

饲料常规营养指标检测过程的关键控制点

陆 静¹, 郭丽丽², 杨 莹³, 商方方⁴, 李 贤¹, 范晓燕¹, 商 政⁴, 李 俊^{4*}

(1. 河南海瑞正检测技术有限公司, 郑州 450000; 2. 青海省兽药饲料监察所, 西宁 810000;
3. 云南省兽药饲料检测所, 昆明 650021; 4. 中国农业科学院饲料研究所, 北京 100081)

摘 要: 饲料是养殖业发展的物质基础, 饲料产品营养均衡是牲畜健康生长、畜产品优质安全的重要保证, 饲料营养指标的检测分析是调整饲料配方和控制饲料产品营养均衡的重要依据。目前, 饲料产品常规营养指标通常指粗蛋白、粗纤维、粗脂肪、水溶性氯化物、粗灰分、钙、总磷、水分等, 各项指标分别依据相应的国家标准方法进行检测。本文结合作者长期的饲料检测经验, 针对饲料 8 大常规营养指标检测过程中遇到的主要问题进行分析、总结, 旨在为饲料产品的质量检测提供经验分享, 为检测标准的验证使用及修订提供参考依据。

关键词: 饲料; 常规; 营养指标; 检测; 关键控制点

Key control points during the detection of feed routine nutrition indexes

LU Jing¹, GUO Li-Li², YANG Ying³, SHANG Fang-Fang⁴, LI Xian¹, FAN Xiao-Yan¹,
SHANG Zheng⁴, LI Jun^{4*}

(1. Henan Hairuizheng Detection Technology Co., Ltd, Zhengzhou 450000, China; 2. Qinghai Testing & Inspection Institute for Veterinary Drugs & Feedstuff, Xining 810000, China; 3. Yunnan Testing & Inspection Institute for Veterinary Drugs & Feedstuff, Kunming 650201, China; 4. Feed Research Institute of Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100081, China)

ABSTRACT: Feed is the material basis of the development of the breeding industry, nutrition balance of feed product is an important guarantee for the healthy growth of livestock and animal products quality and safety, and the detection and analysis of feed nutritional indexes is an important basis for the adjustment of feed formula and the control of nutrition balance of feed product. At present, the conventional nutritional indexes of feed products usually refer to crude protein, crude fiber, crude fat, water-soluble chloride, crude ash, calcium, phosphorus, and water content. Each index is tested according to the corresponding national standard methods. Based on the author's long-term experience in feed testing, this paper analyzed and summarized main problems encountered in the testing process of eight conventional nutrition indexes of feed, in order to provide experience sharing for the quality testing of feed products and provide reference for the verification and revision of testing standards.

KEY WORDS: feed; routine; nutritional indexes; detection; key control points

基金项目: 国家重点研发计划项目(2018YFC1603400)

Fund: Supported by National Key R&D Program of China (2018YFC1603400)

*通讯作者: 李俊, 博士, 研究员, 主要研究方向为饲料加工与质量安全。E-mail: lijun08@caas.cn

*Corresponding author: LI Jun, Ph.D, Professor, Feed Research Institute Chinese Academy of Agricultural Sciences, 12 Zhongguancun South Street, Haidian District, Beijing 100081, China. E-mail: lijun08@caas.cn

1 引言

饲料作为动物性食品的重要物质保障,饲料的质量安全直接影响到动物性食品的安全,进而影响到人类的健康。做好饲料的常规成分分析检测,是饲料工业生产中的重要环节,也是保证饲料原料和各种产品质量的重要手段^[1]。饲料产品检测中常规营养指标主要包括粗蛋白、粗灰分、水分、钙、总磷、粗脂肪、粗纤维、水溶性氯化物等 8 项,每项指标依据相应国家标准规定的检验方法进行检测,检测难度虽然不大,但检测过程中的一些操作细节会造成较大的结果差异。从近几年饲料行业组织的相关实验室间能力比对来看,有 10%~20%的结果不满意,个别实验室的水分检测都存在问题。本文将各种成分测定时的关键点以及实验过程中可能遇到的问题进行详细的分析总结,以期为饲料质量安全的检测提供参考。

2 饲料中粗蛋白的测定

饲料中粗蛋白的测定一般采用 GB/T 6432-2018《饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法》^[2];

(1)样品的粉碎粒度:要求粉碎后全部通过 0.42 mm 标准筛。样品粒度会对分析时间和测量效果产生影响,需要根据不同的样品物理性质及蛋白质含量对样品进行粉碎,过筛^[3];

(2)合适的称样量:根据待测样品中粗蛋白含量的高低,预估盐酸标准溶液的使用量,保证滴定体积在 10 mL 以上,一般鱼粉、肉粉、羽毛粉、玉米蛋白粉类饲料原料称样量为 0.25 g 左右,豆粕、棉粕、浓缩饲料称样量为 0.40 g 左右,配合饲料称样量为 0.50 g 左右,玉米、次粉类样品称样量为 0.80 g 左右,一般样品加入 6.4 g 混合催化剂和 12 mL 硫酸即可,称样量大的样品在消解时可适当补加 3~5 mL 硫酸。研究表明,消化过程中催化剂的性质和用量对最终结果有显著影响^[4];

(3)消解温度和时间一般控制在 420 °C、4 h 左右。当消解液为澄清的蓝绿色时,代表消解完全;如消解液为浑浊状,则消解不完全,可能的原因有消解温度偏低、消解时间不够等,需提高消解温度或延长消解时间;

(4)消解过程控制:为防止爆沸导致消化液沾壁、消解不彻底,消解温度应逐渐升高;若样品水分含量较高,直接消解会发生暴沸,可以选择程序升温,180 °C维持 30 min,270 °C维持 30 min,420 °C维持 2~3 h;

(5)高脂肪或高糖类样品在消解时应注意防止产生大量泡沫,该类样品称完样后可在消解液中浸泡 2 h 后再进行消解;

(6)蒸馏装置要保持良好的气密性,防止漏气,使用前用硫酸铵(99.9%)进行检查,要求硫酸铵含氮量在 21.19%±0.20%;

(7)消化炉的消解孔不能有空位置,可以用空白消化管加硫酸补位;

(8)定期检查各消解孔温度的均匀性,温度偏低的孔会造成消解不完全,结果偏低。可用各孔消解测定同一饲料,结果与平均结果的精密度超出国标要求范围的孔标记不用;

(9)盐酸标准滴定溶液浓度一般控制在 0.1 mol/L±5% 范围内(具体请参照 GB/T 601-2016《化学试剂 标准滴定溶液的制备》^[5]);在滴定时,盐酸标准滴定溶液浓度过低会消耗过多的滴定液,造成试剂浪费,浓度过高则消耗的滴定液过少,导致较大的系统误差。配制盐酸标准溶液时,需要标定后使用;

(10)混合指示液不可存放时间过长,否则乙醇挥发会导致指示终点颜色发生变化,储存时应注意室温避光、密封保存,有效期为 3 个月。经验表明,夏季 2 周、冬季 4 周内使用效果最佳;

(11)硼酸吸收液尽量现用现配,储存时间不宜过长,全自动程序使用时室温可保存 1 个月,否则硼酸氨分解挥发,导致结果偏低;

(12)要保证蒸馏过程中的碱性环境,加碱要过量,一般是加入硫酸量的 4 倍,如在蒸馏过程中加碱后消解液的颜色没有变黑,要立即停止蒸馏,并补加氢氧化钠溶液至消解液变黑;

(13)蒸馏过程中长时间使用高浓度氢氧化钠溶液,管路内部会形成固体结晶,造成管路堵塞从而减少加碱量,甚至无法加碱。因此应定期将氢氧化钠溶液换成温蒸馏水对管路进行清洗;

(14)使用蔗糖代替样品进行空白测定,空白试验应符合标准要求,如果滴定体积过大,应检查试剂质量;

(15)通过有证标准物质或质控样品来验证结果的准确性。

除了上述的凯氏定氮法外,杜马斯燃烧定氮法逐渐被推广使用。杜马斯燃烧定氮法是一种快速、低成本、自动化高的定氮方法^[3,6],能将样品所含的有机氮和无机氮全部转化成氮的氧化物后进行测定^[7],每个样品仅需 4~6 min^[8]。但该方法不能直接检测液体样品,且对样品的粒度和均匀性都有严格要求,对于复杂样品的分析效果欠佳,具有一定的局限性^[6]。有研究表明,杜马斯定氮法测定植物性饲料原料中粗蛋白的结果比凯氏定氮法结果略高^[3,9]。

3 饲料中粗灰分的测定

饲料中粗灰分的测定一般采用 GB/T 6438-2007《饲料中粗灰分的测定》^[10]。

(1)应注意马弗炉的温度不能过高或者过低,一般控制在(550±20) °C,超过 600 °C会引起磷及硫等盐的挥发^[11],从而对检测结果造成影响,并且在实验过程中,仪器的使

用温度应是设备的校准温度。同时,对设备的温度进行校准时,要对常用的温度值进行校准;

(2)做样前,坩埚要先进行灼烧干燥,灼烧时间为马弗炉温度达到 550℃后计时 30 min 以上,干燥器中冷却至室温后称重;

(3)炭化要完全:炭化时要注意通风橱对炭化过程中样品的吸力,半盖坩埚盖,小火缓慢加热至无黑烟产生;使用电炉炭化时坩埚要放在石棉网上,且电炉功率不能太大,防止燃烧过于剧烈造成损失,整个过程避免产生明火;

(4)灰化要完全:放入样品前马弗炉应预先加热达到 550℃,样品灼烧 3 h 后观察是否有未灰化的黑色炭粒,若无,继续灼烧 1 h,若有,待坩埚冷却后,加水润湿残渣,烘干后继续灼烧,直至灰化完全;

(5)灰化终点判断:以时间加样品的灰化状态结合判断,不可单纯以时间来判定灰化终点,灰化终点应为样品残灰呈现灰白色或浅灰色。要注意特殊样品,如铁含量高的样品残灰呈现褐色,锰、铜含量高的样品,残灰呈现蓝绿色;

(6)灰化后,不可立刻从马弗炉中取出坩埚或放置在常温的台面上,应待温度稍微下降后再取出样品,否则易导致坩埚遇冷开裂;

(7)玉米蛋白粉、大米蛋白粉等样品灰化后容易有黑色碳粒,需要加水烘干后再次灰化;

(8)一般饲料样品先灰化 3 h,再灰化 1 h,即可达到恒重,但部分样品(玉米蛋白粉、大米蛋白粉等)按照国标规定的温度和时间灰化不完全,应适当延长灰化时间,使样品中的有机物完全氧化,减少实验误差^[11,12]。

有研究表明,马弗炉的预热时间、预热温度和坩埚摆放方式的变化都会导致结果偏差^[13]。

4 饲料中水分的测定

饲料中水分的测定一般采用 GB/T 6435-2014《饲料中水分的测定》^[14],分直接干燥法和减压干燥法。使用该标准时,一定要注意该标准不适用的样品类型,特别是玉米及其他谷物等。该标准中提到的 GB/T 21305-2007《谷物及谷物制品水分的测定 常规法》^[15]已经废止。玉米水分按 GB/T 10362-2008《粮油检验 玉米水分测定》^[16]标准进行检测。但由于玉米的水分含量直接影响交易双方的结算,最好由交易双方通过协议约定检测方法。

4.1 直接干燥法

(1)烘干温度:按国标推荐温度(103±2)℃执行;

(2)样品不可铺的太厚或太薄,应符合标准中规定“使样品铺开约 0.3 g/cm²”,根据经验厚度一般不超过 0.5 cm;

(3)样品制备要选择合适的粉碎设备,不可使用旋风磨,粉碎全部通过 1 mm(18 目)标准筛,经四分法制得试样,

放于样品袋内,密封。粉碎或研磨过程样品暴露在空气中的时间会影响检测结果^[17];

(4)称量皿使用时必须戴洁净棉质手套,在烘干过程中不要随意打开烘箱门;

(5)称量皿应松散均匀的摆放在烘箱内,平均每立方分米烘箱内最多放一个,不可碰触烘箱壁,样品烘干时要打开器皿盖,样品从烘箱中取出时,应戴棉质手套从烘箱内快速盖上器皿盖后再取出,立刻放入干燥器内;

(6)应注意干燥器内干燥剂的颜色,一般使用变色硅胶,一旦出现吸潮变色,应立即放入烘箱内烘干或者更换新的干燥剂;

(7)烘箱温度设置要准确,温度要按照烘箱检定(或校准)时给出的校准温度来设置,测样前应提前让温度升至检测方法要求的温度。同时要注意烘箱实际工作温度的稳定性^[17]。烘箱烘干时间过长会导致过多的非水分损失,从而导致结果偏高^[18]。

采样时样品的代表性、存储条件会影响检测结果的代表性^[17]。一些含有挥发性成分的饲草和饲料样品不适合直接干燥法^[19]。

4.2 减压干燥法

(1)适用于脂肪含量高、液体或半固体的样品;

(2)温度及真空达到设定条件时开始计时;

(3)脂肪含量较高的样品,因高温脂肪容易氧化,烘干时间过长反而会增重,应以增重前的质量为准。

5 饲料中钙的测定

饲料中钙的测定一般采用 GB/T 6436-2018《饲料中钙的测定》^[20]。

国标中有两种测定方法:高锰酸钾法和乙二胺四乙酸二钠络合滴定法,这两个方法均为滴定法。若是植物性饲料原料或其他钙含量较低的样品,可选用 GB/T 13885-2017《饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法》^[21]进行检测,该方法检出限为 50 mg/kg。测定时要根据样品的类别、性质选择合适的前处理方式,湿法消解加入高氯酸后,严禁蒸干,通常也可和总磷测定共用一份处理液。

5.1 高锰酸钾法注意事项

(1)甲基红指示剂应定期配制,于棕色瓶中可储存 2 个月左右;

(2)生成草酸钙沉淀时应注意:将试样分解液于电炉上小心煮沸,向烧杯中慢慢滴加加热的草酸铵溶液(42 g/L),并不断搅拌,如果溶液变为橙色,应补加盐酸溶液(1:3,体积比)使其变为红色,再煮沸数分钟,防止沉淀形成细小颗粒,草酸铵溶液应提前加热;

(3)室温下放置过夜(12 h)或沸水浴加热 2 h, 使沉淀陈化;

(4)洗涤草酸钙沉淀时, 应使用无灰的中速定量滤纸, 必须沿滤纸边缘向下洗, 使沉淀集中于滤纸中心, 以免损失。每次洗涤不得超过漏斗体积的 $2/3$ ^[22];

(5)高锰酸钾标准溶液滴定时, 最初 1~2 滴滴入变红, 红色褪去速度较慢, 不断搅拌使溶液均匀, 随后可匀速滴定, 边滴边搅拌, 当滴入后红色面积越来越大时, 即快到滴定终点, 最后半滴滴入, 摇匀后溶液呈粉红色, 30 s 不褪色, 即到终点。配制高锰酸钾标准溶液时, 需要标定后使用。

5.2 乙二胺四乙酸二钠络合滴定法注意事项

(1)要注意加入掩蔽剂的顺序, 每加一种试剂, 均需充分混匀, 若是顺序出现差错或未摇匀, 建议重做;

(2)淀粉溶液应现用现配;

(3)三乙醇胺本身黏度较大, 配成 50%(V/V)的溶液便于使用; 乙二胺由于挥发性较强, 也可配成 50%(V/V)的溶液使用^[21];

(4)加入氢氧化钾溶液调节 pH 值到强碱性后应立即进行滴定, 防止钙沉淀, 一般此时的 pH 值应大于 12;

(5)应在黑色背景下进行滴定, 因钙黄绿素指示剂不稳定, 一般用固体, 指示剂加入量过多, 会影响滴定终点颜色的判断。

6 饲料中总磷的测定

饲料中总磷的测定一般采用 GB/T 6437-2018《饲料中总磷的测定 分光光度法》^[23]。

(1)注意标准适用范围, 本标准适用于饲料原料及饲料产品, 饲料添加剂要按照其产品标准规定的方法进行相关指标的检测, 比如, 饲料添加剂磷酸氢钙中总磷含量测定应按照其产品标准 GB 22549-2017《饲料添加剂 磷酸氢钙》^[24]的规定执行;

(2)磷标准贮备液: 制备好的磷标准贮备液(50 $\mu\text{g/mL}$)需置于聚乙烯瓶中, 4 $^{\circ}\text{C}$ 可储存 1 个月;

(3)显色剂: 避光保存, 放置时间不宜过久, 使用前应检查是否有絮状物和沉淀生成, 若有则不能继续使用;

(4)干灰化: 国标规定“炭化后, 在 550 $^{\circ}\text{C}$ 灼烧 3 h(或测粗灰分继续进行)”, 对于称样量较大的情况, 应适当延长灼烧时间, 保证彻底灰化, 同时需注意检查坩埚是否炸裂;

(5)湿法消解时注意安全, 加入高氯酸后应防止蒸干;

(6)盐酸溶解法适用于载体内不含有机物的微量元素预混合饲料;

(7)分光光度计在使用时, 吸光度一般在 0.2~0.8 之间时误差较小, 低含量样品应加大称样量或增大移取体积,

高含量样品应适当进行稀释, 使样品的吸光度在标准曲线的范围内;

(8)不同类型样品应选择相应的前处理方式, 每次测定时应重新绘制标准曲线。有人检测总磷时不做标准曲线, 一直沿用之前的回归方程进行计算结果。

7 饲料中粗脂肪的测定

饲料中粗脂肪的测定一般采用 GB/T 6433-2006《饲料中粗脂肪的测定》^[25]。

(1)注意国标的适用范围, 先分 B 类再分 A 类, 油籽和油籽残渣不适用于本标准。膨化膨胀类饲料原料及膨化类饲料产品, 使用索氏直接抽提法测定粗脂肪结果严重偏低, 应采用酸水解法^[26]。乳粉类产品使用索氏直接抽提法测定粗脂肪结果严重偏低, 建议采用食品方法进行检测^[27];

(2)石油醚要使用沸点范围 40~60 $^{\circ}\text{C}$ 的, 用脱脂棉覆盖样品易有颗粒流出, 建议用滤纸包样品。滤纸包的高度要低于提取器虹吸管的高度;

(3)注意回流的速度和时间, 调节加热装置, 使每小时至少回流 10 次, 一般样品要求回流 60 次以上, 若回流次数达不到, 可适当延长回流时间或提高加热温度;

(4)抽提好的样品放入烘箱干燥前, 应先在通风橱内晾一会, 挥发除去残留的石油醚;

(5)如使用自动抽提仪或索氏抽提仪, 以仪器的使用方法为参考, 用质控样验证仪器提取效果, 并调节最佳蒸馏速度;

(6)可用无水乙醚代替石油醚进行抽提样品;

(7)抽提过程严禁明火加热, 保持室内良好的通风^[28]。最好在通风柜中进行。

8 饲料中粗纤维的测定

饲料中粗纤维的测定一般采用 GB/T 6434-2006《饲料中粗纤维的含量测定 过滤法》^[29], 注意该方法的适用范围, 粗纤维低于 10 g/kg 的饲料样品不能用此法进行检测。

(1)样品的粒度对结果的影响较大, 一般要全部通过 1 mm 标准筛, 有研究表明, 粒度越大, 粗纤维含量越高^[30];

(2)控制样品的称样量在 1 g 左右, 称样量太大时, 酸碱洗涤不完全^[31];

(3)根据样品的脂肪和碳酸盐含量情况选择合适的前处理方式: 粗脂肪含量小于 10%、碳酸盐含量小于 5%的样品, 不需要进行预处理。粗脂肪含量大于 10%的样品, 按规定方法进行预脱脂, 否则消耗碱影响结果; 碳酸盐含量大于 5%的试样, 按照规定方法进行除碳酸盐, 否则消耗酸影响结果;

(4)氢氧化钾溶液配制时, 应使用煮开后冷却的蒸馏水, 以除去水中的 CO_2 ;

(5)硫酸溶液和氢氧化钾溶液使用量较大,每次配制溶液体积要满足测定样品需要量;

(6)石油醚应选用沸点范围 40~60 °C;

(7)酸碱消煮时,溶液易发生暴沸,温度不可过高,为防止溶液迅速上冒,应时刻观察溶液沸腾状态,保持微沸;

(8)沸腾期间保持体积不变,可在烧杯外壁溶液高度划线标记,通过补加冷的蒸馏水到标线处,来保持液体酸碱浓度基本恒定;

(9)清洗残渣时要用热的蒸馏水,切记应提前备好,否则会影响实验进度;

(10)干燥前必须将丙酮挥发完全后再放入烘箱;

(11)灰化时注意事项同灰分测定。

除上述方法外,滤袋法测定粗纤维也越来越受关注,该方法具有操作简单、效率高、准确度高等特点,并且部分样品用国标法和滤袋法测得粗纤维结果差异不显著^[30,32]。

9 饲料中水溶性氯化物的测定

饲料中水溶性氯化物的测定一般采用 GB/T 6439-2007《饲料中水溶性氯化物的测定》^[33]。

(1)根据试样是否含有机物,选择对应的试样溶液制备方法;

(2)加入过量的硝酸银溶液要剧烈振摇,使形成的氯化银沉淀被充分包裹,减少氯化银和硫氰酸银的转化,促使沉淀凝聚;

(3)控制滴定速度,终点颜色要仔细观察,空白试验应和样品同时进行;

(4)应注意国标中计算公式空白值不能是负值;

(5)本标准是根据氯离子来计算氯化钠含量的,由于饲料中添加其他原料可能带入氯离子,通过此法测定的氯化钠含量可能会有比实际添加量高的情况^[22];

(6)滴定时如不出现沉淀,且颜色褪去较快,建议棕红色不褪色 5 s 即记录滴定体积,并采用 GB/T 6439-92《饲料中水溶性氯化物的测定方法》^[34]中附录 A 的方法对结果进行验证。

10 小 结

饲料常规营养指标的测定是粗略评定饲料营养价值的基本方法之一,也是进行饲料原料和产品质量控制的基础依据。把握好营养指标配方含量高低,控制好饲料产品营养均衡,可节约企业的生产成本,提高生产效率,从而增加经济效益。实验室在开展检测前,一定要认真选择现行有效的方法。在实际采用这些检测方法时,一定要开展检测方法的验证或确认,不能采用未经验证或确认的检测方法。检测过程中的细微操作差异,都可能导致结果偏差,因此在检测过程中应注意每一个细微的环节,采取规范操

作和控制措施,确保检测结果的准确性和可靠性非常重要。在计算检测结果时,要注意结果的保留位数。在对检测结果进行合规性或符合性判定时,要结合该饲料原料或饲料产品的基本营养指标的合理范围。当出现数据异常或超出合理范围时,要找出检测过程中可能出现的误操作或不规范操作。查找原因时不要忽视检测过程的环境条件、试剂材料等。当检测值在临界值附近时,除多次重复检测外,最好进行不确定度评定^[35,36]。日常检测时,可以参考 GB/T 27043-2012 常态化开展多种形式的实验室间能力比对^[37]。除上述化学方法检测饲料常规营养指标外,近红外光谱法也被广泛应用^[38-40],但化学方法是建立近红外定标模型的重要基础,这一点往往被忽略。

参考文献

- [1] 张丽英. 饲料分析及饲料质量检测技术 第3版[M]. 北京: 中国农业大学出版社, 2007.
Zhang LY. Technique of feed analysis and feed quality control Page 3 [M]. Beijing: China Agricultural University Press, 2007.
- [2] GB/T 6432-2018 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法[S].
GB/T 6432-2018 Determination of crude protein in feeds-Kjeldahl method [S].
- [3] Bicsak, Ronald C. Comparison of Kjeldahl method for determination of crude protein in cereal grains and oilseeds with generic combustion method: Collaborative study [J]. J AOAC Int, 1993, 76(4): 780-786.
- [4] Marco A, Rubio R, Compano R, et al. Comparison of the Kjeldahl method and a combustion method for total nitrogen determination in animal feed [J]. Talanta, 2002, 57(5): 1019-1026.
- [5] GB/T 601-2016 化学试剂 标准滴定溶液的制备[S].
GB/T 601-2016 Preparation of chemical reagent, standard titrimetric solution[S].
- [6] 梁世岳, 李海花, 陈龙宾, 等. 凯氏定氮法与杜马斯燃烧法检测饲料粗蛋白质含量的比较[J]. 中国饲料, 2019, (17): 108-111.
Liang SY, Li HH, Chen LB, et al. Comparison between Kjeldahl method and Dumas combustion method for the detection of crude protein content in feed [J]. China Feed, 2019, (17): 108-111.
- [7] 朱国霞, 哈玲津, 王金娥, 等. 杜马斯燃烧法测定饲料粗蛋白的实验教学改革初探[J]. 农家科技, 2017, (7): 334-335.
Zhu GX, Ha LJ, Wang JE, et al. The reform of experimental teaching of determining crude protein in feed by Dumas combustion method [J]. Farm Technol, 2017, (7): 334-335.
- [8] 赵玉富, 咸伟玥. 杜马斯燃烧法快速测定蛋白质含量[J]. 黑龙江科技信息, 2013, (17): 2-3.
Zhao YF, Xian WY. Rapid determination of protein content by Dumas combustion method [J]. Sci Technol Heilongjiang, 2013, (17): 2-3.
- [9] 樊霞, 肖志明, 张维, 等. 杜马斯燃烧法与凯氏定氮法测定植物源性饲料原料中粗蛋白质含量的比较[J]. 饲料工业, 2014, 35(24): 47-53.
Fan X, Xiao ZM, Zhang W, et al. Comparison of Kjeldahl and Dumas

- combustion methods for the determination of crude protein in feedstuffs [J]. *Feed Ind*, 2014, 35(24): 47–53.
- [10] GB/T 6438-2007 饲料中粗灰分的测定[S].
GB/T 6438-2007 Determination of crude ash in feeds [S].
- [11] 曾根滨, 曹庆云. 饲料中粗灰分含量测定方法的优化探索[J]. *饲料研究*, 2017, (4): 48–53.
Zeng GB, Cao QY. Optimization of determination method of crude ash content in feed [J]. *Feed Res*, 2017, (4): 48–53.
- [12] 程建华, 熊升伟, 姜涛, 等. 灼烧恒质对饲料粗灰分测定的影响研究[J]. *粮食储藏*, 2009, (38): 43–47.
Cheng JH, Xiong SW, Jiang T, *et al*. Influence of ignition to constant weight on the determination of feed crude ash [J]. *Grain Stor*, 2009, (38): 43–47.
- [13] Thiex N, Novotny L, Crawford A. Determination of ash in animal feed: AOAC official method 942.05 revisited [J]. *J AOAC Int*, 2012, 95(5): 1392–1397.
- [14] GB/T 6435-2014 饲料中水分的测定[S].
GB/T 6435-2014 Determination of moisture in feedstuffs [S].
- [15] GB/T 21305-2007 谷物及谷物制品水分的测定 常规法[S].
GB/T 21305-2007 Cereals and cereal products-determination of moisture content-Routine method [S].
- [16] GB/T 10362-2008 粮油检验 玉米水分测定[S].
GB/T 10362-2008 Inspection of grain and oil-Determination of moisture content of corn [S].
- [17] Ahn JY, Kil DY, Kong C, *et al*. Comparison of oven-drying methods for determination of moisture content in feed ingredients [J]. *Asian-Austral J Animal Sci*, 2014, 27(11): 1615–1622.
- [18] Thiex N, Richardson CR. Challenges in measuring moisture content of feeds [J]. *J Anim Sci*, 2003, 81(12): 3255–3266.
- [19] Nancy T, Terri VE. Comparisons of Karl Fischer method with oven methods for determination of water in forages and animal feeds [J]. *J AOAC Int*, 1999, 82(4): 799–808.
- [20] GB/T 6436-2018 饲料中钙的测定[S].
GB/T 6436-2018 Determination of calcium in feeds [S].
- [21] GB/T 13885-2017 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法[S].
GB/T 13885-2017 Determination of calcium, copper, iron, magnesium, manganese, potassium, sodium and zinc in feeds-Atomic absorption spectroscopy [S].
- [22] 何绮霞. 饲料 8 大常规成分分析操作注意事项[J]. *饲料广角*, 2011, (7): 38–42.
He QX. Matters needing attention in the operation of 8 major routine components analysis of feedstuff [J]. *Feed Wide Angle*, 2011, (7): 38–42.
- [23] GB/T 6437-2018 饲料中总磷的测定 分光光度法[S].
GB/T 6437-2018 Determination of phosphorus in feeds-Spectrophotometry [S].
- [24] GB 22549-2017 饲料添加剂 磷酸氢钙[S].
GB 22549-2017 Feed additives-Dicalcium phosphate [S].
- [25] GB/T 6433-2006 饲料中粗脂肪的测定[S].
GB/T 6433-2006 Determination of crude fat in feedstuffs [S].
- [26] 王满红, 张海峰, 刘建国, 等. 膨化饲料中粗脂肪含量测定方法的研究[J]. *实验动物科学*, 2013, 30(1): 35–37, 41.
Wang MH, Zhang HF, Liu JG, *et al*. A comparative study on determining methods of crude fat in extruded feed [J]. *Lab Animal Sci*, 2013, 30(1): 35–37, 41.
- [27] GB 5009.6-2016 食品安全国家标准 食品中脂肪的测定[S].
GB 5009.6-2016 National food safety standard-Determination of fat in food [S].
- [28] 高志存, 袁雪波, 段平波, 等. 饲料常规成分检测应注意的问题[J]. *畜牧与饲料科学*, 2012, 33(8): 42–44.
Gao ZC, Yuan XB, Duan PB, *et al*. Attention problems in feed conventional ingredients detection [J]. *Anim Husb Feed Sci*, 2012, 33(8): 42–44.
- [29] GB/T 6434-2006 饲料中粗纤维的含量测定 过滤法[S].
GB/T 6434-2006 Determination of crude fibre content in feed-Filtration method [S].
- [30] 张森, 张媛媛, 苏宇辰, 等. 饲料粒度及分布对国标法和滤袋法测定粗纤维的影响及两种方法的差异比较[J]. *粮食与饲料工业*, 2015, (9): 62–66.
Zhang S, Zhang YY, Su YC, *et al*. Influence of feed size and distribution for determination of crude fiber by the national standard method and filter bag method and the difference of the two methods [J]. *Cereal Feed Ind*, 2015, (9): 62–66.
- [31] 何绮霞. 饲料中粗纤维测定的问题分析[J]. *广东饲料*, 2013, 22(12): 36–37.
He QX. Analysis on determination of crude fiber in feed [J]. *Guangdong Feed*, 2013, 22(12): 36–37.
- [32] 张晨, 李泽民, 张洁, 等. 聚酯网袋法测定饲料中粗纤维含量的研究[J]. *动物营养学报*, 2019, 31(6): 2875–2881.
Zhang C, Li ZM, Zhang J, *et al*. Determination of crude fiber content in feeds using polyester mesh bag method [J]. *Chin J Anim Nutr*, 2019, 31(6): 2875–2881.
- [33] GB/T 6439-2007 饲料中水溶性氯化物的测定[S].
GB/T 6439-2007 Determination of water soluble chloride in feed [S].
- [34] GB/T 6439-1992 饲料中水溶性氯化物的测定方法[S].
GB/T 6439-1992 Method for determination of water soluble chloride in feedstuffs [S].
- [35] GB/T 27418-2017 测量不确定度评定和表示[S].
GB/T 27418-2017 Guide to the evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [36] CNAS-GL 006-2019 化学分析中不确定度的评估指南[S].
CNAS-GL 006-2019 Guidance on quantifying uncertainty in chemical analysis [S].
- [37] GB/T 27043-2012 合格评定 能力验证的通用要求[S].

GB/T 27043-2012 Conformity assessment—General requirements for proficiency testing [S].

- [38] Stephen RD, Richard OP, Kkyung KC, *et al.* Protein content of wheat by near-infrared spectroscopy of whole grain: Collaborative study [J]. J AOAC Int, 1998, 81(3): 587–603.

- [39] GB/T 18868-2002 饲料中水分、粗蛋白质、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法[S].

GB/T 18868-2002 Method for determination of moisture, crude protein, crude fat, crude fibre, lysine and methionine in feeds-Near infrared reflectance spectroscopy [S].

- [40] DB21/T 2048-2012 饲料中粗蛋白、粗脂肪、粗纤维、水分、钙、总磷、粗灰分、水溶性氯化物、氨基酸的测定 近红外光谱法[S].

DB21/T 2048-2012 Determination of crude protein, crude fat, crude fibre, moisture, calcium, phosphorus, crude ash, water-soluble chlorides, amino in feeds-Near infrared reflectance spectroscopy [S].

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



陆 静, 工程师, 主要研究方向为饲料与食品检测技术。

E-mail: lu-j888@163.com



李 俊, 博士, 研究员, 主要研究方向为饲料加工与质量安全。

E-mail: lijun08@caas.cn

“农药、兽药以及重金属残留分析”专题征稿函

食用产品中农药、兽药以及重金属的残留问题是国内外广泛关注的课题。

鉴于此, 本刊特别策划了“农药、兽药以及重金属残留分析”专题, 由福州大学化学学院的付凤富教授和中山大学化学学院的李攻科教授共同担任专题主编主要围绕食品中农兽药残留与重金属检测方法、风险评估、重金属与农药分析、农兽药的代谢与迁移转化、农兽药与重金属残留样品前处理方法、农兽药与重金属残留检测技术与应用、农兽药与重金属残留现场检测技术、农兽药与重金属残留市场监测与结果分析等或者您认为与本专题相关有意义的领域展开论述和研究, 综述及研究论文均可。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊主编吴永宁研究员、专题主编付凤富教授、李攻科教授及编辑部全体成员特别邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。

本专题计划在 2020 年 8 月出版, 请在 2020 年 6 月 15 日前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并审稿合格后优先发表。

同时烦请您帮忙在同事之间转发一下, 再次感谢您的关怀与支持!

谢谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com(备注: 投稿请登录食品安全质量检测学报主页-作者登录-注册投稿-投稿选择“专题: 农药、兽药以及重金属残留分析”)

E-mail: jfoodsqq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部