

水貂配合饲料

1 主题内容与适用范围

本标准规定了产皮水貂育成期及冬毛生长期配合饲料感官性状、质量指标、检验方法、判定规则以及包装、运输和贮存等项的技术要求。

本标准适用于饲料行业加工、销售、调拨、出口的产皮水貂育成期及冬毛生长期的配合饲料。

2 引用标准

- GB 5918 配合饲料混合均匀度测定方法
- GB 6435 饲料水分的测定方法
- GB 6432 饲料粗蛋白测定方法
- GB 6433 饲料粗脂肪测定方法
- GB 6434 饲料中粗纤维测定方法
- GB 6438 饲料中粗灰分的测定方法
- GB 6436 饲料中钙的测定方法
- GB 6437 饲料中总磷量的测定方法 光度法
- GB 6439 饲料中水溶性氯化物的测定方法
- GB 10648 饲料标签
- LS 81.1 饲料营养成分测定方法 一般规定

3 技术要求

3.1 感官指标

色泽正常,无酸败霉变、结块及异味、异嗅。

3.2 质量标准

3.2.1 水分

≤10.0%

3.3 加工质量指标

3.3.1 混合均匀度

配合饲料混合均匀度,经测试后其均匀度之变异系数(CV)应≤10.0%。

3.3.2 糊化度:淀粉中糊化淀粉与全部淀粉量之比的百分数。

I级:≥75.0%

II级:≥50.0%

3.4 能量与营养成分指标见表:

指标 产品名称	代谢能		粗蛋白质 %DM ≥	粗脂肪 %DM ≥	粗纤维 %DM ≥	粗灰分 %DM ≤	钙 %DM ≤	钙磷比	食盐 %DM
	McalME/kgDM	MJME/kgDM							
	≥(计算值)								
育成期	4.08	17.1	38.0	19.0	4.5	10.0	1.0	1:1	0.5
冬毛生长期			34.0	21.0					0.9

注：ME……代谢能 DM……干基

3.5 卫生指标

3.5.1 按照中华人民共和国有关饲料卫生标准规定执行。

3.5.2 应符合中华人民共和国有关饲料添加剂的规定。

4 检验方法

4.1 试样及其制备

暂按 LS 81.1 饲料营养成分测定方法一般规定执行。

4.2 检验方法

4.2.1 水分：按 GB 6435 执行。

4.2.2 混合均匀度：按 GB 5918 执行。

4.2.3 粗蛋白质：按 GB 6432 执行。

4.2.4 粗脂肪：按 GB 6433 执行。

4.2.5 粗纤维：按 GB 6434 执行。

4.2.6 粗灰分：按 GB 6438 执行。

4.2.7 钙：按 GB 6436 执行。

4.2.8 磷：按 GB 6437 执行。

4.2.9 食盐：按 GB 6439 执行。

4.2.10 糊化度：按附录 B 方法测定。

4.3 计算法 代谢能采用下列公式计算：

$$ME = (P \times 0.85 \times 4.5 + F \times 0.90 \times 9.5 + C \times 0.75 \times 4.0) / 100$$

式中：ME——代谢能，McalME/kgDM；

P——粗蛋白质含量，%DM；

F——粗脂肪含量，%DM；

C——碳水化合物含量，%DM；

$$C = 100 - (P + F + A)$$

A——粗灰分含量，%DM。

4.4 试验测定值的双试验相对偏差按 GB 6432~6439、GB 5917 的规定执行。

4.5 监测与仲裁判定各项指标合格与否时必须考虑分析允许误差，在我国有关分析允许误差的通用标准尚未公布前可暂按附录 A 中的建议值执行。

5 检验规则

5.1 感官指标、水分、糊化度、粗蛋白质、粗脂肪为出厂检验项目(交收检验项目)，由生产厂或公司的质检部门进行检验，其余为型式检验项目(例行检验项目)。

5.2 在保证产品质量的前提下，生产厂可根据工艺、设备、配方、原料等的变化情况，自行确定出厂检验的批量。

6 判定规则

6.1 感官指标、水分、混合均匀度(粉料产品)、糊化度、粗蛋白质、粗脂肪、粗纤维、粗灰分、钙、钙磷比、食盐等为判定合格指标,如检验中有一项指标不符合标准,应重新取样进行复验,复验结果中有一项不合格者即判定为不合格。

6.2 代谢能为参考指标,必要时可按本标准检测或验收。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

按 GB 10648 规定执行,凡添加药物添加剂的饲料在标签上应注明药物名称及含量。

7.2 包装、运输、贮存

配合饲料包装、运输和贮存,必须符合保质、保量、运输安全和分类、分等贮存的要求,严防污染。

附录 A
各项指标的分析允许误差建议值
(补充件)

表 A1

测定项目	标准规定值 %	分析允许误差 (绝对误差) %	判定合格的界限 %
水分	≤10.0	0.4	≤10.4
混合均匀度	≤10.0	1.0	≤11.0
糊化度	≥50.0	2.0	≥48.0
	≥75.0	3.0	≥72.0
粗蛋白质(DM)	≥34.0	0.7	≥33.3
	≥38.0	0.8	≥37.2
粗脂肪(DM)	≥19.0	1.1	≥17.9
	≥21.0	1.3	≥19.7
粗纤维(DM)	≤4.5	0.8	≤5.3
粗灰分(DM)	≤10.0	0.2	≤10.2
钙(DM)	≥1.0	0.1	≥0.9
磷(DM)	≥0.54	0.9	≥0.45
食盐(DM)	0.5~1.0	0.1	0.4~1.1

附录 B
糊化度测定方法
(补充件)

B1 原理

β -淀粉酶在适当的 pH 值和温度下,能在一定的时间内,将糊化淀粉转化成还原糖及 β -糊精,转化的糖量与淀粉的糊化程度成比例。用铁氰化钾法测其还原糖量,即可计算出淀粉的糊化度。

B2 仪器和设备

B2.1 分析天平:感量 0.1mg

B2.2 多孔恒温水浴锅:可控温度 $40 \pm 1^\circ\text{C}$

B2.3 定性滤纸:中速, $\phi 7 \sim 9\text{cm}$

B2.4 碱式滴定管:25mL(刻度 0.1mL)

B2.5 移液管:2mL、5mL、15mL、25mL

B2.6 玻璃漏斗: ϕ 6cm

B2.7 容量瓶:100mL

B3 试剂和溶液

B3.1 10%(V/V)磷酸盐缓冲液(pH=6.8)

甲液:溶解 71.64g 磷酸氢二钠于蒸馏水中,并稀释至 1L。

乙液:溶解 31.21g 磷酸氢二钠于蒸馏水中,并稀释至 1L。

取甲液 49mL 与乙液 51mL 合并为 100mL,再加入 900mL 蒸馏水即为 10%(V/V)磷酸盐缓冲液。

B3.2 60g/L β -淀粉酶溶液

溶解 6.0g β -淀粉酶(pH=6.8,40℃时活力大于 8 万单位,细度为 80%以上通过 60 目)于 100mL 10%磷酸盐缓冲液中成乳浊液。 β -淀粉酶贮于冰箱内,用时现配)

B3.3 10%(V/V)硫酸溶液

将 10mL 浓硫酸用蒸馏水稀释至 100mL。

B3.4 120g/L 钨酸钠溶液

溶解 12.0g 钨酸钠于 100mL 蒸馏水中。

B3.5 0.1mol/L 碱性铁氰化钾溶液

溶解 32.9g 铁氰化钾和 44.0g 无水碳酸钠于蒸馏水中并稀释至 1L,贮于棕色瓶内。

B3.6 醋酸盐溶液

溶解 70.0g 氯化钾和 40.0g 硫酸锌于蒸馏水中加热溶解,冷却至室温,再缓缓加入冰乙酸并稀释至 1L。

B3.7 100g/L 碘化钾溶液

溶解 10.0g 碘化钾于 100mL 蒸馏水中,加入几滴饱和氢氧化钠溶液,防止氧化,贮于棕色瓶内。

B3.8 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液

溶解 24.82g 硫代硫酸钠和 3.8g 硼酸钠于蒸馏水中,并稀释至 1L,贮于棕色瓶内(此液放置二星期后使用)。

B3.9 10g/L 淀粉指示剂

溶解 1.0g 可溶性淀粉于煮沸的蒸馏水中,再煮沸一分钟,冷却,稀释至 100mL。

B4 试样的制备

取要检测的颗粒饲料样品 50g 左右,在实验室样品磨中粉碎,其细度通过 40 目编织筛,混匀,放于密闭容器内,贴上标签作为试样。

样品应低温保存(4~10℃)。

B5 分析步骤

B5.1 分别称取试样 1.0000 ± 0.0003 g(淀粉含量不大于 0.5g)二份,置于二只 150mL 三角烧瓶中,标上 A、B。另取一只 150mL 三角瓶,不加试样,作空白,并标上 C。在这三只三角瓶中各用 50mL 量筒加入 40 ± 1 mL 磷酸盐缓冲液。

B5.2 将 A 置于沸水浴中煮沸 30min,取出快速冷却至 60℃以下。

B5.3 将 A、B、C 置于 40 ± 1 ℃ 恒温水浴锅中预热 3min 后,各用 5mL 移液管加入 5 ± 0.1 mL β -淀粉酶溶液,保温(40 ± 1 ℃)1h(每隔 15min 轻轻摇匀一次)。

B5.4 1h 后,将三只三角瓶取出,用移液管分别加入 2 ± 0.1 mL 硫酸溶液摇匀,再加入 2 ± 0.1 mL 钨酸

钠溶液摇匀。并将它们全部转移到三只 100mL 容量瓶中(用蒸馏水荡洗三角瓶 3 次以上,荡洗液也转移至相应的容量瓶内)。最后用蒸馏水定容至 100mL,并贴上标签。

B5.5 摇晃容量瓶,静置 2min 后,用中速定性滤纸过滤。留滤液作为下面测定试样。

B5.6 用 5mL 移液管分别吸取上述滤液 5 ± 0.05 mL,放入洁净的 150mL 三角瓶内,再用 15mL 移液管加入 15 ± 0.05 mL 碱性铁氰化钾溶液,摇匀后置于沸水浴中准确加热 20min 后取出,用冷水快速冷却至室温,用 25mL 移液管缓慢加入 25 ± 0.1 mL 醋酸盐溶液,并摇匀。

B5.7 用 5mL 移液管加入 5 ± 0.05 mL 碘化钾溶液摇匀,立即用硫代硫酸钠溶液滴定,当溶液颜色变成淡黄色时,加入几滴淀粉指示剂,继续滴定到蓝色消失。各三角瓶分别逐一定滴,并记下相应的滴定量。

B5.8 结果计算

所测试样糊化度 $\alpha(\%)$,按下式计算:

$$\alpha = \frac{P-n}{P-m} \times 100$$

式中: P ——空白滴定量, mL;

m ——完全糊化样品溶液滴定量, mL;

n ——样品溶液滴定量, mL。

B5.9 精密度

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果。

双试验的相对误差:糊化度在 50% 以下时,不超过 10%;糊化度在 50% 以上时,不超过 5%。

注意事项:

a. β -淀粉酶在贮存期间内会有不同程度的失活,一般每贮藏三个月测一次酶活力(活力测定方法见附录 C)。

为了保证样品酶解完全,以酶活力 8 万单位,酶用量 300mg 为准,如酶的活力降低,酶用量则按比例加大。

b. 在滴定时,指示剂不要过早地加入,否则会影响测定结果,同一样品滴定时,应在变成一样的淡黄色时加入淀粉指示剂。

附 录 C

β -淀粉酶活力测定方法(DNS 法)

(补充件)

(本法由中国科学院提供,但酶的最适温度由原 60℃ 改为 40℃)

C1 适用范围

本方法适用于由大豆粉提取的 β -淀粉酶。

C2 术语

酶活力单位:1mL 酶液或 1g 酶粉在 pH=6.8、40℃ 条件下,每小时水解 1% 淀粉液形成的麦芽糖毫克数为该酶的活力单位。

C3 原理

还原糖能与 DNS 溶液发生显色反应,通过比色法作出标准曲线,就可测出还原糖含量。

C4 仪器和设备

C4.1 分析天平:感量 0.1mg;

C4.2 恒温水浴锅:可控温 $40 \pm 1^\circ\text{C}$;

C4.3 721 分光光度计;

C4.4 容量瓶:100mL;

C4.5 移液管:1mL、2mL、10mL。

C5 试剂和溶液

C5.1 10%(V/V)磷酸盐缓冲液(pH=6.8):配制与 B3.1 相同

C5.2 DNS 溶液

溶解 1g 3,5-二硝基水杨酸、0.2g 苯酚、0.03g 亚硫酸钠、1g 氢氧化钠、20g 酒石酸钾钠于蒸馏水中并加热,冷却定容到 100mL,贮于棕色瓶内,一周后用于作标准曲线(每次配制后要重新作标准曲线)。

C5.3 1%(m/m)淀粉缓冲液

溶解 1g 可溶性淀粉于煮沸的蒸馏水中,再煮沸 1min,冷却,加 10mL 10%磷酸盐缓冲液再用蒸馏水定容到 99mL(用量筒定容)。

C6 标准曲线的绘制(采用 DNS 半量法)

准确称取在 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 干燥后的葡萄糖 50mg,用蒸馏水溶解定容到 50mL,即为 1mg/mL 葡萄糖液,按下表比例在试管中操作后,开小火煮沸 15min,冷却,加入 10.5mL 蒸馏水,在 721 分光光度计 550nm 波长处比色,读光密度值 O. D 值填入下表。

编号	含糖量 mg	1mg/mL 糖液量 mL	蒸馏水量 mL	DNS 量 mL	O. D 值
0	0	0	0.5	1.5	
1	0.1	0.1	0.4	1.5	
2	0.2	0.2	0.3	1.5	
3	0.3	0.3	0.2	1.5	
4	0.4	0.4	0.1	1.5	
5	0.5	0.5	0.0	1.5	

以读出的光密度值(O. D 值)为横坐标,含糖量为纵坐标,作出标准曲线。

C7 测定步骤

C7.1 稀释酶液试样配制:准确称取 β -淀粉酶 2g,溶解于 10%磷酸盐缓冲液中(测时现配)。

C7.2 吸取 9.9mL 1%淀粉缓冲液于 40°C 预热 5min,加入 0.1mL 稀释酶液反应 30min,立即取 0.5mL 反应液于预先吸有 1.5mL DNS 溶液的试管中,开水煮沸 15min,冷却,加 10.5mL 蒸馏水,在 721 分光光度计 550nm 处比色,读出 O. D 值,空白试验由蒸馏水代替酶液。

C7.3 结果计算

$$\text{酶活力单位/克} = X \times n \times 10 \times 2 \times 20 \times K$$

式中: X——由测出 O. D 值在标准曲线上查的糖含量,mg/mL;

n——酶稀释倍数,500;

10——0.1mL 酶液换算成 1mL 酶液的倍数;

2——30min 换算成 1h 的倍数；

20——0.5mL 反应液换算成 10mL 反应液的倍数；

K ——葡萄糖含量换算成麦芽糖的系数,1.9。

所得结果取整数。

附加说明：

本标准由中华人民共和国商业部提出并归口。

本标准由南京粮食经济学院、山东省饲料公司等负责起草。

本标准主要起草人顾华孝、陈建立、陈恩泽、杜向红、沈新春、苏振渝、盛亚白、谢正军。