、浸提溶剂、压榨工艺、出油率等。油饼样不宜过夏，应直接从榨油厂采取。

小片饼采样，应从油饼堆的各部位中选取大小厚度具有一定代表性的饼片，每吨至少取 25~30 片。

机榨大饼至少取 5 片，每片均按圆心角 5 度切取作为原始样品送实验室制样。

#### （5）青贮饲料

取样前应对青贮饲料做详尽记载。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，从茎叶比例、色泽、含水量等外观性状有代表性的五个以上采样点取样。井窖采样部位，应从青贮窖中心引一圆，距窖壁 30~50 cm。然后由圆心及相互垂直的两直径与圆相交的各点进行采取。采样时用利刀切取边长 20 cm 的立方形饲料块。

沟式窖采样的部位，应从青贮沟一端，除去最外层的草层，同样由表层 50 cm 处采样。采样的部位为距青贮沟两壁

及沟底与草面各 30 ~ 50 cm 处作一方形，并将对边中点连接成田字形。采样时要求与井型窖相同，切忌摘取，打乱原青贮饲料的组成与结构。

#### （6）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五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 ~ 2 cm 长度，充分混合后取分析样品约 300 g，粉碎过筛。少量难粉的秸秆渣屑应尽量捶碎弄细混入分析样品中，充分混合后装入样本瓶中，一定不要丢弃。

#### （7）液体饲料

对动物性油脂，在一批饲料中由 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。在每一包装单位至少选择三个部位取样，由一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，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 50 cm 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。

对于浓稠液体饲料如糖蜜等，一般可在其卸料过程中采样，可定时用勺等器皿随机取样（500 g）。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在上、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。

## 2. 样本的制备

送至实验室中的平均样品较粗、不均匀，因此，在分析前都需要进行粉碎、混匀、缩分、装瓶、贴标签等，这一系列操作过程称为样品制备。根据原始样品含水量的不同，制样又分为风干样品制备和新鲜样品制备。

### （1）风干样品的制备

饲料样本中不含游离水，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% 以下称为风干样本。例如籽实、糠麸、油饼、干草、秸秆、血粉、肉骨粉等。先将平均样本混匀，用四分法缩分至 250 g 左右，取约 50 g 在粉碎机上粉碎（清洗粉碎机）弃去，其余样品全通过 40 目或以上筛，混匀，装入磨口广口瓶，注明样品名称，分析项目及制样时间。剩下的平均样品也装瓶（袋），注明送样单位、样品名称和采样时间，保存。饼粕饲料则应先捶碎、混匀，其他制备步骤相同。

### （2）新鲜样品的制备

新鲜样本含有大量的游离水和少量的吸附水，两者的含水量约占样本重的 70% ~ 90%，这类饲料包括青饲料、多汁饲料（水生饲料）、青贮饲料等。鲜样采集后必须迅速制备，

因为许多维生素在样品放置和受热后易破坏，某些元素（如铁、锰、钼等）易发生价态变化。按照“四分法”和“几何法”，由新鲜样本中取得分析样本，先除去初水分，制成风干样品，然后再按风干样品的制样方法制成分析样品。

新鲜样本由于水分含量高，不易粉碎和保存，因此通常需要先测定其中的初水分。测定初水分时用已知重量的搪瓷盘在台秤上称取 200 ~ 300 g 新鲜样品，将有鲜样的搪瓷盘置于 60 ~ 70℃ 烘箱中，烘 5 ~ 6 h 后取出搪瓷盘，放于室内空气中冷却 2 ~ 4 h，使样品中水分与室内湿度取得平衡，称搪瓷盘与样品重量。然后，继续于 60 ~ 70℃ 烘 2 h，室内冷却 2 h，称重，直至相邻两次称重之差不超过，此法烘干后得到的样品为风干样品。风干过程中失去的重量为新鲜样品中的初水分的含量。

### 3.样品的登记和保存

制备好的样品应装入磨口瓶或密封塑料瓶（袋）中。易腐烂的样品在盛夏时节，应当低温保存。某些液体样品，特别情况下可适当加入防腐剂、抗氧化剂或防霉剂，但所加的物质不能影响分析结果。一般样品在检验结束后应保存 2 ~ 3 个月，以备复查。保存期应以检验报告单签发日期算起，保留样品应加封存放，并尽可能保持原状。做好记录。

### （七）原料输送设备

胶带输送机，刮板输送机，螺旋输送机，斗式提升机，气力输送设备以及溜管，分配器，风机和关风器等辅助设备。

## 1. 胶带输送机

胶带输送机是以胶带作为承载、输送物料的主要构件，是饲料厂常的水平或倾斜的装卸输送机械，可输送粉状、粒状、块状和袋装物料。

结构特点和工作原理：

（1）输送带：通常有橡胶带，一般常用的是普通型和轻型。功能：用来承托胶带及其上的物料。

（2）平面单辊式支承装置上，输送带平直，物料运送量较小，便于在输送中间卸料，输送带使用寿命较长；多辊式支承装置使胶带呈凹状，运送量大，生产率高，适用于运送散粒物料，但输送带较易磨损。为了安全输送，可配置防止跑偏装置和测速装置。

## 2. 刮板输送机

刮板输送机是利用装于牵引构件（链条或工程塑料）上的刮板沿着固定的料槽拖带物料前进并在开口处卸料的输送设备。它主要由刮板链条、隔板、张紧装置、驱动轮、密封料槽和传动装置等组成。刮板输送机适合长距离输送大小均匀的块状、粒状和粉状物料。刮板输送有水平和倾斜两种基本输送形式。

### （1）优点

①同胶带输送机相比，它不需要众多的滚动轴承和昂贵的橡胶带，具有结构简单、体积小等优点，其制造、安装、使用和维护都很方便。



②由于料槽密闭，物料不会飞扬，因而物料损耗少，工人劳动条件好。

③与输送量相同的其他类型输送机相比，料槽截面积小，占地面积也少，既可多点加料，也可多点卸料（最好一个点卸料）。

④由于料槽是封闭的箱形，因此刚度大，不需要支承料槽的框架，当跨度大时，只设置简易支承台即可。

⑤U型刮板输送机因刮板和料槽为配合的弧形，且用抗磨性强的工程塑料制成，因此噪声低、残留物料极少，使用寿命长。

⑥与螺旋输送机，特别与气力输送机相比，功耗小。

## （2）缺点

颗粒料在运送过程中易被挤碎，为了安全生产，配置流量控制装置及出口处设置防堵料位器或行程开关。

### 三、饲料的粉碎方法、粉碎工艺和粉碎设备

粉碎是用机械的方法克服固体物料的内聚力，从而使之破碎的一种操作方法。

#### （一）粉碎的目的与要求

##### 1. 粉碎目的

（1）增加饲料的比表面积，有利于动物的消化和吸收。

（2）改善和提高物料的加工性能。

##### 2. 粉碎粒度要求

对于不同的饲养对象、不同的饲养阶段，有不同的粒度要求，而这种要求差异较大。在饲料加工过程中，首先要满足动物对粒度的基本要求，此外，再考虑其他指标。

#### （二）粉碎粒度及其测定

##### 1. 粒度

物料颗粒的大小称之粒度，它是粉碎程度的代表性尺寸。对于球形颗粒来说，其粒度即为直径。对于非球形颗粒，则有的以面积、体积或质量为基准的各种名义粒度表示法。在饲料行业一般采用粒度来表示物料的粒径。

##### 2. 目

（1）目是指每平方英寸筛网上的空眼数目。

（2）粉体颗粒大小称颗粒粒度。

由于颗粒形状很复杂，通常有筛分粒度、沉降粒度、等效体积粒度、等效表面积粒度等几种表示方法。

筛分粒度就是颗粒可以通过筛网的筛孔尺寸，以 1 英寸

(25.4 mm)宽度的筛网内的筛孔数表示,因而,称之为“目数”。

### 3.饲料粉碎粒度的测定

配合饲料粉碎粒度测定法。据《配合饲料粉碎粒度测定法》(GB/T 5917,附件1),本法适用于标准编织筛测定配合饲料成品粉碎粒度。

#### (三)粉碎方法和粉碎理论

粉碎方法的选择:强度越强、硬度越小,脆性越小,韧性越大的物料,需要的变形能就越多。选择粉碎方法的重要依据是被粉碎物料的物理性质。被粉碎物料的强度和破裂性是两个主要指标。

对于坚而不韧的物料,撞击和挤压较有效;对于韧性物料以剪切较好,对脆性物料以撞击破碎为宜。

#### (四)粉碎设备

粉碎设备的分类:锤片式粉碎机、爪式粉碎机、粉碎机、盘式粉碎机、辊式粉碎机、破饼机、粗碎机、中碎机、粉碎机、微粉碎机、超微粉碎机、立式粉碎机、卧式粉碎机、宽式粉碎机、齿爪式粉碎机、辊式碎粒机。

##### 1.卧式锤片式粉碎机

(1)喂料。运动轨迹垂直相交,大部分物料被粉碎达到合格的细度,排出粉碎室。部分粉碎不足或少量未粉碎的物料继续下降,下层锤片的末端线速度更高,与筛板的间隙更小,进一步粉碎。

(2) 粉碎。大部分合格物料通过周围环筛及底筛筛孔，极少量落入底筛上表面。刮片将欲沉积的物料刮起，刮片同时具有风机叶片功能，产生一定的风压和风量，吹起物料，达到粉碎的效果。

## 2. 双立轴式粉碎机

双轴立式粉碎机采用两台同型号电机分别直接驱动粉碎机转子工作，采用相同的一套进料、出料系统可节约设备与空间，提高了单机产量、粉碎效率和节约了设备与产品成本。并且突破了直立式电机功率的限制，成倍地提高了粉碎机的生产能力。其技术特点包括：

(1) 用气动连杆装置实现筛网自动升降，缩短换筛时间。

(2) 喂料轮将物料分散并均匀地送至粉碎室进料口，使粉碎过程连续均衡。

(3) 多口进料，增大物料进入粉碎室的第一次打击面。

(4) 锤片采用表面渗碳淬硬处理，使用寿命长。

(5) 转子最下层装有刮片，可刮起沉积在底筛上的物料，刮片还起到离心风机叶片的某些作用。

(6) 与单轴立式粉碎机的工作原理相同，筛理面积大，重力作用明显，故粉碎效率高。

## 3. 微粉碎机

由于水产饲料及其他特种饲料的发展，配合饲料中含有部分微量组分，要求有较细的粉碎粒度。

微粉碎工艺设备：微粉碎机、精细分级、物料输送、介质分离、除尘、脱水、控制、检测。

特点：结构紧凑，主轴转速不高，使用安全可靠，适用于鱼虾饲料或幼小动物饲料原料的微粉碎。采用马镫状锤片，粉碎室上部为齿板，下部为筛板的微粉碎机。

### （五）粉碎工艺

粉碎机的台数确定需综合考虑粉碎效率和灵活性两个因素。单机产量大而台数少时，粉碎效率高，加工成本低，但灵活性差，该工艺适合于原料品种少、原料与原料间粉碎性能差异较小的工厂。

粉碎机生产能力的确定应考虑到物料特性，筛孔大小变化时对生产能力的影响，以及中途调换品种等时间间隔等因素，所以，选择设备生产能力比要设计的生产能力至少加大30%。

工艺分类：辅助吸风粉碎工艺、循环粉碎工艺、微粉碎生产工艺。

影响粉碎机工作效果的主要因素：产品粒度、物料性质。

#### 四、饲料配料系统、配料工艺和配料辅助设备。

##### （一）配料计量秤

##### 1.配料计量秤概述

饲料的配料计量是按照预设的饲料配方要求，采用特定的配料计量系统，对不同品种的饲用原料进行投料及称量的工艺过程。

配料计量秤的型式：连续式、容积式、分批式、重量式。

电子配料秤以称重传感器为核心，通过信号放大和微处理器进行 A/D（模/数）转换并能自动显示示值，将重量值变成电信号输出，可应用计算机进行数据处理。特点：稳定性好、结构简单、重量轻、密封性良好、分辨率高、准确度、响应速度快。

##### 2.配料计量秤的计量性能

（1）称量准确度：称量结果与被称量物料的真值之间的一致程度。

（2）鉴别力：配料计量秤对载荷微小变化的反应能力。

（3）鉴别力阈：于处于平衡状态的配料秤，在其秤斗上轻缓地放上或取下一个微小的附加载荷而使其发生一个可察觉到的变化，这种附加载荷的最小值被称为鉴别力阈。

（4）重复性：在实际相同的工作条件下，采用同一方式，将同一载荷多次放到秤斗上，配料计量秤提供相互一致结果的能力。

（5）耐久性：配料计量秤在经过规定的使用周期后，

仍然保持其计量特性的能力。

### 3.配料计量秤的准确度等级

配料计量秤的准确度等级执行的是《非自动秤通用检定规程》(JJG555-1996)(等效地采用 OIML R76)和《非连续累计自动衡器检定规程》(JJG648-1996)(等效地采用 OIML R107)的相关规定。

秤的准确度等级按照国际法制计量组织(OIML)的规定和国际惯例,根据其检定分度值和检定分度数的大小来划分的。

### 4.配料计量秤的最大允许误差

对于调整好操作状态且空秤时已调到零的秤,其示值与标准砝码确定的相应真值之间由规程或规范所允许的误差极限值。秤的最大允许误差是按照自动秤与非自动秤的划分来进行规定的。

### 5.配料计量秤的主要技术参数

最大称量、最小称量、检定分度值、量程、配料周期、影响量、温度、电源电压等。

### 6.配料计量秤结构上应满足的要求

(1)满足饲料生产的工艺要求,适应配料计量中原料品种和配比的变化。

(2)结构上应精细、坚固、耐用,保证在使用周期内保持其计量性能。

(3)结构上应符合 JJG555-1996 和 JJG648-1996 相应条

款的测试要求，在秤斗上必须有方便放置砝码的位置，保证砝码方便的、绝对安全的放置其上。

（4）对已单独通过定型鉴定的装置应能够识别，如称重传感器、称重显示器等。

（5）结构上应保证当控制元件的偶然损坏或失调不出现明显影响时，配料秤的功能不受到干扰。

（6）控制器的设计应使其控制的动作通常只能进入设计预定的位置，除非控制期间所有的指示程序都不能执行。控制器上的各键均应有清楚的标志。

## 7.配料计量秤工艺上应满足的要求

（1）可以将配料秤配置为一机一秤或一机多秤的工作方式，并适用于秤下混合机前面带有缓冲斗的工艺，而且控制合理。

（2）实现快、慢速给料，可使用双螺旋给料（以提高给料速度）、使用变频调速器（以提高配料准确度）等先进技术。

（3）配料控制器应使用先进软件、编程合理，应能针对现场振动大小而设置不同的数字滤波值，应使示值显示稳定，提高配料准确度。

（4）应配有开关输入量，使秤门、混合机门、缓冲斗门和添加剂门等联锁，以保证配料混合系统正常运转、协调有序。

（5）配料计量秤应有自身检测功能，对故障、配料超



差等实行声光报警；配料系统应有停电保护功能等。

## （二）电子配料秤的组成及工作过程

### 1.电子配料秤的组成

#### （1）秤斗

用来承受待称物料重量并将其传递给传感器的箱形部件，由秤体和秤门组成。

#### （2）传力连接件

传力连接件是保证将待称物料的质量完全作用于称重传感器上的机械装置，具有刚度、强度、准确、重复性、稳定性、可靠性、弹性变形一致性。

#### （3）称重传感器

##### ①传感器

传感器是能将非电的物理量（如重力、拉力、位移、速度、流量等）转换成电量（电压、电流、电阻或电容）或电信号并传送出去的一种转换元件。

##### ②电阻应变片式称重传感器

电阻应变片式称重传感器是将电阻应变片粘贴在弹性敏感元件（弹性体）上，然后以适当方式组成电桥电路。

弹性体可把被测的重量转换成弹性体的应变值，而由作为传感元件的电阻应变片将弹性体的应变同步地转换为电阻值的变化，实现非电物理量转换成电量以便输出。

##### ③传感器的组合方式：串联、并联、串并联混用

#### （4）称重仪表

电子称重显示仪表的作用是将称重传感器的称重结果用模拟形式或数字形式显示出来。

### ①称重仪表的结构

称重传感器。称重传感器将重量线性转换成直流电压，一般  $0-20\text{ mV}$ （传感器并联方式）；而 A/D 转换器的输入电压一般为  $0.25 \sim 10\text{ V}$ ，故要求用放大器将传感器输出电压放大。

### ②称重仪表的功能

a.报表数据统计与掉电保护功能：对所需的报表数据如批次、包数、原料消耗、产量等应能显示打印和掉电保护。

b.统计数据远传功能：称重仪表应能把统计数据及当前实时重量通过通信接口远传给上位管理计算机，以实现计算机联网的定量管理。

c.自动控制功能：根据称重设备的要求，完成自身设备时序的自动控制，以及对上下相关设备的工艺联锁。配料秤由配料控制器来实现自动控制功能。

d.静态准确度软件自校验功能：可简化静态准确度校验的工作量，提高准确度校验的精确性。

e.自检及故障自动提示报警功能。

### ③配料控制器的模式

电子配料秤的计量性能、控制和实现功能都是由配料控制器来完成的。

### 2.电子配料秤的配料工作过程

电子配料秤的工作过程是一种多品种物料依序连续、累

计称量、示值停顿显示，并分批周期作业、自动控制操作的一种动态的、复杂的称量过程。

电子配料秤的典型工作顺序：接通电源给出启动信号，此后整个配料过程即全自动进行。

首先是首号仓开始给料，给料量达到只剩下设定料柱量时，转为慢给料。仅剩空中料时，停止慢加料。第二号仓开始给料...直到所有料仓给料完毕，检测混合机中是否有料、混合机门是否关闭到位；如无料且料门关闭到位，则打开秤斗门，物料进入混合机。

在物料进入混合机过程中，如需加入添加剂，则报警提示添加剂加入，添加剂加完后人工给一信号，添加剂门关上。可根据秤斗门关闭或添加剂门关闭信号开始计算混合时间。秤斗门关闭后，下一批料的配料周期又可开始。当第一批料的混合时间达到，混合机开门放料，放料完毕混合机门关闭，此时第一批料就已经配料混合完毕。下批料自动重复循环作业。

### （三）饲料生产中的自动配料称重系统

配合饲料的生产原料主要是玉米、麦麸、鱼粉、豆粕和添加剂等，生产时要在短时间内按配方规定的质量将各种原料投入计量斗称料，然后进入混合机工序，靠人力很难做到快速、准确，因此在饲料生产中采用智能化的自动配料称重系统越来越显重要。

#### 1. 配料称重的模式

(1) 采用一个计量斗顺序称 12 种到 16 种饲料原料;

(2) 采用 2 个计量斗分别顺序称 8 种到 12 种饲料原料, 直接卸在一个混合机内。

每一生产厂所用饲料生产配方、原料种类各不同, 但生产模式、工艺相差不多, 称重方式基本雷同, 工艺生产流程大致都是用斗式提升机将原料提升至工厂高处螺旋输送机, 经电控旋转分配器分送到位于工厂高层的各个贮料仓, 在配料控制器的指令下, 各个贮料仓下料的螺旋输送机顺序按设定量向计量斗下料, 当按配方规定配完全部料以后, 计量斗自动打开卸料门将混配料送至混合机拌匀, 同时注入所需添加的油脂, 拌匀后再送入压料成型等下道工序。

## 2. 计量斗

计量斗的容量一般为 800 kg 到 1200 kg, 一般均采用倒置圆锥体斗结构, 为了防止计量斗因物料泻入而引起的摆动, 最好选用压式受力的称重传感器。由于所计量的物料多为松散的粉粒原料, 当原料进入计量斗以后必然会堆积成一山字形小丘, 因此计量斗的容积设计必须乘上一个系数, 使其能充分容纳额定质量原料, 该系数可视原料的密度和颗粒大小设定为 1.3 到 1.4。计量斗卸料口的锥度是保证原料自由迅速下落的关键部位, 如果设计不当, 干性原料在重力的作用下, 流动时有可能在锥部形成自我支撑的拱门, 成拱桥状或鼠洞状见图或漏斗状, 影响原料的正常流动速度和下落干净程度, 这样会给一次性精确计量造成困难, 因此设计时应予以消除,

根据理论计算和实际经验，这个锥角一般都要求小于 60 度。为了使计量斗在工作时达到最佳状态，防止吸湿原料在内壁堆积堵塞而影响计量精度和卸料速度，可以在计量斗仓壁外侧加仓壁振动器，强迫振动，破坏堵塞状态，另外，可在卸料口上端设。

### 3.置三角形破拱结构

计量斗的上方群集着 12 种到 16 种原料的螺旋输送机下料口，单位密度很高，合理均布各个下料位置对于快速、精确计量很重要，布置得当既有利生产又便于检修。为了方便对计量斗的定时标定，计量斗上方外侧可以焊一圈钢筋网架，或沿圆周相隔 90 度各焊一挂钩，以便标定时放置或吊挂砝码。

## （四）配料工艺及辅助设备

### 1.配料生产工艺

设计合理的配料工艺流程，在于正确地选定配料计量装置的规格、数量，并使其与配料给料设备、混合机组等设备的组合充分协调。

优化的配料工艺流程可提高配料准确度、缩短配料周期，有利于实现配料生产过程的自动化和生产管理的科学化。

### 2.防止料仓结拱的措施

妨碍配料仓内粉体物料卸出的粉体拱，主要是静态拱（俗称架桥），其中又以压缩拱为最常见。增大斗仓卸料口尺寸，尽可能采用条形卸料口；采用非对称斗仓；采用曲线

斗仓或和偏心卸料口；改善斗仓的几何形状等。

防止结拱的措施有三类；减小仓体高度，采用浅仓以降低粉体压力配料仓内嵌入改流体可改善物料的流动性；降低粉体压力；增大斗仓壁倾角，使斗仓壁尽可能陡峭而光滑改善仓壁材料或仓内壁刷涂环氧树脂等光滑材料，以增强粉体的流动性能。减小仓壁的摩擦阻力。在必要时，可采用振动，气力或螺旋搅拌等强制性破拱设施。

### 3.料位指示器

料位指示器（简称料位器）是用来显示配料仓内物料的位置（满仓、空仓或某一高度的料位）的一种监控传感元件。

## 五、饲料混合的机理、常见的饲料混合机、混合机的合理利用、混合工艺及影响混合效果的因素、混合均匀度的测定。

### （一）饲料混合机理

混合：各种饲料原料经计量配料后，在外力作用下各种物料组分互相掺和，使其均匀分布的一种操作。

1.混合类型：主流混合、固固混合、预混合。

2.混合过程：对流混合中物料在外力作用下从一处移向另一处，即物料团做相对运动，这种类型的混合使物料达到粗略的混合。

（1）对流混合：在混合机构作用下，使物料间彼此形成许多相对滑动的剪切面而发生的混合。

（2）剪切混合：物料由于受到压缩，或在流动的过程中，粒子间的相互吸引、排斥或穿插，而引起的物料间的无定向无规律的移动。

### （二）常见饲料混合机的分类及技术要求

#### 1.混合机的分类

分批式混合机、立式混合机、机轴转动型、连续式混合机、机壳回转型、卧式混合机。

#### 2.对混合机的技术要求

配合饲料混合均匀度变异系数 $\leq 7\%$ ；预混合饲料变异系数 $\leq 5\%$ 。

#### 3.常见饲料混合机

## （1）卧式螺带混合机

### ①结构

卧式螺带分批式混合机有单轴和双轴两种。单轴式的混合机按混合室的形式分为 U 型和 O 型；其中 O 型主要为小型机，多用于预混合饲料的生产上；U 型机应用得最为普遍；双轴式混合机则为 W 型，W 型机多为大型厂选用。

U 型卧式螺带混合机的结构主要由机壳、带螺带的转子、出料控制机构和传动机构等组成。

#### a. 机体

单轴卧式螺带混合机的机体以 U 型为主，机体外壳由普钢或不锈钢制造。机体容积的大小决定了每个批次混合量的多少。机体上盖板一般设有两个进料口，大型混合机有三个进料口。机体两端采用了内外层墙板的空心夹层结构。中间的空间与机体上、下部相通，在进、出料时，被排出的气体可以上下循环，而不至于气体和粉尘溢出机外。

#### b. 转子

转子是混合机的主要工作部件，它由螺旋叶片（螺带）、支撑杆及主轴组成。其中螺带的结构形式设计是否合理，决定着混合机的混合质量和效率。

#### c. 出料及控制机构

出料门在机体底部，其形式有一端小开门和大开门两种。大开门形式具有卸料速度快、物料残留量少的优点，但因为出料门较大，要求门体的强度高、密封性能好。小开门形式



结构简单，但卸料速度慢、残留量多，所以仅用于小型混合机。出料门控制机构有手动、电动和气动三种形式。手动仅用于小型混合机。大、中型混合机使用电动或气动控制。

## ②工作原理

卧式螺带混合机，一般都设计成内外两层螺带，内外两层螺带分别为左右螺旋。当一条螺带把物料由混合机的一端送向另一端时，另一条螺带则把物料作反向输送，在混合机设计中，内层螺带又宽于外层，因此在机内产生强烈的对流和剪切混合作用。大型混合机在其主轴上设有一条满面式蛟龙，以取得良好的效果。外圈螺旋与机壳之间的间隙大小是影响混合机混合效果及卸料残留量的重要因素。

批量混合机的进料、混合和卸料是相间进行，所以操作频繁，并需与配料工序相互配合，大多采用程序控制和连锁机构，以避免由人工频繁操作而带来的错投、漏投或误投。在混合机的下面设置有大于混合机容量的缓冲仓，保证在短时间内将物料排空。

混合机是空载启动连续运行的，当配合好的物料进入混合机之后，各组分物料就同时受到混合机螺带的作用，使处于混合机不同部位的物料不断翻动、对流、扩散或掺和而达到均匀的分布，用这类混合机混合配合饲料时，达到混合均匀所需的时间通常在 2~6 min 之内。具体的混合时间应根据混合试验结果而定。

卧式螺带混合机的优点是混合速度快，可以使用较短的

混合周期，在混合稀释比较大的情况下（如 1 : 10 万）也能达到较好的混合效果。卧式螺带混合机不仅能混合散落性较差以及黏附力较大的物料，必要时尚能加入一定量的液体饲料。当添加油脂或糖蜜时，添加量可达 10% 左右。但该机型占地面积大，配套动力较大。

## （2）卧式双轴桨叶混合机

卧式双轴桨叶混合机是在 20 世纪 90 年代中期推出的一种新型混合机，它具有混合速度快、混合质量好、适用范围广等特点，在大型饲料厂、预混合饲料厂中迅速获得广泛应用，该机型有如下优点：

- a. 混合速度快，每批混合时间为 0.5 ~ 2.5 min;
- b. 混合均匀度高，混合均匀度变易系数  $CV \leq 5\%$ ;
- c. 液体添加量范围大，添加量最大可达到 20%;
- d. 充满系数可在 0.4 ~ 0.8 范围内调节。

### ①机械结构

卧式双轴桨叶混合机主要由机体、双转子、卸料门控制机构、传动部分及液体添加系统组成。

#### a. 机体：

机体为双槽形，其截面积形状如 w 形。机体顶盖有 1 ~ 3 个进料口，用于进料、排气、观察等。两机槽底各开有一个卸料口，用于快速排空机内混合好的物料。

#### b. 转子

机体内装有两组转子，转子由轴、3 组桨叶和撑杆组成。

桨叶一般呈 45 度角安装在轴上。一根轴上最左端的桨叶和另一根轴上最右端的桨叶与轴线的夹角小于其它桨叶，这两个桨叶除了混合作用外，还使物料在此获得更大的径向速度而较快地进入另一转子作用区。两轴安装的中心距小于两桨叶的最大回转直径。转子运动时，两轴桨叶端部在机体中线部分成交叉重叠区。由于桨叶在轴向对应错开，工作时安装在两转子上的叶片互不相碰。

### c. 卸料门控制机构：

卸料门控制机构有手动、电动、气动三种形式。手动控制仅用于小型混合机，大、中型混合机主要是电动和气动控制机构。

### ② 双轴桨叶混合机工作原理

双轴桨叶混合机内物料受两个相反旋转的转子作用，进行着复合运动，即物料在桨叶的带动下围绕着机壳作逆时针旋转运动，同时也带动物料上下翻动，在两转子交叉重叠处形成失重区，在此区域内，不论物料的形状、大小和密度如何，都能使物料上浮处于瞬间失重状态，这使物料在机体内形成全方位的连续循环翻动，相互交错剪切，从而达到快速、柔和、混合均匀的效果。由于在卧式双轴桨叶式混合机的混合过程中同时具有强烈的对流、剪切和扩散三种混合作用，混合效果明显优于卧式螺带混合机。

对流混合：两轴区物料将分别沿轴向流动，到达轴端后，由于轴端有一组小角度桨叶的作用，物料转向另一轴区运动，

使整个机内物料形成一个水平面的循环流动；另一方面同时又将分别绕各自轴线转动，各轴区形成一个垂直面和循环流动物料流；且两轴区交界的物料还有横向的相对轴区交叉流动。由于这种多方位的复合循环对流，将使机内物料更多更快地从一处向另一处移动混合。

剪切混合：转子采用桨叶而不像螺带混合机那样采用连成一体的螺旋带，由于桨叶与桨叶间互不连接，物料受到的作用力时强时弱，物料的运动时快时慢或有时停止，这种非连续运动使物料内产生较大的速度差。速度差的存在，使物料在桨叶作用下彼此形成剪切面，各物料团状或颗粒相互滑动、穿插和碰撞，形成较强的剪切混合。

扩散混合：扩散混合作用在整个机内都存在，但在机内中线附近区域更显著，因两转子反向同步旋转，并在机体有一桨叶的运动重叠去，这就使得中线附近的物料受旋转桨叶的作用，这个区域中被桨叶翻动的物料在离开桨叶的瞬间，每个颗粒可在流态化区域中自由运动，物料颗粒相互摩擦渗透，在机体中线附近形成流态化区域。每个颗粒可在流态化区域中自由运动，物料颗粒在自由运动中充分进行扩散混合。该区域中摩擦力小，混合作用轻而柔和，混合物无离析现象。特别是微粒物料（微量添加剂）在流态时，扩散作用混合效果更好。

流态化区域的形成，加上对流混合和剪切混合作用，使得双轴桨叶混合机比一般混合机的混合速度快，混合均匀度

高。卧式双轴桨叶混合机的最大的优点是混合速度快，混合含有总量十万分之一的微量组分饲料，每批料仅需混合 1 min，混合物的均匀程度就可达到全价料的均匀质量要求。这一混合时间仅是卧式螺带混合机所需时间的 1/3 左右。由于混合时间短，单位产量的混合电耗也较低，但卧式双轴桨叶式混合机采用了双转子结构，增加了机壳、传动及卸料系统的复杂性，机体大、造价高。

### （三）混合工艺

#### 1.混合周期

混合机每批料的混合周期 TZ（min）为： $TZ = T_r + T_j + T_x$

式中：

$T_r$ -混合机装料时间，min。从配料秤加料起，至秤斗门关闭止的时间。

$T_j$ -设定的最佳混合时间，min。由秤斗门关闭起至混合机卸料门开始打开为止的时间。

$T_x$ -卸料时间，min。卸料门打开起至关闭完毕为止的时间，再加上混合停歇时间。

#### 2.混合工艺要求

混合工艺是指将饲料配方中各组分原料经称重配料后，进入混合机进行均匀混合加工工艺方法和过程。

混合机的生产能力决定了饲料厂的生产规模，所以按生产规模来选择混合机容量大小。

#### （四）混合机的混合质量

##### 1.影响混合质量的因素

混合过程实际上是对流、扩散、剪切等混合作用与分离作用同时并存的一个过程，所以凡是影响这些作用进行好坏的诸多因素都将影响混合物料的混合质量。

##### （1）机型的影响

卧式螺带混合机：对流作用为主；快。

双轴桨叶混合机：扩散作用为主；较慢。

滚筒混合机：无死角；不飞样；结构上则要求不漏料。

##### （2）影响混合效果的物理特性

容重、粒度、粗糙度、物理特性、水分、散落性、结团的情况；团粒的组分多少和大小。

##### 2.避免分离的措施

力求的容重、粒度一致；必要时添加液体饲料；掌握好混合时间；适宜的装满系数。安排正确的进料程序；成品最好采用刮板或皮带输送机进行水平输送。

##### 3.混合效果的评定和标准

##### （1）混合均匀度变异系数

配合饲料：测定混合均匀度时，取  $n$  个样本，分别测得各个样本中所含检测组分的含量  $x_i$ ，然后用统计方法求得变异系数（记为  $cv\%$ ）以表征饲料混合均匀度的程度。变异系数=标准差/平均数；

##### （2）混合均匀度的测量方法

利用物料间的物理或化学特性的差异，分离出具有典型特征的成分或现象，得到样品的数据，按规定测出、计算变异系数，通过离散程度的大小反映出均匀度的优劣。常用的方法有沉淀法和示踪剂法（甲基紫法），一般取 10 个样品以上，按 GB/T 5918（附件 4）的规定执行。

## 六、畜禽饲料的制粒工艺；水产和宠物饲料的膨化工艺。

### （一）制粒概述

1.通过机械作用将单一原料或配合混合料压实并挤压出模孔形成的颗粒状饲料称为制粒。

2.制粒的目的是将细碎的、易扬尘的、适口性差的和难于装运的饲料，利用制粒加工过程中的热、水分和压力的作用制成颗粒料，改善饲料的适口性，降低料肉比，减少饲料浪费，降低环境污染。

颗粒饲料优点：提高饲料消化率，减少动物挑食，储存运输更为经济，避免饲料成分的自动分级，减少环境污染，杀灭动物饲料中的沙门菌。

颗粒饲料的不足：电耗高，所用设备多，需要蒸汽，机器易损坏，消耗大，部分营养成分受到一定程度的破坏。

3.制粒机械的分类：对辊式制粒机、硬颗粒制粒机、螺旋制粒机、环模制粒机、软颗粒制粒机、平模制粒机。

### （二）制粒机

#### 1.环模制粒机

##### （1）给料器（喂料器）

为保证从料仓来的物料能均匀地进入制粒机，通常采用螺旋输送机作为给料器来均匀地给制粒机喂料。由于开机、关机以及物料品种和模孔大小的变化，制粒机的给料量都是变化的，所以给料器要在一定范围内无级调速，通常选用电磁调速器来控制给料器的转速，一般控制在  $17 \sim 150 \text{ r/min}$



的范围内。

## （2）调质器

通用型调质器的机构与连续混合机相同。喂料器将一恒定的粉状饲料均匀地喂入调质器。在这里，粉状饲料与蒸汽和其他需要添加的液体原料，如油脂、糖蜜等得到充分地混合，并将调质好的物料输送至压制室。调质器也叫水热处理绞龙，它的主要作用是通过水、热处理，增加物料的塑性和弹性，有利于物料成形。

## （3）膨胀器

改进颗粒饲料质量，增加生产力，提高制粒前的油脂和糖蜜的添加比例可高达 15%~25%。改进高谷物含量饲料的淀粉水解，在高温、高压作用下，可减少或消除饲料中，无用而有害的微生物、细菌和真菌。造价较高，高温、高压也会影响饲料中的某些维生素、药品等有营养价值的物料。

# 2.制粒机的工作过程和受力分析

## （1）颗粒成形的工作过程

辊在工作过程中，环模在电机主电源驱动下以顺时针旋转；随着调质后的物料进入制粒室，物料开始被吸入工作区，压力辊借助饲料颗粒机作用的摩擦力开始顺时针转动。随着模辊的旋转，摄入的物料向前移动得更快，物料的挤压力和密度逐渐增加。当挤压力变大到足以克服模孔内材料与内壁之间的摩擦时，具有一定密度和附着力的材料被挤到环形模孔内。由于模辊的不断转动，物料不断被挤入环模孔中，因

此环模孔中的物料在成型后不断被挤出环模孔，并被刀具切断形成颗粒料。

## （2）制粒过程中物料的受力分析

制粒过程中物料的受力分析：在饲料颗粒机制粒的过程中，物料在挤压过程中所处的状态是不同的，一般可以分为供料区、挤压区、压紧区和成形区四个区。

①在供料区：颗粒机中的物料基本不受任何机械外力作用。只受环模在转动时产生的离心力的影响，使物料紧紧地贴在环模的内侧。

②在挤压区：压辊间隙变小，挤压力急剧增大，粉料进一步靠紧，粉粒之间的接触和联结变多，使粉料产生变形，将粉体向模孔挤去。此时挤压力达到峰值。一般情况下，颗粒饲料加工机械压出后的物料密度可达到  $1.3 \text{ g/cm}^3$ 。

③压缩区：随着压辊的旋转，物料进入压缩区，在此区域内，受模辊挤压，粉粒之产生相对移动，孔隙逐渐减少。随着物料向前移动，速度加快，挤压力增大，孔隙变得更小，但粉粒基本上还未变形。

④成形区：饲料柱体向外侧推移，排出模孔时挤压力须克服孔内料柱摩擦力总和。

## 3.制粒机的自动控制

颗粒饲料制粒机的自动控制，能够降低能耗及生产成本，延长压模、压辊使用寿命，改善劳动强度和劳动条件。

颗粒制粒机自动控制的优点：当现场蒸汽、液体添加量

和主物料流量受到各种扰动因素时，实际控制值与设定控制值会产生偏移（误差），通过智能控制仪表的数字 PID 调节，能连续、快速地得到修正，使实际控制值与设定控制值达到一致（在允许的误差范围内）。最终使蒸汽、液体添加量和主物料流量保持在最佳配合模式及最佳工艺条件状态。

### （三）饲料的调质

所谓调质就是通过水蒸气对混合粉状物料进行热湿作用，使物料中的淀粉糊化、蛋白质变性，物料软化以便于制粒机提高制粒的质量和效果，并改善饲料的适口性、稳定性，提高饲料的消化吸收率的单元操作。

### （四）影响制粒工艺效果的因素和质量评定

#### 1.原料水分含量的影响

要压制高质量的颗粒饲料，需要加入一定的蒸汽进行调质，蒸汽的加入量随原料水分和调质温度而调节，物料通过压模时温度不宜超过 85℃。对一般物料而言，调质后的含水量在 16%~17%时压粒效果最佳。若调质后的原料中含水量过高（超过 18%），则会使调质后物料水分过高，压粒机压制出来的颗粒软，若物料水分含量太低也会引起颗粒质量降低。

#### 2.原料化学成分的影响

（1）淀粉。淀粉对饲料黏结力影响较大，制粒前物料通过蒸汽进行调质，部分淀粉糊化，其他各种成分的粒子也因此而相互黏结，有利于制粒。此外，颗粒质量还与淀粉的

种类有关，如大麦、小麦淀粉黏结力比玉米、高粱好。

（2）蛋白质。一般来讲，天然蛋白质含量高的物料，可以制得质量高的颗粒，因为这些物料容重大，天然蛋白质在温度、水分的作用下变性，受到软化，易穿过模孔，制粒后冷却变硬，有利于制粒。

（3）脂肪。不管是物料原来含有的脂肪还是加入的脂肪，都对压粒的产量和质量有明显的影响，同物料中本身含有的 1% 的脂肪比较，物料中添加 1% 的脂肪，会使颗粒变得松散。

（4）纤维物质。原料中含有适量的纤维素，可起到牵连作用，有益于制粒。但原料中纤维素含量过高会引起颗粒折断，并使制粒时通过模孔的阻力增大，会使生产量减少，而且压模容易磨损。

（5）易产生热变性的成分。脱脂奶粉、蔗糖、乳清粉等物料调质后，黏性显著提高，使颗粒硬度增加。但加入量过大，反而会造成模孔堵塞以致不能生产，这时必须减少蒸汽量或添加适量的油脂。

### 3. 原料粒度的影响

同一种原料的粒度不同以及粒度的组成不同，制得的颗粒不同。一般地说，物料粒度不均匀的比均匀的好。谷物类物料粉碎得细，经蒸汽调质时能比较充分地糊化，但过细的粉碎会使电耗增加。由此可见，细的物料可使压模的磨损减小，制得的颗粒表面光滑，目前生产中使用较多的为 1.5 mm

筛片粉碎的物料。

#### 4.调质水分、温度和处理时间的影响

在制粒机调质室中，物料被蒸汽加水、加温及处理一定的时间，加水一般使用蒸汽，因为用蒸汽调质制得的颗粒的硬度比用冷水制粒增加两倍。实践证明，物料调质的效果，除受水分温度影响外，还需要一定的时间，为增加调质的效果，可增加调质器的个数，使物料有充分的时间吸收蒸汽，以提高淀粉糊化度。

#### 5.压模与压辊的影响

压模速度是很重要的因素，它的快慢决定了物料在压制室的累积及在模孔中的停留，即影响到颗粒成型、颗粒质量及压模的温度等。压模速度过高，有可能使原料中断，形成断层，不能连续压粒，有时甚至会得不到颗粒，特别是压制大直径颗粒时，问题更多。低速适宜于直径大的颗粒饲料和对热敏感的物料，高速一般对于容量小的物料效率较高。压制不同性质的物料，应选不同的压模参数。

#### 6.冷却器的影响

冷却器的效率对颗粒成品质量影响很大。冷却时应保证足够的风量，空气穿过物料层应均匀，颗粒与冷空气有足够的接触时间。从冷却后颗粒的温度可以判断冷却器的效果。正常情况下，温度 75~85℃的颗粒，水分约 16%，进入冷却器冷却后，温度应降低至比常温高 8℃以下，水分降至 12%~13%。

## （五）饲料膨化工艺

### 1. 饲料膨化技术

膨化饲料是将粉状饲料原料（含淀粉或蛋白质）送入膨化机内，经过连续的混合、调质、升温、增压、挤出模孔、骤然降压，以及切成粒段，干燥、稳定等过程，所制得的一种膨松多孔的颗粒饲料。

#### （1）膨化饲料的特点

提高了饲料的消化率和利用率，适合上层鱼类采食。

优点：膨化饲料的特点，可杀死多种细菌；压制不同形状、动物所喜爱的膨化颗粒料。

缺点：对维生素 C 和氨基酸都有一定的破坏作用；耗电量、产量低。

#### （2）膨化机的分类

单螺杆、双螺杆

### 2. 膨化机

#### （1）单螺杆膨化机

##### ① 挤压膨化工作原理

挤压膨化是通过水分、热能、机械剪切和压力等综合作用进行膨化的一种技术，是高温、高压的短时加工过程。当含有一定水分的原料通过供料器进入套筒后，随着螺杆的转动而向前输送，当物料逐渐受到机头的阻力作用时而被压缩，通过压延效应和吸收机筒外部所加热量，以及物料在螺杆与套筒间的强烈搅拌、混合、剪切等作用而产生的高温、高压，

使物料在挤压腔内成熔融状态，淀粉组织中排列紧密的胶束被破坏，淀粉由生淀粉（ $\beta$ -淀粉）转化为熟淀粉（ $\alpha$ -淀粉），即形成了淀粉糊化，此时物料中的水分仍处于液体状态。当熔融态物料进入成型模头前的高温高压区时，呈完全的流体状态，最后随模孔被挤出到达常温常压状态，物料中的溶胶淀粉体积也瞬间膨化，致使产品内部爆裂出许多微孔，体积迅速膨胀，从而形成质构疏松的膨化饲料。

## ②膨胀器

### a.膨胀器及膨胀料的特点

膨胀器的出料口开度可在一定范围内任意调节；生产各种膨化率不同的膨胀料；可以直接生产膨胀粗屑料；对饲料原料选择范围广；可利用廉价原料，降低生产成本；提高饲料转化率

膨胀料的特点：受螺杆的挤压作用，物料温度可达  $110^{\circ}\text{C}$ ；杀死沙门菌；增大添加液体饲料（糖蜜、油脂）的比例；高能量的饲料；增加制粒机的产量；降低制粒机的吨料电耗；生产膨胀颗粒料，可提高制粒机环模的效率

### b.膨胀器的工作原理

膨胀器的出料机构设置在机座前端，接分料盘，机座外圈上装有滑阀机构，滑阀机构后端联接出料口开度显示装置，出料口开度显示装置与滑阀机构和液压系统连接。出料机构的开度可根据需要通过液压系统和出料开度显示装置驱动滑阀机构进行大小调节和定位。

在生产前或生产过程中，根据需要给信号处理系统一指令，信号处理系统随即发出信号给液压系统，液压系统的电机得到指令后启动，并带动齿轮泵工作，液压系统根据指令驱动油缸活塞前进或后退，油缸的运动最终带动滑阀中的滑板运动，从而达到调节出料口开启度的目的。

## （2）双螺杆膨化机

双螺杆膨化机与单螺杆膨化机的膨化机理基本相同，所不同的是膨化所需要热量不只靠挤压物料产生的“应变热”（机械热），还设置有专门的外部热控温装置，而螺杆的主要作用是推进物料。

## 3.膨化产品的后熟化

### （1）膨化产品的干燥

带式干燥机包括干燥箱及位于干燥箱中的输送带，物料层铺设于输送带上，随输送带前进，热空气由下而上或者由上而下穿过物料，达到干燥的目的。因为空间限制，现有的带式热风干燥机的进、出风口分别设置在输送带的两侧，或者进风口在输送带下方两侧，出风口在输送带顶部，热风斜穿物料层而过。

### （2）膨化产品的冷却

产品经过干燥以后，物料水分降低了，但温度较高，必须降低其温度、冷却。通常将干燥机和冷却器设计成整体，即干燥/冷却机。在这种设计中，多通道干燥机的上部为干燥，下部为冷却。物料的冷却一般采用吸风的方法，借助周围空



气来完成冷却，降温，干燥。

如果未经冷却就包装产品或散料贮存，产品中的剩余水分会转移到包装或贮存装置（例如容器壁）的最冷处。因而，在这些较冷处含水量会增加，从而引起产品变质。

### （3）选择干燥/冷却机注意事项

不应把产品堆得太厚；选择干燥/冷却机注意事项；应被翻转和搅动；气流应相对较快而均匀；停留时间和料层厚度可调等。

## 4.挤压膨化过程中物料成分的变化

### （1）挤压膨化过程中的淀粉

#### ①淀粉的作用

赋形作用、密度控制作用、硬度控制作用、吸水速度控制作用。

#### ②淀粉在挤压过程中的变化

淀粉在一定的水分含量和一定的温度下，其颗粒会溶胀分裂，内部有序态的分子之间的氢键断裂，分散成无序状态，这个作用称为糊化作用。

糊化度：糊化淀粉与总淀粉含量之比。

吸水指数（WAI）：表示挤压膨化后，物料吸收水分的能力。

将一定水分含量的物料悬浮于水中，在样品经过离心以及除去上层清液之后，每克样品所形成的胶凝体的质量。

水溶性指数（WSI）：上述试验的上层清液中所含原始样

品的百分率，淀粉糊化程度高，降解程度大的样品水溶性指数大。

## （2）挤压膨化过程中的蛋白质

挤压温度高，变性程度大，组织化程度好，溶解性好。

## 七、包装设备及工艺、智能打包技术及码垛技术。

机械包装设备由机械自动定量秤、夹袋机构、缝袋安装和保送安装组成。工艺流程为：料仓接口→自动定量秤定量→人工套袋→气动夹袋→放料→入口引袋→缝口→割线→保送。

### （一）机械自动定量秤

由机体、给料系统、杠杆系统、称量斗打包筒、电磁计数器、电器及气动控制等组成。

#### 1.秤的构造

##### （1）给料系统

它主要由驱动滚筒、从动滚筒、给料皮带以及调理机构等组成。由链轮摆线减速器对驱动链轮减速，使驱动滚筒以 104 m/min 的速度带动给料皮带〔宽度 500 mm〕保送物料。给料皮带上部安装有可调刮板，用它控制料层厚度，从而调理给料速度；下部安有毛刷和积灰斗，自行清洗。从动滚筒具有张紧机构，调理给料皮带的紧张度。

##### （2）杠杆系统

由接近开关、砝码、阻尼安装、游铊、标尺、两根平行横梁构成的框架、十字簧片等构造组成。

根本原理：杠杆天平臂比关系与阻力与扭力天平应力与应变关系的有机组合，秤斗的物料分量经过这两者关系接近开关控制得以称量。杠杆系统采用 1: 5 的杠杆臂比，用十字簧片构造替代常规衡器常用的刀子、刀承构造，灵敏稳定，

用他作杠杆的受力点进展计算。侧壁装有阻尼安装，使称重动作平稳。横梁上有刻度标尺，每个分度值调理相差 100 g。游铊用于平衡空间料柱和抵消系统误差。

### （3）喂料斗及门

利用秤料斗放料时间接纳皮带延续保送来的物料进展储存，是每次称量的中间环节。下设大小喂料门，当大小门同时开时，物料迅速落下秤料斗。里门开着两个 $\Phi 40$  mm 孔，用作添秤。在门的旋转轴上装有疏松机构，防止散落性差的物料结拱。

### （4）秤料斗

为了不挂料，斗的外形做成倒圆锥。底门为双开门，卸料迅速。由气缸推进摇臂动作来开闭底门；摇臂一端装有平衡重块，使料斗处于平衡形状。秤料斗还装有环钩稳定机构，使大进料时物料冲击秤斗摆动速度平衡，坚持恒定位置。

### （5）袋装器

主要是把料袋夹持在装包筒中，经准确称量的物料落入套在袋口的袋内。袋要接受饲料落入袋内的冲力，为使料袋不从夹袋机构中滑脱，夹袋机构采用弹簧和四连杆机构的结合安装。装袋口下部为双层筒体，与外部风网相连，能自动吸风，使袋内存气及周围飞扬的粉尘排出并沉降回收。

### （6）气动、电控及计数安装

由气动三大元件、电磁阀、节流阀控制气缸动作，进展称量和包装，迅速可靠、噪声小；电控安装采用继电器控制

线路，维修简单，调整方便；采用六位预选电磁计数器，可预定包数，到达时自动停顿称量。

## 2.秤的称量过程

秤安装调整好后，先将横梁两侧游砣移至零位进展试称，待各部位动作正常后延续取五包，用秤验证、感量砝码称重，记取五包数值算术平均值，作为称得物料的实分量减去额定称重，即得出空中料柱量，然后将游砣向称量方向挪动一定间隔，以抵消空中料柱分量。假设改换配方、批次而容重改动时，按上述方法测定和矫正。

详细称量过程：

### （1）储存料阶段

利用称量斗放料时间皮带从料仓向料斗输入储存料，如将时间继电器调理约4 s左右，侧储存料约为额定称量的60%，大小门同时翻开，物料迅速落入称量斗。皮带输送量大小〔称量速度〕可调理刮板来控制。

### （2）二段进料

给料皮带继续送进物料，以喂料斗作缓冲通道均匀地直接落入称量斗，使称量斗因大进料冲入产生的摆动得以稳定，进料直到称量的95%。由时间继电器调整到全部称量过程总时间的前两秒左右，小门迅速封锁。

### （3）三段进料

小门封锁时，给料皮带继续进料，而小门上有两个 $\Phi 40$  mm小孔，门的转轴中心装有松散拨料机构，使物料构成二

条料柱落下添秤。当到达额定称量时，由横梁摆动到位，由于 3%精度的接近开关作用，使大门迅速封锁，切断料流，称量过程终了。

#### （4）放料阶段

当大小门全部封锁，到达称量同时，称量斗底门马上翻开，使已准确称量的物料卸入袋中，当物料卸净后，称量斗底迅速封锁，预备下一工序。

#### （二）缝口机

缝口机主要由底座、机身、丝杆、立柱、回转架、缝纫机头和电机等组成，经过减速箱驱动丝杆转动，使回转架和缝纫机头以 20 mm/s 速度，可上下升降，以顺应袋口不同高度缝口的需求，电机断电停车后能自动制动。机身上有两个偏键导向，并可调理主柱的升降松紧。

工业缝纫机头由一台 0.6 kw 电机驱动；转动时松开紧定螺丝，到位后再固定。操作前应调理针距，以顺应缝袋和保送机皮带速度的要求。由电控箱控制缝纫机头的启动、停顿在袋包保送机上装有一行程开关，包袋经过碰击行程开关，即使缝纫机割线自动停工。

#### （三）袋包检送机

它是由驱动滚筒、从动滚筒、保送带、传动链及电机等组成。电机经过减速器、传动链，带动二副伞齿轮同步驱动成 90°驱动滚筒（机头）以保证二条皮带线速度一致；机尾下部带有张紧螺杆，用来调理整条皮带的松紧程度；皮带托

辊可调理二皮带长度上的微小差别。保送皮带是由二条 200×4 保送带组成 90 度槽沟，与袋底外形一致，使装满的袋子夹紧并坚持直立。任务时，保送带将过秤装满袋子稳定地经过缝口机处进展缝口，运袋和缝口二者速度配合一致，袋子缝口后再运到机尾卸下。

#### （四）电脑控制包装秤

目前我国电脑控制的包装秤有 GDH88-4 和 TDBB 型。采用传感器、单片电脑芯片对包装秤的机械设备（如给料门、袋包保送机、夹袋机构）实行控制，可靠性高，电控电路大为简化。定量包装秤的给料门、闸门、夹袋机构均以气动方式任务，整机可靠性高。

运用时，在电脑控制下定量打包秤皮带供料机以正常速度运转，当到达慢速供料定值，皮带供料机改为慢速运转，同时控制气动微加料闸门下降，物料料层随之减薄，减少流量，降低物料冲量，使计量在接近静态下进展。当到达包重设定值时，皮带供料机停转，气动控制的断料斗下降，于是因惯性而冲击皮带供料机的物料被截留在斗内，少数已落下的物料那么经过电脑上的拨盘开关补偿挡在设定时预先扣去。计量终了，电子包装秤询问夹袋机构上的袋能否夹紧，假设已夹紧那么气动卸料门翻开排料，排料终了，自动封锁卸料门，进入下一包计量。

#### （五）搬运与堆包

高度机械化、自动化堆包目前在饲料厂还不适用，而用

得最多的是手推车、叉车和码垛设备。

### 1.手推车

手推车是工厂、仓库、市场和医院等场所最常用的一种搬运车。这种车有 3 个或 4 个车轮，在车身的一端或两端装有手把，运用时推着手把运货。

对铺沥青或混凝土的平坦路面，可运用铁车轮，但大多采用橡胶实轮胎车轮。普通 3 个轮子时，前轮为转向车轮。4 个轮子时，每个车轮都能自在变向。当路面平整时，手推车的行驶阻力，以铁轮为最小，约为载分量的 3%；实心橡胶轮胎车轮为 5%。一个人推手推车时的最大载分量可按推车人的体重和鞋底与路面间的摩擦系数确定。路面程度且光滑时，铁车轮的最大载分量为 800 kg，实心橡胶轮胎时约为 500 kg。

### 2.叉车

叉车是近年来开展最快的一种搬运车，对提高装卸效率和降低运输本钱起很大作用。

叉车的车体前方装有能前后略微倾斜的门架和可以沿门架升降的货叉。运用时利用公用托盘承托货物。货叉插入托盘的插口，升起货叉即可运输。运货时门架后倾，以增大货物的稳定性。运到目的地后，为了堆垛货物，将门架前倾即可把货物垛在上面，然后搬降下货叉，便可退出货叉，采用叉车搬运货物不需求辅助人员，且能堆垛和拆垛。

叉车的动力有内燃机和蓄电池两种。内燃机叉车是叉车



的规范方式，其缺陷是噪声、烟尘较大。蓄电池叉车的蓄电池容量有限，不能长时间延续运转并需配备充电设备。根据这两种叉车的优缺点加以选用。在多数条件下运用蓄电池叉车是经济的。

### 3. 散装饲料运输车

随着饲料工业的开展，饲料运输已成为亟待处理的问题。运用饲料散装运输车比袋装运输具有以下优点：

（1）节省大量装袋资料和库房。

（2）减少运输中的散漏损失和饲料污染。

（3）提高了运输效率，免除了工人装卸料袋的繁重膂力劳动，机械化自动化程度高。散装运输车从饲料厂废品仓下面装料后，运往豢养场，可直接卸入豢养场畜禽舍旁的料塔，其工序比袋装运输简化了四分之三以上，一台散装饲料运输车，可以替代原来 5 台运输汽车。

（4）运输本钱比汽车袋装降低 60%以上。

### 4. 码垛技术

码垛，是一个自动化物流控制中耗费大量人力的环节。随着行业的升级和企业自动化程度的提高，越来越多的机器人产品已经开始代替人工成为这个码垛作业的生力军。而具有高性能和高品质的工业机器人则成了企业提高生产效率以及提升产品竞争优势的首选。

随着生产力的发展，在企业生产过程实现自动化之后，产品的物流控制也需要实现配套升级。货盘堆垛机器人与同

类产品相比，具有更快、更稳定、更精准的特点。因其结构设计巧妙，优异的机械刚性和加速动惯性能，码垛机器人可以完美地配合堆垛作业的要求，能把 120 kg 的重物轻而易举地按照既定的垛型，堆垛到设定的高度，其作用范围达 3200 mm。

码垛机器人拥有强大的环境适应能力。码垛机器人控制柜设计方面对应的低温环境表现出了非常强大的优势。码垛机器人具有卓越的防护等级，即使在灰尘、水雾，比较恶劣的环境，都具有极强的适用能力。

码垛机器人拥有可靠的稳定性。码垛机器人平均无故障率可达 75000 小时，维护间隔时间为 20000 小时，机器人运动全部采用纯机械齿轮传动。如齿型带传动这种东西由于是塑料制品，本身就容易老化。所以需要频繁地保养以防止更快的磨损，造成了精度在短时间内也容易受到影响。码垛机器人里面所有的传动全部靠纯齿轮传动，由于纯齿轮的磨损很小，表现得更加稳定和高效。

码垛机器人拥有极高的精准性。码垛机器人可以保证每次都能精准抓起每一个料包和然后智能地堆放货盘上准确的位置，码出来的垛形非常的标准一致。不管对存储，或者对中间环节的转运，这样精准、一致、规范化的操作，可有效提高生产效率。

## 八、预混合饲料成分载体和稀释剂、预混料生产工艺流程；配合浓缩饲料生产的质量控制及中控室操作流程。

### （一）预混合饲料的生产工艺

#### 1.预混合饲料的工艺流程

预混合饲料的生产是将畜禽所需要的微量成分如维生素、微量元素、氨基酸、抗氧化剂、防腐剂、生长促进剂等，分别或一起与一定数量的载体或稀释剂进行均匀混合。所需要的原料主要由各种饲料添加剂和载体或稀释剂构成。

预混料生产工艺流程为：

原料接收 → 载体与稀释剂预处理 → 配料 → 稀释混合 → 主混合 → 计量包装

#### 2.原料的预处理

各种添加剂一般都在添加剂生产厂进行过预处理，对达不到预混料生产要求的原料，预混料生产厂要进行预处理。

（1）载体、稀释剂的预处理。载体是接受和承载活性微量组分的非活性物质。载体与活性微量组分混合后，微量组分能够被吸附或镶嵌在载体上面，同时改变微量成分的混合特性和外观形状。稀释剂是一类能改变微量组分浓度，但不能改变其混合特性的可饲物质，其主要作用是稀释微量组分的浓度。载体与稀释剂一般在预混料生产厂进行预处理，其方法主要有烘干和粉碎。

①烘干：载体、稀释剂的水分含量越低越好，若水分含量超过 10%，就需要进行烘干去水。

②粉碎与分级:载体粒度在 30 目(590  $\mu\text{m}$ )到 80 目(170  $\mu\text{m}$ )之间比较理想,对于稀释剂可在 30 目(590  $\mu\text{m}$ )到 200 目(74  $\mu\text{m}$ )之间,推荐稀释剂的粒度为其稀释活性成分的 2 倍。要求载体、稀释剂的粒度较为集中、均匀,而经有筛粉碎机粉碎的物料,粒度分布范围较大,即粒度不均匀,很难满足上述要求,故粉碎后必须经过分级。分级是使用分级筛将粒度大的和粒度小的物料分离出来,粒度大的再回到粉碎机粉碎,符合要求的载体或稀释剂用于预混料的生产。

(2)微量元素添加剂原料的预处理。由于微量元素添加剂大多为氧化物及盐类,其中以硫酸盐居多,而硫酸盐的最大缺点就是吸湿返潮,会影响后续的加工、设备寿命和维生素等养分的稳定性,所以必须经过预处理。常用的处理方法有:

①烘干:通过烘干去除全部游离水及部分结晶水。最好将物料分子降至一个结晶水。

②添加防结块剂:在某些特别容易吸湿结块的矿物原料中可添加少量吸水性差、流动性好、对畜禽无害的某些防结块剂,如氧化硅、硅酸镁、硅酸铝钙、硬脂酸镁等,以防止其结块。但防结块剂的用量不得超过 2%。

③涂层包被:对物料进行“隔水屏障”处理,从而达到包被保护的目。主要方法有:矿物油包被—将矿物油按 0.06% 的比例,直接添加在混合机内与微量元素混合,即可保证干燥的微量元素不再吸湿返潮;石蜡包被—主要用蜂蜡和巴西

棕榈蜡，作用与矿物油相同。

④络合或螯合：使用一些多糖复合物或矿物质蛋白盐类。目前使用的单一的氨基酸螯合物产品，如蛋氨酸锌、蛋氨酸铁等，使用效果较好。

⑤粉碎：经过上述处理的微量元素添加剂原料必须经过粉碎，才能达到粒度要求。各种矿物元素的添加比例差异较大，添加比例越少，要求粒度越小。一般的微量元素添加剂要达到 0.1 mm 的细度，碘、硒、钴等极微量元素则要粉碎至 0.03 mm。如果碘、硒、钴等极微量元素添加剂不能粉碎至 0.03 mm 的粒径，也可按与水重量比 1：15~20 溶解于水，均匀喷洒在 10 倍量的载体上，快速烘干后进行粉碎。

### 3. 配料与混合

预混料原料种类繁多，用量差异较大。因此，为了提高配料精度，一般采用分组配料即大料用大秤，小料用小秤。对于微量组分，先按一定配比稀释混合再参与主配料。混合机的进料顺序为先加载体或稀释剂的 80% 和油脂混合均匀后，再加微量组分和剩余的 20% 的载体或稀释剂进行充分混合。

## （二）饲料生产的质量控制

### 1. 严格进行加工设备的维护管理

加强设备管理对生产高质量的饲料极为重要。规范设备操作程序，做好设备的例行维护保养和润滑工作，并定期维护检修，将有助于减少设备各种问题的发生，使设备始终保

持正常运行状态，确保生产正常进行。饲料企业应定期对设备的维护程序进行检查，对其中的关键点和孔径部更应频繁检查，每周对排料门、提升斗进行清扫，并检查磨损和渗漏情况。每周至少检查一次转动、刮板及原料清洁设备。

## 2.合理的原料加工

粉碎是原料加工的主要方法。在投料前应对原料进行除杂处理和专人监控，同时粉碎机的工作状态和磨损也必须每天检查。每轮班还应检查粉碎的均匀度和粒度。此外还要注意粉碎后料的冷却过程，因为粉碎过程产热将导致水分漂移，造成局部水分偏高，使中间仓内物料发霉变质。饲料粉碎粒度的大小取决于用途和饲喂畜禽种类。当加工粉料时，一般粉碎成较大的粒度，鸡的粉料要求有较大的粒度。加工成颗粒饲料时，将原料粉碎成较小的粒度可以生产出优质的颗粒饲料。原料粒度均匀程度，至少影响着混合均匀度和粉料采食的均匀性。

## 3.准确配料

配方应是科学和有效的，及时调整。区分不同批次饲料的配方应有专人负责，并且有分管领导的批准签字。

配料控制是整个饲料加工过程中最主要的控制点，药物、微量元素、菜籽饼（粕）等添加过量都会带来严重污染。这就要求配料时必须在检查核对配方无误后，方可进行正常配料，并指定专人进行监督检查各种添加剂及饲料配制是否正确。货物盘存，特别是药物和微量原料的盘存应每日

进行，并通过与配方添加量相比较成为连续检验计量准确性的手段。一旦发现问题，及时向管理人员或配方师报告，以便由他们决定补救方法。定期校验各种配料秤，确保配料计量准确。另外要随时检查配料仓的进料情况，不得换错仓。

#### 4.保证混合均匀，避免交叉污染

影响混合均匀度的主要因素有原料的粒度和形状、原料的密度和静电、原料的投入顺序、原料的数量、混合机的性能和状况、混合时间及物料的装填程度（充满系数）。

##### （1）次序配料和混合机的清洗

次序配料和混合机的清洗可以有效地避免交叉污染。混合机中的交叉污染问题，实际上是上批饲料的残留部分污染下批饲料。次序配料是指先加工不加药、且少量残留无严重后果的饲料，然后加工添加同种药物的饲料。对于上批饲料中药物浓度较高或加入不同药物时，应该用少量的粉碎谷物或其他原料清洗混合机，但清洗出的含残留物原料必须标记贮存，以便加入含同种药物的饲料中。

##### （2）合理的混合时间

不论生产何种饲料都必须严格按照规定的混合时间进行混合生产，不得随意缩短混合时间。确定混合机最佳混合时间的方法是定期进行混合机混合均匀度的测定，以确保混合质量。

##### （3）原料加入混合机的顺序

加料顺序一般是配比量大的组分先加入或大部分加入

机内，再将少量及经预混的微量成分置于物料上面。在各种物料中，粒度大的先加入混合机，粒度小的后加入。物料的容重有较大差异时，容重小的先加入混合机，而容重大的后加入。

#### （4）尽量避免分级

①产生分级的原因。产生分级的原因主要有物料散堆使粒度大的物料滚落到堆下面；物料被震动时，较小的和容重大的颗粒有移动到底部的趋向；当混合物被吹动或流动时，随着粒度和容重的不同，也相应地发生分级。

②避免分级的主要措施。力求混合物中各种组分的粒度相同；添加一定比例的油脂或糖蜜；掌握好混合时间，不要过度混合；混合后物料的输送尽量简短，混合后的贮仓尽量小一点，装卸、运输尽量较少到最低程度；混合后立即压制成颗粒。

#### 5.加强制粒工的培训和管理，提高颗粒饲料的加工质量

颗粒饲料的加工质量取决于制粒机械的性能，也取决于操作人员的技术水平和责任心。制粒人员除严格执行操作程序，还应注意以下几个问题：①在制粒工作期间，应多次检验颗粒料和碎粒料的质量，检查调质温度和湿颗粒温度；②定期检查蒸汽量；③不断检查冷却器的冷却效率。取样测定颗粒饲料的含水量；④持续检验液体添加量；⑤每周一次清理调制器。



### （三）饲料厂中控岗位操作规程

#### 1. 开机与关闭规程

（1）各工序开机顺序应遵循先开后路设备、再开前路设备，先开辅助设备、再开作业设备的原则；

（2）先于车间生产设备 10 分钟打开空压机电源，确保车间设备开机时能使用合适压力的压缩空气；

（3）进料初清系统开机顺序为除尘设备、原料进仓设备、初清设备、提升机、刮板输送机；

（4）粉碎系统开机顺序为负压吸风设备、除尘设备、粉碎料进仓设备、提升机、粉碎机出料螺旋、粉碎机、喂料器，具体要求见粉碎系统操作规程；

（5）配料混合系统开机顺序为油脂添加系统、除尘系统、粉料成品进仓（成品仓或待制粒仓）设备、成品检验筛、提升机、汇集刮板输送机、混合机、微机配料软件。

（6）微机配料软件一旦启动，即进入自动控制状态，在完成预设的一个品种生产批数的生产之前，无特殊情况不要进行人工干预。

（7）每次配料秤配料完毕卸料前，要注意观察称重仪上的示值变化，若该值持续减小，说明配料秤存在漏料现象，若该值持续增加，则表明配料螺旋有漏料现象，均应通知维修工检查和维修。

（8）生产某品种最后一批生产时，要等混合机卸料、关门动作完成后，才能将软件退出该品种生产控制界面，进

行下一个品种的生产设定，否则，最后一批的生产量和原料消耗量将不能被软件的自动生产报表所统计，造成自动生产报表与实际情况的差异。

（9）一个品种生产完毕，要接着生产另一个品种时，在混合机卸料后，可以设定配料控制软件进行配料；但要用橡皮锤敲打混合机缓冲斗并让汇集刮板和斗提机继续运转2~3分钟，再切换成品仓，成品仓切换成功后，才能让配料秤卸料生产下一个品种。配料完成但成品仓尚未切换成功时，应按“Esc”键暂停控制软件的运行，再按“F1”键可以恢复生产。

## 2. 停机规程

### （1）常规停机

①各工序停机与开机顺序反向进行，即先停前路设备、后停后路设备，先停作业设备、后停辅助设备。

②进料清理系统在接到投料工投料完毕的报告后，要等待半分钟左右才能将第一台输送设备停机，以后按顺序每隔1分钟左右关闭一台设备，直至进仓设备，以保证每台设备中的物料都能全部卸出，减少残留。

③粉碎系统要先停喂料器，粉碎机电机电流下降至空载电流后切断粉碎机电源，以后按顺序每隔1分钟左右关闭一台设备，最后关闭负压吸风设备。

④混合机卸料完毕才能关机，混合机卸料后，汇集刮板、斗提机要继续运转3分钟左右，将缓冲斗内饲料全部输送入

成品仓或待制粒仓后才能停机。

⑤除尘设备要在所有与之相关的作业设备关闭后才能停机。

⑥车间所有设备停机后，关闭空气压缩机。

## （2）紧急停机

①当有岗位工人报告设备故障，即设备异常振动、异常声响、零件突然损坏，且这种故障可能造成设备损坏、产品质量事故或人身伤害时，应实行紧急停机。常见的这类故障有设备故障和操作故障两类：

②设备故障主要有：粉碎机内有打击声或剧烈振动、粉碎机电流持续数秒钟的异常升高、粉碎产品粒度不合要求、分级筛弹性板断裂、设备轴承损坏、风机内有撞击声或剧烈振动、斗提机内有强烈刮擦声、螺旋内有刺耳的尖叫声、设备堵塞、空压机剧烈振动等。

操作故障主要有错仓、满仓、小料添加或回机料错误、油脂或液体原料添加错误等。

③实行紧急停机应头脑清晰，措施果断。紧急停机不受正常停机规程的约束，以避免进一步损失，尽量减少事故影响为原则。

④若报告的故障有可能造成设备损坏和人身伤害（主要是指上述设备故障），应立即切断故障设备电源，再切断与之相关的其他设备的电源。

⑤若报告的故障将影响产品质量，不处理会造成产品质

量事故（如粉碎产品粒度不符合要求以及上述的操作故障），则应以尽量降低物料损失为原则，关闭有关设备。错仓应先停止进料，并切换正确仓位，再处理错进的物料；满仓应先停止进料，并检查是否漫入其他料仓，再根据情况处理；小料、回机料、油脂或液体原料添加错误，若该批料还在混合机内，应先禁止混合机卸料，混合完毕后将该批料单独卸出由品管人员处理，若混合机已经卸料，则应先停止配料混合生产，并通过打包工和制粒工，追查该批料的去向，再作相应处理，必要时将已经生产的可能混杂的成品全部交品管人员处理。

### 3. 中控工注意事项

（1）必须严格执行品管部配方，不允许私自改动。

（2）中控工接班前要与前任交接清楚，对各配料仓中存放的物料品种和数量要明确；

（3）配料前校正液体添加设备及液体原料的液位；

（4）准确执行各品种产品最佳混合时间及品管部制定的《生产工艺参数》，并配合品管对产品混合均匀度进行验证。

（5）配料误差核实。提前通知小料投料人员投料，确保小料仓无空仓。

（6）每生产完一个品种，应及时核对各种原料的配料误差，若超出允许范围时，应报告品管部

（7）每班次结束后，认真填写《中控作业记录》，班后

交生产部经理审核。

(8) 填写《中控作业记录》。

九、饲料中水分、粗蛋白、粗脂肪、粗灰分、钙磷等指标的测定原理及过程；颗粒饲料硬度的测定、含粉率的测定、膨化饲料吸水率、漂浮率测定

（一）水分的测定：《饲料中水分的测定》（GB/T 6435-2014，附件 5）

（二）粗蛋白的测定：《饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法》（GB/T 6432-2018，附件 6）

（三）粗脂肪的测定：《饲料中粗脂肪的测定》（GB/T 6433-2006，附件 7）

（四）粗灰分的测定：《饲料中粗灰分的测定》（GB/T 6438-2007，附件 8）

（五）钙的测定：《饲料中钙的测定》（GB/T 6436-2018，附件 9）

（六）总磷的测定：《饲料中总磷的测定 分光光度法》（GB/T 6437-2018，附件 10）

（七）粗纤维的测定：《饲料中粗纤维的含量测定》（GB/T 6434-2022，附件 11）

（八）氟的测定：《饲料中氟的测定 离子选择性电极法》（GB/T 13083-2018，附件 12）

（九）氯化物的测定：《饲料中水溶性氯化物的测定》（GB/T 6439-2007，附件 13）

（十）颗粒饲料硬度的测定

1.适用范围：颗粒饲料的硬度是指颗粒对外压力所引起

变形的抵抗能力。本方法适用于一般经挤压制得的硬颗粒饲料。

2.测定原理：用对单颗粒径向加压的方法，使其破碎。以此时的压力表示该颗粒的硬度，用多个颗粒饲料的硬度的平均值表示该样品的硬度。

3.仪器设备：木屋式硬度计。

4.试样选取与制备：从每批颗粒饲料中取出具有代表性的实验室样品约 20 g，用四分法从各部分选取长度 6 mm 以上，大体上同样大小、长度的（以颗粒两头最凹处计算）颗粒 20 粒。

5.测定步骤：将硬度计的压力指针调整至零点，用镊子将颗粒横放到载物台上，正对压杆下方。转动手轮，使压杆下降，速度中等、均匀。颗粒破碎后读取压力数值（ $x_1, x_2, x_3, \dots, x_{20}$ ）。清扫载物台上碎屑。将压力计指针重新调整至零，开始下一样品的测定。

## 6.结果计算

$$\bar{x} = \frac{x_1 + x_2 + x_3 + \dots + x_{20}}{20}$$

式中： $\bar{x}$  为试样硬度，kg； $x_1, x_2, x_3, \dots, x_{20}$  为各单粒试样的硬度，kg。

如果颗粒长不足 6 mm，则在硬度数值后注明平均长度。例如：硬度  $x=3.0$  kg，颗粒平均长度  $L=5$  mm，则将试样硬度记为 3.0 kg（ $L=5$  mm）。

## 7.允许差

2 份试样的绝对误差不大于 1.0 kg。

(十一) 水产饲料水中稳定性:《渔用配合饲料通用技术要求》(SC/T 1077-2004, 附件 14)

(十二) 含粉率:《颗粒饲料通用技术条件》(GB/T 16765-1997, 附件 15)

(十三) 吸水率:《进出口粮食、饲料 大豆粉吸水率检验方法》(SN/T 0800.10-2019, 附件 16)

#### (十四) 漂浮率测定方法

##### 1. 仪器和设备

- (1) 大烧杯;
- (2) 秒表;
- (3) 温度计: 精度 0.1 °C;
- (4) 计数器。

##### 2. 试验步骤

生产膨化浮性颗粒饲料时,按照 GB/T 14699.1 要求采样,随机抽取不少于 150 颗饲料样品,置于 26°C±2°C 水中浸泡 30 min (按照被测饲料的使用水域,选择淡水或海水,淡水水温为 26°C±2°C,海水选择 3.5%的 NaCl 溶液,海水温度为 17°C±2°C),搅拌数下,待静止后计数漂浮颗粒数。

##### 3. 试验数据处理

试样的漂浮率以 F 计,数值以百分数 (%) 表示,按公式 (D.1) 计算:

$$F = \frac{I_1}{J} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (D.1)$$



式中：

F——漂浮率，单位为百分数（%）；

J1——漂浮颗粒数，单位为个；

J——总颗粒数，单位为个。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

#### 4.精密度

每个样品平行测定至少三次，结果以三次测定结果的算术平均值表示，三次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不大于该算术平均值的 0.5%。

## 十、饲料生产设备的故障原因，故障排除技术。

### （一）概述

要保证饲料加工设备经常处于完好状态，就必须加强设备管理工作，严格控制设备的故障发生。以达到降低故障率，减少维修费用，延长使用寿命的目的。

设备故障，一般是指设备或系统在使用中丧失或降低其规定功能的事件或现象。设备是企业为满足某种生产对象的工艺要求或为完成工程项目的设计功能而配备的。设备的功能体现着它在生产活动中存在的价值和对生产的保证程度。在现代化饲料生产中，由于设备结构复杂，自动化程度很高，各部分、各系统的联系非常紧密，

因而设备出现故障，哪怕是局部的失灵，都会造成整个设备的停顿，整个流水线的停产。设备故障直接影响企业产品的数量和质量。

### （二）故障原因

设备故障是多种多样的，可以从不同角度对其进行分类。

1.按故障发生状态，可分为：

（1）渐发性故障。是由于设备初始参数逐渐劣化而产生的，大部分机器的故障都属于这类故障。这类故障与材料的磨损、腐蚀、疲劳及蠕变等过程有密切的关系。

（2）突发性故障。是各种不利因素以及偶然的外界影响共同作用而产生的，这种作用超出了设备所能承受的限度。例如：因制粒机压制室进入铁物或出现超负荷而引起安全销

折断；因锤磨机锤片断裂而击穿筛板。此类故障往往是突然发生的，事先无任何征兆。

突发性故障多发生在设备初期使用阶段，往往是由于设计、制造、装配以及材质等缺陷，或者操作失误、违章作业而造成的。

## 2.按故障性质划分，可分为：

（1）间断性故障。设备在短期内丧失其某些功能，稍加修理调试就能恢复，不需要更换零部件。

（2）永久性故障。设备某些零部件已损坏，需要更换或修理才能恢复使用。

## 3.按故障影响程度划分，可分为：

（1）完全性故障。导致设备完全丧失功能。

（2）局部性故障。导致设备某些功能丧失。

## 4.按故障发生原因划分，可分为：

（1）磨损性故障。由于设备正常磨损造成的故障。

（2）错用性故障。由于操作错误、维护不当造成的故障。

（3）固有的薄弱性故障。由于设计问题，使设备出现薄弱环节，在正常使用时产生的故障。

## 5.按故障的危险性划分，可分为：

（1）危险性故障。例如安全保护系统在需要动作时因故障失去保护作用，造成人身伤害和机床故障；制动系统失灵造成的故障等。

(2) 安全性故障。例如安全保护系统在不需动作时发生动作；机床不能启动的故障。

6.按故障的发生、发展规律划分，可分为；

(1) 随机故障。故障发生的时间是随机的。

(2) 有规则故障。故障的发生有一定规律。

每一种故障都有其主要特征，即所谓故障模式，或故障状态。各种设备的故障状态是相当繁杂的，但可归纳出以下数种：异常振动、磨损、疲劳、裂纹、破裂、过度变形、腐蚀、剥离、渗漏、堵塞、松弛、绝缘老化、异常声响、油质劣化、材料劣化、粘合、污染及其他。不同类型设备的各种故障模式所占比例有所不同。

### (三) 故障分析与故障排除程序

为确保故障分析与排除的快捷、有效，必须遵循一定的程序，这种程序大致如下。

#### 1.保持现场的情况下进行症状分析

##### (1) 询问操作人员

①发生了什么故障？在什么情况下发生的？什么时候发生的？

②设备已经运行了多久？

③故障发生前有无任何异常现象？有何声响或声光报警信号？有无烟气或异味？有无误操作（注意询问方式）？

④控制系统操作是否正常？操作程序有无变动？在操作时是否有特殊困难或异常？

## （2）观察整机状况、各项运行参数

①有无明显的异常现象？零件有无卡阻或损伤？管线有否松动或泄漏？电缆（线）有无破裂、擦伤或烧毁？

②设备运行参数有何变化？有无明显的干扰信号？有无明显的损坏信号？

## （3）检查监测指示装置

①检查所有读数值是否正常，包括压力表及其他仪表读数，油面高度情况。

②检查过滤器、报警器及联锁装置、打印输出或显示器是否正常。

## （4）点动设备检查（在允许的条件下）

检查间歇情况、持久情况、快进或慢进时的情况，看在这些情况下是否影响输出，是否可能引起损坏或其他危险。

## 2.检查设备（包括零件、部件及线路）

### （1）利用感官检查（继续深入观察的过程）

①看：插头及插座有无异常，电机或泵的运转是否正常，控制调整位置是否正确，有无起弧或烧焦的痕迹，电子管灯丝亮不亮，液体有无泄漏，润滑油路是否畅通等。

②摸：设备振动情况，元（组）件的热度，油管的温度，机械运动的状态。

③听：有无异常声响。

④嗅：有无焦味、漏气味、其他异味。

⑤查：工件的形状与位置变化，设备性能参数的变化，

线路异常检查。

## （2）评定检查结果

评定故障判断是否正确，故障线索是否找到，各项检查结果是否一致。

## 3.故障位置的确定

### （1）识别系统结构及确定测试方法

查阅设备说明书，识别设备是哪一种结构，用什么方法进行测试，需要什么测试手段，可能获得什么测试参数或性能参数，在什么操作条件下进行测试，必须遵守哪些安全措施，是否需要操作许可证。

### （2）系统检测

采用最适合于系统结构的技术检测。在合适的测试点，根据输入和反馈所得结果与正常值或性能标准进行比较，查出可疑位置。

## 4.修理或更换

### （1）修理

查找故障原因，针对设备故障进行修理并采取预防措施；检查相关零件，防止故障扩散。

### （2）更换

正确装配调试更换零件，并注意相关部件。换下的零件进行修理或报废。

## 5.进行性能测定

### （1）启动设备。零部件装配调试后启动设备，先手动

(或点动), 然后进行空载和负载测定。

(2) 调节负载变化速度由低到高, 负载由小到大, 按规定标准测定性能。

(3) 扩大性能试验范围。

根据需要, 由局部到系统逐步扩大性能试验范围。注意非故障区系统运行状况。如性能满足要求则交付使用, 如不满足要求则重新确定故障部位。

## 6. 记录并反馈

(1) 收集有价值的资料及数据, 如故障发生的时间、故障现象、停机时间、修理工时、修换零件、修理效果、待解决的问题、结算费用等, 按规定的要求存入档案。

(2) 统计分析

定期分析设备使用记录, 分析停机损失, 修订备忘目录, 寻找减少维修作业的重点措施, 研究故障机理, 提出改进措施。

(3) 按程序反馈有关故障上报主管部门, 并反馈给设备制造单位。



# 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 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 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 ℃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。

### 4.3 试剂

4.3.1 甲基紫(生物染色剂)。

4.3.2 无水乙醇。

### 4.4 仪器

4.4.1 分光光度计:带 5 mm 比色皿。

4.4.2 标准筛:筛孔净孔尺寸 100  $\mu\text{m}$ 。

4.4.3 分析天平:感量 0.000 1 g。

4.4.4 烧杯:100 mL,250 mL。

### 4.5 示踪物的制备与添加

将测定用的甲基紫混匀并充分研磨,使其全部通过净孔尺寸为 100  $\mu\text{m}$  的标准筛。按照混合机混一批饲料量的十万分之一的用量,在大批饲料加入混合机后,再将其与添加剂一起加入混合机,混合规定时间。

### 4.6 采样

本法的采样要求同 3.4。

### 4.7 试样制备

本法的试样制备同 3.5。

### 4.8 测定步骤

称取试料  $10.00\text{ g} \pm 0.05\text{ g}$  放在 100 mL 的小烧杯中,加入 30 mL 无水乙醇,不时地加以搅动,烧杯上盖一表面皿,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。

以同一批次 10 个试样测得的吸光度值为  $X_1, X_2, X_3, \dots, X_{10}$ ,按式(1)、式(2)和式(3)分别计算平均值  $\bar{X}$ 、标准差  $S$  和变异系数  $CV$  值。

---





# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6435—2014  
代替 GB/T 6435—2006

---

## 饲料中水分的测定

Determination of moisture in feedstuffs

(ISO 6496:1999, Animal feeding stuffs—Determination of moisture and other volatile mater content, MOD)

2014-07-08 发布

2015-01-09 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6435—2006《饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定》。

本标准与 GB/T 6435—2006 相比主要变化如下：

- 标准的名称改为“饲料中水分的测定”；
- 由等同采用调整为修改采用；
- 修改了“范围”中的第一、第二段；
- “范围”中“谷物，不包括玉米及谷类产品”修改为“谷物(不包括玉米)及谷物产品”；
- “范围”中 GB/T 9696 替代了 ISO 662；GB/T 21305 替代了 ISO 712；
- 删除了“水分及其他挥发性物质”定义，增加了“水分 moisture”定义；
- 增加了称量瓶的规格要求；
- 8.1~8.4 修改为“直接干燥法”和“减压干燥法”两条；
- 增加了直接干燥法水分含量 $\geq 15\%$ 的样品的重复性要求；
- 删除了 9.2“经过预处理的样品”；
- 删除了第 1 章、附录中参考文献的标注编号和附录中参考文献 ISO 5725-1:1994；重新排列了参考文献的顺序。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 6496:1999《动物饲料 水分和其他挥发性物质含量的测定》。

本标准与 ISO 6496:1999 相比在结构上有较多调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 6496:1999 的章节编号对照一览表。

本标准与 ISO 6496:1999 相比存在技术性差异。这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线( | )进行了标示，附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位：农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)、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)]、中国饲料工业协会。

本标准主要起草人：孟凡胜、张苏、栗胜兰、刘继明、梁萌、李宏、郭洁、宫玲玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6435—1986、GB/T 6435—2006。

# 饲料中水分的测定

## 1 范围

本标准规定了饲料、饲料原料和饲料添加剂中水分的测定方法。

本标准适用于饲料、饲料原料和饲料添加剂中水分含量的测定。

本标准不适用于：

- a) 奶制品；
- b) 矿物质；
- c) 含有相当数量的奶制品和矿物质的混合物，如代乳品；
- d) 含有保湿剂（如丙二醇）的饲料；
- e) 下列饲料原料：
  - 1) 动植物油脂（按 GB/T 9696 标准的方法 A 测定）；
  - 2) 油料（按 GB/T 14489.1 的方法测定）；
  - 3) 油料饼粕（按 GB/T 10358 的方法测定）；
  - 4) 谷物（不包括玉米）及谷物产品（按 GB/T 21305 的方法测定）；
  - 5) 玉米（按 GB/T 10362 的方法测定）。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 14699.1 饲料 采样（GB/T 14699.1—2005，ISO 6497:2002，IDT）

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备（GB/T 20195—2006，ISO 6498:1998，IDT）

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**水分** moisture

按照本标准规定的步骤干燥样品所损失物质（水分和其他挥发性物质）的质量。

## 4 原理

根据样品性质选择特定条件对试样进行干燥，通过试样干燥损失的质量计算水分的含量。

## 5 仪器和材料

实验室常用及以下仪器、材料。

### 5.1 分析天平：感量 1 mg。

## 5.2 称量瓶。

5.2.1 玻璃称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm,或能使样品铺开约  $0.3 \text{ g/cm}^2$  规格的其他耐腐蚀金属称量瓶(减压干燥法须耐负压的材质)。

5.2.2 玻璃称量瓶:直径 70 mm,高 35 mm,或能使样品铺开约  $0.3 \text{ g/cm}^2$  规格的其他耐腐蚀金属称量瓶(减压干燥法须耐负压的材质)。

5.3 电热干燥箱:温度可控制在  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 电热真空干燥箱:温度可控制在  $80 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$ ,真空度可达 13 kPa 以下。

应备有通入干燥空气导入装置或以氧化钙(CaO)为干燥剂的装置(20 个样品需 300 g 氧化钙)。

5.5 干燥器:具有干燥剂。

5.6 砂:经酸洗或市售(试剂)海砂。

## 6 采样

按 GB/T 14699.1 或相关标准规定的方法采样。

样品应具有代表性,在运输和贮存过程中避免发生损坏和变质。

## 7 试样制备

按 GB/T 20195 制备试样。

## 8 分析步骤

### 8.1 直接干燥法

#### 8.1.1 固体样品

将洁净的称量瓶(5.2.1)放入  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱(5.3)中,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上。干燥  $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$  后盖上称量瓶盖,将称量瓶取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量( $m_1$ ),准确至 1 mg。

称取 5 g 试料( $m_2$ )于称量瓶内,准确至 1 mg,并摊平。将称量瓶放入  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱(5.3)内,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上,建议平均每立方米干燥箱空间最多放一个称量瓶。

当干燥箱温度达  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  后,干燥  $4 \text{ h} \pm 0.1 \text{ h}$ 。盖上称量瓶盖,将称量瓶取出放入干燥器冷却至室温。称量其质量( $m_3$ ),准确至 1 mg。再于  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱中干燥  $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ ,从干燥箱中取出,放入干燥器冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。

如果两次称量值的变化小于等于试料质量的 0.1%,以第一次称量的质量( $m_3$ )按式(1)计算水分含量;若两次称量值的变化大于试料质量的 0.1%,将称量瓶再次放入干燥箱中于  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥  $2 \text{ h} \pm 0.1 \text{ h}$ ,移至干燥器中冷却至室温,称量其质量,准确至 1 mg。若此次干燥后与第二次称量值的变化小于等于试料质量的 0.2%,以第一次称量的质量( $m_3$ )按式(1)计算水分含量;大于 0.2%时按本标准 8.2 法测定水分。

#### 8.1.2 半固体、液体或含脂肪高的样品

在洁净的称量瓶(5.2.2)内放一薄层砂(5.6)和一根玻璃棒。将称量瓶放入  $103 \text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2 \text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱(5.3)内,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上,干燥  $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量( $m_1$ ),准确至 1 mg。

称取 10 g 试料( $m_2$ )于称量瓶内,准确至 1 mg。用玻璃棒将试料与砂混匀并摊平,玻璃棒留在称量瓶内。将称量瓶放入干燥箱中,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上。建议平均每立方米干燥箱空间最多放一个称量瓶。

当干燥箱温度达  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  后,干燥  $4\text{ h} \pm 0.1\text{ h}$ 。盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放入干燥器冷却至室温。称量其质量( $m_3$ ),准确至 1 mg。再于  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥箱中干燥  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ ,从干燥箱中取出,放入干燥器冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。

如果两次称量值的变化小于等于试料质量的 0.1%,以第一次称量的质量( $m_3$ )按式(1)计算水分含量;若两次称量值的变化大于试料质量的 0.1%,将称量瓶再次放入干燥箱中于  $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥  $2\text{ h} \pm 0.1\text{ h}$ ,移至干燥器中冷却至室温,称量其质量,准确至 1 mg。若此次干燥后与第二次称量值的变化小于等于试料质量的 0.2%,以第一次称量的质量( $m_3$ )按式(1)计算水分含量;大于 0.2%时按本标准 8.2 法测定水分。

## 8.2 减压干燥法

按 8.1 条干燥称量瓶(固体样品 5.2.1;半固体、液体或含脂肪高的样品 5.2.2),称量其质量( $m_1$ ),准确至 1 mg。

按 8.1 条称取试料( $m_2$ )。将称量瓶放入真空干燥箱(5.4)中,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上,减压至约 13 kPa。通入干燥空气或放置干燥剂。在放置干燥剂的情况下,当达到设定的压力后断开真空泵。在干燥过程中保持所设定的压力。当干燥箱温度达到  $80\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  后,加热  $4\text{ h} \pm 0.1\text{ h}$ 。干燥箱恢复至常压,盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。将试料再次放入真空干燥箱中干燥  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ ,直至连续两次称量值的变化之差小于试样质量的 0.2%,以最后一次干燥称量值( $m_3$ )计算水分的含量。

## 9 测定结果的计算和表示

### 9.1 测定结果的计算

试样中水分以质量分数  $X$  计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 - (m_3 - m_1)}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_1$ ——称量瓶的质量,如使用砂和玻璃棒,也包括砂和玻璃棒,单位为克(g);

$m_2$ ——试料的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——称量瓶和干燥后试料的质量,如使用砂和玻璃棒,也包括砂和玻璃棒,单位为克(g)。

### 9.2 测定结果的表示

取两次平行测定的算术平均值作为结果。结果精确至 0.1%。

直接干燥法:两个平行测定结果,水分含量 $\leq 15\%$ 的样品绝对差值不大于 0.2%。水分含量 $\geq 15\%$ 的样品相对偏差不大于 1.0%。

减压干燥法:两个平行测定结果,水分含量的绝对差值不大于 0.2%。

## 10 精密度

### 10.1 实验室的对比试验

本方法实验室的测定精密度的详细情况见附录 C。该实验室比对测定的结果,可能不适用于附录

C 以外的其他含量范围和饲料品种。

10.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,在短时间内,对同一被测试样相互独立进行测定获得的两个测定结果的绝对差值,超过表 1 所给出的重复性限  $r$  的情况不大于 5%。

表 1 重复性限( $r$ )和再现性限( $R$ )

样品	水分/%	重复性限 $r$ /%	再现性限 $R$ /%
配合饲料	11.43	0.71	1.99
浓缩饲料	10.20	0.55	1.57
糖蜜饲料	7.92	1.49	2.46
干牧草	11.77	0.78	3.00
甜菜渣	86.05	0.95	3.50
苜蓿(紫花苜蓿)	80.30	1.27	2.91

10.3 再现性

在不同实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测定方法,对同一被测试样相互独立进行测定获得的两个测定结果的绝对差值,超过表 1 所给出的再现性限  $R$  的情况不大于 5%。

11 检验报告

检验报告应包括:

- 识别样品所需的全部信息;
- 采样方法(如果知道);
- 测定方法;
- 本标准未指明的或可供选择的所有操作,以及可能影响测定结果的因素;
- 所得到的测定结果;
- 如果检验了重复性,给出最后的结果。

**附 录 A**  
(资料性附录)

**本标准与 ISO 6496:1999 相比的结构变化情况**

本标准与 ISO 6496:1999 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

**表 A.1 本标准与 ISO 6496:1999 的章条编号对照情况**

本标准章条编号	对应的 ISO 章条编号
—	引言
5.2.1	5.2
5.2.2	5.2
8.1	8.1~8.3
8.1.1	8.1.2、8.2、8.3
8.1.2	8.1.1、8.2、8.3
8.2	8.4
—	9.2、9.2.1、9.2.2
9.2	8.5、9.3
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	附录 A

**附 录 B**  
**(资料性附录)**

**本标准与 ISO 6496:1999 的技术性差异及其原因**

表 B.1 给出了本标准与 ISO 6496:1999 的技术性差异及其原因。

**表 B.1 本标准与 ISO 6496:1999 的技术性差异及其原因**

本标准 章条编号	技术性差异	原因
封面	将 ISO 6496:1999 标准的名称《动物饲料 水分和其他挥发性物质含量的测定》修改为《饲料中水分的测定》	《饲料工业术语》GB/T 10647—2008 使用“水分”；大部分饲料行业的标准使用“水分”；我国饲料行业习惯使用“水分”来描述这一技术指标
前言	删除了 ISO 6496:1999 的前言,重新起草了前言	符合 GB/T 1.1 要求
1	将 ISO 6496:1999 范围中的“饲料”修改为“饲料、饲料原料和饲料添加剂”	适应我国目前的饲料分类情况
1	用 GB/T 9696、GB/T 10358、GB/T 10362、GB/T 14489.1、GB/T 21305 分别代替 ISO 662、ISO 771、ISO 6540、ISO 665、ISO 712	有一致性的对应关系
2	将 ISO 6496:1999 规范性引用文件中的引语修改为:“下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。”	符合 GB/T 1.1 要求
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第二章“规范性引用文件”中,具体调整如下: —增加了 GB/T 14699.1 饲料 采样(见第 6 章); —用 GB/T 20195 代替了 ISO 6498(见第 7 章)	标准引用了 GB/T 14699.1; 用我国的标准代替 ISO 的标准,便于使用相关标准
3.1	删除“水分及其他挥发性物质”定义,增加“水分 moisture 按照本标准规定的步骤干燥样品所损失物质(水分和其他挥发性物质)的质量。”定义	便于理解术语“水分”
5.1, 5.2	增加了称量瓶的规格和材质要求	增加称量瓶的规格要求,以方便选用。 在负压条件下,中空的称量瓶盖有爆裂的潜在可能
5.6	增加了“市售(试剂)海砂”	已有作为试剂的海砂,便于选用
6	增加了“相关标准规定的方法采样”	有的产品标准规定了适合该产品相应的采样方法
8.1~8.2	对 ISO 6496:1999 第 8.1~8.4 条作了编辑性修改,分为“8.1 直接干燥法”和“8.2 减压干燥法”两条	条文更清晰,便于使用



表 B.1 (续)

本标准 章条编号	技术性差异	原因
8.1~8.2	增加了检查试验后,不需要采用减压干燥法测定的取值要求	条文更明确,便于操作
9.1	对 ISO 6496:1999 中 9.1 条的公式作了编辑性修改: $W_1 = \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times 100\%$ $X = \frac{m_2 - (m_3 - m_1)}{m_2} \times 100\%$ 改为:	适应我国的标准表述习惯
9	删除了 ISO 6496:1999 标准 9.2 条中的式(2)和式(3)	标准中没有涉及预处理样品的分析步骤,删除后条文更清晰
9.2	增加了直接干燥法中水分含量 $\geq 15\%$ 时,两个平行测定结果的相对偏差不大于 1.0%的要求	符合实际情况
11	对 ISO 6496:1999 中 11 章作了编辑性修改,将“所得到的测定结果;如果检验了重复性,给出最后的结果”分为两段	条文更清晰
参考文献	删除了 ISO 5725-1:1994。 删除了 ISO 6496:1999 中第 1 章、附录中参考文献的标注编号。 用 GB/T 6379.2—2004、GB/T 9696、GB/T 10358、GB/T 10362、GB/T 14489.1、GB/T 21305 分别代替 ISO 5725-2:1994、ISO 662、ISO 771、ISO 6540、ISO 665、ISO 712。 重新排列了参考文献的顺序	标准中没有涉及 ISO 5725-1:1994; 所代替的标准有一致性的对应关系。 删除标注编号、重新排列顺序,符合 GB/T 1.1 的要求

## 附录 C

(资料性附录)

## 实验室的测定结果

实验室的测定由 ISO/TC 34/SC 10 动物饲料分会于 1996 年组织并按 ISO 5725-2:1994 进行。此测定有 23 个实验室参加。对配合饲料、浓缩料、糖蜜饲料、干牧草、甜菜渣、苜蓿(紫花苜蓿)等样品进行了研究。

表 C.1 实验室测定的统计结果

参数	样品					
	1	2	3	4	5	6
剔除异常值后保留的实验室数	23	23	19	23	23	23
水分和其他挥发性物质含量的平均值/(%)	11.43	10.20	7.92	11.77	86.05	80.30
重复性标准偏差 $S_r$ /(%)	0.253	0.195	0.533	0.28	0.34	0.454
重复性变异系数/(%)	2.21	1.91	6.73	2.38	0.40	0.57
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$ /(%)	0.71	0.55	1.49	0.78	0.95	1.27
再现性标准偏差 $S_R$ /(%)	0.71	0.562	0.878	1.07	1.25	1.04
再现性变异系数/(%)	6.22	5.51	11.09	9.09	1.45	1.30
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$ /(%)	1.99	1.57	2.46	3.00	3.50	2.91
注：样品 1:配合饲料； 样品 2:浓缩料； 样品 3:糖蜜饲料； 样品 4:干牧草； 样品 5:甜菜渣； 样品 6:苜蓿(紫花苜蓿)。						

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(ISO 5725-2:1994, IDT)
  - [2] GB/T 9696 动植物油脂 水分和挥发物含量测定
  - [3] GB/T 10358 油料饼粕 水分及挥发物含量的测定
  - [4] GB/T 10362 粮油检验 玉米水分测定
  - [5] GB/T 14489.1 油料 水分及挥发物含量测定
  - [6] GB/T 21305 谷物及谷物制品水分的测定 常规法
-



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6432—2018  
代替 GB/T 6432—1994

## 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

Determination of crude protein in feeds—Kjeldahl method

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施



国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法  
GB/T 6432—2018

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)  
总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238  
读者服务部:(010)68523946  
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 0.5 字数 10 千字  
2018年9月第一版 2018年9月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-61498 定价 14.00 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)68510107

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6432—1994《饲料中粗蛋白测定方法》。

本标准与 GB/T 6432—1994 相比,除编辑性修改外,主要技术内容变化如下:

- 修改了标准名称(见封面);
- 修改了适用范围(见第 1 章);
- 增加了对计算结果有效数字的规定(见第 8 章)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位: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)]。

本标准主要起草人:肖志明、樊霞、马东霞、李丽蓓、王石、贾铮、刘晓露、王志刚、刘军。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 6432—1986、GB/T 6432—1994。

## 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法

### 1 范围

本标准规定了测定饲料中粗蛋白质的凯氏定氮法。

本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中粗蛋白质的测定。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

试样在催化剂作用下,经硫酸溶解,含氮化合物转化成硫酸铵,加碱蒸馏使氨逸出,用硼酸吸收后,再用盐酸标准滴定溶液滴定,测出氮含量,乘以 6.25,计算出粗蛋白质含量。

### 4 试剂或材料

除非另有说明,仅使用分析纯试剂。

4.1 水:GB/T 6682,三级。

4.2 硼酸:化学纯。

4.3 氢氧化钠:化学纯。

4.4 硫酸:化学纯。

4.5 硫酸铵。

4.6 蔗糖。

4.7 混合催化剂:称取 0.4 g 五水硫酸铜、6.0 g 硫酸钾或硫酸钠,研磨混匀;或购买商品化的凯氏定氮催化剂片。

4.8 硼酸吸收液 I:称取 20 g 硼酸,用水溶解并稀释至 1 000 mL。

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

4.10 氢氧化钠溶液:称取 40 g 氢氧化钠,用水溶解,待冷却至室温后,用水稀释至 100 mL。

4.11 盐酸标准滴定溶液: $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/L}$  或  $0.02 \text{ mol/L}$ ,按 GB/T 601 配制和标定。

4.12 甲基红乙醇溶液:称取 0.1 g 甲基红,用乙醇溶解并稀释至 100 mL。

4.13 溴甲酚绿乙醇溶液:称取 0.5 g 溴甲酚绿,用乙醇溶解并稀释至 100 mL。

4.14 混合指示剂溶液:将甲基红乙醇溶液和溴甲酚绿乙醇溶液等体积混合。该溶液室温避光保存,有

效期 3 个月。

## 5 仪器设备

5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.2 消煮炉或电炉。

5.3 凯氏烧瓶:250 mL。

5.4 消煮管:250 mL。

5.5 凯氏蒸馏装置:常量直接蒸馏式或半微量水蒸气蒸馏式。

5.6 定氮仪:以凯氏原理制造的各种类型半自动、全自动定氮仪。

## 6 样品

按照 GB/T 14699.1 抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取样。按照 GB/T 20195 制备试样,粉碎,全部通过 0.42 mm 试验筛,混匀,装入密闭容器中备用。

## 7 试验步骤

### 7.1 半微量法(仲裁法)

#### 7.1.1 试样消煮

##### 7.1.1.1 凯氏烧瓶消煮

平行做两份试验。称取试样 0.5 g~2 g(含氮量 5 mg~80 mg,准确至 0.000 1 g),置于凯氏烧瓶中,加入 6.4 g 混合催化剂,混匀,加入 12 mL 硫酸和 2 粒玻璃珠,将凯氏烧瓶置于电炉上,开始于约 200 ℃加热,待试样焦化、泡沫消失后,再提高温度至约 400 ℃,直至呈透明的蓝绿色,然后继续加热至少 2 h。取出,冷却至室温。

##### 7.1.1.2 消煮管消煮

平行做两份试验。称取试样 0.5 g~2 g(含氮量 5 mg~80 mg,准确至 0.000 1 g),放入消煮管中,加入 2 片凯氏定氮催化剂片或 6.4 g 混合催化剂,12 mL 硫酸,于 420 ℃消煮炉上消化 1 h。取出,冷却至室温。

#### 7.1.2 氮的蒸馏

待试样消煮液冷却,加入 20 mL 水,转入 100 mL 容量瓶中,冷却后用水稀释至刻度,摇匀,作为试样分解液。将半微量蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有 20 mL 硼酸吸收液 I (4.8)和 2 滴混合指示剂(4.14)的锥形瓶中。蒸汽发生器的水中应加入甲基红指示剂(4.12)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 mL~20 mL 注入蒸馏装置的反应室中,用少量水冲洗进样入口,塞好入口玻璃塞,再加 10 mL 氢氧化钠溶液(4.10),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 4 min 降下锥形瓶使冷凝管末端离开吸收液面,再蒸馏 1 min,至流出液 pH 值为中性。用水冲洗冷凝管末端,洗液均需流入锥形瓶内,然后停止蒸馏。



### 7.1.3 滴定

将 7.1.2 蒸馏后的吸收液立即用 0.1 mol/L 或 0.02 mol/L 盐酸标准滴定溶液(4.11)滴定,溶液由蓝绿色变成灰红色为滴定终点。

## 7.2 全量法

### 7.2.1 试样消煮

按 7.1.1 步骤进行。

### 7.2.2 氨的蒸馏

7.2.2.1 待试样消煮液冷却,加入 60 mL~100 mL 蒸馏水,摇匀,冷却。将蒸馏装置的冷凝管末端浸入装有 25 mL 硼酸吸收液 I (4.8)和 2 滴混合指示剂(4.14)的锥形瓶中。然后小心地向凯氏烧瓶中加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.10),摇匀后加热蒸馏,直至馏出液体积约为 100 mL。降下锥形瓶,使冷凝管末端离开液面,继续蒸馏 1 min~2 min,至流出液 pH 值为中性。用水冲洗冷凝管末端,洗液均需流入锥形瓶内,然后停止蒸馏。

7.2.2.2 采用半自动凯氏定氮仪时,将带消煮液的消煮管插在蒸馏装置上,以 25 mL 硼酸吸收液 I (4.8)为吸收液,加入 2 滴混合指示剂(4.14),蒸馏装置的冷凝管末端要浸入装有吸收液的锥形瓶内,然后向消煮管中加入 50 mL 氢氧化钠溶液(4.10)进行蒸馏,至流出液 pH 值为中性。蒸馏时间以吸收液体积达到约 100 mL 时为宜。降下锥形瓶,用水冲洗冷凝管末端,洗液均需流入锥形瓶内。

7.2.2.3 采用全自动凯氏定氮仪时,按仪器操作说明书进行测定。

### 7.2.3 滴定

用 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液(4.11)滴定吸收液,溶液由蓝绿色变成灰红色为终点。

## 7.3 蒸馏步骤查验

精确称取 0.2 g 硫酸铵(精确至 0.000 1 g),代替试样,按 7.1 或 7.2 步骤进行操作,测得硫酸铵含氮量应为(21.19±0.2)%,否则应检查加碱、蒸馏和滴定各步骤是否正确。

## 7.4 空白测定

精确称取 0.5 g 蔗糖(精确至 0.000 1 g),代替试样,按 7.1 或 7.2 进行空白测定,消耗 0.1 mol/L 盐酸标准滴定溶液的体积不得超过 0.2 mL,消耗 0.02 mol/L 盐酸标准滴定溶液体积不得超过 0.3 mL。

## 8 试验数据处理

试样中粗蛋白质含量以质量分数  $w$  计,数值以质量分数(%)表示,按公式(1)计算:

$$w = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times \frac{14}{1\,000} \times 6.25}{m \times \frac{V'}{V}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$V_2$  ——滴定试样所消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_1$  ——滴定空白所消耗盐酸标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$  ——盐酸标准滴定溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

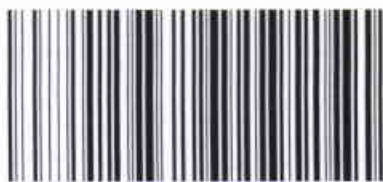
- $m$  —— 试样质量,单位为克(g);  
 $V$  —— 试样消煮液总体积,单位为毫升(mL);  
 $V'$  —— 蒸馏用消煮液体积,单位为毫升(mL);  
14 —— 氮的摩尔质量,单位为克每摩尔(g/mol);  
6.25 —— 氮换算成粗蛋白的平均系数。

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为测定结果,计算结果表示至小数点后两位。

## 9 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值与该平均值的比值应符合以下要求:

- 粗蛋白质含量大于 25%时,不超过 1%;  
粗蛋白质含量在 10%~ 25%时,不超过 2%;  
粗蛋白质含量小于 10%时,不超过 3%。



GB/T 6432-2018

版权专有 侵权必究

书号:155066 · 1-61498

定价: 14.00 元



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6433—2006/ISO 6492:1999  
代替 GB/T 6433—1994

---

## 饲料中粗脂肪的测定

Determination of crude fat in feeds

(ISO 6492:1999, IDT)

2006-06-09 发布

2006-09-01 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

本标准是 GB/T 6433—1994《饲料粗脂肪测定方法》的修订版。

本标准与 1994 版的主要差异是增加了水解方法。

本标准等同采用国际标准 ISO 6492:1999《动物饲料中脂肪含量的测定》。

本标准做了下列编辑性修改：

——“本国际标准”一词改为“本标准”；

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；

——删除了国际标准的前言；

——用 GB/T 6682 代替 ISO 3696, 用 GB/T 14699.1 代替 ISO 6497, 用 GB/T 20195 代替 ISO 6498, 用 GB/T 6379.1—2004 代替 ISO 5725-1:1994, 用 GB/T 6379.2—2004 代替 ISO 5725-2:1994。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 6433—1994。

本标准的附录 A 是资料性附录。

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:国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准主要起草人:张苏、李丽蓓、范志影、杨曙明、苏晓鸥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6433—1994, GB/T 6433—1986。

# 饲料中粗脂肪的测定

## 1 范围

本标准规定了动物饲料脂肪含量的测定方法,本方法适用于油籽和油籽残渣以外的动物饲料。

为了本方法的测定效果,将动物饲料分为下列两类;B类产品的样品提取前需要水解。

B类:

——纯动物性饲料,包括乳制品;

——脂肪不经预先水解不能提取的纯植物性饲料,如谷蛋白、酵母、大豆及马铃薯蛋白以及加热处理的饲料;

——含有一定数量加工产品的配合饲料,其脂肪含量至少有20%来自这些加工产品。

A类:B类以外的动物饲料。

对于油籽,在ISO 659<sup>[1]</sup>中介绍了一种己烷提取的“油含量”测定方法。

注:对油籽残渣,在ISO 734-1<sup>[2]</sup>中介绍了一种用己烷提取的“油含量”测定方法,而在ISO 736<sup>[3]</sup>中则介绍了一种乙醚提取的“油含量”的测定方法。

## 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 20195 动物饲料 试样的制备

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**脂肪含量 fat content**

用本标准所规定的方法从样品中提取的物质的质量组分。

注:脂肪含量以克每千克表示,也可用质量分数表示。

## 4 原理

4.1 脂肪含量较高的样品(至少200 g/kg)预先用石油醚提取。

4.2 B类样品用盐酸加热水解,水解溶液冷却、过滤,洗涤残渣并干燥后用石油醚提取,蒸馏、干燥除去溶剂,残渣称量。

4.3 A类样品用石油醚提取,通过蒸馏和干燥除去溶剂,残渣称量。

## 5 试剂和材料

本标准所用试剂,未注明要求时,均指分析纯试剂。

5.1 水至少应为GB/T 6682规定的3级。

5.2 硫酸钠,无水。

5.3 石油醚,主要由具有6个碳原子的碳氢化合物组成,沸点范围为40℃~60℃。

溴值应低于 1,挥发残渣应小于 20 mg/L。也可使用挥发残渣低于 20 mg/L 的工业乙烷。

5.4 金刚砂或玻璃细珠。

5.5 丙酮。

5.6 盐酸: $c(\text{HCl})=3\text{ mol/L}$ 。

5.7 滤器辅料:例如硅藻土(kieselguhr),在盐酸[ $c(\text{HCl})=6\text{ mol/L}$ ]中消煮 30 min,用水洗至中性,然后在 130℃下干燥。

## 6 仪器设备

实验室常用仪器设备,特别是下列各件。

6.1 提取套管,无脂肪和油,用乙醚洗涤。

6.2 索氏提取器,虹吸容积约 100 mL,或用其他循环提取器。

6.3 加热装置,有温度控制装置,不作为火源。

6.4 干燥箱,温度能保持在 $(103\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.5 电热真空箱,温度能保持在 $(80\pm 2)^\circ\text{C}$ ,并减压至 13.3 kPa 以下,配有引入干燥空气的装置,或内盛干燥剂,例如氧化钙。

6.6 干燥器,内装有效的干燥剂。

## 7 采样

采样不是本标准规定的方法的一部分,在 GB/T 14699.1<sup>[4]</sup>中推荐了一种采样方法。

重要的是实验室收到一份真正有代表性的样品,并在运输及保存过程中不受到破坏或不发生变化。

样品的保存方法应使样品变质及成分变化降至最低。

## 8 试样制备

试样按 GB/T 20195 制备。

## 9 分析步骤

### 9.1 分析步骤的选择

如果试样不易粉碎,或因脂肪含量高(超过 200 g/kg)而不易获得均质的缩减的试样,按 9.2 处理。

在所有其他情况下,则按 9.3 处理。

### 9.2 预先提取

9.2.1 称取至少 20 g 制备的试样( $m_0$ )(第 8 章),准确至 1 mg,与 10 g 无水硫酸钠(5.2)混合,转移至一提取套管(6.1)并用一小块脱脂棉覆盖。

将一些金刚砂(5.4)转移至一干燥烧瓶,如果随后将对脂肪定性,则使用玻璃细珠取代金刚砂。将烧瓶与提取器连接,收集石油醚提取物。

将套管置于提取器(6.2)中,用石油醚(5.3)提取 2 h。如果使用索氏提取器,则调节加热装置(6.3)使每小时至少循环 10 次,如果使用一个相当设备,则控制回流速度每秒至少 5 滴(约 10 mL/min)。

用 500 mL 石油醚(5.3)稀释烧瓶中的石油醚提取物,充分混合。对一个盛有金刚砂或玻璃细珠(5.4)的干燥烧瓶进行称量( $m_1$ ),准确至 1 mg,吸取 50 mL 石油醚溶液移入此烧瓶中。

9.2.2 蒸馏除去溶剂,直至烧瓶中几无溶剂,加 2 mL 丙酮(5.5)至烧瓶中,转动烧瓶并在加热装置(6.3)上缓慢加温以除去丙酮,吹去痕量丙酮。残渣在 103℃干燥箱(6.4)内干燥 $(10\pm 0.1)\text{ min}$ ,在干燥器(6.6)中冷却,称量( $m_2$ ),准确至 0.1 mg。

也可采取下列步骤。

蒸馏除去溶剂,烧瓶中残渣在 80℃电热真空箱(6.5)中干燥 1.5 h,在干燥器(6.6)中冷却,称量

( $m_2$ ), 准确至 0.1 mg。

9.2.3 取出套管中提取的残渣在空气中干燥, 除去残余的溶剂, 干燥残渣称量( $m_3$ ), 准确至 0.1 mg。

将残渣粉碎成 1 mm 大小的颗粒, 按 9.3 处理。

### 9.3 试料

称取 5 g( $m_4$ )制备的试样(第 8 章或 9.2), 准确至 1 mg。

对 B 类样品(见第 1 章)按 9.4 处理。

对 A 类样品, 将试料移至提取套管(6.1)并用一小块脱脂棉覆盖, 按 9.5 处理。

### 9.4 水解

将试料转移至一个 400 mL 烧杯或一个 300 mL 锥形瓶中, 加 100 mL 盐酸(5.6)和金刚砂(5.4), 用表面皿覆盖, 或将锥形瓶与回流冷凝器连接, 在火焰上或电热板上加热混合物至微沸, 保持 1 h, 每 10 min 旋转摇动一次, 防止产物粘附于容器壁上。

在环境温度下冷却, 加一定量的滤器辅料(5.7), 防止过滤时脂肪丢失, 在布氏漏斗中通过湿润的无脂的双层滤纸抽吸过滤, 残渣用冷水洗涤至中性。

注: 如果在滤液表面出现油或脂, 则可能得出错误结果, 一种可能的解决办法是减少测定试料或提高酸的浓度重复进行水解。

小心取出滤器并将含有残渣的双层滤纸放入一个提取套管(6.1)中, 在 80℃电热真空箱(6.5)中于真空条件下干燥 60 min, 从电热真空箱中取出套管并用一小块脱脂棉覆盖。

### 9.5 提取

9.5.1 将一些金刚砂(5.4)转移至一干燥烧瓶, 称量( $m_5$ ), 准确至 1 mg。如果随后将要测定脂肪定性, 则使用玻璃细珠取代金刚砂。将烧瓶与提取器连接, 收集石油醚提取物。

将套管置于提取器(6.2)中, 用石油醚(5.3)提取 6 h。如果使用索氏提取器, 则调节加热装置(6.3)使每小时至少循环 10 次, 如果使用一个相当设备, 则控制回流速度每秒至少 5 滴(约 10 mL/min)。

9.5.2 蒸馏除去溶剂, 直至烧瓶中几无溶剂, 加 2 mL 丙酮(5.5)至烧瓶中, 转动烧瓶并在加热装置(6.3)上缓慢加温以除去丙酮, 吹去痕量丙酮。残渣在 103℃干燥箱(6.4)内干燥( $10 \pm 0.1$ )min, 在干燥器(6.6)中冷却, 称量( $m_6$ ), 准确至 0.1 mg。

也可采取下列步骤:

蒸馏除去溶剂, 烧瓶中残渣在 80℃电热真空箱(6.5)中真空干燥 1.5 h, 在干燥器(6.6)中冷却, 称量( $m_6$ ), 准确至 0.1 mg。

## 10 计算

### 10.1 预先提取测定法(9.2)

试样的脂肪含量  $W_1$  按式(1)计算, 以克每千克表示:

$$W_1 = \left[ \frac{10(m_2 - m_1)}{m_0} + \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times \frac{m_3}{m_0} \right] \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_0$ ——在 9.2 中称取的试样质量, 单位为克(g);

$m_1$ ——在 9.2 中装有金刚砂的烧瓶的质量, 单位为克(g);

$m_2$ ——在 9.2 中带有金刚砂的烧瓶和干燥的石油醚提取物残渣的质量, 单位为克(g);

$m_3$ ——在 9.2 中获得的干燥提取残渣的质量, 单位为克(g);

$m_4$ ——试料(9.3)的质量, 单位为克(g);

$m_5$ ——在 9.5 中使用的盛有金刚砂的烧瓶的质量, 单位为克(g);

$m_6$ ——在 9.5 中盛有金刚砂的烧瓶和获得的干燥石油醚提取残渣的质量, 单位为克(g);

$f$ ——校正因子单位, 单位为克每千克(g/kg)( $f=1\ 000$  g/kg)。

结果表示准确至 1 g/kg。

10.2 无预先提取的测定法

试样的脂肪含量  $W_2$  按式(2)计算,以克每千克表示:

$$W_2 = \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times f \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m_4$ ——试料(9.3)的质量,单位为克(g);

$m_5$ ——在 9.5 中使用的带有金刚砂的烧瓶的质量,单位为克(g);

$m_6$ ——在 9.5 中盛有金刚砂的烧瓶和获得的石油醚提取干燥残渣的质量,单位为克(g);

$f$ ——校正因子单位,单位为克每千克(g/kg)( $f=1\,000\text{ g/kg}$ )。

结果表示准确至 1 g/kg。

11 精密度

11.1 实验室间实验

附录 A 详细列出了本方法精密度实验室间的实验结果,从这些实验得出的数值可能不适用于附录 A 中规定以外的含量范围和基质。

11.2 重复性

用同一方法,对相同的实验材料,在同一实验室内,由同一操作人员使用同一设备,在短时间内获得的两个独立的实验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或由表 1 得出的重复性限  $r$  的情况不大于 5%。

表 1 重复性限( $r$ )和再现性限( $R$ )

样 品	重复性限( $r$ )/(g/kg)	再现性限( $R$ )/(g/kg)
B 类(需要水解)	5.0	12.0 <sup>a</sup>
A 类(不需要水解)	2.5	7.7 <sup>b</sup>
<sup>a</sup> 鱼粉和肉粉除外,见表 A.1。 <sup>b</sup> 椰子粉除外,见表 A.2。		

11.3 再现性

用同一方法,对相同的实验材料,在不同实验室,由不同操作人员使用不同设备获得的两个独立实验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或从表 1 得出的再现性限  $R$  的情况不大于 5%。

12 实验报告

实验报告应详细说明:

- 为样品完全鉴定所需的全部信息;
- 采用的取样方法(如果了解);
- 采用的测定方法,附本标准作为参考文献;
- 在本标准中未详述的或视为可选择的全部操作细节,以及可能影响测定结果的任何事件的细节;
- 所取得的测定结果,如果检查了重复性则需提供两个测定结果。



附 录 A  
(资料性附录)  
实验室间实验结果

1984 年前捷克斯洛伐克、荷兰和法国的成员团体按照 ISO 5725<sup>[5]</sup> (已取消,被用于得到的精密度数据)组织了 3 个实验室间试验,确定了本方法的精密度。

在前捷克斯洛伐克有 21 个实验室参加了试验,测定的样品有全脂奶粉、鱼粉、肉仔鸡混合饲料和牛颗粒饲料。

在法国有 33 个实验室参加了试验,试验的样品有酒糟、玉米、肉粉、大豆粉和火鸡饲料。

在荷兰有 10 个实验室参加了试验,试验的样品有大麦、骨粉、椰子粉、羽毛粉、玉米谷蛋白饲料和两份混合饲料。

试验的统计结果见表 A.1 和表 A.2

注:在文献 ISO/TC 34/SC 10N353 中有更详细的信息。

表 A.1 B 类(需要水解)样品实验室间试验的统计结果

参 数	样 品 <sup>a</sup>										
	1	2 <sup>b</sup>	3	4	5	6	7	8 <sup>b</sup>	9 <sup>b</sup>	10	11
剔除界外值后保留的实验室数	25	8	23	24	18	23	27	8	8	19	20
脂肪平均含量 <sup>c</sup> /(g/kg)	23.4	40.2	44.7	55.0	78.0	80.9	88.4	101.3	150.6	188.0	251.0
重复性标准差, $S_r$ /(g/kg)	—	0.78	—	—	1.73	—	—	1.20	1.73	1.24	1.84
重复性变异系数/(%)	—	1.98	—	—	2.23	—	—	1.20	1.13	0.67	0.74
重复性限, $r(2.8 \times S_r)$ /(g/kg)	—	2.2	—	—	4.9	—	—	3.4	4.9	3.5	5.2
再现性标准差, $S_R$ /(g/kg)	4.03	1.98	2.57	4.38	5.55	2.97	5.69	1.80	3.32	2.65	3.39
再现性变异系数/(%)	17.29	4.95	5.77	7.98	7.10	3.68	6.44	1.77	2.23	1.41	1.34
再现性限, $R(2.8 \times S_R)$ /(g/kg)	11.4	5.6	7.3	12.4	15.7	8.4	16.1	5.1	9.4	7.5	9.6
<sup>a</sup> 样品 1:大豆粉;样品 2:玉米麸质饲料;样品 3:玉米;样品 4:酒糟;样品 5:鱼粉;样品 6:火鸡饲料;样品 7:肉粉;样品 8:羽毛粉;样品 9:骨粉;样品 10:牛颗粒饲料;样品 11:奶粉。 <sup>b</sup> 结果以干物质计。 <sup>c</sup> 使用的溶剂:石油醚,沸点范围 40℃~60℃。											

表 A.2 A 类(不需要水解)样品实验室间试验的统计结果

参 数	样 品 <sup>a</sup>											
	1	2 <sup>b</sup>	3 <sup>b</sup>	4	5	6	7	8	9	10 <sup>b</sup>	11 <sup>b</sup>	12
剔除界外值后保留的实验室数	31	10	10	30	29	21	30	21	28	10	10	19
脂肪平均含量 <sup>c</sup> /(g/kg)	15.5	15.9	31.8	37.8	40.1	51.0	69.7	72.0	75.0	107.1	117.3	177.0
重复性标准差, $S_r$ /(g/kg)	—	0.42	0.60	—	—	0.64	—	0.88	—	0.81	0.78	0.88
重复性变异系数/(%)	—	2.76	1.87	—	—	1.24	—	1.24	—	0.78	0.67	0.49

表 A.2 (续)

参 数	样 品 <sup>a</sup>											
	1	2 <sup>b</sup>	3 <sup>b</sup>	4	5	6	7	8	9	10 <sup>b</sup>	11 <sup>b</sup>	12
重复性限, $r(2.8 \times S_r)/(g/kg)$	—	1.2	1.7	—	—	1.8	—	2.5	—	2.3	2.2	2.5
再现性标准差, $S_R/(g/kg)$	1.97	1.24	2.72	1.57	1.74	2.12	2.04	2.61	1.85	4.59	1.94	1.59
再现性变异系数/(%)	12.73	7.84	8.62	4.17	4.35	4.17	2.94	3.64	2.47	4.28	1.66	0.88
再现性限, $R(2.8 \times S_R)/(g/kg)$	5.6	3.5	7.7	4.4	4.9	6.0	5.8	7.4	5.2	13.0	5.5	4.5
<sup>a</sup> 样品 1:大豆粉;样品 2:大麦;样品 3:混合饲料;样品 4:酒糟;样品 5:玉米;样品 6:肉仔鸡混合料;样品 7:肉粉;样品 8:鱼粉;样品 9:火鸡饲料;样品 10:椰子粉;样品 11:混合饲料;样品 12:牛颗粒饲料。 <sup>b</sup> 结果以干物质计。 <sup>c</sup> 使用的溶剂为石油醚,沸点范围 40℃~60℃。												

参 考 文 献

- [1] ISO 659, *Oilseeds-Determination of oil contents (Reference method)*.
  - [2] ISO 734-1, *Oilseeds residues-Determination of oil contents—Part 1: Extraction method with hexane (or light petroleum)*.
  - [3] ISO 736, *Oilseeds residues-Determination of diethyl ether extract*.
  - [4] GB/T 14699.1 饲料 采样。
  - [5] ISO 5725: 1986, *Precision of test methods-Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*.
  - [6] GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义。
  - [7] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。
-



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6438—2007/ISO 5984:2002  
代替 GB/T 6438—1992

---

## 饲料中粗灰分的测定

Animal feeding stuffs—Determination of crude ash

(ISO 5984:2002, IDT)

2007-06-21 发布

2007-09-01 实施

---

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准等同采用 ISO 5984:2002《动物饲料中粗灰分的测定》(英文版)。

为便于使用,本标准进行了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的“,”;
- 采样按 GB/T 14699.1 执行;
- 试样制备按 GB/T 20195 执行;
- 删除了国际标准的前言;
- 增加了本国标准前言;
- 5.5 中增加了“如瓷质材料”;
- 8 中增加了计算公式的编号。

本标准代替 GB/T 6438—1992《饲料中粗灰分的测定方法》。

本标准与 GB/T 6438—1992 的主要区别是:

- 取消了恒质的要求;
- 按 ISO 5984:2002 的要求,用精密度代替允许差。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:武润仙、杨林、何一帆、钱昉、钟鸣、杨爱华、张朝富。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 6438—1986、GB/T 6438—1992。

## 饲料中粗灰分的测定

### 1 范围

本标准规定了动物饲料中粗灰分的测定方法。

### 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 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**粗灰分 crude ash**

在本标准规定的条件下,550℃灼烧所得的残渣。

### 4 原理

试样中的有机质经灼烧分解,对所得的灰分称量。

注:灰分用质量分数表示。

### 5 仪器设备

除常用实验室设备外,其他仪器设备如下。

5.1 分析天平:感量为 0.001 g。

5.2 马弗炉:电加热,可控制温度,带高温计。马弗炉中摆放煅烧盘的地方,在 550℃时温差不超过 20℃。

5.3 干燥箱:温度控制在 $(103\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

5.4 电热板或煤气喷灯。

5.5 煅烧盘:铂或铂合金(如 10%铂,90%金)或在实验条件下不受影响的其他物质(如瓷质材料),最好是表面积约为 20 cm<sup>2</sup>、高约为 2.5 cm 的长方形容器,对易于膨胀的碳水化合物样品,灰化盘的表面积约为 30 cm<sup>2</sup>、高为 3.0 cm 的容器。

5.6 干燥器:盛有有效的干燥剂。

### 6 采样

重要的是实验室收到一份真正具有代表性的样品,并且在运输及保存过程中不受到破坏或不发生变化。

样品应以不破坏或不改变其组分的方式贮存。

采样按 GB/T 14699.1 执行。

7 分析步骤

7.1 试样制备

试样制备按 GB/T 20195 执行。

7.2 试验步骤

将煅烧盘(5.5)放入马弗炉(5.2)中,于 550℃,灼烧至少 30 min,移入干燥器(5.6)中冷却至室温,称量,准确至 0.001 g。称取约 5 g 试样(7.1)(精确至 0.001 g)于煅烧盘(5.5)中。

7.3 测定

将盛有试样(7.2)的煅烧盘放在电热板或煤气喷灯(5.4)上小心加热至试样炭化,转入预先加热到 550℃的马弗炉(5.2)中灼烧 3 h,观察是否有炭粒,如无炭粒,继续于马弗炉中灼烧 1h,如果有炭粒或怀疑有炭粒,将煅烧盘冷却并用蒸馏水润湿,在(103±2)℃的干燥箱(5.3)中仔细蒸发至干,再将煅烧盘置于马弗炉中灼烧 1h,取出于干燥器中,冷至室温迅速称量,准确至 0.001 g。

注:由上述步骤得到的粗灰分可用于测定盐酸不溶性灰分(参见 ISO 5985)。

对同一试样取两份试料进行平行测定。

8 结果表示

粗灰分  $W$ ,用质量分数(%)表示,按式(1)计算:

$$W = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$m_2$ ——灰化后粗灰分加煅烧盘的质量,单位为克(g);

$m_0$ ——为空煅烧盘的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——装有试样的煅烧盘质量,单位为克(g)。

取两次测定的算术平均值作为测定结果,重复性限(见 9.2)满足要求,结果表示至 0.1%(质量分数)。

9 精密度

9.1 实验室间试验

附录 A 中详细列出了本方法精密度的实验室间试验结果,从该试验得出的结果可能不适用附录 A 中列出以外的物质和浓度范围。

9.2 重复性

用同一方法,对相同试验材料,在同一实验室内,由同一操作人员使用同一设备获得的两个独立试验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或由表 1 得出的重复性限  $r$  的情况不大于 5%。

表 1 重复性限( $r$ )和再现性限( $R$ )

单位为克每千克

样品	粗灰分	$r$	$R$
鱼粉	179.8	2.7	4.4
木薯	59.1	2.4	3.6
肉粉	175.6	2.4	5.6
仔猪饲料	50.2	2.1	3.3
仔鸡饲料	42.7	0.9	2.2
大麦	20.0	1.0	1.9
糖浆	119.9	3.6	9.1
挤压棕榈粕	35.8	0.7	1.6

### 9.3 再现性

用相同的方法,对同一试样,在不同的实验室内,由不同的操作人员,用不同的设备得到的两个独立的试验结果之差的绝对值超过表 1 列出的或由表 1 导出的再现性限  $R$  的情况不大于 5%。

## 10 试验报告

试验报告应详细说明下列信息:

- a) 识别样品所必需的全部信息;
- b) 如果已知采样方法,应说明使用的采样方法;
- c) 采用的测定方法,附本标准的参考文献;
- d) 所有本标准未规定的、或认为是非强制性的、以及可能影响测定结果的全部细节;
- e) 获得的测定结果;
- f) 如果检查了重复性则提供两个测定结果,应提供得到的最终结果。



附 录 A  
(资料性附录)  
实验室间试验结果

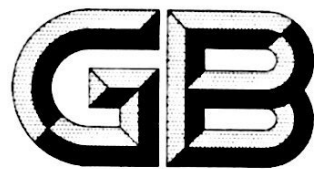
根据 ISO 5725-1、ISO 5725-2 进行实验室间试验,以确定本方法的精密度,其中用 Grubbs 试验代替 Dixon 试验确定高峰值。本试验有 40 个~52 个试验室参加,样品有鱼粉等,实验室间试验结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间试验统计结果

参数	样品 <sup>a</sup>							
	1	2	3	4	5	6	7	8
实验室数	52	48	47	50	48	48	40	49
可接受的结果	50	47	43	49	44	45	39	46
灰分平均值/(g/kg)	179.8	59.1	175.6	50.2	42.7	20.0	119.9	35.8
重复性标准差( $S_r$ )/(g/kg)	1.0	0.9	0.9	0.8	0.3	0.4	1.3	0.2
重复性变异系数/%	1.5	4.1	1.4	4.2	2.1	5.0	3.0	2.0
重复性限( $r$ )/(g/kg)	2.7	2.4	2.4	2.1	0.9	1.0	3.6	0.7
再现性标准差( $S_R$ )/(g/kg)	1.4	1.1	1.9	1.1	0.7	0.6	3.1	0.5
再现性变异系数/%	2.5	6.0	3.2	6.6	5.1	9.6	7.6	4.4
再现性限( $R$ )/(g/kg)	4.4	3.6	5.6	3.3	2.2	1.9	3.1	1.6
<div><div><sup>a</sup> 1:鱼粉; 2:木薯; 3:肉粉; 4:仔猪饲料;</div><div>5:仔鸡饲料; 6:大麦; 7:糖蜜; 8:挤压棕榈粕。</div></div>								

参 考 文 献

- [1] ISO 5725-1 实验方法和结果的精确度(可信度和精密度) 第1部分:原理及定义
  - [2] ISO 5725-2 实验方法和结果的精确度(可信度和精密度) 第2部分:标准测定方法的重复性和再现性测定的基本方法
  - [3] ISO 5985 动物饲料 盐酸不溶性灰分的测定
  - [4] ISO 6497 动物饲料 抽样
-



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6436—2018  
代替 GB/T 6436—2002

## 饲料中钙的测定

Determination of calcium in feeds

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施



国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6436—2002《饲料中钙的测定》。

本标准与 GB/T 6436—2002 相比主要技术内容差异如下：

- 修改了标准的使用范围(见第 1 章,2002 年版的第 1 章)；
- 增加了钙的定量限(见第 1 章)；
- 修改了采样和试样制备的方法(见 3.4,2002 年版的第 6 章)；
- 修改了称样量(见 3.5.1 和 4.4.1,2002 年版的 7.1 和 13.1)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位：国粮武汉科学研究设计院有限公司[国家饲料质量监督检验中心(武汉)]。

本标准主要起草人：高丽红、王思思、黄婷、王峻、何旭孔。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 6436—1992、GB/T 6436—2002。

# 饲料中钙的测定

## 1 范围

本标准规定了饲料中钙含量测定的高锰酸钾法和乙二胺四乙酸二钠络合滴定法。

本标准适用于饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和添加剂预混合饲料中钙的测定。

本标准方法的检出限为 0.015%，定量限为 0.05%。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 滴定分析(容量分析)用标准溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

## 3 高锰酸钾法

### 3.1 原理

将试样中有机物破坏，钙变成溶于水的离子，用草酸铵定量沉淀，用高锰酸钾法间接测定钙含量。

### 3.2 试剂或材料

除非另有说明，本标准所有试剂均为分析纯和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

#### 3.2.1 浓硝酸。

#### 3.2.2 高氯酸：70%~72%。

#### 3.2.3 盐酸溶液(1+3)。

#### 3.2.4 硫酸溶液(1+3)。

#### 3.2.5 氨水溶液(1+1)。

#### 3.2.6 氨水溶液(1+50)。

#### 3.2.7 草酸铵溶液(42 g/L)：称取 4.2 g 草酸铵溶于 100 mL 水中。

#### 3.2.8 高锰酸钾标准溶液 $[c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4)=0.05\text{ mol/L}]$ 的配制按 GB/T 601 规定。

#### 3.2.9 甲基红指示剂(1 g/L)：称取 0.1 g 甲基红溶于 100 mL 95%乙醇中。

#### 3.2.10 有机微孔滤膜：0.45 mm。

#### 3.2.11 定量滤纸：中速，7 cm~9 cm。

### 3.3 仪器设备

- 3.3.1 实验室用样品粉碎机或研钵。
- 3.3.2 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 3.3.3 高温炉:可控温度在 $(550 \pm 20)^\circ\text{C}$ 。
- 3.3.4 坩埚:瓷质 50 mL。
- 3.3.5 容量瓶:100 mL。
- 3.3.6 滴定管:酸式,25 mL 或 50 mL。
- 3.3.7 玻璃漏斗:直径 6 cm。
- 3.3.8 移液管:10 mL,20 mL。
- 3.3.9 烧杯:200 mL。
- 3.3.10 凯氏烧瓶:250 mL 或 500 mL。

### 3.4 采样和试样制备

按 GB/T 14699.1 的规定,抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取样,按 GB/T 20195 制备试样。粉碎至全部过 0.45 mm 孔筛,混匀装于密封容器,备用。

### 3.5 分析步骤

#### 3.5.1 试样提取

##### 3.5.1.1 干法

称取试样 0.5 g~5 g 于坩埚中,精确至 0.000 1 g,在电炉上小心炭化,再放入高温炉于  $550^\circ\text{C}$  下灼烧 3 h,在坩埚中加入盐酸溶液(3.2.3)10 mL 和浓硝酸(3.2.1)数滴,小心煮沸,将此溶液转入 100 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀,为试样分解液。

##### 3.5.1.2 湿法

称取试样 0.5 g~5 g 于 250 mL 凯氏烧瓶中,精确至 0.000 2 g,加入浓硝酸(3.2.1)10 mL,小火加热煮沸,至二氧化氮黄烟逸尽,冷却后加入高氯酸(3.2.2)10 mL,小心煮沸至溶液无色,不得蒸干,冷却后加水 50 mL,且煮沸驱逐二氧化氮,冷却后移入 100 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀,为试样分解液。

**警示——**小火加热煮沸过程中如果溶液变黑需立刻取下,冷却后补加高氯酸,小心煮沸至溶液无色;加入高氯酸后,溶液不得蒸干,蒸干可能发生爆炸。

#### 3.5.2 测定

准确移取试样分解液 10 mL~20 mL(含钙量 20 mg 左右)于 200 mL 烧杯中,加水 100 mL,甲基红指示剂(3.2.9)2 滴,滴加氨水溶液(3.2.5)至溶液呈橙色,若滴加过量,可加盐酸溶液(3.2.3)调至橙色,再多加 2 滴使其呈粉红色(pH 为 2.5~3.0),小心煮沸,慢慢滴加热草酸铵溶液(3.2.7)10 mL,且不断搅拌,如溶液变橙色,则应补加盐酸溶液(3.2.3)使其呈红色,煮沸 2 min~3 min,放置过夜使沉淀陈化(或在水浴上加热 2 h)。

用定量滤纸过滤,用氨水溶液(3.2.6)洗沉淀 6 次~8 次,至无草酸根离子[接滤液数毫升加硫酸溶液(3.2.4)数滴,加热至  $80^\circ\text{C}$ ,再加高锰酸钾标准溶液(3.2.8)1 滴,呈微红色,且 30 s 不褪色。

将沉淀和滤纸转入原烧杯中,加硫酸溶液(3.2.4)10 mL,水 50 mL,加热至  $75^\circ\text{C}$ ~ $80^\circ\text{C}$ ,用高锰酸



钾标准溶液(3.2.8)滴定,溶液呈粉红色且 30 s 不褪色为终点。

同时进行空白溶液的测定。

### 3.6 试验数据处理

试样中钙的含量  $X$ ,以质量分数表示(%),按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.02}{m \times \frac{V'}{100}} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$V$  ——试样消耗高锰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——空白消耗高锰酸钾标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$c$  ——高锰酸钾标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V'$  ——滴定时移取试样分解液体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试样的质量,单位为克(g);

0.02——与 1.00 mL 高锰酸钾标准溶液 [ $c(\frac{1}{5}\text{KMnO}_4) = 1.000 \text{ mol/L}$ ] 相当的以克表示的钙的质量。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

### 3.7 重复性

含钙量 10% 以上时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值得算术平均值的 3%;

含钙量在 5%~10% 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值得算术平均值的 5%;

含钙量 1%~5% 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值得算术平均值的 9%;

含钙量 1% 以下时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不大于这两个测定值得算术平均值的 18%。

## 4 乙二胺四乙酸二钠络合滴定法

### 4.1 原理

将试样中有机物破坏,钙变成溶于水的离子,用三乙醇胺、乙二胺、盐酸羟胺和淀粉溶液消除干扰离子的影响,在碱性溶液中以钙黄绿素为指示剂,用乙二胺四乙酸二钠标准滴定溶液络合滴定钙,可快速测定钙的含量。

### 4.2 试剂或材料

除非另有说明,本标准所有试剂均为分析纯和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

#### 4.2.1 盐酸羟胺。

#### 4.2.2 三乙醇胺。

#### 4.2.3 乙二胺。

#### 4.2.4 盐酸溶液(1+3)。

4.2.5 氢氧化钾溶液(200 g/L):称取 20 g 氢氧化钾溶于 100 mL 水中。

4.2.6 淀粉溶液(10 g/L):称取 1 g 可溶性淀粉于 200 mL 烧杯中,加 5 mL 水润湿,加 95 mL 沸水搅拌,煮沸,冷却备用(现用现配)。

4.2.7 孔雀石绿溶液(1 g/L)。

4.2.8 钙黄绿素—甲基百里香草酚蓝指示剂:0.10 g 钙黄绿素与 0.10 g 甲基麝香草酚蓝与 0.03 g 百里香草酚酞、5 g 氯化钾研细混匀,贮存于磨口瓶中备用。

4.2.9 钙标准溶液(0.001 0 g/mL):称取 2.497 4 g 于 105 ℃~110 ℃干燥 3 h 的基准物碳酸钙,溶于 40 mL 盐酸溶液(11.4)中,加热赶除二氧化碳,冷却,用水移至 1 000 mL 容量瓶中,定容至刻度。

4.2.10 乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液:称取 3.8 g EDTA 于 200 mL 烧杯中,加 200 mL 水,加热溶解冷却后转至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。

4.2.10.1 EDTA 标准滴定溶液的标定:准确吸取钙标准溶液(4.2.9)10.0 mL 按试样测定法进行滴定。

4.2.10.2 EDTA 滴定溶液对钙的滴定度按式(2)计算:

$$T = \frac{\rho \times V}{V_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$T$  ——EDTA 标准滴定溶液对钙的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

$\rho$  ——钙标准溶液的质量浓度,单位为克每毫升(g/mL);

$V$  ——所取钙标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——EDTA 标准滴定溶液的消耗体积,单位为毫升(mL)。

所得结果应表示至 0.000 1 g/mL。

### 4.3 仪器设备

仪器和设备同 3.3。

### 4.4 分析步骤

#### 4.4.1 试样提取

试样提取同 3.5.1。

#### 4.4.2 测定

准确移取试样分解液 5 mL~25 mL(含钙量 2 mg~25 mg)。加水 50 mL,加淀粉溶液(4.2.6) 10 mL、三乙醇胺(4.2.2) 2 mL、乙二胺(4.2.3) 1 mL、1 滴孔雀石绿溶液(4.2.7),滴加氢氧化钾溶液(4.2.5)至无色,再过量 10 mL,加 0.1 g 盐酸羟胺(4.2.1)(每加入一种试剂后都需要摇匀),加钙黄绿素—甲基百里香草酚蓝指示剂(4.2.8)少许,在黑色背景下立即用乙二胺四乙酸二钠(EDTA)标准滴定溶液(4.2.10)滴定至绿色荧光消失呈现紫红色且 30 s 不回头为滴定终点。同时做空白实验。

### 4.5 试验数据处理

试样中钙的含量  $X$ ,以质量分数表示(%),按式(3)计算:

$$X = \frac{T \times V_2}{m \times \frac{V_1}{V_0}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$T$  ——EDTA 标准滴定溶液对钙的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);



$V_0$  ——试样分解液的总体积,单位为毫升(mL);

$V_1$  ——分取试样分解液的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——试样实际消耗 EDTA 标准滴定溶液的体积,单位为毫升(mL);

$m$  ——试样的质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

#### 4.6 重复性

同 3.7。

---

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲 料 中 钙 的 测 定  
GB/T 6436—2018

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

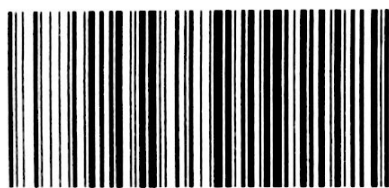
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2018年5月第一版 2018年5月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-60145 定价 16.00 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)68510107



GB/T 6436—2018



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6437—2018  
代替 GB/T 6437—2002

## 饲料中总磷的测定 分光光度法

Determination of phosphorus in feeds—Spectrophotometry

2018-09-17 发布

2019-04-01 实施



国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6437—2002《饲料中总磷的测定 分光光度法》。

本标准与 GB/T 6437—2002 相比,主要技术内容修改如下:

- 删除范围中“除磷酸盐外”的内容(见第 1 章,2002 年版的第 1 章);
- 增加了检出限和定量限(见第 1 章);
- 修订了磷测定方法原理的表述(见第 3 章,2002 年版的第 3 章);
- 增加了磷标准贮备液保存期(见 4.4);
- 修改了采样和试样制备方法(见第 6 章,2002 年版的第 6 章);
- 删除干灰化法中“不适用于含磷酸二氢钙 $[\text{Ca}(\text{H}_2\text{PO}_4)_2]$ 的饲料”的内容(见 7.1.1,2002 年版的 7.1.1);
- 修订了标准曲线的范围,由原来的“ $0\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 16\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ”改为“ $0\ \mu\text{g}/\text{mL}\sim 15\ \mu\text{g}/\text{mL}$ ”(见 7.2,2002 年版的 7.2)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:上海市兽药饲料检测所。

本标准主要起草人:商军、华贤辉、黄士新、陆淳、曹莹、田恺、张浩然、孙冰清。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6437—1992、GB/T 6437—2002。

## 饲料中总磷的测定 分光光度法

### 1 范围

本标准规定了饲料中总磷含量测定的分光光度法。

本标准适用于饲料原料及饲料产品中磷的测定。

当取样量 5 g, 定容至 100 mL 时, 检出限为 20 mg/kg, 定量限为 60 mg/kg。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件, 仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

试样中的总磷经消解, 在酸性条件下与钒钼酸铵生成黄色的钒钼黄  $[(\text{NH}_4)_2\text{PO}_4\text{NH}_4\text{VO}_3 \cdot 16\text{MoO}_3]$  络合物。钒钼黄的吸光度值与总磷的浓度成正比。在波长 400 nm 下测定试样溶液中钒钼黄的吸光度值, 与标准系列比较定量。

### 4 试剂或材料

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。试验中所用标准滴定溶液、杂质测定用标准溶液、制剂及制品, 在没有注明其他要求时, 均按 GB/T 601、GB/T 602、GB/T 603 的规定制备。试验中所用溶液在未注明用何种溶剂配制时, 均指水溶液。

#### 4.1 硝酸。

#### 4.2 高氯酸。

#### 4.3 盐酸溶液: 盐酸 + 水 = 1+1( $V_1+V_2$ )。

#### 4.4 磷标准贮备液(50 $\mu\text{g/mL}$ )

取 105  $^{\circ}\text{C}$  干燥至恒重的磷酸二氢钾, 置干燥器中, 冷却后, 精密称取 0.219 5 g, 溶解于水, 定量移入 1 000 mL 容量瓶中, 加硝酸 3 mL, 加水稀释至刻度, 摇匀, 即得。置聚乙烯瓶中 4  $^{\circ}\text{C}$  下可储存 1 个月。

#### 4.5 钒钼酸铵显色剂

称取偏钒酸铵 1.25 g, 加水 200 mL 加热溶解, 冷却后再加入 250 mL 硝酸(4.1), 另称取钼酸铵 25 g, 加水 400 mL 加热溶解, 在冷却的条件下, 将两种溶液混合, 用水稀释至 1 000 mL, 避光保存, 若生成沉淀, 则不能继续使用。

## 5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。
- 5.2 紫外-可见分光光度计:带 1 cm 比色皿。
- 5.3 高温炉:可控温度在 $\pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.4 电热干燥箱:可控温度在 $\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.5 可调温电炉:1 000 W。

## 6 试样的制备

按 GB/T 14699.1 抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取约 200 g,按照 GB/T 20195 制备样品,粉碎后过 0.42 mm 孔径的分析筛,混匀,装入磨口瓶中,备用。

## 7 试验步骤

### 7.1 试样的前处理

#### 7.1.1 干灰化法

称取试样 2 g~5 g,精确到 1 mg,置于坩埚中,在电炉上小心炭化,再放入高温炉,在 550  $^{\circ}\text{C}$  灼烧 3 h (或测粗灰分继续进行),取出冷却,加盐酸溶液(4.3)10 mL 和硝酸(4.1)数滴,小心煮沸约 10 min,冷却后转入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,为试样溶液。

#### 7.1.2 湿法消解法

称取试样 0.5 g~5 g,精确到 1 mg,置于凯氏烧瓶中,加入硝酸(4.1)30 mL,小心加热煮沸至黄烟逸尽,稍冷,加入高氯酸(4.2)10 mL,继续加热至高氯酸冒白烟(不得蒸干),溶液基本无色,冷却,加水 30 mL,加热煮沸,冷却后用水转入 100 mL 容量瓶中并稀释至刻度,摇匀,为试样溶液。

#### 7.1.3 盐酸溶解法(适用于微量元素预混料)

称取试样 0.2 g~1 g,精确到 1 mg,置于 100 mL 烧杯中,缓缓加入盐酸溶液(4.3)10 mL,使其全部溶解,冷却后转入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,为试样溶液。

### 7.2 磷标准工作液的制备

准确移取磷标准贮备液(4.4)0 mL、1 mL、2 mL、5 mL、10 mL、15 mL 于 50 mL 容量瓶中(即相当于含磷量为 0  $\mu\text{g}$ 、50  $\mu\text{g}$ 、100  $\mu\text{g}$ 、250  $\mu\text{g}$ 、500  $\mu\text{g}$ 、750  $\mu\text{g}$ ),于各容量瓶中分别加入钒钼酸铵显色剂(4.5)10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,以 0 mL 磷标准溶液为参比,用 1 cm 比色皿,在 400 nm 波长下用分光光度计测各溶液的吸光度。以磷含量为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

### 7.3 试样的测定

准确移取试样溶液 1 mL~10 mL(含磷量 50  $\mu\text{g}$ ~750  $\mu\text{g}$ )于 50 mL 容量瓶中,加入钒钼酸铵显色剂(4.5)10 mL,用水稀释至刻度,摇匀,常温下放置 10 min 以上,用 1 cm 比色皿,在 400 nm 波长下用分光光度计测定试样溶液的吸光度,通过工作曲线上计算试样溶液的磷含量。若试样溶液磷含量超过磷

标准工作曲线范围,应对试样溶液进行稀释。

## 8 试验数据处理

### 8.1 结果计算

试样中磷的含量  $w$ ,以质量分数计,数值以%表示,结果按式(1)计算:

$$w = \frac{m_1 \times V}{m \times V_1 \times 10^6} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$w$  ——试样中磷的含量;

$m_1$  ——通过工作曲线计算出试样溶液中磷的含量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$V$  ——试样溶液的总体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$m$  ——试样质量,单位为克( $\text{g}$ );

$V_1$  ——试样测定时移取试样溶液的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$10^6$  ——换算系数。

### 8.2 结果表示

每个试样称取两个平行样进行测定,以其算术平均值为测定结果,所得到的结果应表示至小数点后两位。

## 9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一饲料样品相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值,当试样中总磷含量小于或等于 0.5% 时,不得大于这两次测定值的算术平均值的 10%;当试样中总磷含量大于 0.5% 时,不得大于这两次测定值的算术平均值的 3%。以大于这两次测定值的算术平均值的百分数的情况不超过 5% 为前提。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲料中总磷的测定 分光光度法  
GB/T 6437—2018

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 10 千字  
2018年9月第一版 2018年9月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-61043 定价 14.00 元



GB/T 6437-2018

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)68510107





# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6434—2022

代替 GB/T 6434—2006

## 饲料中粗纤维的含量测定

Determination of crude fiber content in feeds

(ISO 6865:2000, Animal feeding stuffs—Determination of crude fibre content—  
Method with intermediate filtration, MOD)

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施



国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 前 言

本文件按照 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》的规定起草。

本文件代替 GB/T 6434—2006《饲料中粗纤维的含量测定 过滤法》，与 GB/T 6434—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围(见第 1 章, 2006 年版的第 1 章)；
- b) 删除了采样(见 2006 年版的第 7 章)；
- c) 用规范性引用的 GB/T 6682 代替了 ISO 3696:1987(见 5.1.1)，以适应我国的技术条件；
- d) 增加了硫酸溶液的标定方法(见 5.1.6、6.1.5)，以增加可操作性；
- e) 增加了氢氧化钾溶液的标定方法(见 5.1.7、6.1.5)，以增加可操作性；
- f) 用规范性引用的 GB/T 20195 代替了 ISO 6498:1998(见 5.3)，以适应我国的技术条件；
- g) 更改了精密度要求(见 5.6, 2006 年版的第 12 章)；
- h) 增加了滤袋法(见第 6 章)；
- i) 删除了试验报告(见 2006 年版的第 13 章)。

本文件修改采用 ISO 6865:2000《动物饲料 粗纤维含量的测定 介质过滤法》。

本文件与 ISO 6865:2000 相比做了下述结构调整：

- 5.1 对应 ISO 6865:2000 的第 5 章；
- 5.2 对应 ISO 6865:2000 的第 6 章；
- 删除了 ISO 6865:2000 的第 7 章；
- 5.3 对应 ISO 6865:2000 的第 8 章；
- 5.4.1、5.4.2 对应 ISO 6865:2000 的第 9 章、第 10 章；
- 5.5 对应 ISO 6865:2000 的第 11 章；
- 5.6 对应 ISO 6865:2000 的第 12 章；
- 删除了 ISO 6865:2000 的第 13 章；
- 增加的滤袋法为第 6 章。

本文件与 ISO 6865:2000 的技术差异及其原因如下：

- 为了满足我国饲料中粗纤维检测需要，更改了适用范围(见第 1 章)；
- 为适应我国的技术条件，将石油醚沸程更改为 30℃～60℃(见 5.1.2)；
- 删除了采样的内容(见第 7 章)；
- 更改了样品制备方法(见 5.3)；
- 根据我国饲料行业实际检测技术水平，更改了精密度要求(见 5.6)；
- 根据国内外粗纤维检测技术发展趋势，为了满足我国饲料行业实际检测需要，增加了滤袋法(见第 6 章)；
- 删除了试验报告的内容(见第 13 章)。

本文件做了下列编辑性改动：

- 将标准名称更改为《饲料中粗纤维的含量测定》；
- 将“滤器辅料”更改为“助滤剂”(见 5.1.8)；
- 增加了“注：碳酸盐的含量以碳酸钙计”(见 5.4.1.1、5.4.2.1)；
- 将“9 手工操作法分析步骤”“10 半自动操作方法的操作步骤”分别更改为“5.4.1 滤坩手

工操作法”“5.4.2 滤竭半自动操作法”(见 5.4.1、5.4.2);

——删除了 ISO 6865:2000 中附录 A 和参考文献。

请注意本文件的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。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位:山东省畜产品质量安全中心、四川威尔检测技术股份有限公司。

本文件主要起草人:张玮、张凤枰、宋涛、张芸、杜亚欣、孙延军、李俊玲、宋军、李斌、张小超、黄华。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——1994 年首次发布为 GB/T 6434—1994,2006 年第一次修订;

——本次为第二次修订。

# 饲料中粗纤维的含量测定

## 1 范围

本文件描述了饲料中粗纤维含量测定的滤坩法和滤袋法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料中粗纤维含量的测定。

本文件粗纤维的定量限为 1.0 %。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:2012,MOD)

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1

**粗纤维含量** **crude fiber content**

按本文件规定的条件,试样分别用酸和碱消煮后所获得的干燥滤渣灰化所丢失的质量占试样质量的百分比。

## 4 原理

试样用沸腾的稀硫酸处理,过滤分离滤渣,洗涤;用沸腾的氢氧化钾溶液处理,过滤分离滤渣,洗涤,脱脂,干燥,称重,然后灰化。灰化失去的质量占试样质量的百分比即为试样中粗纤维的含量。

## 5 滤坩法(仲裁法)

### 5.1 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1.1 水:GB/T 6682,三级。

5.1.2 石油醚:沸程 30 ℃~60 ℃。

5.1.3 丙酮。

5.1.4 盐酸溶液 I (0.5 mol/L):量取 41.7 mL 盐酸,用水稀释并定容至 1 000 mL,混匀。



5.1.5 盐酸溶液Ⅱ(4 mol/L):量取 333 mL 盐酸,用水稀释并定容至 1 000 mL,混匀。

5.1.6 硫酸溶液(0.13 mol/L $\pm$ 0.005 mol/L):量取 7.2 mL 硫酸,缓慢注入 1 000 mL 水中,混匀,按照 GB/T 601 标定。

5.1.7 氢氧化钾溶液(0.23 mol/L $\pm$ 0.005 mol/L):称取 15.18 g 氢氧化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL,混匀。按照 GB/T 601 标定。

5.1.8 助滤剂:海沙、硅藻土或性能相当的其他材料。使用前,海沙用盐酸溶液Ⅱ(5.1.5)浸没,煮沸处理后,用水洗至中性,于 500  $^{\circ}\text{C}$  $\pm$ 25  $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 2 h,取出,冷却后放入干燥器中备用。

5.1.9 消泡剂:正辛醇或硅油。

## 5.2 仪器设备

5.2.1 天平:精度 0.01 g 和 0.000 1 g。

5.2.2 滤坩:材质为石英、陶瓷或硬质玻璃,带有玻璃烧结滤板,滤板孔径 40  $\mu\text{m}$ ~100  $\mu\text{m}$ 。

注:初次使用前,将新滤坩小心地逐步加温,温度不超过 525  $^{\circ}\text{C}$ ,并在 500  $^{\circ}\text{C}$  $\pm$ 25  $^{\circ}\text{C}$ 下保持数分钟。或使用性能相当的不锈钢坩埚,滤板孔径为 90  $\mu\text{m}$ 。

5.2.3 陶瓷筛板。

5.2.4 灰化皿:方舟灰化皿或大小合适的瓷坩埚。

5.2.5 烧杯或锥形瓶:600 mL,带冷凝装置。

5.2.6 干燥器。

5.2.7 干燥箱:控温精度 $\pm$ 2  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.8 马弗炉:控温精度 $\pm$ 25  $^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.9 冷提取装置:附有

- 一个滤坩(5.2.2)支架;
- 一个装有至真空和液体排出孔旋塞的排放管;
- 连接滤坩(5.2.2)的连接环。

5.2.10 加热装置(手工操作),带有一个适当的冷却装置,在沸腾时能保持体积恒定。

5.2.11 加热装置(半自动操作):用于酸和碱消煮,附有

- 一个滤坩(5.2.2)支架;
- 一个装有至真空和液体排出孔旋塞的排放管;
- 一个容积至少 270 mL 的圆筒,供消煮用,带有回流冷凝器;
- 将加热装置与滤坩(5.2.2)及消煮圆筒连接的连接环;
- 可选择性地提供压缩空气;
- 使用前,设备用沸水预热 5 min。

## 5.3 样品

按 GB/T 20195 制备样品,至少 200 g,粉碎使其全部通过 1 mm 孔径的分析筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。

## 5.4 试验步骤

### 5.4.1 滤坩手工操作法

#### 5.4.1.1 称样

平行做两份试验。称取试样约 1 g(精确至 0.000 1 g)。若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量超过 5%,将其置于滤坩(5.2.2),从 5.4.1.2 开始处理;若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量低于 5%,将

其置于滤坩(5.2.2),按 5.4.1.2 处理后,再按 5.4.1.4 继续处理;若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量超过 5%,将其置于烧杯(5.2.5)中,从 5.4.1.3 开始处理;若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量低于 5%,将其置于烧杯(5.2.5)中,从 5.4.1.4 开始处理。

注:碳酸盐的含量以碳酸钙计。

#### 5.4.1.2 预先脱脂

将装有试样的滤坩连接冷提取装置(5.2.9),加入 30 mL 石油醚(5.1.2),浸泡 5 min,真空抽干,重复 3 次,将滤渣全部转移至烧杯(5.2.5)中。

#### 5.4.1.3 除去碳酸盐

加入 100 mL 盐酸溶液 I (5.1.4),连续搅拌 5 min,小心将此混合物转移至底部预先覆盖一薄层助滤剂(5.1.8,助滤剂厚度约为滤坩高度的 1/5)的滤坩(5.2.2)中,真空抽干。用 100 mL 水洗涤烧杯,一并转入滤坩(5.2.2)中,抽干,重复用水洗涤 1 次。将试样和助滤剂全部转移至原烧杯中。

#### 5.4.1.4 酸消煮

加入 150 mL 硫酸溶液(5.1.6),加热,尽快使其沸腾,并保持沸腾状态  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。沸腾开始后,每隔 5 min 转动 1 次烧杯。必要时加数滴消泡剂(5.1.9)。沸腾期间开启冷却装置(5.2.5 和 5.2.10),保持消煮液体积恒定。

#### 5.4.1.5 第一次过滤

在滤坩中(5.2.2)铺一层助滤剂(5.1.8,助滤剂厚度约为滤坩高度的 1/5),在助滤剂上加盖一个筛板(5.2.3)以防溅起。消煮结束后,将消煮液转移至滤坩,真空抽滤,尽量抽干。滤渣用热水洗涤 5 次,每次约 10 mL,真空抽滤。停止抽真空后,加 30 mL 丙酮(5.1.3)使之覆盖滤渣,静置 5 min,抽干。

注:确保过滤板始终有助滤剂覆盖,使粗纤维不直接接触滤板。

#### 5.4.1.6 脱脂

将装有试样滤渣的滤坩连接在冷提取装置(5.2.9)上,加入 30 mL 石油醚(5.1.2),浸泡 5 min,真空抽干,重复 3 次。

#### 5.4.1.7 碱消煮

将滤渣全部转移至酸消煮用的同一烧杯中,加入 150 mL 氢氧化钾溶液(5.1.7),加热,尽快使其沸腾,保持沸腾状态  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。沸腾开始后,每隔 5 min 转动 1 次烧杯。沸腾期间开启冷却装置(5.2.5 和 5.2.10),保持消煮液体积恒定。

#### 5.4.1.8 第二次过滤

试样消煮液通过滤坩(5.2.2)过滤,坩内铺有一层助滤剂(5.1.8,助滤剂厚度约为滤坩高度的 1/5),在助滤剂上加盖一个筛板(5.2.3)以防溅起。消煮结束后,将消煮液转移至滤坩,真空抽滤,尽量抽干。滤渣用热水洗至中性。将装有试样滤渣的滤坩连接在冷提取装置(5.2.9)上,加入 30 mL 丙酮(5.1.3),浸泡 5 min,真空抽干,重复 3 次。

#### 5.4.1.9 干燥

将滤坩置于灰化皿(5.2.4)中, $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  干燥 2 h。取出,置于干燥器(5.2.6)中,冷却至室温迅速称量,精确至 0.000 1 g。



#### 5.4.1.10 灰化

将滤坩和灰化皿于  $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$  灰化 30 min, 取出, 滤坩和灰化皿初步冷却后, 置于干燥器中 (5.2.6), 冷却 30 min, 称量, 精确至 0.000 1 g。直至连续 2 次称重的差值不超过 2 mg。

#### 5.4.1.11 空白测定

用相同质量的助滤剂 (5.1.8), 不加试样, 按 5.4.1.4~5.4.1.10 进行空白测定, 灰化引起的质量损失不应超过 2 mg。

### 5.4.2 滤坩半自动操作法

#### 5.4.2.1 称样

平行做两份试验。称取试样约 1 g, 精确至 0.000 1 g, 转移至装有 2 g 助滤剂 (5.1.8) 的滤坩 (5.2.2) 中。若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量超过 5%, 从 5.4.2.2 开始处理; 若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量低于 5%, 按 5.4.2.2 处理后, 再按 5.4.2.4 继续处理; 若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量超过 5%, 从 5.4.2.3 开始处理; 若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量低于 5%, 从 5.4.2.4 开始处理。

注: 碳酸盐的含量以碳酸钡计。

#### 5.4.2.2 预先脱脂

将装有试样的滤坩连接冷提取装置 (5.2.9), 加入 30 mL 石油醚 (5.1.2), 浸泡 5 min, 真空抽干, 重复 3 次。

#### 5.4.2.3 除去碳酸盐

将滤坩与加热装置 (5.2.11) 连接, 用盐酸溶液 I (5.1.4) 洗涤试样 3 次, 每次 30 mL, 浸泡 1 min。用约 30 mL 水洗涤 1 次。

#### 5.4.2.4 酸消煮

将滤坩安装在加热装置 (5.2.11) 上, 加入 150 mL 沸腾的硫酸溶液 (5.1.6), 加热, 使硫酸溶液尽快沸腾, 并保持剧烈沸腾  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。必要时加数滴消泡剂 (5.1.9)。

#### 5.4.2.5 第一次过滤

停止加热, 打开排放管旋塞, 排出硫酸溶液, 滤渣用热水至少洗涤 3 次, 每次用水 30 mL, 真空抽干, 洗涤至中性。如果试样所含脂肪不能直接用石油醚 (5.1.2) 提取, 按 5.4.2.6 进行, 否则, 按 5.4.2.7 进行。

注 1: 如果过滤时堵塞, 小心吹气排除。

注 2: 所含脂肪不能直接用石油醚提取的试样是指 GB/T 6433 规定的脂肪提取前需要水解的 B 类试样。

#### 5.4.2.6 脱脂

将滤坩与冷提取装置 (5.2.9) 连接, 用丙酮 (5.1.3) 洗涤滤渣 3 次, 每次 30 mL, 真空抽干, 然后用石油醚 (5.1.2) 洗涤滤渣 3 次, 每次 30 mL, 真空抽干。

#### 5.4.2.7 碱消煮

关闭排出孔旋塞, 加入 150 mL 沸腾的氢氧化钾溶液 (5.1.7), 加数滴消泡剂 (5.1.9), 加热, 使溶液尽快沸腾, 并保持剧烈沸腾  $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

#### 5.4.2.8 第二次过滤

停止加热,打开排放管旋塞,排出氢氧化钾溶液,用热水至少洗涤3次,每次30 mL,真空抽干,洗至中性。将滤坩与冷提取装置(5.2.9)连接,滤渣用丙酮(5.1.3)洗涤3次,每次30 mL,真空抽干。

注:如过滤困难,小心吹气排出滤器堵塞。

#### 5.4.2.9 干燥

同 5.4.1.9。

#### 5.4.2.10 灰化

同 5.4.1.10。

#### 5.4.2.11 空白测定

用相同质量的助滤剂(5.1.8),不加试样,按 5.4.2.4~5.4.2.10 进行空白测定。灰化(5.4.2.10)引起的质量损失不应超过 2 mg。

### 5.5 试验数据处理

试样中粗纤维的含量以质量分数  $w_1$  计,数值以质量分数(%)表示,按式(1)计算。

$$w_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100 \quad (1)$$

式中:

$m_2$ ——灰化皿、滤坩、试样滤渣及助滤剂干燥后的质量,单位为克(g);

$m_3$ ——灰化皿、滤坩、试样滤渣及助滤剂灰化后的质量,单位为克(g);

$m_1$ ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后1位。

### 5.6 精密度

在重复性条件下获得的2次独立测定结果应符合以下要求:

粗纤维含量 $<5\%$ 时,其绝对差值不大于0.6%;

粗纤维含量在 $5\% \sim 10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的10%;

粗纤维含量 $>10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的6%。

## 6 滤袋法

### 6.1 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

6.1.1 水:GB/T 6682,三级。

6.1.2 石油醚:沸程 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.3 丙酮。

6.1.4 盐酸溶液 I (0.5 mol/L):量取 41.7 mL 盐酸,用水稀释并定容至 1 000 mL,混匀。

6.1.5 硫酸溶液(0.13 mol/L $\pm$ 0.005 mol/L):量取 7.2 mL 硫酸,缓慢注入 1 000 mL 水中,混匀,按照



GB/T 601 标定。

6.1.6 氢氧化钾溶液(0.23 mol/L $\pm$ 0.005 mol/L):称取 15.18 g 氢氧化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL,混匀。按照 GB/T 601 标定。

6.1.7 滤纸。

## 6.2 仪器设备

6.2.1 分析天平:精度 0.01 g 和 0.000 1 g。

6.2.2 滤袋:孔径 20  $\mu$ m $\sim$ 25  $\mu$ m,受热稳定,耐受酸、碱消煮,或者性能相当者。

6.2.3 烧杯。

6.2.4 坩埚。

6.2.5 干燥器。

6.2.6 干燥箱:控温精度 $\pm$ 2  $^{\circ}$ C。

6.2.7 马弗炉:控温精度 $\pm$ 25  $^{\circ}$ C。

6.2.8 加热冷却装置:配有独立加热单元,有一个适当的冷却装置,在沸腾时能保持体积恒定。

## 6.3 样品

同 5.3。

## 6.4 试验步骤

### 6.4.1 称样

平行做两份试验。取经 105  $^{\circ}$ C $\pm$ 2  $^{\circ}$ C 干燥 2 h、在干燥器中冷却至室温的滤袋(6.2.2),称量,精确至 0.000 1 g。称取试样 1 g,精确至 0.000 1 g,装入滤袋内,试样体积一般不超过滤袋容量的 1/2,封口。如太满,可适当减少称样量,但不得低于 0.2 g。若试样脂肪含量超过 5%、碳酸盐超过 5%,从 6.4.2 开始处理;若试样脂肪含量超过 5%、碳酸盐低于 5%,按 6.4.2 处理后,再按 6.4.4 继续处理;若试样脂肪含量低于 5%、碳酸盐超过 5%,从 6.4.3 开始处理;若试样脂肪含量低于 5%、碳酸盐低于 5%,从 6.4.4 开始处理。

### 6.4.2 预先脱脂

将装有试样的滤袋放入烧杯(6.2.3)中,置于通风橱内,加入丙酮(6.1.3)或石油醚(6.1.2),使样品完全浸没,浸泡 5 min,期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次,或取出滤袋反复浸没 2 次,倒去烧杯中的丙酮或石油醚。重复操作 3 次。取出滤袋,放在滤纸(6.1.7)上,轻轻挤压去除滤袋上的丙酮或石油醚,在通风橱中挥发 30 min,去除残余的丙酮或石油醚。

### 6.4.3 除去碳酸盐

将装有试样的滤袋放在烧杯(6.2.3)中,加入 100 mL 盐酸溶液 I(6.1.4),浸泡 5 min,取出滤袋,用水冲洗至中性,再用滤纸(6.1.7)把袋内水分轻轻挤干。

### 6.4.4 酸消煮

将装有试样的滤袋放入烧杯(6.2.3)中,按每个滤袋 100 mL 的量加入硫酸溶液(6.1.5),加热至微沸,保持 30 min $\pm$ 1 min。沸腾期间开启冷却装置(6.2.8),保持消煮液体积恒定。煮沸完毕取出滤袋,

用热水洗至中性,再用滤纸(6.1.7)把袋内水分轻轻挤干。

#### 6.4.5 碱消煮

将酸消煮后的滤袋放入干净的烧杯(6.2.3)中,按每个滤袋 100 mL 的量加入氢氧化钾溶液(6.1.6),加热至微沸,保持 30 min±1 min。沸腾期间开启冷却装置(6.2.8),保持消煮液体积恒定。煮沸完毕取出滤袋,用热水洗至中性,再用滤纸(6.1.7)把袋内水分轻轻挤干。

#### 6.4.6 脱脂

将碱消煮后的滤袋放入干净烧杯,置于通风橱中,加入丙酮适量(6.1.3),使样品完全浸没,浸泡 5 min,期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次,或取出滤袋反复浸没 2 次,倒去烧杯中的丙酮。重复操作 3 次。取出滤袋,放在滤纸(6.1.7)上,轻轻挤压去除滤袋上的丙酮,在通风橱中挥发 30 min,去除残余的丙酮。

#### 6.4.7 烘干

将脱脂后的滤袋于 105℃±2℃干燥 4 h,取出,置于干燥器(6.2.5)中冷却至室温,迅速称量,精确至 0.000 1 g,直至连续 2 次称重的差值不超过 2 mg。

#### 6.4.8 灰化

将烘干、称重后的滤袋放入已恒重的坩埚(6.2.4)中,置于电炉或电热板上,小心加热至滤袋和残渣完全炭化,于 600℃±25℃灰化 3 h,取出坩埚,初步冷却后,置于干燥器(6.2.5)中,冷却至室温,称量坩埚及灰分质量,精确至 0.000 1 g,直至连续 2 次称重的差值不超过 2 mg。

#### 6.4.9 空白测定

用空白滤袋,不加试样,按 6.4.4~6.4.8 进行空白试验。灰化引起的质量损失不应超过空白滤袋的质量。

若采用纤维测定仪,按仪器操作说明书进行测定。

### 6.5 试验数据处理

试样中粗纤维的含量以质量分数  $\omega_2$  计,数值以质量分数(%)表示,滤袋法按式(2)和式(3)计算。

$$\omega_2 = \frac{m_6 - (m_8 - m_7) - m_5 \times f}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$f = \frac{m_{b6} - (m_{b8} - m_{b7})}{m_{b5}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- $m_6$  —— 滤袋和试样滤渣干燥后的质量,单位为克(g);
- $m_8$  —— 坩埚、滤袋和试样滤渣灰化后的质量,单位为克(g);
- $m_7$  —— 坩埚质量,单位为克(g);
- $m_5$  —— 干燥后的滤袋质量,单位为克(g);
- $f$  —— 空白滤袋灰化校正因子,按照公式(3)计算;
- $m_4$  —— 试样质量,单位为克(g);
- $m_{b6}$  —— 空白试验滤袋干燥后的质量,单位为克(g);

$m_{b8}$  ——空白试验坩埚、滤袋灰化后的质量,单位为克(g);

$m_{b7}$  ——空白试验坩埚质量,单位为克(g);

$m_{b5}$  ——空白试验滤袋质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后 1 位。

## 6.6 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果应符合以下要求:

——粗纤维含量 $<5\%$ 时,其绝对差值不大于 0.6%;

——粗纤维含量为 5%~10%时,其绝对差值不大于其算术平均值的 10%;

——粗纤维含量 $>10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的 6%。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6433 饲料中粗脂肪的测定(GB/T 6433—2006, ISO 6492:1999, IDT)
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲料中粗纤维的含量测定  
GB/T 6434—2022

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

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 1 字数 24 千字  
2022年12月第一版 2022年12月第一次印刷

\*

书号: 155066 • 1-71579 定价 26.00 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)68510107



GB/T 6434-2022



码上扫一扫 正版服务到





# 中华人民共和国国家标准

GB/T 13083—2018  
代替 GB/T 13083—2002

## 饲料中氟的测定 离子选择性电极法

Determination of fluorine in feeds—Ion selective electrode method

2018-05-14 发布

2018-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
中国国家标准化管理委员会



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 13083—2002《饲料中氟的测定 离子选择性电极法》，与 GB/T 13083—2002 相比，除编辑性修改外，主要技术差异如下：

- 扩大了标准的适用范围“本标准适用于饲料、饲料原料、磷酸盐及以硅铝酸盐为载体的混合型饲料添加剂”；
- 修改了方法的检测限；
- 修改了原理的描述；
- 修改了酸度计、氟离子选择性电极的测量范围；
- 增加了饲料原料石粉试样的制备方法；
- 增加了以硅铝酸盐类为载体的混合型饲料添加剂试样的制备方法；
- 结果由表示到 0.1 mg/kg 修改为 1 mg/kg。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位：浙江省兽药饲料监察所。

本标准主要起草人：任玉琴、黄娟、张志健、朱聪英、袁璐、张晓丽、裘丞军、商小金。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 13083—1991、GB/T 13083—2002。

## 饲料中氟的测定 离子选择性电极法

### 1 范围

本标准规定了饲料中氟的测定离子选择性电极法。

本标准适用于饲料、饲料原料、磷酸盐及以硅铝酸盐为载体的混合型饲料添加剂。

本方法的检测限为 3 mg/kg(取试样 1 g,定容至 50 mL)。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

试样经盐酸溶液提取,用总离子强度缓冲液调节 pH 至 5~6,消除酸度和  $\text{Al}^{3+}$ 、 $\text{Fe}^{3+}$ 、 $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{Mg}^{2+}$  及  $\text{SiO}_3^{2-}$  等能与氟离子形成络合物的离子干扰,再用离子计测定氟离子选择性电极和饱和甘汞电极的电位差,该电位差与溶液中氟离子活度(浓度)的对数呈线性关系,用已知浓度的氟标准系列所测电位差得到的线性方程,求得未知样品溶液电位差对应的氟离子浓度,计算试样中氟的含量。

### 4 试剂或材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯;水为 GB/T 6682 规格的三级水。

#### 4.1 盐酸。

4.2 乙酸钠溶液(3 mol/L):称取 204 g 三水合乙酸钠,加水约 300 mL,搅拌溶解,用乙酸溶液(1→10)调节 pH 至 7.0,移入 500 mL 容量瓶,加水至刻度。

4.3 柠檬酸钠溶液(0.75 mol/L):称取 110 g 二水合柠檬酸钠溶于约 300 mL 水中,加高氯酸( $\text{HClO}_4$ ) 14 mL,移入 500 mL 容量瓶,加水至刻度。

4.4 总离子强度缓冲液:取乙酸钠溶液(4.2)与柠檬酸钠溶液(4.3)等量混合,临用时配制。

4.5 盐酸溶液(1 mol/L):取盐酸 9 mL,加水稀释至 100 mL。

4.6 NaOH 溶液(15 mol/L):称取氢氧化钠 60 g,加水溶解成 100 mL。

#### 4.7 氟标准溶液:

a) 氟标准贮备液:称取经 100 °C 干燥 4 h 并冷却的氟化钠 0.221 0 g,置 100 mL 聚乙烯容量瓶中,加水溶解并稀释至刻度,混匀,贮备于塑料瓶中,置冰箱内保存,此溶液每毫升相当于 1.0 mg 的氟。

b) 氟标准工作液 I:吸取氟标准贮备液[4.7 a)]10.00 mL,置 100 mL 聚乙烯容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 0.1 mg 的氟。临用时配制。



- c) 氟标准工作液Ⅱ:吸取氟标准工作液Ⅰ[4.7 b)]10.00 mL,置100 mL聚乙烯容量瓶中,加水至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于10.0  $\mu\text{g}$  氟。临用时配制。

## 5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量0.000 1 g。  
5.2 离子计:测量范围0.0 mV $\sim$  $\pm$ 1 800 mV,或与之相当的pH计或电位仪。  
5.3 氟离子电极:测量范围 $10^{-1}$  mol/L $\sim$  $10^{-6}$  mol/L,pF-1型或与之相当的复合电极。  
5.4 参比电极:饱和甘汞电极或与之相当的电极。  
5.5 电热恒温干燥箱。  
5.6 高温炉。  
5.7 磁力搅拌器。  
5.8 超声波提取器。  
5.9 镍坩埚或铂金坩埚。

## 6 试样制备

按GB/T 14699.1规定抽取有代表性的样品,用四分法缩减取约250 g,按照GB/T 20195的规定制备样品,粉碎过0.425 mm孔径的分析筛,混合均匀,装入磨口瓶中备用。

## 7 试验步骤

### 7.1 氟标准系列的制备

准确吸取氟标准工作液Ⅱ[4.7 c)]0.5 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.00 mL和氟标准工作液Ⅰ[4.7 b)]2.00 mL、5.00 mL,分别置于50 mL容量瓶中,分别加盐酸溶液(4.5)5.0 mL、总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,并加水至刻度,混匀。上述标准系列的浓度分别为0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.2  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.4  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、4.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

### 7.2 试样溶液制备

#### 7.2.1 饲料和饲料原料(7.2.2、7.2.3和7.2.4所列的三类样品除外)试样溶液制备

称取试样约0.5 g $\sim$ 1 g(精确至0.000 1 g),置50 mL容量瓶中,加盐酸溶液(4.5)5.0 mL,提取1 h(不时轻轻摇动容量瓶,避免样品粘于瓶壁上),或超声提取20 min,提取后加总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,加水至刻度,混匀,用滤纸过滤。滤液供测定用。

#### 7.2.2 磷酸盐类试样溶液制备

称取试样约1 g(约相当于2 000  $\mu\text{g}$  的氟,精确至0.000 1 g),置100 mL容量瓶中,用盐酸溶液(4.5)溶解并定容至刻度,混匀,取上清液5.00 mL,置50 mL容量瓶中,加总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,加水至刻度,混匀。供测定用。

#### 7.2.3 石粉试样溶液的制备

称取试样约0.5 g $\sim$ 1 g(精确至0.000 1 g),置50 mL容量瓶中,缓慢加入盐酸溶液(4.5)20 mL(防止反应过于激烈溅出),提取1 h(不时轻轻摇动容量瓶,避免样品粘于瓶壁上),或超声提取20 min,提

取后加总离子强度缓冲液(4.4)25 mL,加水至刻度,混匀,用滤纸过滤。

#### 7.2.4 以硅铝酸盐类为载体的混合型饲料添加剂试样溶液的制备

称取试样约 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置 50 mL 镍坩埚或铂金坩埚中,用少量水润湿样品,加 NaOH 溶液(4.6)3 mL,轻敲样品使样品分散均匀,置 150 ℃烘箱中 1 h,取出,将坩埚放入 600 ℃高温炉中炽灼 30 min,取出,冷却,加 5 mL 水,微热使熔块完全溶解,然后缓缓滴加盐酸(4.1)约 3.5 mL,调 pH 值至 8~9 之间,冷却后转移至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,混匀,用滤纸过滤,精密吸取滤液适量(约相当于 100 μg 的氟),置于 50 mL 容量瓶中,加 25 mL 总离子强度缓冲液(4.4),加水至刻度,混匀。供测定用。

#### 7.3 测定

将氟离子选择性电极和饱和甘汞电极与离子计的负端和正端相联接。将电极插入盛有 50 mL 水的聚乙烯塑料杯中,预热仪器,在磁力搅拌上以恒速搅拌,更换 2 次~3 次水,待电位平衡后,即可进行电位测定。

将氟标准系列(7.1)置聚乙烯塑料杯中,由低到高浓度分别测定相应的电位,同法测定试样溶液(7.2)的电位。以氟标准系列(7.1)测得的电位为纵坐标,氟离子浓度对数值为横坐标,绘制标准曲线或计算回归方程,再根据试样溶液的电位值在标准曲线上查出或回归方程计算出试样溶液中氟离子的浓度。被测溶液的浓度需在标准曲线范围内。

### 8 试验数据处理

试样中氟的含量  $X$ ,以 mg/kg 计,按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho \times f \times 1\,000}{m \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$  —— 试样中氟的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$\rho$  —— 试样溶液中氟的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

$f$  —— 稀释倍数;

$m$  —— 试样质量,单位为克(g)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,结果表示到 1 mg/kg。

### 9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果:当试样中氟含量小于或等于 50 mg/kg 时,其绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 20%;当试样中氟含量大于 50 mg/kg 时,其绝对差值应不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。上述规定分别以大于这两个测定值的算术平均值的 20%或 10%的情况不超过 5%为前提。

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
饲料中氟的测定 离子选择性电极法  
GB/T 13083—2018

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

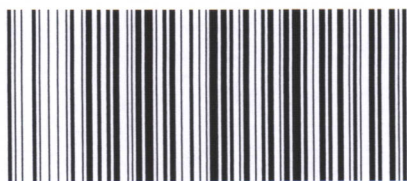
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2018年5月第一版 2018年5月第一次印刷

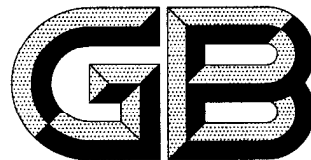
\*

书号: 155066·1-60042 定价 14.00 元



GB/T 13083-2018

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)68510107



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6439—2007/ISO 6495:1999  
代替 GB/T 6439—1992

## 饲料中水溶性氯化物的测定

Determination of water-soluble chlorides in feeds

(ISO 6495:1999, IDT)

2007-06-21 发布

2007-09-01 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

本标准等同采用国际标准 ISO 6495:1999《动物饲料中水溶性氯化物的测定》(英文版)。

本标准做了下列编辑性修改:

- 将“本国际标准”改为“本标准”;
- 删除了国际标准的前言;
- 在“规范性引用文件”中,引用了与“ISO 3696 实验室用水”相对应的“GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法”;引用了与“ISO 6498 动物饲料 试样的制备”相对应的“GB/T 20195 动物饲料 试样的制备”;
- 在“规范性引用文件”中,增加了“GB/T 14699.1 饲料 采样”;
- 在正文“6 取样”中,用与“ISO 6498 动物饲料试样的制备”相对应的“GB/T 20195 动物饲料 试样的制备”代替;
- 计算公式按 GB/T 1.1—2000 的要求加编号。

本标准代替 GB/T 6439—1992《饲料中水溶性氯化物的测定方法》。

本标准与 GB/T 6439—1992 的主要技术差异如下:

- 详细规定不同样品采用的分析步骤要求;
- 规定了以氯化钠表示的饲料中水溶性氯化物含量的测定而不是原标准“氯化钠”和“氯元素”两种表示方式;
- 增加了“GB/T 14699.1 饲料 采样”和“GB/T 20195 动物饲料 试样的制备”;
- 删去水溶性氯化物快速滴定法(补充件)。

本标准的附录 A 为资料性附录。

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:国家饲料质量监督检验中心(武汉)、广东恒兴集团有限公司。

本标准主要起草人:刘小敏、黄智成、高利红、何一帆、张勇。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 6439—1986、GB/T 6439—1992。

## 饲料中水溶性氯化物的测定

### 1 范围

本标准规定了以氯化钠表示的饲料中水溶性氯化物含量的测定。

本标准适用于饲料中水溶性氯化物的测定。

### 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 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

### 3 原理

试样中的氯离子溶解于水溶液中,如果试样含有有机物质,需将溶液澄清,然后用硝酸稍加酸化,并加入硝酸银标准溶液使氯化物生成氯化银沉淀,过量的硝酸银溶液用硫氰酸铵或硫氰酸钾标准溶液滴定。

### 4 试剂和溶液

所使用试剂为分析纯。

4.1 水:应至少符合 GB/T 6682 中 3 级用水的要求。

4.2 丙酮。

4.3 正己烷。

4.4 硝酸: $\rho_{20}(\text{HNO}_3)=1.38 \text{ g/mL}$ 。

4.5 活性炭:不含有氯离子也不能吸收氯离子。

4.6 硫酸铁铵饱和溶液:用硫酸铁铵 $[\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 制备。

4.7 Carrez I:称取 10.6 g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ ,溶解并用水定容至 100 mL。

4.8 Carrez II:称取 21.9 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ ,加 3 mL 冰乙酸,溶解并用水定容至 100 mL。

4.9 硫氰酸钾标准溶液: $c(\text{KSCN})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

硫氰酸铵标准溶液: $c(\text{NH}_4\text{SCN})=0.1 \text{ mol/L}$ 。

4.10 硝酸银标准滴定溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.1 \text{ mol/L}$ 。

### 5 仪器、设备

除常用实验室仪器设备外,其他如下。

5.1 回旋振荡器:35 r/min~40 r/min。

5.2 容量瓶:250 mL,500 mL。

5.3 移液管。

5.4 滴定管。



5.5 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.6 中速定量滤纸。

## 6 采样

采样方法不是本标准规定的内容,采样方法见 GB/T 14699.1。

实验室得到真实、具代表性的样品非常重要,应保证样品在运输储存过程中不变质。

## 7 试样制备

按 GB/T 20195 制备样品。

如样品是固体,则粉碎试样(通常 500 g),使之全部通过 1 mm 筛孔的样品筛。

## 8 分析步骤

注:如需检查是否符合重复性(见 10.2),根据 8.1 和 8.5 进行二次平行测定。

### 8.1 步骤的选择

如果试样不含有有机物,按 8.2 执行。

如果试样是有机物,按 8.3 执行。但熟化饲料、亚麻饼粉或富含亚麻粉的产品和富含黏液或胶体物质(例如糊化淀粉)除外,后面的这些试样需按 8.4 执行。

### 8.2 不含有有机物试样试液的制备

称取不超过 10 g 试样,精确至 0.001 g,试样所含氯化物含量不超过 3 g,转移至 500 mL 容量瓶(5.2)中,加入 400 mL 温度约 20℃ 的水,混匀,在回旋振荡器(5.1)中振荡 30 min,用水稀释至刻度( $V_1$ ),混匀,过滤,滤液供滴定用,按 8.5 执行。

### 8.3 含有机物试样试液的制备(8.4 列出的产品除外)

称取 5 g 试样(质量  $m$ ),精确至 0.001 g,转移至 500 mL 容量瓶(5.2)中,加入 1 g 活性炭(4.5),加入 400 mL 温度约 20℃ 的水(4.1)和 5 mL Carrez I 溶液(4.7),搅拌,然后加入 5 mL Carrez II 溶液(4.8)混合,在振荡器(5.1)中摇 30 min,用水稀释至刻度( $V_1$ ),混匀,过滤,滤液供滴定用,按 8.5 执行。

### 8.4 熟化饲料、亚麻饼粉或富含亚麻粉的产品和富含黏液或胶体物质(例如糊化淀粉)试样试液的制备

称取 5 g 试样,精确至 0.001 g,转移至 500 mL 容量瓶中,加入 1 g 活性炭(4.5),加入 400 mL 温度约 20℃ 的水(4.1)和 5 mL Carrez I 溶液(4.7),搅拌,然后加入 5 mL Carrez II 溶液(4.8)混合,在振荡器(5.1)中摇 30 min,用水稀释至刻度( $V_1$ ),混合。

轻轻倒出(必要时离心),用移液管(5.3)吸移 100 mL 上清液至 200 mL 容量瓶中,加丙酮(4.2)混合,稀释至刻度,混匀并过滤,滤液供滴定用。

### 8.5 滴定

用移液管(5.3)移取一定体积滤液至三角瓶中,大约 25 mL~100 mL( $V_s$ ),其中氯化物含量不超过 150 mg。

必要时(移取的滤液少于 50 mL),用水稀释到 50 mL 以上,加 5 mL 硝酸(4.4),2 mL 硫酸铁铵饱和溶液(4.6),并从加满硫氰酸铵或硫氰酸钾标准滴定溶液(4.9)至 0 刻度的滴定管中滴加 2 滴硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液(4.9)。

注:剩下的硫氰酸铵或硫氰酸钾标准滴定溶液用于滴定过量的硝酸银溶液。

用硝酸银标准溶液(4.10)滴定直至红棕色消失,再加入 5 mL 过量的硝酸银溶液( $V_{s1}$ ),剧烈摇动使沉淀凝聚,必要时加入 5 mL 正己烷(4.3),以助沉淀凝聚。

用硫氰酸钾或硫氰酸铵溶液(4.9)滴定过量硝酸银溶液,直至产生红棕色能保持 30 s 不褪色,滴定体积为( $V_{d1}$ )。

## 8.6 空白试验

空白试验需与测定平行进行,用同样的方法和试剂,但不加试料。

## 9 结果的表述

试样中水溶性氯化物的含量  $W_{wc}$  (以氯化钠计),数值以%表示,按式(1)进行计算:

$$W_{wc} = \frac{M \times [(V_{s1} - V_{s0}) \times c_s - (V_{t1} - V_{t0})] \times c_t \times \frac{V_i}{V_a} \times f \times 100}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$M$ ——氯化钠的摩尔质量,  $M=58.44 \text{ g/mol}$ ;

$V_{s1}$ ——测试溶液滴加硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL), (8.5);

$V_{s0}$ ——空白溶液滴加硝酸银溶液体积,单位为毫升(mL), (8.6);

$c_s$ ——硝酸银标准溶液(4.10)浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$V_{t1}$ ——测试溶液滴加硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液(4.9)体积,单位为毫升(mL), (8.5);

$V_{t0}$ ——空白溶液滴加硫氰酸铵或硫氰酸钾溶液(4.9)体积,单位为毫升(mL), (8.6);

$c_t$ ——硫氰酸钾或硫氰酸铵溶液(4.9)浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$ ——试样的质量,单位为克(g);

$V_i$ ——试液的体积,单位为毫升(mL), (8.2、8.3、8.4);

$V_a$ ——移出液的体积,单位为毫升(mL), (8.5);

$f$ ——稀释因子:

$f=2$ ,用于熟化饲料、亚麻饼粉或富含亚麻粉的产品和富含黏液或胶体物质的试样(8.4);

$f=1$ ,用于其他饲料(8.2、8.3)。

结果表示为质量分数(%),报告的结果如下:

水溶性氯化物含量小于1.5%时,精确到0.05%;

水溶性氯化物含量大于或等于1.5%时,精确到0.10%。

## 10 精密度

### 10.1 实验室间试验

本方法精密度的实验室间试验的详细情况见附录A,从该实验室间试验得到的数据,可能不适用于与附录A所列的样品浓度范围或基质不同的样品。

### 10.2 重复性

在同一实验室由同一操作人员,用同样的方法和仪器设备,在很短的时间间隔内对同一样品测定获得的两次独立测试结果的绝对差值,大于式(2)计算得到的重复性限( $r$ )的概率不超过5%。

$$r = 0.314(\bar{W}_{wc})^{0.521} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$r$ ——重复性限,%;

$\bar{W}_{wc}$ ——二次测定结果的平均值,%。

### 10.3 再现性

在不同实验室由不同操作人员,用同样的方法和不同的仪器设备,对同一样品测定获得的两次独立测试结果的绝对差值,大于式(3)计算得到的再现性限( $R$ )的概率不超过5%。

$$R = 0.552\% + 0.135\bar{W}_{wc} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$R$ ——再现性限,%;

$\bar{W}_{wc}$ ——二次测定结果的平均值,%。



#### 10.4 试验报告

试验报告应包括：

- 识别样品所需的全部信息；
- 如果已知采样方法，要说明使用的采样方法；
- 所用的方法和该方法的参考文献；
- 在本标准中没有规定的或认为是可以任选的操作细节，以及能影响试验结果的所有事件细节；
- 如果进行了重复性检验，则写明最后的结果。

附 录 A  
(资料性附录)  
实验室间试验结果

ISO/TC 34SC/10 动物饲料分会于 1987 年按 ISO 5725:1986 组织了实验室间试验,并根据 ISO 5725-2:1994进行了最后的统计分析。有 24 个实验室参加了试验,所研究的样品有:玉米淀粉渣饲料、配合饲料、鱼粉、浓缩饲料(2 种)、预混合饲料和酵母。实验室间试验的统计结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间试验的统计结果

参数	样品 <sup>a</sup>						
	1	2	3	4	5	6	7
除去超差后实验室数	23	23	23	23	23	23	23
水溶性氯化物含量的平均值(干基)/% <sup>b</sup>	3.22	0.105	1.56	14.1	3.56	2.54	1.07
重复性标准偏差( $S_r$ )/% <sup>b</sup>	0.11	0.018	0.05	0.20	0.10	0.08	0.03
重复性变异系数/%	3.5	17.2	3.5	1.4	2.9	3.0	2.9
重复性限( $r$ )( $r=2.8\times S_r$ )/%	0.308	0.050	0.140	0.560	0.280	0.224	0.084
再现性标准偏差( $S_R$ )/% <sup>b</sup>	0.22	0.22	0.37	0.88	0.50	0.30	0.16
再现性变异系数/%	7	210	24	6	14	12	15
再现性限( $R$ )( $R=2.8\times S_R$ )/%	0.616	0.616	1.036	2.464	1.400	0.840	0.448
<sup>a</sup> 1:鱼粉; 2:玉米淀粉渣饲料; 3:酵母; 4:预混合饲料; 5:浓缩饲料; 6:浓缩饲料; 7:配合饲料。 <sup>b</sup> 表示为质量分数(%)。							

参 考 文 献

- [1] ISO 6497 Animal feeding stuffs——Sampling
  - [2] ISO 5725:1986 Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility for standard test method by inter-laboratory tests(now withdrawn)
  - [3] ISO 5725-1:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part1: General principles and definitions
  - [4] ISO 5725-2:1994 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method
-



# 中华人民共和国水产行业标准

SC/T 1077—2004

---

## 渔用配合饲料通用技术要求

General specification for aquaculture formula feed

2005-01-04 发布

2005-02-01 实施

---

中华人民共和国农业部 发布

## 前 言

本标准的附录 A 为规范性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国水产标准化技术委员会淡水养殖分技术委员会归口。

本标准起草单位：中国水产科学研究院长江水产研究所、国家水产品质量监督检验中心、中国水产科学研究院黄海水产研究所。

本标准主要起草人：徐忠法、周瑞琼、王联珠、张岩、何力、廖朝兴、陈四清。

## 渔用配合饲料通用技术要求

### 1 范围

本标准规定了渔用配合饲料产品的分类与命名、质量基本要求、试验方法、检验规则、标签、包装、贮存及运输。

本标准适用于渔用粉状配合饲料、颗粒配合饲料和膨化颗粒配合饲料,不适用于微颗粒饲料和软颗粒饲料。

### 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 5917 配合饲料粉碎粒度测定法

GB/T 5918 配合饲料混合均匀度的测定

GB/T 6435 饲料水分的测定方法

GB 10648 饲料标签

GB 13078 饲料卫生标准

GB/T 14699.1 饲料采样方法

GB/T 16765 颗粒饲料通用技术条件

GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差

NY 5071 无公害食品 渔用药物使用准则

NY 5072 无公害食品 渔用配合饲料安全限量

《饲料药物添加剂使用规范》 中华人民共和国农业部公告(2001)第[168]号

《禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录》 中华人民共和国农业部公告(2002)第[176]号

《食品动物禁用的兽药及其化合物清单》 中华人民共和国农业部公告(2002)第[193]号

### 3 术语和定义

GB/T 10647 确立的,以及下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**粉状饲料 mash feed**

将多种饲料原料按饲料配方,经清理、粉碎、配料和混合加工成的粉状产品。

#### 3.2

**颗粒饲料 pellet feed**

将粉状饲料经调质、挤出压模模孔制成规则的粒状产品。

#### 3.3

**膨化颗粒饲料 extruded feed**

将粉状饲料经调质、增压挤出模孔和骤然降压过程制成规则膨松的颗粒饲料。

#### 3.4

**溶失率 dissolve percentage**

一定时间内,颗粒(或粉状饲料加水搅合成“面团”)饲料在水中溶失的质量分数。

注:溶失率是评价颗粒饲料水中稳定性的一项指标。

4 产品分类与命名

4.1 产品分类

渔用配合饲料产品通常分为:

- 粉状饲料;
- 颗粒饲料;
- 膨化颗粒饲料。

4.2 产品命名

各饲养对象配合饲料的名称,由饲养对象的名称加上归属产品的分类名称,再加上“配合饲料”四字构成。

示例 1:中华鳖粉状配合饲料;

示例 2:草鱼颗粒配合饲料;

示例 3:蛙类膨化颗粒配合饲料。

5 质量基本要求

5.1 原料与添加剂

5.1.1 本标准所指的饲料原料是指为提供水生动物生长所需的蛋白质和能量的单一饲料原料。不包括饲料添加剂。

5.1.2 饲料原料与添加剂应符合相关饲料原料与添加剂的国家或行业标准的质量指标。安全卫生指标应符合 GB 13078 和 NY 5072 的规定,不得使用受潮、发霉、生虫、腐败变质及受到石油、农药、有害金属等污染的原料与添加剂。

5.1.3 使用的添加剂或药物添加剂种类及用量应符合 NY 5071、《饲料药物添加剂使用规范》、《禁止在饲料和动物饮用水中使用的药物品种目录》、《食品动物禁用的兽药及其化合物清单》的规定。若有新的公告发布,按新规定执行。

5.1.4 应做好原料、添加剂和生产配方的记录,确保对所有饲料成分的追溯。

5.2 原料粉碎粒度

鱼类、虾蟹类、龟鳖类和蛙类配合饲料原料的粉碎粒度基本要求应符合表 1 的规定,各种饲料粉碎粒度的特殊要求按相应饲养对象的配合饲料国家或行业标准执行。

表 1 各类饲养对象配合饲料原料粉碎粒度的基本要求

饲养对象		苗种阶段饲料		养成阶段饲料	
		筛孔尺寸,mm	筛上物含量,%	筛孔尺寸,mm	筛上物含量,%
鱼 类	草食性鱼类	0.355	≤10	0.500	≤10
	肉食性鱼类	0.250	≤5	0.425	≤5
虾蟹类	虾类	0.250	≤5	0.425	≤5
	蟹类	0.250	≤5	0.250	≤5
龟鳖类		0.180	≤6	0.180	≤8
蛙 类		0.250	≤5	0.250	≤5

注:苗种前期开口饲料原料的粉碎粒度分别按饲养对象相应的饲料标准执行。

5.3 混合均匀度

粉料的混合均匀度(变异系数 CV)应不大于 10%;预混合料添加剂的混合均匀度(变异系数 CV)应不大于 5%。

#### 5.4 粉化率

颗粒饲料的粉化率应小于 10%,膨化饲料的粉化率应小于 1%。

#### 5.5 感官指标

色泽一致,颗粒(粉粒)均匀,新鲜、无杂质、无异味、无霉变、无发酵、无结块、无虫蛀及鼠咬。

#### 5.6 水分

各类配合饲料水分含量见表 2。

表 2 各类配合饲料水分含量

单位为百分率(%)

饲料类别	粉状饲料	颗粒饲料	膨化饲料
水分含量	≤10	≤12.5	≤10

#### 5.7 水中稳定性

渔用配合饲料水中稳定性以“溶失率”表示。各种饲养对象配合饲料溶失率的基本要求见表 3。

表 3 各类配合饲料水中稳定性(溶失率)基本要求

饲料类别	饲养对象	溶失率, %	备 注
粉状饲料(面团)	鱼类	≤5	浸泡时间 60 min,适用于鳊鲢
颗粒饲料		≤10	浸泡时间 5 min
膨化饲料		≤10	浸泡时间 20 min
颗粒饲料	虾类	≤12	浸泡时间 120 min
颗粒饲料	蟹类	≤10	浸泡时间 30 min
粉状饲料(面团)	龟鳖类	≤5	浸泡时间 60 min
膨化饲料	蛙类	—	浸泡时间 60 min,颗粒不开裂,表面不开裂,不脱皮

#### 5.8 安全卫生指标

按 GB 13078 和 NY 5072 的规定执行。

### 6 试验方法

#### 6.1 粉碎粒度的测定

按 GB/T 5917 的规定执行。所用的试验筛应符合 GB/T 6003.1 的规定。

#### 6.2 混合均匀度的测定

按 GB/T 5918 的规定执行。

#### 6.3 粉化率的测定

按 GB/T 16765 的规定执行,其中所用的试验筛的筛孔尺寸应小于饲料颗粒的粒径。

#### 6.4 感官检验

将样品放在洁净的白色磁盘内,在无外界干扰、光线充足的条件下,通过正常的感官进行检验、评定。

#### 6.5 水分测定

按 GB/T 6435 的规定执行。



## 6.6 水中稳定性测定

渔用配合饲料水中稳定性(溶失率)的测定方法,见附录 A。

## 6.7 安全卫生指标的测定

按 GB 13078 和 NY 5072 的规定执行。

## 7 检验规则

### 7.1 组批规则

7.1.1 同批原料生产的产品为一个检验批。

7.1.2 在原料及生产条件基本相同的情况下,同一天或同一班组生产的产品为一个检验批。

### 7.2 抽样方法

按 GB/T 14699.1 的规定执行。

成品抽样地点应在生产者成品仓库内按批号进行抽样,成品抽样批量在 1 t 以下时,按其袋数的 1/4 抽取。批量在 1 t 以上时,抽样袋数不少于 10 袋。沿堆积立面以“X”型或“W”型对各袋抽取。产品未堆垛时应在各部位随机抽取,样品抽取一般用钢管或铜管制成的槽形取样器。由各袋取出的样品应充分混匀后按四分法分别留样。

### 7.3 检验分类

#### 7.3.1 出厂检验

每批产品应进行出厂检验;检验项目一般为感官指标、水分、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分以及标签和包装。检验合格签发检验合格证,产品凭检验合格证出厂。

#### 7.3.2 型式检验

型式检验的项目为饲料产品标准中规定的所有技术指标。有下列情况之一时,一般应进行型式检验:

- a) 新产品投产;
- b) 正式生产后,如配方、工艺有较大改变,可能影响产品质量时;
- c) 产品长期停产后,恢复生产时;
- d) 出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时;
- e) 国家质量监督机构提出进行型式检验的要求时;
- f) 正常生产时,每年至少一次周期性检验。

### 7.4 判定规则

7.4.1 饲料检测结果判定的允许误差按 GB/T 18823 的规定执行。

7.4.2 所检项目的检验结果全部符合标准规定的判为合格批。

7.4.3 安全性指标有一项不符合要求或有霉变、腐败等现象时,该批产品判为不合格,且不应再使用。

7.4.4 其他指标不符合标准规定时,可取同批样品复验一次。按复验结果为准,判定该批产品是否合格。

## 8 标签

按 GB 10648 的规定执行,其中对钙、食盐的含量不作要求,但应标明水中稳定性的指标。

## 9 包装

配合饲料至少应有两层包装,内层为牛皮纸袋或聚乙烯薄膜,外层为塑料编织袋、防潮纸袋或塑料袋。缝口应牢固,不得破损。

## 10 贮存、运输

### 10.1 贮存

配合饲料产品应放在通风、清洁、干燥的专用仓库内,严禁与有毒、有害物品同库存放。

配合饲料产品在常温下的保质期至少为 2 个月。

### 10.2 运输

配合饲料产品在运输中应防止包装破损、日晒、雨淋、严禁与有毒、有害物品混运。装卸时应小心轻放,禁用手钩。

**附 录 A**  
(规范性附录)  
**水中稳定性(溶失率)的测定**

**A.1 粉状饲料水中溶失率的测定****A.1.1 仪器**

- 恒温烘干箱;
- 天平,感量为 0.01 g;
- 立式搅拌器;
- 量筒,500 mL;
- 温度计,精度为 0.1℃;
- 秒表。

**A.1.2 试剂**

蒸馏水。

**A.1.3 步骤**

准确称取试料二份各 20 g,其中一份倒入盛有 20 mL~24 mL 蒸馏水的搅拌器中,在室温条件下以 105 r/min 搅拌粘合 1 min,成面团后取出,平分成二份,取其中一份放置静水中,在水温(25±2)℃下浸泡 1 h,捞出后与另一份对照料同时放入烘箱中,在 105℃ 恒温下烘干至恒重,取出置于干燥器中冷却后,分别准确称重,按式(A.1)计算。每个试样取两个平行样测定,以其算术平均值为结果,数值表示至一位小数,允许相对误差≤4%。

$$S(\%) = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

- S ——溶失率,单位为百分率(%);
- $m_1$  ——对照料烘干后质量,单位为克(g);
- $m_2$  ——浸泡料烘干后质量,单位为克(g)。

**A.2 颗粒饲料水中溶失率的测定****A.2.1 仪器与设备**

自制圆筒形网筛:网筛框高 6.5 cm,直径为 10 cm,金属筛网孔尺寸应小于被测饲料颗粒直径。其他仪器按 A.1.1 规定。

**A.2.2 步骤**

称取 10 g 试料(准确至 0.1 g)放入已备好的圆筒形网筛内,然后置于盛有水深为 5.5 cm 的容器中,水温为(25±2)℃,浸泡。然后把网筛从水中缓慢提升至水面,又缓慢沉入水中,使饲料离开筛底,按各养殖对象颗粒饲料(含膨化颗粒饲料)产品标准中规定的浸泡时间,如此反复三次后,取出网筛,斜放沥干附水,把网筛内饲料置于 105℃ 烘箱内烘干至恒重。同时,称取一份未浸水同样试样的试料(对照料),置 105℃ 烘箱内烘干至恒重,再分别称重。按 A.1.3 中式(A.1)计算。

每个试样应取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,数值表示至一位小数,允许相对误差≤4%。

## 前 言

颗粒饲料通用技术条件是评价畜禽颗粒饲料加工质量的依据,它不仅可以反映颗粒的物理质量,还可评价制粒系统工作的优劣。

本标准中粉化率测定方法采用了美国农业工程学会标准 ASAE S 269.4《饼块饲料、颗粒饲料和碎粒饲料的定义及其比重、耐久性和含水量的测定方法》中 5.2 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、北京市饲料研究所。

本标准主要起草人:盛亚白、程宏典、谢正军、盛红。

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 16765—1997

## 颗粒饲料通用技术条件

General specification for feed pellets

### 1 范围

本标准规定了肉鸡、蛋鸭、仔猪、兔颗粒饲料加工质量的主要指标。

本标准适用于加工、销售的肉鸡、蛋鸭、仔猪、兔颗粒饲料。

### 2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6004—85 试验筛用金属丝编织方孔网

GB 6435—86 饲料水分的测定方法

GB 10647—89 饲料工业通用术语

GB 10648—93 饲料标签

GB 13078—91 饲料卫生标准

GB/T 14699.1—93 饲料采样方法

### 3 定义

本标准采用下列定义。

#### 3.1 含粉率

颗粒饲料中所含粉料(2.0 mm 筛下物)质量占其总质量的百分比。

#### 3.2 粉化率

见 GB 10647。

### 4 技术要求

#### 4.1 感官性状

颗粒色泽均匀,无发霉变质及异嗅。

#### 4.2 水分

按相应的配合饲料标准执行。

#### 4.3 加工指标(见表 1)

#### 4.4 卫生指标

按 GB 13078 规定执行。

表 1

饲料种类	直径( <i>d</i> ) mm	长度( <i>l</i> ) mm	含粉率 %	粉化率 %
肉鸡料≤	5.0	2.0 <i>d</i>	4.0 <sup>1)</sup>	10.0 <sup>1)</sup>
蛋鸭料≤	8.0			
仔猪料≤	5.0			
兔料≤	6.0			
注：测定含粉率及粉化率通常是在颗粒冷却后立即测定。颗粒温度与环境温度之差应在 5℃ 以内。 1) 为厂内成品库取样测定数值。				

## 5 试验方法

### 5.1 试样及制备

按 GB/T 14699 执行。应注意不使颗粒破碎,取样约 1.2 kg。

### 5.2 水分测定

按 GB 6435 执行。

### 5.3 直径与长度测定

#### 5.3.1 工具

游标卡尺。

#### 5.3.2 步骤

从样品中随机选取 5 粒,用游标卡尺逐个测定直径;取 20 粒,逐个测定长度。

#### 5.3.3 结果计算

分别计算颗粒直径与长度的平均值,所得结果应表示至一位小数。

### 5.4 含粉率及粉化率测定

#### 5.4.1 仪器设备

标准筛一套(GB 6004);

顶击式标准筛振筛机(频率 220 次/min,行程 25 mm);

粉化仪(双箱体式);

天平(感量 0.1 g)。

#### 5.4.2 含粉率测定步骤及计算

5.4.2.1 将样品(5.1)用四分法分为两份,每份约 600 g( $m_1$ ),放于 2.0 mm 的筛格内,在振筛机上筛理 5 min 或用手筛(每分钟 110~120 次,往复范围 10 cm),将筛下物称量( $m_2$ )。

5.4.2.2 含粉率按式(1)计算:

$$\Phi_1 = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:  $\Phi_1$ ——含粉率, %;

$m_2$ ——2.0 mm 筛下物质量, g;

$m_1$ ——样品质量, g。

5.4.2.3 允许差:两次测定结果之差不大于 1%,以其算术平均值报告结果,数值表示至一位小数。

#### 5.4.3 粉化率测定步骤及计算

5.4.3.1 测定步骤:将样品(5.1)用四分法分为两份,每份约 600 g,放于规定筛孔的筛格(按表 2 选用)内,在振筛机上预筛 5 min,也可用手筛(同 5.4.2.1),从筛上物中分别称取样品 500 g( $m_3$ )两份。各装入粉化仪的两个回转箱内,盖紧箱盖,开动机器,使箱体回转 500 转,停机后取出样品,放于规定筛孔的

筛格内(见表2),在振筛机上筛理5 min,或用手筛(同5.4.2.1),将筛下物称量( $m_4$ )(如同时需测含粉率则可在预筛时,用2.0 mm及规定筛孔的筛格相叠使用)。

表2 不同颗粒直径规定用筛孔尺寸

mm

颗粒直径	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0	6.0	8.0
筛孔尺寸	2.0	2.8	2.8	3.35	4.0	4.0	5.6	6.7

5.4.3.2 粉化率按式(2)计算:

$$\Phi_2 = \frac{m_4}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $\Phi_2$ ——粉化率, %;

$m_4$ ——回转后筛下物质量, g;

$m_3$ ——回转前样品质量, g。

5.4.3.3 允许差:两次测定结果之差不大于1%,以其算术平均值报告结果,数值表示至一位小数。

## 6 监测与仲裁判定各项指标合格与否的分析允许误差规定

### 6.1 水分

按相应配合饲料标准执行。

### 6.2 含粉率及粉化率判定合格界限

含粉率及粉化率判定合格界限见表3。

表3 含粉率及粉化率判定合格的界限

项 目	标准规定值	分析允许误差 (绝对误差)	判定合格的界限
含粉率	$\leq 4.0$	1.5	$\leq 5.5$
粉化率	$\leq 10.0$	1.5	$\leq 11.5$

注:表中分析允许误差为不同实验室,不同操作者试验结果之间差值。

## 7 检验规则

7.1 感官性状、水分、直径、长度、含粉率、粉化率为出厂检验项目。

7.2 在保证产品质量的前提下,生产厂可以根据工艺、设备、原料等变化情况,自行确定出厂检验的批量。

## 8 判定规则

对判定产品是否合格的指标,如检验中有一项指标不符合标准,应重新取样复验,复验结果中有一项不合格者即判定为不合格。

## 9 标签、包装、运输、贮存

### 9.1 标签

按GB 10648执行

### 9.2 包装、运输、贮存

按相应配合饲料国家标准或行业标准执行。



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0800.10—2019  
代替 SN/T 0800.10—1999

## 进出口粮食、饲料 大豆粉吸水率检验方法

Determination of water absorption of  
cereals and feedstuffs soybean flour for import and export

行业标准信息服务平台

2019-10-25 发布

2020-05-01 实施

中华人民共和国海关总署 发布



## 前 言

SN/T 0800 分为以下 20 个部分：

- 第 1 部分：进出口粮油、饲料检验 抽样和制样方法；
- 第 2 部分：进出口粮食、饲料 粗脂肪检验方法；
- 第 3 部分：进出口粮食、饲料 粗蛋白质检验方法；
- 第 4 部分：出口粮食、饲料 检验尿素酶活性测定方法；
- 第 5 部分：进出口粮食、饲料 淀粉含量检验方法；
- 第 6 部分：进出口粮食、饲料 灰分含量检验方法；
- 第 7 部分：出口粮食、油料及饲料 不完善粒检验方法；
- 第 8 部分：进出口粮食、饲料 粗纤维含量检验方法；
- 第 9 部分：进出口粮食、饲料 单宁含量检验方法；
- 第 10 部分：进出口粮食、饲料大豆粉 吸水率检验方法；
- 第 11 部分：进出口粮食、饲料 含盐量检验方法；
- 第 12 部分：进出口粮食、饲料 整碎组成检验方法；
- 第 13 部分：进出口粮食、饲料 加工精度检验方法；
- 第 14 部分：进出口粮食、饲料 发芽势、发芽率检验方法；
- 第 15 部分：进出口粮食、饲料 粒度检验方法；
- 第 16 部分：进出口粮食、饲料 粘度检验方法；
- 第 17 部分：进出口粮食、饲料 类型纯度及互混检验方法；
- 第 18 部分：进出口粮食、饲料 杂质检验方法；
- 第 19 部分：进出口粮食、饲料 水分及挥发物检验方法；
- 第 20 部分：进出境饲料检疫规程。

本部分是 SN/T 0800 的第 10 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 0800.10—1999《进出口粮食、饲料 吸水率检验方法》，本标准与 SN/T 0800.10—1999 相比，除编辑性修改外主要变化如下：

- 修改了水分测定的引用标准；
- 删除了小麦粉和小麦谷朮粉吸水率检验方法。

本部分由中华人民共和国海关总署提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国郑州海关。

本部分主要起草人：华向美、周迎春、王林裴、彭新然。

本部分于 1999 年 12 月发布，本次首次修订。

# 进出口粮食、饲料 大豆粉吸水率检验方法

## 1 范围

本部分规定了进出口大豆粉吸水率的检验方法。

本部分适用于食品用和作为饲料原料使用的大豆粉吸水率的检验。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 5009.3 食品安全国家标准 食品中水分的测定

## 3 水分测定

按照 GB 5009.3 的规定执行。

## 4 大豆粉吸水率的测定

### 4.1 原理

试样中加入过量的温水,搅拌后保温 20 min,离心除去多余的水分,称量计算吸水率。

### 4.2 试剂和材料

除非另有说明,所用水为符合 GB/T 6682 规定的三级水。

### 4.3 仪器和设备

4.3.1 天平:感量 0.01 g。

4.3.2 离心机:转速大于 3 000 r/min。

4.3.3 离心管:50 mL,圆底。

### 4.4 分析步骤

称取均匀试样 5 g(精确到 0.01 g)放入已知质量的 50 mL 离心管内。加入 30 ℃~40 ℃蒸馏水 10 mL,用洁净的玻璃棒搅拌均匀,小心将玻璃棒上的粘附物刮入离心管中,将离心管放入 30 ℃~40 ℃水浴中保温 20 min。

取出离心管并拭干外壁,以 2 000 r/min 离心 5 min,仔细将上清液倒净,称量,按式(1)计算  $\omega_{hc}$  值。

$$\omega_{hc} = \frac{m_2 - m_1}{m_3} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\omega_{hc}$  ——吸水能力测定系数;

$m_1$  ——离心管质量和试样质量,单位为克(g);

$m_2$  ——离心管质量和沉淀物质量,单位为克(g);

$m_3$  ——试样质量,单位为克(g)。

注 1:  $\omega_{hc}$  值计算结果保留整数。

向四支编号分别为 1、2、3、4 的离心管中加入试样,试样的质量  $m$  按式(2)计算。

$$m = \frac{15}{\omega_{hc} + 1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$m$  ——试样质量,单位为克(g);

15 ——试样和水的预计质量,单位为克(g);

1 ——常数。

依次分别向 1、2、3、4 号离心管中加入  $(15 - m + 1.5)$  mL,  $(15 - m + 0.5)$  mL,  $(15 - m - 0.5)$  mL,  $(15 - m - 1.5)$  mL 的 30 °C ~ 40 °C 蒸馏水。

用玻璃棒将离心管中的混合物搅拌均匀,放置 2 min 后于 30 °C ~ 40 °C 水浴中保温 20 min,取出离心管并拭干外壁,以 2 000 r/min 离心 5 min 后,按 1、2、3、4 号管的次序排列观察各管内有无上清液出现。然后倾斜(口朝下与水平线成 45°角)第一支没有上清液的离心管:(1)在 1 min 内若有一滴液体流下,则视之为最后一支有上清液产生的离心管,其后一支则视为第一支没有上清液产生的离心管;(2)在 1 min 内若没有液体流下,则视之为第一支没有上清液产生的离心管,其前一支则视为最后一支有上清液产生的离心管。

4.5 结果表述

吸水率按式(3)计算:

$$\text{吸水率}(\%) = \frac{(V_1 + V_2)\rho/2 + mM}{m(1 - M)} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$V_1$  ——最后一支有上清液产生的离心管中加水的体积,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——第一支没有上清液产生的离心管中加水的体积,单位为毫升(mL);

$M$  ——试样的水分含量,%;

$m$  ——试样的质量,单位为克(g);

$\rho$  ——水的密度,按 1 g/mL 计。

同一样品应进行双试验,取平均值作为检验结果,检验结果保留整数。

4.6 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果,允许相对偏差为 4%。