



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 μm 。

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 μm 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 g \pm 0.05 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。
