



中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 14698—2002
代替 GB/T 14698—1993

饲料显微镜检查方法

Test method of feed microscopy

2002-07-02 发布 2003-01-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料显微镜检查方法

GB/T 14698—2002

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号

邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 10 千字

2002 年 10 月第一版 2002 年 10 月第一次印刷

印数 1—1 000

*

书号: 155066 · 1-18781 定价 8.00 元

网址 www.bzcbs.com

*

科 目 618—416

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是 GB/T 14698—1993《饲料显微镜检查方法》的修订版。

本版对 GB/T 14698—1993《饲料显微镜检查方法》修订的主要技术内容如下：

- 原标准主题内容与适用范围中的“单一饲料”一词改为“饲料原料”；
- 原标准中 8.3 氯仿处理改为四氯化碳处理；
- 以茚三酮试验代替米隆(Millon)试剂试验；
- 增加一项碘试验；
- 结果表示：取消对“气味”的判定；“结论”一词改为“判定意见”。

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：国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人：杨海鹏、杨林、钱昉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：GB/T 13882—1993。

饲料显微镜检查方法

1 范围

本标准规定了饲料原料及配合饲料的显微镜检查方法。

本标准适用于饲料原料及配合饲料的显微镜定性检查。

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 14699.1 饲料采样方法

SB/T 10274 饲料显微镜检查图谱

3 原理

借助显微镜扩展检查者的视觉功能,参照各饲料标准样品和杂质样品的外形、色泽、硬度、组织结构、细胞形态及染色特征等,对样品的种类、品质进行鉴别和评价。

4 仪器

- 4.1 立体显微镜:放大 7 倍~40 倍,可变倍。
- 4.2 生物显微镜:三位以上换镜旋座,放大 40 倍~500 倍。
- 4.3 放大镜:3 倍。
- 4.4 标准筛:可套在一起的孔径 0.42 mm、0.25 mm、0.177 mm 的筛及底盘。
- 4.5 研钵。
- 4.6 点滴板:黑色和白色。
- 4.7 培养皿、载玻片、盖玻片。
- 4.8 尖头镊子、尖头探针等。
- 4.9 电热干燥箱、电炉、酒精灯及实验室常用仪器。

5 试剂及溶液

除特殊规定外,本标准所用的试剂均为化学纯,水为蒸馏水。

- 5.1 四氯化碳: ρ (相对密度)为 1.589 g/mL。
- 5.2 丙酮(3+1):3 体积的丙酮(ρ 为 0.788 g/mL)与 1 体积的水混合。
- 5.3 盐酸溶液(1+1):1 体积盐酸(ρ 为 1.18 g/mL)与 1 体积的水混合。
- 5.4 硫酸溶液(1+1):1 体积硫酸(ρ 为 1.84 g/mL)与 1 体积的水混合。
- 5.5 碘溶液:0.75 g 碘化钾和 0.1 g 碘溶于 30 mL 水中,贮存于棕色瓶内。
- 5.6 茚三酮溶液:溶解 5 g 茚三酮于 100 mL 水中。
- 5.7 硝酸铵溶液:10 g 硝酸铵溶于 100 mL 水中。
- 5.8 钼酸盐溶液:20 g 三氧化钼溶入 30 mL 氨水与 50 mL 水的混合液中,将此液缓慢倒入 100 mL 硝酸(ρ 为 1.46 g/mL)与 250 mL 水的混合液中,微热溶解,冷却后与 100 mL 硝酸铵溶液(5.7)混合。

- 5.9 悬浮剂Ⅰ:溶解 10 g 水合氯醛于 10 mL 水中,加入 10 mL 甘油,混匀,贮存在棕色瓶中。
- 5.10 悬浮剂Ⅱ:溶解 160 g 水合氯醛于 100 mL 水中,并加入 10 mL 盐酸溶液(5.3)。
- 5.11 硝酸银溶液:溶解 10 g 硝酸银于 100 mL 水中。
- 5.12 间苯三酚溶液:溶解 2 g 间苯三酚于 100 mL95%的乙醇中。

6 比照样品

- 6.1 饲料原料样品:按国家有关实物标准执行。
- 6.2 掺杂物样品:搜集木屑、稻谷壳粉、花生荚壳粉等可能的掺假物。
- 6.3 杂草种子:搜集常与谷物混杂的杂草种子,大多可在谷物加工厂清理工序下脚料中找到。储于编号的玻璃瓶中。
- 6.4 可按照 SB/T 10274 中的图谱进行对比。

7 直接感官检查

首先以检查者的视、嗅、触觉直接检查试样。

将试样摊放于白纸上,在充足的自然光或灯光下对试样进行观察。可利用放大镜。必要时以比照样品在同一光源下对比。观察目的在于识别试样标示物质的特征,注意掺杂物、热损、虫蚀、活昆虫等。检查有无杂草种子及有害微生物感染。

嗅气味时应避免环境中其他气味干扰。嗅觉检查目的在于判断被测试样标示物质的固有气味。并检查有无腐败、氨臭、焦糊等其他不良气味。

手捻试样目的在于判断试样硬度等手感特征。

8 试样制备

8.1 分样

按 GB/T 14699.1 饲料采样方法,混匀试样,用四分法分取到检查所需量,一般 10 g~15 g 即可。

8.2 筛分

根据试样粒度情况,选用适当组筛,将最大孔径筛置最上面,最小孔径筛置下面,最下面是筛底盘。将四分法分取的试样置于套筛上充分振摇后,用小勺从每层筛面及筛底各取部分试样,分别平摊于培养皿中[必要时试样可先经四氯化碳处理再筛分(见 8.3)]。

8.3 四氯化碳处理

油脂含量高或粘附有大量细颗粒的试样可先用四氯化碳处理(鱼粉、肉骨粉及大多数家禽饲料和未知饲料最好用此方法处理)。

取约 10 g 试样置 100 mL 高型烧杯中,加入约 90 mL 四氯化碳(5.1)(在通风柜内),搅拌约 10 s,静置 2 min,待上下分层清楚后,用勺捞出漂浮物过滤,稍挥干后置 70℃干燥箱中 20 min,取出冷却至室温后将试样过筛。必要时也可将沉淀物过滤、干燥、筛分。

8.4 丙酮处理

因有糖蜜而形成团块结构或水分偏高模糊不清的试样,可先用此法处理。取约 10 g 试样置 100 mL 高型烧杯中,加入约 70 mL 丙酮(5.2)搅拌数分钟以溶解糖蜜,静置沉降。小心倾析,用丙酮重复洗涤、沉降、倾析两次。稍挥干后置 60℃干燥箱中 20 min,取出于室温下冷却。

8.5 颗粒或团粒试样处理

置几粒于研钵中,用研杆碾压使其分散成各组分,但不要再将组分本身研碎。初步研磨后过孔径为 0.42 mm 筛。根据研磨后饲料试样的特征,依照 8.2,8.3,8.4 进行处理。

9 立体显微镜检查

将上述摊有试样的培养皿置立体显微镜下观察,光源可采用充足的散射自然光或用阅读台灯(要注意用比照样品在同一光源下对比观察),用台灯时入照光与试样平面以 45° 角度为好。

立体显微镜上载台的衬板选择要考虑试样色泽,一般检查深色颗粒时用白色衬板;检查浅色颗粒时用黑色衬板。检查一个试样可先用白色衬板看一遍,再用黑色衬板看。

检查时先看粗颗粒,再看细颗粒。先用较低放大倍数,再用较高放大倍数。

观察时用尖镊子拨动、翻转,并用探针触探试样颗粒。系统地检查培养皿中的每一组分。

为便于观察可对试样进行木质素染色、淀粉质染色等(见 12)。在检查过程中以比照样品在相同条件下,与被检试样进行对比观察。

记录观察到的各种成分,对不是试样所标示的物质,若量小称为杂质(参考相应国家标准规定的有关饲料含杂质允许量),若量大,则称为掺杂物。要特别注意有害物质。

10 生物显微镜检查

将立体显微镜下不能确切鉴定的试样颗粒及试样制备时筛面上及筛底盘中的试样分别取少许,置于载玻片上,加两滴悬浮液 I (5.9),用探针搅拌分散,浸透均匀,加盖玻片,在生物显微镜下观察,先在较低倍数镜下搜索观察,然后对各目标进一步加大倍数观察。与比照样品进行比较。取下载玻片,揭开盖玻片,加一滴碘溶液(5.5),搅匀,再加盖玻片,置镜下观察。此时淀粉被染成蓝色到黑色,酵母及其他蛋白质细胞呈黄色至棕色。如试样粒透明度低不易观察时,可取少量试样,加入约 5 mL 悬浮液 II (5.10),煮沸 1 min,冷却,取 1~2 滴底部沉淀物置载玻片上,加盖玻片镜检。

11 主要无机组分的鉴别

将干燥后的沉淀物(8.3)置于孔径 0.42 mm、0.25 mm、0.177 mm 筛及底盘之组筛上筛分,将筛出的四部分分别置于培养皿中,用立体显微镜检查(参照 9),动物和鱼类的骨、鱼鳞、软体动物的外壳一般是易于识别的。盐通常呈立方体;石灰石中的方解石呈菱形六面体。

12 鉴别试验

用镊子将未知颗粒放在点滴板上,轻轻压碎,以下工作均在立体显微镜下进行,将颗粒彼此分开,使之相距 2.5 cm,每颗周围滴一滴有关试剂,用细玻棒推入液体,并观察界面处的变化。

12.1 硝酸银试验

将未知颗粒推入硝酸银(5.11)溶液中,观察现象。

12.1.1 如果生成白色晶体,并慢慢变大,说明未知颗粒是氯化物。

12.1.2 如果生成黄色结晶,并生成黄色针状,说明未知颗粒为磷酸氢二盐或磷酸二氢盐。

12.1.3 如果生成能略为溶解的白色针状,说明是硫酸盐。

12.1.4 如果颗粒慢慢变暗,说明未知颗粒是骨。

12.2 盐酸试验

将未知颗粒推入盐酸溶液(5.3)中,观察现象。

12.2.1 如果剧烈起泡,说明未知颗粒为碳酸盐。

12.2.2 如果慢慢起泡或不起泡,则该试样还需进行 12.3、12.4 试验。

12.3 钼酸盐试验

将未知颗粒推入钼酸盐溶液(5.8)中,观察现象。

如果在接近未知颗粒的地方生成微小黄色结晶,说明未知颗粒为磷酸三钙或磷酸盐、磷矿石或骨(所有磷酸盐均有此反应,但磷酸二氢盐和磷酸氢二盐均已用硝酸银鉴别)。

12.4 硫酸试验

将未知颗粒上滴加盐酸溶液(5.3)后,再滴入硫酸溶液(5.4),如慢慢形成细长的白色针状物,说明未知颗粒为钙盐。

12.5 茚三酮试验

将茚三酮溶液(5.6)浸润未知颗粒,加热到约 80℃,如未知颗粒显蓝紫色,说明是蛋白质。

12.6 间苯三酚试验

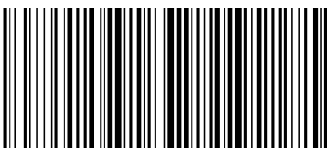
将间苯三酚溶液(5.12)浸润试样,放置 5 min,滴加入盐酸溶液(5.3),如试样含有木质素,则显深红色。

12.7 碘试验

在未知颗粒上滴加碘溶液(5.5),如试样中含有淀粉,则显蓝紫色。

13 结果表示

结果表示应包括试样的外观、色泽及显微镜下所见到的物质,并给出所检试样是否与送检名称相符的判定意见。



GB/T 14698-2002

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-18781

定价: 8.00 元

*

科目 618—416