



中华人民共和国国家标准

GB/T 10649—202X
代替 GB/T 10649—2008

微量元素预混合饲料混合均匀度的测定

Determination of mixing homogeneity for mineral premix

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

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 10649—2008《微量元素预混合饲料混合均匀度的测定》，与GB/T 10649—2008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“范围”（见第1章，2008版的第1章）；
- b) 更改“采样”、“实验制备”为“样品”（见4.4，2008版的第6章、第7章）；
- c) 更改了比色法的实验步骤（见第4.5，2008版的第8章）
- d) 增加了“第二法 原子吸收光谱法”（见第5章）。

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：长沙兴嘉生物工程股份有限公司、正大预混料（天津）有限公司、昕嘉生物技术（长沙）有限公司

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1989年首次发布为GB/T 10649—1989；2008年第一次修订；

——本次为第二次修订。

微量元素预混合饲料混合均匀度的测定

1 范围

本文件描述了微量元素预混合饲料混合均匀度的测定方法。

本文件中“第一法 比色法”适用于含铁的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定；“第二法 原子吸收光谱法”适用于不含铁，含铜的微量元素预混合饲料的混合均匀度的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 13885 饲料中钙、铜、铁、镁、锰、钾、钠和锌含量的测定 原子吸收光谱法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 第一法 比色法

4.1 原理

试样用酸溶解后，以盐酸羟胺将样品溶液中的三价铁离子还原成二价铁离子，再与显色剂邻菲罗啉反应，生成橙红色的络合物，用比色法测定铁的吸光度，以同一批试样铁含量（即单位质量的吸光度）的差异评价产品混合均匀度。

4.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水：GB/T 6682，三级。

4.2.2 浓盐酸。

4.2.3 盐酸羟胺溶液（100 g/L）：称取 10 g 盐酸羟胺溶于水中，再用水稀释至 100 mL，摇匀，保存于棕色瓶中并置于冰箱内 4℃~8℃ 保存。

4.2.4 乙酸盐缓冲溶液（pH≈4.5）：称取 8.3 g 无水乙酸钠溶于水中，再加入 12 mL 冰乙酸，并用水稀释至 100 mL，摇匀。

4.2.5 邻菲罗啉溶液（1 g/L）：称取 0.1 g 邻菲罗啉加入 80℃ 水 80 mL 溶解，冷却后用水稀释至 100 mL，摇匀，保存于棕色瓶中并置于冰箱内 4℃~8℃ 保存。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平：精度 0.0001 g。

4.3.2 分光光度计：带 1 cm 比色皿。

4.4 样品

4.4.1 采样

4.4.1.1 本法所需样品应单独采制。

4.4.1.2 每一批饲料抽取 10 个有代表性的原始样品，每个样品的重量为 50 g~100 g。样品取样点应考虑该批次总袋数、方位深度或料流的代表性，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。

4.4.2 试样制备

样品的制备应按 GB/T 20195 的规定进行。将上述每个样品在实验室内充分混匀，微量元素预混合饲料一般无需粉碎，只需将上述样品单独保存。

4.5 测定步骤

平行做 10 份试验。准确称取 1 g~10 g 试样（精确至 0.0001 g）于 250 mL 烧杯中，加少量水润湿，缓慢滴加 20 mL 浓盐酸（4.2.2），防样液溅出，摇匀后再加入 50 mL 水搅匀，转移到 250 mL 容量瓶，用水稀释至 250 mL，摇匀，过滤。如有必要可进一步稀释，使试样溶液中铁浓度约为 10 μg/mL。准确移取 2 mL 溶液于 25 mL 容量瓶中加入 1 mL 盐酸羟胺溶液（4.2.3），充分混匀，5 min 后加入 5 mL 乙酸盐缓冲溶液（4.2.4），摇匀，再加入 5 mL 邻菲罗啉溶液（4.2.5），用水稀释至 25 mL，充分混匀，放置 30 min，以试剂空白作参比，用分光光度计在 510 nm 波长处测定试液的吸光度值。按此步骤依次测定出同一批次 10 个试液中的吸光度值 $A_1, A_2, A_3, A_4, \dots, A_{10}$ 。

4.6 试验数据处理

由于试液中铁离子含量与其吸光度值存在线性关系，所以试样中铁含量以单位质量的吸光度值 X_i 表示。

4.6.1 单位质量的吸光度值 X_i

铁的单位质量的吸光度值 X_i 按式（1）计算：

$$X_i = \frac{A_i}{m_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

A_i ——第 i 个试液的吸光度值；

m_i ——第 i 个试样的质量，单位为克（g）。

4.6.2 单位质量的吸光度值平均值 \bar{X}

铁的单位质量的吸光度值平均值 \bar{X} 按式（2）计算：

$$\bar{X} = \frac{(X_1 + X_2 + X_3 + \dots + X_{10})}{10} \dots\dots\dots (2)$$

4.6.3 单位质量的吸光度值的标准差 S

铁的单位质量的吸光度值的标准差 S 按式（3）计算：

$$S = \sqrt{\frac{(X_1 - \bar{X})^2 + (X_2 - \bar{X})^2 + (X_3 - \bar{X})^2 + \cdots + (X_{10} - \bar{X})^2}{10-1}} \quad \text{..... (3)}$$

4.6.4 混合均匀度值

混合均匀度值以同一批次的单位质量的吸光度值的变异系数 CV 值表示， CV 值越大，混合均匀度越差。

10个试液铁的单位质量的吸光度值的变异系数 CV 值，数值以%表示，按式（4）计算：

$$CV = \frac{S}{X} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

计算结果保留至小数点后2位。

5 第二法 原子吸收光谱法

5.1 原理

通过原子吸收光谱法测定铜的含量，以同一批次试样中铜的质量分数的变异系数来反映所测产品的混合均匀度。

5.2 样品

同4.4。

5.2.1 试样制备

样品的制备应按GB/T 20195的规定进行。

5.3 测定步骤

按GB/T 13885的规定测定10个试样中铜的质量分数 $w_1, w_2, w_3, w_4, \dots, w_{10}$ 。

5.4 试验数据处理

5.4.1 铜的质量分数的平均值 \bar{w}

铜的质量分数的平均值 \bar{w} 按式（5）计算：

$$\bar{w} = \frac{(w_1 + w_2 + w_3 + \cdots + w_{10})}{10} \quad \text{..... (5)}$$

5.4.2 铜的质量分数的标准差 S

铜的质量分数的标准差 S 按式（6）计算：

$$S = \sqrt{\frac{(w_1 - \bar{w})^2 + (w_2 - \bar{w})^2 + (w_3 - \bar{w})^2 + \cdots + (w_{10} - \bar{w})^2}{10-1}} \quad \text{..... (6)}$$

5.4.3 混合均匀度值

混合均匀度值以同一批次铜的质量分数的变异系数 CV 值表示， CV 值越大，混合均匀度越差。

10个试样铜的质量分数的变异系数 CV 值，数值以%表示，按式（7）计算：

$$CV = \frac{S}{w} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

计算结果保留至小数点后 2 位。
