

**LY**

# 中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1176—95

---

## 粉状松针膏饲料添加剂的试验方法

1995-06-22 发布

1995-12-01 实施

---

中华人民共和国林业部 发布

粉状松针膏饲料添加剂的试验方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了粉状松针膏饲料添加剂各项物理化学指标的分析检验方法。  
本标准适用于粉状松针膏饲料添加剂。

2 引用标准

GB 6435 饲料水分的测定方法

3 分析方法

3.1 水分的测定

3.1.1 原理

试样在 105±2℃烘箱内烘干,直至恒重,逸失的重量为水分。

3.1.2 仪器和设备

3.1.2.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

3.1.2.2 电热式恒温烘箱:可控制温度为 105±2℃。

3.1.2.3 称样皿:玻璃,直径 40 mm 以上,高 25 mm 以下。

3.1.2.4 干燥器:用变色硅胶作干燥剂。

3.1.3 测定步骤

洁净玻璃称样皿,在 105±2℃烘箱中烘 1 h,取出,在干燥器中冷却 30 min,称准至 0.000 2 g,再烘干 30 min,同样冷却称重,直至两次重量之差小于 0.000 5 g 为恒重。

用已恒重玻璃称样皿称取两份平行样,每份约 2 g,准确至 0.000 2 g,不盖称样皿盖,在 105±2℃烘箱中烘 3 h(以温度达到 105℃开始计时),取出,盖好称样皿盖,在干燥器中冷却 30 min,称重。再同样烘干 1 h,冷却称重,直至两次称重之重量差小于 0.002 g。

3.1.4 测定结果的计算

3.1.4.1 计算见式(1):

$$X_1(\%) = \frac{W_1 - W_2}{W_1 - W_0} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:  $W_1$ ——烘干前试样及称样皿重, g;

$W_2$ ——烘干后试样及称样皿重, g;

$W_0$ ——已恒重的称样皿重, g;

$X_1$ ——水分含量, %。

3.1.4.2 重复性

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。两个平行样测定值相差不得超过

0.2%，否则重做。

### 3.2 β-胡萝卜素含量的测定

#### 3.2.1 原理

粉状松针膏饲料添加剂试样，用丙酮-正己烷混合液提取，提取液经氧化镁-硅藻土层析柱，分离制得的胡萝卜素溶液，用分光光度计在 436 nm 处测其光密度。

#### 3.2.2 仪器和设备

3.2.2.1 分光光度计：任何型号。

3.2.2.2 层析柱：CC-17-01。

3.2.2.3 坩埚：瓷质，100 mL。

3.2.2.4 高温炉：电加热，配套有电阻炉温度控制器，可控制温度  $600 \pm 20^\circ\text{C}$ 。

3.2.2.5 干燥器：用变色硅胶作干燥剂。

3.2.2.6 分析天平：感量 0.000 1 g。

3.2.2.7 实验室用玻璃研钵。

3.2.2.8 玻璃漏斗：6 cm 直径。

3.2.2.9 分液漏斗：250 mL。

3.2.2.10 容量瓶：100 mL。

3.2.2.11 玻璃水泵或真空泵。

#### 3.2.3 试剂和溶液

3.2.3.1 丙酮(GB 686)：分析纯。

3.2.3.2 正己烷(Q/HGZ—122)：分析纯。

3.2.3.3 碳酸镁：化学纯。

3.2.3.4 丙酮-正己烷溶液：丙酮 10 mL 及正己烷 90 mL 混合均匀。

3.2.3.5 轻质氧化镁(HGB 3114)：化学纯。

3.2.3.6 硅藻土(Q/HG 12—137)：化学纯。

3.2.3.7 吸附剂：称取定量的氧化镁与硅藻土(重量 1 : 1)混合均匀，装入瓷坩埚，放入高温炉内，在  $600^\circ\text{C}$  下煅烧 4 h，待温度降低到  $100 \sim 200^\circ\text{C}$  时，放入干燥器中冷却，密封备用。

3.2.3.8 无水硫酸钠(HG 3—908)：分析纯。

#### 3.2.4 测定步骤

称取 1 g 左右粉状松针膏饲料添加剂样品于研钵中，准确至 0.000 2 g；加入碳酸镁 0.1 g，用量筒量取丙酮 40 mL、正己烷 60 mL 混匀，于样品中加入 15~20 mL 丙酮-正己烷混合液一起研磨 5 min，静置使残留物沉降，将上层液体过滤到分液漏斗中，将余下丙酮-正己烷溶液分 3~4 次倒入残留物中研磨、静置、过滤，再将残留物用每份 25 mL 丙酮洗涤两次，再用 25 mL 正己烷洗涤一次，合并洗涤液，用 100 mL 的蒸馏水，分五次洗去提取液中的丙酮。将上层液置于盛有 9 mL 丙酮的 100 mL 容量瓶中，用正己烷稀释至标记。然后用活化的氧化镁和硅藻土(1 : 1)的混合物装入层析柱，将管连接于吸瓶上，用玻璃水泵或真空泵抽空，并用一平头的装置轻轻压实吸附剂，使表面平整，吸附剂在柱体中高度为 10 cm 左右。在吸附剂之上，置一层无水硫酸钠，高度 1 cm。

连续地抽吸过滤瓶，倾注提出液于柱体上，待柱顶部提取液刚流尽，马上用丙酮-正己烷(1 : 9)的混合液 50~100 mL，将显色的胡萝卜素洗涤下。在整个操作中柱体顶部要覆盖着一层溶剂。

收集全部洗出液，量其体积。

用分光光度计在 436 nm 处，测定 β-胡萝卜素溶液的光密度。

在整个操作过程中应尽量避光。

#### 3.2.5 测定结果的计算

##### 3.2.5.1 计算见式(2)：

$$X_2(\text{mg/kg}) = \frac{1\ 000A}{196L \cdot d_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中： $X_2$ ——样品中 $\beta$ -胡萝卜素含量，mg/kg；

$A$ ——光密度；

$L$ ——比色皿厚度，cm；

$d_1$ ——粉状松针膏饲料添加剂干样品重与提取液体积之比，g/mL；

196——计算系数。

### 3.2.5.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定，以其算术平均值为结果，允许相对偏差为3%。

## 3.3 维生素E含量的测定

### 3.3.1 原理

用氢氧化钾皂化维生素E，使其生成 $\alpha$ -生育酚， $\alpha$ -生育酚与三氯化铁、 $\alpha$ ， $\alpha$ -联吡啶作用产生红色溶液在520 nm处有最大吸收，当维生素E浓度在2~15  $\mu\text{g/mL}$ 时符合比尔定律。

### 3.3.2 仪器和设备

3.3.2.1 分光光度计：任何型号。

3.3.2.2 旋转蒸发器：转速为100 r/min。

3.3.2.3 棕色锥形瓶：250 mL。

3.3.2.4 分液漏斗：500 mL。

3.3.2.5 分析天平：感量0.0001 g。

### 3.3.3 试剂和溶液

3.3.3.1 95%乙醇(GB 679)：分析纯。

3.3.3.2 无水乙醇(GB 678)：分析纯。

3.3.3.3 40%乙醇溶液：取203 mL无水乙醇(GB 678，分析纯)加蒸馏水240 mL混匀。

3.3.3.4 乙醚(HG 3—1002)：分析纯。

3.3.3.5 石油醚(HG 3—1003)：分析纯，沸程60~90℃。

3.3.3.6 乙醚-石油醚混合液：取1份体积乙醚(HG 3—1002，分析纯)，与3份体积石油醚(HG 3—1003，分析纯，沸程60~90℃)混匀备用。

3.3.3.7 20%(W/V)氢氧化钾水溶液：取20 g氢氧化钾(GB 2306，分析纯)用蒸馏水溶解并稀释至100 mL。

3.3.3.8 15%(W/V)硫酸钠水溶液：取无水硫酸钠(HG 3—908，分析纯)15 g用蒸馏水溶解并稀释至100 mL。

3.3.3.9 0.2%三氯化铁无水乙醇溶液：称取0.334 g三氯化铁( $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ，HG 3—1085，分析纯)用无水乙醇(GB 678，分析纯)定容到100 mL。

3.3.3.10 0.5%  $\alpha$ ， $\alpha$ -联吡啶无水乙醇溶液：称取0.5 g  $\alpha$ ， $\alpha$ -联吡啶(Q/HG 12—462，分析纯)，用无水乙醇(GB 678，分析纯)定容至100 mL。

### 3.3.4 测定步骤

称取粉状松针膏饲料添加剂2~3 g，精确至0.0002 g，置于250 mL棕色锥形瓶中，加95%乙醇50 mL，乙醚10 mL，在搅拌情况下回流煮沸。通过冷凝器加入20%(W/V)氢氧化钾水溶液20 mL，搅拌回流25~30 min，稍冷却，立即用20 mL蒸馏水淋洗冷凝器，加石油醚40 mL。

将锥形瓶上层澄清物转入500 mL分液漏斗中，再将瓶中剩余物倒入玻砂漏斗，抽滤，并用少量40%乙醇溶液洗涤残渣，将过滤液和洗涤液混合一起转入盛有上层澄清液的500 mL分液漏斗中，加乙

醚-石油醚溶液(1:3)50 mL,蒸馏水 40 mL,充分振摇,静置分层后,下层醇溶液放入另一 500 mL 分液漏斗中,用 80 mL 乙醚-石油醚溶液分两次萃取,最后弃去下层,提取液合并至第一分液漏斗中,用 50 mL 40%乙醇水溶液与 50 mL 蒸馏水各洗一次,弃去洗液(必要时加 15%硫酸钠水溶液数滴以破坏乳化),提取液通过棉花滤入 250 mL 磨口烧瓶中。

将上述乙醚-石油醚提取液用旋转蒸发器在 40℃以下真空蒸发,残渣溶于无水乙醇并定容至 100 mL。

吸取上清液 2 mL 于一带塞棕色瓶中,另一棕色瓶加入无水乙醇 2 mL,两瓶分别加入 0.2%三氯化铁无水乙醇溶液 1.0 mL,并开始记录时间,立即往每瓶加入 0.5%α,α-联吡啶无水乙醇溶液 1.0 mL,无水乙醇 21.0 mL,密塞振摇使完全均匀,反应开始 9.5 min 后,将溶液置于 1 cm 比色皿中,当加入三氯化铁无水乙醇溶液达到 10 min 时,用分光光度计在波长 520 nm 处测定溶液的光密度。

### 3.3.5 测定结果的计算

#### 3.3.5.1 计算见式(3):

$$X_3(\text{mg/kg}) = \frac{0.302A}{L \cdot d_2} \times 1000 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:  $X_3$ ——样品中维生素 E 含量,mg/kg;

$L$ ——比色皿厚度,cm;

$A$ ——光密度;

$d_2$ ——粉状松针膏饲料添加剂干样重与无水乙醇溶液体积之比,g/mL;

0.302——计算系数。

#### 3.3.5.2 重复性

每个试样取两个平行样进行测定,以其算术平均值为结果,允许相对偏差为 3%。

### 3.4 粉末粒度测定

#### 3.4.1 仪器

3.4.1.1 标准分样筛:孔径 1 mm。

3.4.1.2 天平:感量 0.01 g。

#### 3.4.2 测定步骤

称取粉状松针膏饲料添加剂 100 g,放入规定的标准分样筛内,手工筛 5 min,直到筛不下物料为止,然后称筛上残留物料重量。

#### 3.4.3 测定结果的计算

$$X_4(\%) = \frac{W_1}{W} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:  $X_4$ ——筛上残留物料百分数,%;

$W_1$ ——筛上残留物料重量,g;

$W$ ——粉状松针膏饲料添加剂试样重量,g。

#### 3.4.4 误差与重现性

3.4.4.1 检验结果计算到小数点后第一位,第二位四舍五入。

3.4.4.2 过筛损失不得超过 1%,平行测定允许误差不超过 1%,求其平均数即为检验结果。

**附加说明：**

本标准由中华人民共和国林业部提出。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所负责起草。

本标准主要起草人周维纯、王金秋、赵秀藏、宋强。