

ICS 65. 120

CCS B 46



ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ КИТАЙСКОЙ НАРОДНОЙ РЕСПУБЛИКИ

GB/T 19164 – 2021

Заменяет GB/T 19164 – 2003

СЫРЬЕВОЙ МАТЕРИАЛ - РЫБНАЯ МУКА

Дата опубликования 11-10-2021

Дата введения в действие 01-05-2022



Издан Главным государственным Управлением КНР по контролю и регулированию рынка и Государственным комитетом по стандартизации Китая

Введение

Данный стандарт был разработан в соответствии с GB/T 1.1-2020 «Руководящие принципы работы по стандартизации, часть 1: структура документов по стандартизации и правила составления».

Настоящий стандарт заменяет соответствующие положения стандарта GB/T 19164-2003 "Рыбная мука". Основные изменения исключением структурных корректировок и редакционных изменений в данном стандарте по сравнению со стандартом GB/T 19164-2003 заключается в следующем:

- Добавлены термины и определения для муки из красной рыбы, муки из белой рыбы, муки из филе рыбы (см. Главу 3);

- Добавлены классификация и технические требования к рыбной муке (см. Главу 4);

- Изменен индекс классификации муки из красной и белой рыбы (см. 4.3, 3.3 издания 2003 г.);

- Добавлено 17 общих аминокислот/фаза белка, глицин/17 общих аминокислот, сумма долей ДНА и ЕРА жирных кислот рыбной муки, а также элементы малонового диальдегида (см. 4.3);

- Исключены показатели сырого жира, метионина, перевариваемости пепсина, кислотного числа масла, мочевины, хрома (в пересчете на шестивалентный хром), размер измельченных частиц и примеси и связанное с ними содержание (см. 3.3, 4.2.3, 4.2.9, 4.2.10, 4.2.12, 4.2.13, 4.2.15, 4.2.16, 4.2.17, приложение Б и приложение С издания 2003 г.);

- Изменены физико-химические показатели, такие как сырой протеин, лизин, сырая зола, песок, соль и летучие основания (см. 4.3, 3.3 издания 2003 г.);

- Изменены методы испытаний на содержание песка и летучих оснований азота (см. 6.11, 6.13 и Приложение С, 4.2.7, 4.2.11 и Приложение А издания 2003 г.),

- Изменены пункты заводского контроля (см. 7.2, 5.3.1 издания 2003 г.)

- Добавлен расчет результата общего количества 17 видов аминокислот в рыбной муке/сырого протеина и глициновой кислоты/общего количества 17 видов аминокислот в рыбной муке.

Метод определения процентного содержания ДГК и ЭПК жирных кислот в рыбной муке (см. Приложения А и Б).

Настоящий документ предложен и регулируется Национальным техническим комитетом по стандартизации кормовой промышленности (SAC/TC 76).

Этот документ составлен: Китайская ассоциация производителей кормов, New Hope Liuhe Co., Ltd., Tongwei Co., Ltd., Guangdong Hengxing Feed Industry Co., Ltd., Guangdong Haid Group Co., Ltd., Шаньдунская инспекция качества кормов Институт Сучжоуского университета, Шаньдунский институт морских ресурсов и окружающей среды, Национальный животноводческий комплекс.

Основные составители настоящего стандарта: Ван Ливэнь, Е Юаньту, Ли Цзюньлин, Го Цзиюань, Чжан Фэнпин, Хуан Чжичэн, Цзян Чунь, Чжан Жуохань, Ван Шисинь, Цзян Сяося, Ян Си, У Шихуэй, Чжан Лу, Сюэ Минь, Ай Чуньсян, Се Шоуци, Сюй Цзяньбинь.

Настоящий стандарт неоднократно переиздавался, история переиздания данного стандарта следующая: GB/T 19164-2003

СЫРЬЕВОЙ МАТЕРИАЛ

РЫБНАЯ МУКА

1. Область применения

Настоящий стандарт определяет и устанавливает технические требования, отбор проб, методы испытаний, правила проверки, маркировку, упаковку, транспортировку, хранение и срок годности рыбной муки в качестве сырьевого материала. Настоящий стандарт распространяется на сырьевой материал муки из красной рыбы, муки из белой рыбы и муки из филе рыбы.

2. Нормативная документация

Для применения настоящего документа необходимы следующие документы. Для датированных ссылок к этому документу применяется только датированная версия. Для недатированных ссылок к этому документу применяется последнее издание (включая все поправки).

GB/T 601 Химические реактивы Приготовление стандартных растворов для титрования

GB/T 6432 Определение сырого протеина в кормах Метод Кьельдаля

GB/T 6435 Определение влажности кормов

GB/T 6438 Определение сырой золы в сырье

GB/T 6439 Определение водорастворимого хлорида в корме

Спецификации воды лаборатории анализа

GB/T 6682 и методы испытаний

GB/T 8170 Правила числового округления, представление и оценка предельных значений

GB/T 10647 Терминология кормовой промышленности

GB 10648 Этикетка для кормов

GB 13078 Стандарт гигиены кормов

GB/T 14698 Метод микроскопического исследования кормового сырья

GB/T 14699.1 Отбор проб корма

GB/T 15399 Определение серосодержащих аминокислот в кормах – ионообменная хроматография

GB/T 18246 Определение содержания аминокислот в кормах

GB/T 18823 Допустимые ошибки при определении результатов испытаний кормов

GB/T 20195 Подготовка проб кормов для животных

GB/T 23742 Определение нерастворимой в соляной кислоте золы в кормах

GB/T 23884 Определение биогенных аминов в кормах животного происхождения – Высокоэффективная жидкостная хроматография

GB/T 28717—2012 Определение содержания малонового диальдегида в кормах — высокоэффективная жидкостная хроматография

3. Термины и определения

В настоящем стандарте применяются термины и определения, определенные в стандарте GB/T 10647 и следующих документах.

3.1

мука из красной рыбы

Это продукт, полученный путем варки, прессования, сушки и измельчения цельной рыбы (за исключением сырой рыбы для муки из белой рыбы) в качестве сырья.

Примечание 1: Сырьем в основном является рыба, не предназначенная для употребления в пищу человеком.

Примечание 2: Мука из красной рыбы включает муку из рыбы и креветок.

3.2

мука из белой рыбы

В качестве сырья используется белая рыба, таких как треска и скумбрия, или оставшиеся после переработки рыбопродуктов части (в том числе кости рыб, внутренние органы рыб, рыбные головы, хвосты, кожа и плавники и т. д.), варят и прессуют, сушат и измельчают полученный продукт.

3.3

Рыбная мука из побочных продуктов переработки рыбы

В качестве сырья используется остатки от переработки рыбы (в том числе кости рыбы, внутренние органы рыбы, рыбные головы, хвосты рыбы, кожа и плавники рыбы и т.д.) Продукт, полученный путем варки, прессования, сушки и измельчения.

Примечание. Содержит выловленную в море рыбу и другие побочные продукты переработки.

4 Технические требования

4.1 Требования к сырью

Сырье должно быть новым, и не следует использовать сырье, которое испорчено, имеет болезни, чрезмерное количество пестицидов и остатков ветеринарных препаратов или загрязнено токсичными и вредными веществами, такими как нефть или тяжелые металлы. Майлу должен провести сортировку сырья, убрать песок, камни, растения, металлы и прочую мелочь. Для обеспечения безопасности использования могут быть добавлены добавки, антиоксиданты и консерванты (см. каталог добавок к материалам) и добавка Кеджи № 6.

4.2 Внешний вид и свойства продукции

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с требованиями таблицы 1.

Таблица 1. Внешний вид и свойства

Характеристики	Мука из красной рыбы	Мука из белой рыбы	Мука из рыбного филе
Цвет	Рыбная мука из красной рыбы желто-коричневая, коричневая и другого нормального для рыбной муки цвета; рыбная мука из белой рыбы имеет желтовато-белый цвет		
Структура	Сыпучая, с очевидной волокнистой структурой, без слеживания, без плесени	Сравнительно сыпучая, волокнистость структуры довольно очевидна, без слеживания, без плесени	Мягкое порошковое состояние, без слеживания, без плесени
Запах	Имеет рыбный запах, без запаха горелого и прогорклого масла	С нормальным запахом рыбной муки, без зловония, без запах горелого и явного прогорклого масла	С нормальным запахом рыбной муки, без зловония, без запах горелого и явного прогорклого масла

4.3 Физико-химические показатели

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями Таблицы Физико-химические показатели см. в Таблице 2

Физико-химические показатели Таблица 2

Показатель	Мука из красной рыбы				Мука из белой рыбы		Мука из рыбного филе	
	0	1	2	3	1	2	*	**
Сырой протеин/%	≥66.0	≥62.0	≥58.0	≥50.0	≥64.0	≥58.0	≥50.0	≥45.0
Лизин/%	≥5.0	≥4.5	≥4.0	≥3.0	≥5.0	≥4.2	≥3.2	

17 видов аминокислот/сырой белок/ %	≥87.0		≥85.0	≥83.0	≥90.0		≥85.0	
Глицин/ 17 видов аминокислот/%	≤8.0			—	≤9.0		—	
Сумма долей ДГК и ЭПК жирных кислот в рыбной муке/%	≥18.0						—	
Содержание влаги/%	≤10.0							
Зольность/%	≤18.0	≤20.0	≤24.0	≤30.0	≤22.0	≤28.0	≤34.0	
Песок (зола, нерстворимая в соляной кислоте)/%	≤1.5			≤3.0	≤0.4		≤1.5	
Соль (в виде NaCl)/%	≤5.0				≤2.5		≤3.0	≤2.0
Летучее основание азота (VBN)/(мг/г)	≤100	≤130	≤160	≤200	≤70		≤150	≤80
Гистамин/(мг/г)	≤300	≤500	≤1.00 × 10 ³	≤1.50 × 10 ³	≤25.0		≤300	
Малоновый диальдегид в пересчете на сырой жир в рыбной муке/%	≤10.0	≤20.0	≤30.0		≤10.0	≤20.0	≤10.0	

* Всего 17 видов аминокислот: цистин, метионин, аспарагиновая кислота, треонин, серин, глутаминовая кислота, глицин, аланин, валин, изолейцин, лейцин, тирозин, сумма фенилаланина, лизина, гистидина, аргинина и пролина.

ДГК: докозагексаеновая кислота (C22:6_{n-3}).

ЭПК: эйкозапентаеновая кислота (C20:5_{n-3}).

Примечание:

0 – Высший сорт/категория

1 – 1 сорт/категория

2 – 2 сорт/категория

3 – 3 сорт/категория

* - рыбы, выловленная в океане

** - другие виды рыб

4.4 Санитарно-гигиенические показатели

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями GB 13078.

5. Отбор проб

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями GB/T 14699.1.

6. Методы испытаний

6.1 Внешний вид и свойства

6.1.1 Образец помещают в белую фарфоровую тарелку, в условиях непрямого солнечного света, но достаточной освещенности, без запаха.

6.1.2 Микроскопическое исследование должно проводиться в соответствии с положениями GB/T 14698.

6.2 Сырой белок

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями GB/T 6432.

6.3 Лизин

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями GB/T 18246.

6.4 Процентное содержание 17 видов аминокислот

6.4.1 Процентное содержание цистина и метионина должно соответствовать требованиям стандарта GB/T 15399.

6.4.2 Процентное содержание аспарагиновой кислоты, треонина, серина, глутаминовой кислоты, глицина, аланина, валина, изолейцина, лейцина, тирозина, фенилаланина, лизина, гистидина, аргинина и пролина должно соответствовать требованиям стандарта GB/T 18246.

6.4.3 Метод расчета общего процентного содержания 17 видов аминокислот должен соответствовать требованиям Приложения А.

6.5 17 видов аминокислот/сырой белок

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями Приложения А.

6.6 Глицин

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB/T 18246

6.7 Глицин/ 17 видов аминокислот

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями Приложения А .

6.8 Сумма долей ДНА и ЕР жирных кислот рыбной муки

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями Приложения Б.

6.9 Содержание влаги

Данный пункт про метод прямой сушки должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB/T 6435

6.10 Зольность

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB/T 6438.

6.11 Доля песка (нерастворимая в соляной кислоте)

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB/T 23742.

6.12 Содержание соли (в NaCl)

Подготовьте образец в соответствии с положениями GB/T 20195, по крайней мере, 200г . Перед проведением анализа и спытаний, образец следует просеять через сито с ячейкой диаметром 1 мм и хорошо перемешать.

6.12.1 Образцы

6.12.2 Взятие проб и образцов

Параллельно делают две пробы, взвешивают 3 г образца (с точностью до 0,1 мг) в тигле, помещают его в электрическую печь и медленно нагревают, постепенно повышая температуру, и обугливают до исчезновения дыма. Поставить тигель в муфельную печь при температуре $550\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ и прокалить 4 часа, вынуть тигель, после снижения температуры до комнатной добавить около 15 мл воды, медленно нагреть на электропечи и варить и параллельно помешивать, перемешивают в течение 1-2 мин, охлаждают до комнатной температуры, переносят весь раствор и остаток в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят до нужного объема, хорошо встряхивают, оставляют на 10 мин, фильтруют, точное пипетирование 10 мл фильтрата, титрование, обработка данных испытаний и точность должны быть выполнены в соответствии с положениями стандарта GB / T 6439

6.13 Летучее основание азота (VBN)

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта Приложения С.

6.14 Гистамин

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB/T 23884.

6.15 Малоновый диальдегид (рассчитано на основе сырого жира в рыбной муке)

После извлечения сырого жира из пробы в соответствии с В.5.1 Приложения Б , сразу взвешивают 1 г сырого жира (с точностью до 0,0001 г) в конической колбе с пробкой. В соответствии с положениями GB/T 28717-2012 7.1 аккуратно добавьте 50 мл смешанного раствора трихлоруксусной кислоты и ЭДТА, встряхните со скоростью 180 раз/мин при температуре 25 °С в течение 30 мин, возьмите около 20 мл экстракта и отцентрифугируйте в 50 мл. В пробирке центрифугировать при 5000 об/мин в течение 5 мин, взять супернатант и выполнить данный пункт в соответствии с положениями стандарта GB/T 28717-2012.

6.16 Санитарно-гигиенические показатели

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB 13078.

7. Правила тестирования

7.1 Формирование партии (продукции)

Произведенный той же командой, из того же исходного сырья, с тем же самым процессом смешивания для получения конечного продукта, готовая рыбная мука пакуется в мешки партии предоставляемой для проведения испытаний, но каждая партия продукции не должна превышать 60 тонн.

7.2 Заводские испытания

Каждая партия продукции должна пройти заводской контроль. Заводская инспекция должна быть проведена отделом контроля качества произведенного подразделения, а также быть поручена органу, проводящему типовые испытания. Объектами контроля должны быть органолептические характеристики, сырой белок, сырые жиры, влажность, содержание соли, золы, пекса и размер гранул, которые могут быстро и точно отражать качество продукта и другие основные технические показатели. На продукцию, прошедшую испытания выдается сертификат соответствия, с таким сертификатом соответствия продукция поступает на склад или вывозится с завода-производителя.

7.3 Типовое испытание

При одном из нижеследующих обстоятельств должно быть проведено типовое тестирование, когда проверяются параметры по всем положениям данного стандарта:

- а) когда производство продукции на предприятии возобновлено после долгого простоя (более чем 3 месяца);
- б) когда сырье для производства продукции было заменено на другое или же технология производства изменилась, что могло бы повлиять на качество продукции;
- в) когда Государственные органы контроля качества продукции предписывают провести типовое тестирование;
- г) когда результаты заводских испытаний значительно отличаются от результатов последнего типового испытания;
- д) при выдаче или новом рассмотрении лицензии на производство рыбной муки;
- е) при нормальном производстве, проведение типового тестирования, но не реже одного раза в 6 месяцев

7.4 Правила вынесения оценок

7.4.1 Если все объекты контроля прошли тестирование, считается, что партия продукции пригодна к реализации.

7.4.2 Если какой-либо из показателей в результатах контроля не соответствует требованиям настоящего стандарта, образцы из той же партии продукции могут быть повторно отобраны для повторного испытания. Если хотя бы один из таких параметров, как микробиологический показатель, содержание хрома, мочевины, гистамина и другие санитарные индикаторы не соответствуют требованиям, или же обнаруживаются плесень, разложение, паразиты и другие явления, то данная партия продукции считается не прошедшей контроль и не должна более использоваться.

Размер гранул не используется в качестве показателя, на котором основываются для оценки качества рыбной муки, а является лишь справочным параметром для пользователей рыбной муки.

7.4.3 Помимо размера гранул, результата проверки и всех остальных параметров продукта должны соответствовать требованиям Стандарта, и, если результаты испытаний соответствуют критериям положений Стандарта, то выносится решение о соответствии для всей партии.

7.4.4 Определение классов качества по номенклатуре: при соответствии определенного пункта (или нескольких пунктов) испытанной выборки

определенному классу делают вывод о том, что представленная партия продукции соответствует классу качества по этому (или нескольким пунктам) показателям.

7.4.5 Определение предельного значения каждого индекса должно быть выполнено в соответствии с положениями стандарта GB/T 8170.

7.4.6 Допустимая ошибка в определении результатов проверки физического и химического индекса. Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB/T 18823 .

8. Маркировка, упаковка, транспортировка, хранение и срок годности

8.1 Маркировка

Данный пункт должен быть выполнен в соответствии с положениями стандарта GB 10648. Если в кормовые добавки добавляются антиоксиданты и консерванты, то также должны быть указаны их названия.

8.2 Упаковка

Используемые упаковочные материалы должны быть чистыми, прочными, сухими, защищенными от света, изготовлены из нетоксичных материалов и не иметь специфического запаха, а качество должно соответствовать требованиям национальных стандартов.

8.3 Транспортировка

Транспортные средства должны быть чистыми и иметь гигиеническое покрытие, без какого-либо специфического запаха. Во время транспортировки, продукция должна быть защищена от солнечного света, дождя, насекомых-вредителей и загрязнения вредными веществами. Продукция не должна соприкасаться с едкими веществами и сильно пахнущими предметами.

8.4 Хранение

Продукт следует хранить в сухом и прохладном месте, чтобы предотвратить попадание влаги, солнечного света, вредителей, вредных веществ и других повреждений.

8.5 Срок годности

Для невскрытой продукции при указанных условиях транспортировки и хранения

срок годности продукции должен соответствовать сроку годности, указанному на этикетке.

Приложение А (обязательное)

А.1 Расчет общего количества 17 видов аминокислот

17 видов аминокислот в образце (включая цистин, метионин, аспарагиновую кислоту, треонин, серин, глутаминовую кислоту, глицин, аланин, валин, изолейцин, лейцин, тирозин. Общее количество кислоты, фенилаланин, лизин, гистидин, аргинин и пролин) вычисляют в массовой доле ω_1 , а значение выражают в процентах (%), рассчитывают по формуле (А.1):

$$\omega_1 = \omega_{a1} + \omega_{a2} + \omega_{a3} + \dots + \omega_{a17} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

ω_{a1} – содержание цистина в пробе, %;

ω_{a2} – содержание метионина в пробе, %;

ω_{a3} – содержание аспарагиновой кислоты в образце, %;

ω_{a4} – содержание треонина в пробе, %;

ω_{a5} – содержание серина в пробе, %;

ω_{a6} – содержание глутаминовой кислоты в образце, %;

ω_{a7} – содержание глицина в пробе, %;

ω_{a8} – содержание аланина в пробе, %;

ω_{a9} – содержание валина в образце, %;

ω_{a10} – содержание изолейцина в пробе, %;

ω_{a11} – содержание лейцина в пробе, %;

ω_{a12} – содержание тирозина в образце, %;

ω_{a13} – содержание фенилаланина в образце, %;

ω_{a14} – содержание лизина в образце, %;

ω_{a15} – содержание гистидина в образце, %;

ω_{a16} – содержание аргинина в образце, %;

ω_{a17} – содержание пролина в образце, %;

Результаты выражаются как среднее арифметическое параллельных определений с точностью до 2-х знаков после запятой.

A.2 Расчет общего количества 17 видов аминокислот/сырой белок

Общее количество 17 видов аминокислот/сырой протеин в пробе рассчитывают в массовой доле ω_2 , а значение выражают в процентах (%), рассчитывают по формуле (A.2):

$$\omega_2 = \frac{w_1}{w_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

ω_1 – общее количество 17 видов аминокислот в образце, %;

ω_2 – содержание сырого белка в пробе (подробнее см. в 6.2), %.

Результаты определения выражаются как среднее арифметическое параллельных определений с оставшимися тремя значащими цифрами.

A.3 Расчет общего количества глицина/17 видов аминокислот

Общее количество глицина/17 видов аминокислот в образце рассчитывают как массовую долю ω_4 , значение выражают в процентах (%) и рассчитывают по формуле (A.3):

$$\omega_4 = \frac{w_{a7}}{w_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

ω_{a7} – содержание глицина в образце, %;

ω_1 – суммарное количество 17 видов аминокислот в образце, %.

Результаты определения выражают как среднее арифметическое параллельных определений с ставшимися двумя значащими цифрами.

Приложение Б (обязательное)**Определение суммы долей ДГК и ЭПК в рыбной муке, общих жирных кислот в рыбной муке****В.1 Основное положение**

Необработанный жир в образце экстрагировали петролейным эфиром, жир омыляли в щелочных условиях и подвергали метилэтерификации с образованием электрических эфиров жирных кислот. Для анализа использовали газовый хроматограф, а метод нормализации площади пика применяли для определения доли ДГК и ЭПК жирных кислот рыбной муки.

3.2 Реагенты или материалы

Если не указано иное, используйте только аналитические реагенты.

В.2.1 Вода: GB/T 6682

В.2.2 н-гептан: особой чистоты, ос.ч.

В.2.3 Метанол: чистый для хроматографии

В.2.4 Диапазон кипения нефти: 30-60°C

В.2.5 Безводная кислота: прокалить при температуре 150°C в течение часа, закрыть и хранить.

В.2.6 Метанольный раствор трифторида бора: 15 % (реализуемый на рынке)

В. 2.7 2% раствор гидроксида натрия в метаноле и 2 г оксигорода растворяют в 100 мл метанола, хорошо перемешайте и отставьте в сторону.

В.2.8 Насыщенный раствор хлорида натрия, взвесить 665 г хлорида натрия и добавить 1000 мл воды, размешайте до растворения, осветлить для последующего использования.

В.2.9 Смешанный раствор метилового эфира ДГК и ЭПК (2.0 мг/мл) Взвесить 20 мг стандартного метилового эфира ДНА. (Номер CAS: 2566-90-7 содержание $\geq 98\%$) (Номер CAS: 2734-47-6, (с точностью до 0,00001 г)

В мерной колбе вместимостью 10 мл растворяют в н-гептане и хранят при влажности ниже -18 °C. Срок годности 3 месяца

В.2.10 Быстрофильтрующая бумага (дозировка)

В.3 Приборы и оборудование

В.3.1 Электронные весы с делением 1 г, 0,000 1 г, 0,00001 г

В.3.2 Газовый хроматограф, оснащенный водородным пламенно-ионизационным детектором (детектор ПИД).

В.3.3 Водяная баня с постоянной температурой, температура может достигать 80 °С, а точность контроля температуры составляет ± 1 °С.

В.3.4 Сушильный бокс: температура может достигать 150°C, а точность контроля температуры составляет +1°C.

В.3.5 Возвратно-поступательный генератор: не менее 180 раз/мин, температура может поддерживаться на уровне $25^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$.

В.3.6 Ротационный испаритель.

В.3.7 Вихревой смеситель.

В.4 Образцы

Подготовьте образец массой не менее 200 г в соответствии со стандартом GB/T 20195, измельчите его так, чтобы он весь прошел через аналитическое сито с диаметром отверстий 1 мм, хорошо перемешайте и поместите в сушильно-размольную установку.

В.5 Процедура испытаний

В.5.1 Экстракция сырого жира

Проведите два эксперимента параллельно. Взвесить 100 г образца, завернуть их в 10 фильтровальных бумажных пакетов (не связывать ватой), поместить в коническую колбу вместимостью 500 мл с пробкой, добавить 300 мл петролейного эфира для пропитки фильтровальных бумажных пакетов, добавить 10 г безводного сульфата натрия, понадобится продувка азотом в течение 30 с. Немедленно закупорить, встряхнуть со скоростью 180 раз/мин на поршневом шейкере в течение 1 ч при температуре 25°C, дать постоять от 2 до 3 мин и перенести экстракт в круглодонную колбу. Мешок из фильтровальной бумаги еще раз промывали 100 мл петролейного эфира, экстракты объединяли и упаривали на ротационном испарителе при 35°C до тех пор, пока петролейный эфир не переливался через край, а остаток представлял собой экстрагированный жир-сырец.

В.5.2 Омыление жиров и метилирование эфиров жирных кислот

После завершения экстракции немедленно отвешивают 0,2 г сырого жира (с точностью до 0,0001 г) в колбу вместимостью 250 мл, добавляют 8 мл 2% раствора гидроксида натрия, далее происходит нагревание с обратным холодильником на водяной бане $80^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ в течение 20 мин, затем добавить 7 мл 15% раствора трифторида бора в метаноле из верхнего конца конденсационного дефлегматора, продолжить кипячение на водяной бане при $80^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ в течение 5 мин, промыть обратный холодильник небольшим количеством воды, прекратить нагревание, снять колбу с водяной бани, использовать лед. Водяную баню быстро охладить до комнатной температуры, аккуратно добавить 10 мл н-гептана, взбалтывать 2 мин, затем 2 мин прибавляют насыщенный водный раствор хлорида натрия, встряхивают 30 с, оставляют для расслоения и экстрагируют от 5 мл верхнего н-гептана в пробирку на 25 мл, добавьте от 3г до 5 г безводного сульфата натрия, встряхните в течение 1 мин, дайте отстояться в течение 5 мин, и наберите раствор верхнего слоя в бутылку для проб.

В.5.3 Стандартные условия газовой хроматографии

Капиллярная колонка, прочная полярная неподвижная фаза из полидифторпропилсилоксана, длиной в 100 м, внутренний диаметр 0,25 мм, толщина пленки 0,2 см или эквивалент.

Температура детектора: 280°C

Температура на входе: 270°C

Температура колонки: начальная 100°C , выдержка 13 мин, $10^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ для нагрева до 180°C , выдержка 6 мин; $1^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ для нагрева до 200°C , выдержка 20 мин; $4^{\circ}\text{C}/\text{мин}$ для нагрева до 230°C , выдержка 10,5 мин.

Объем впрыска: 1,0 л.

Отношение деления/расхода потока: 50:1.

Газ-носитель: азот.

Скорость потока газа-носителя: 1,0 мл/мин.

Расход подпиточного газа: 40 мл/мин.

Скорость потока водорода: 40 мл/мин,

Скорость потока воздуха: 400 мл/мин.

В.5.4 Проба

При оптимальных условиях прибора берут смешанный стандартный раствор метилового эфира ДГК и ЭПК (В.2.9) и раствор образца (В.5.2) соответственно для определения на машине, качественно по времени удерживания и количественно хроматографически методом нормализации площади пика. Газовая хроматография смешанного стандартного раствора ДГК и метилового эфира ЭПК показана на рисунке В.1.

В.6 Обработка тестовых данных (испытания)

Сумму долей ДГК и ЭПК в общем количестве жирных кислот рыбной муки в образце рассчитывают в массовой доле ω , а значение выражают в процентах (%), рассчитывают по формуле (В.1):

$$w_5 = \frac{A_{\text{ДНА}} + A_{\text{ЭПА}}}{\sum A_s} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{В.1})$$

$A_{\text{ДНА}}$ - площадь пика метилового эфира ДГК в растворе образца;

$A_{\text{ЭПА}}$ - площадь хроматографического пика метилового эфира ЭПК в растворе образца;

$\sum A_s$ - сумма площадей пиков каждого метилового эфира жирной кислоты в растворе образца.

Результаты определения выражаются как среднее арифметическое параллельных определений с оставшимися тремя значащими цифрами.

В.7 Степень точности

При условии повторяемости абсолютная разница между двумя независимыми результатами определения составляет не более 10 % от среднего арифметического.

В.8 Газовая хроматография стандартного раствора смешанного метилового эфира ДГК и ЭПК

Газовая хроматография смешанного стандартного раствора метилового эфира ДГК и ЭПК (2,0 мг/мл) показана на рисунке В.1.

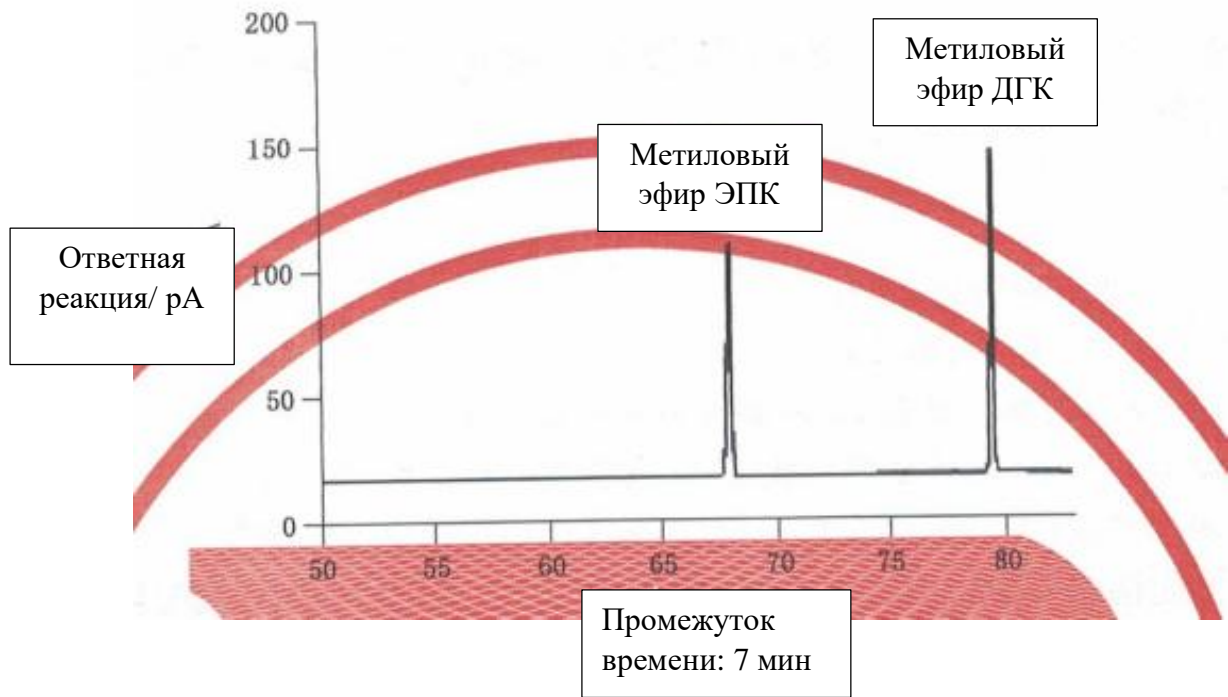


Рисунок В.1 Газовая хроматография стандартного раствора смешанного метилового эфира ДГК и ЭПК (2.0 мг/мл)

Приложение С (обязательное)

Определение летучего основания азота (VBN) в рыбной муке

С.1 Основное положение

Азот летучих оснований отгоняют в щелочном растворе и после поглощения раствора борной кислоты титруют стандартным раствором хлористоводородной кислоты для титрования и по содержанию азота рассчитывают содержание азота летучих оснований.

С.2 Реагенты или материалы

Если не указано иное, используйте только аналитические реагенты.

С.2.1 Вода: GB/T 6682. Свежекипяченая и холодная вода.

С.2.2 Раствор борной кислоты (20 г/л): Взвесьте 20 г борной кислоты, растворите ее в воде и доведите до объема 1000 мл.

С.2.3 Суспензия оксида магния (10 г/л): взвесить 10 г оксида железа, добавить 1000 мл воды, хорошо встряхнуть.

С.2.4 Стандартный раствор для титрования соляной кислоты (HCl) = 0,1 моль/л): в соответствии со стандартом GB/T 601.

С.2.5 Стандартный раствор для титрования соляной кислоты (HCl) = 0,01 моль/л): разбавляют стандартным раствором для титрования соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л (С.2.4). Приготовить непосредственно перед применением.

С.2.6 Стандартный раствор для титрования соляной кислоты ((HCl)=0,02 моль/л): разбавляют стандартным раствором для титрования соляной кислоты с концентрацией 0,1 моль/л (С.2.4). Приготовить непосредственно перед применением.

С.2.7 Раствор метилового красного в этаноле: Взвешивают 0,1 г метилового красного, растворяют в этаноле (95%) и доводят до 100 мл.

С.2.8 Раствор бромкрезолового зеленого в этаноле: взвешивают 0,5 г бромкрезолового зеленого, растворяют в этаноле (95%) и доводят до 100 мл.

С.2.9 Смешанный раствор метилового красного и бромкрезолового зеленого: Смешайте равные объемы раствора метилового красного в этаноле (С.2.7) и раствора бромкрезолового зеленого в этаноле (С.2.8). Приготовить непосредственно перед применением.

С.2.10 Пеногаситель: силиконовое масло.

С.2.11 Лакмусовая бумага (pH): 1-14.

С.3 Приборы и оборудование

С.3.1 Электронные весы с делением: 0,1 г, 0,0001 г.

С.3.2 Возвратно-поступательный генератор: не менее 120 раз/мин.

С.3.3 Прибор для полумикро-определения азота.

С.3.4 Полуавтоматический анализатор азота по Кьельдалю.

С.3.5 Автоматический анализатор азота по Кьельдалю.

С.3.6 Бюретка для кислых растворов: 10 мл.

С.4 Образцы

Подготовьте образец массой не менее 200 г в соответствии со стандартом GB/T 20195, измельчите его так, чтобы он полностью прошел через аналитическое сито с диаметром отверстий 1 мм, хорошо перемешайте и поместите в сушильно-размольную установку.

С.5 Процедура испытаний

С.5.1 Полумикрометод

С.5.1.1 Экстракция

Проведите два эксперимента параллельно. Взвесьте 5 г образца (с точностью до 0,0001 г) и поместите его в коническую колбу на 300 мл с пробкой, аккуратно добавьте 100 мл воды, закройте пробку, встряхивайте со скоростью 120 раз/мин в течение 30 мин при комнатной температуре и дайте настояться 5 мин. Сухая фильтрация, фильтрат/ экстракт пробы.

С.5.1.2 Дистилляция

Проверьте герметичность устройства для определения азота в соответствии со стандартом GB/T 6432, погрузите нижний конец трубки холодильника полумикроустройства для определения азота (С.3.3) в раствор, содержащий 30 мл раствора борной кислоты (С. 2.2) и 3 капли бромметилового метилового красного 10 мл экстракта (см. В.5.1.1) помещают в колбу Эрленмейера смешанного индикатора фенолового зеленого (В.2.9), аккуратно пипеткой

вводят в реакционную камеру определения азота. Промыть пробу 10 мл воды и добавить 2 капли пеногасителя (С.2.10), заткнуть горловину пробы стеклянной пробкой, а затем добавить 15 мл суспензии оксида железа (С.2.3. Хорошо встряхнуть перед использованием), осторожно поднимите стеклянную пробку, чтобы суспензия оксида магния протекла в реакционную камеру, закройте стеклянную пробку, когда суспензия почти потечет в реакционную камеру, и добавьте воду, чтобы закрыть вход, включите переключатель пара, немедленно дистиллировать, после 3 минут дистилляции, используйте индикаторную бумагу рН для измерения. Конечная точка дистилляции достигается, когда рН дистиллята нейтрален. Снимите коническую колбу, оторвите конец трубки для конденсации от поверхности жидкости и промойте конец трубки для конденсации водой 2–3 раза, чтобы получить абсорбирующую жидкость, которую необходимо оттитровать. Параллельно необходимо провести холостой тест реагентов.

Очистите трубку оборудования после дистилляции. Добавьте от 20 до 30 мл воды в реакционную камеру и перегоняйте в течение от 3 до 5 минут, чтобы убедиться, что рН выходящего раствора нейтрален, а оборудование для дистилляции чистое и не загрязнено.

С.5.1.3 Титрование

Немедленно титруют абсорбционный раствор, полученный перегонкой, стандартным раствором для титрования соляной кислоты с концентрацией 0,01 моль/л (С.2.5) от сине-зеленого до серо-красного в виде капель.

С.5.2 Полуавтоматический метод по Кьельдалю

С.5.2.1 Экстракция

Выполните шаги в соответствии с пунктом С.5.1.1.

С.5.2.2 Дистилляция

Проверьте герметичность прибора в соответствии со стандартом GB/T 6432. Работая в соответствии с инструкциями прибора, погрузите нижний конец трубки холодильника прибора в коническую колбу, содержащую 30 мл раствора борной кислоты (С.2.2) и 3 капли смешанного индикатора метилового красного и бромкрезолового зеленого (С.2.9). Аккуратно пипеткой отбирают 20 мл экстракта (см. С.5.1.1) в дистилляционную трубку, добавляют 20 мл воды, капают 2 капли пеногасителя (С.2.10), а затем добавляют 30 мл суспензии оксида магния (С.2.10). 2.3, необходимо хорошо встряхнуть перед использованием), немедленно подключить к дистиллятору, чтобы начать перегонку. После 3 минут перегонки рН дистиллята измеряли с помощью лакмусовой бумаги для определения рН, и конечная точка дистилляции была достигнута, когда рН дистиллята показал нейтральный результат. Снимите коническую колбу, оторвите конец трубки для

конденсации от поверхности жидкости и промойте конец трубки для конденсации водой 2–3 раза, чтобы получить раствор для абсорбции, и титруйте. Одновременно проведите контрольный тест реагента.

Очистите трубку оборудования после дистилляции. Добавьте от 20 до 30 мл воды в дистилляционную трубку и перегоняйте в течение 3–5 минут, чтобы убедиться, что рН дистиллята нейтрален, а оборудование для дистилляции чистое и не загрязнено.

С.5.2.3 Титрование

Абсорбционный раствор, полученный перегонкой, немедленно титруют стандартным раствором для титрования соляной кислоты с концентрацией 0,02 моль/л (С.2.6), и конечная точка титрования представляет собой изменение цвета от сине-зеленого до серо-красного.

С.5.3 Автоматический метод по Кьельдалю

С.5.3.1 Экстракция

Выполните поэтапно все шаги в соответствии с пунктом С.5.1.1

С.5.3.2 Перегонка и титрование

Проверьте герметичность прибора в соответствии со стандартом GB/T 6432. Используйте стандартный раствор для титрования соляной кислоты с концентрацией 0,02 моль/л (С.2.6). В соответствии с инструкцией к прибору сначала проводят определение значения реагента-бланка, чтобы получить значение бланка, аккуратно пипеткой вводят 20 мл экстракта (С.5.1.1) в дистилляционную трубку, добавляют 20 мл воды и добавляют 2 капли пеногасителя (С.2.10), а затем необходимо добавить 30 мл суспензии оксида магния (С.2.3). Хорошо встряхнуть перед использованием, немедленно подключить к дистиллятору и начать измерение. После измерения вовремя очистите и промойте трубку для подачи жидкости и систему дистилляции.

ПРИМЕЧАНИЕ: Чтобы предотвратить засорение трубки, добавьте суспензию оксида железа вручную.

С.6 Обработка тестовых данных (испытания)

Содержание летучего основания азота в пробе рассчитывают в массовых долях, а величину выражают в миллиграммах на гектограмм (мг/100 г), рассчитывают по формуле (С.1):

$$w_6 = \frac{(V_1 - V_0) \times c \times 14}{m \times V_3 / V_2} \times 100 \dots \dots \dots (C.1)$$

c — концентрация стандартного титрового раствора соляной кислоты, моль на литр (моль/л);

V_0 — объем стандартного раствора титрования соляной кислоты, израсходованный холостой пробой реагента, в миллилитрах (мл);

V_1 — объем стандартного титрового раствора соляной кислоты, израсходованный испытуемым раствором, в миллилитрах (мл);

V_2 — объем воды, добавленной во время экстракции, в миллилитрах (мл),

V_3 — объем экстракционного раствора, в миллилитрах (мл);

14 — молярная масса азота, в граммах на моль (г/моль);

m — масса образца, в граммах (г),

100 — результат расчета преобразуется в коэффициент пересчета миллиграммов на гектограмм (мг/100 г). Результаты определения выражаются как среднее арифметическое параллельных определений с оставшимися тремя значащими цифрами.

C.7 Степень точности

При условии повторяемости абсолютная разница между двумя независимыми результатами определения составляет не более 10 % от среднего арифметического.

Список использованной литературы

- [1] Объявление Министерства сельского хозяйства Китайской Народной Республики «Каталог кормовых добавок» и соответствующие объявления Министерства сельского хозяйства Китайской Народной Республики
- [2] Объявление Министерства сельского хозяйства Китайской Народной Республики «Нормативный документ по безопасному использованию кормовых добавок»

Государственный стандарт Китайской Народной Республики

Сырьевой материал - Рыбная мука

GB/T 19164-2021

Опубликовано China Standard Press

Пекин, район Чаоян, Западная улица Хэпинли, 2 (100029),

Пекин, район Сичэн, Северная улица Санли, 16 (100045)

Веб-сайт: www.spc.net.cn

Кабинет главного редактора: (010) 68533533

Издательский центр: (010) 51780238

Отдел обслуживания читателей: (010)68523946

Напечатано на фабрике China Standard Press Qinhuangdao Printing Factory

Место продажи: книготорговая сеть «Синьхуа»

Формат 880×1230 1/16 печатный лист 1.25; кол-во слов 34 000

Первое издание октябрь 2021 г.

ISBN: 1550661-68702

Цена: 21.00 юаней

Если есть ошибка печати, она будет исправлена издательским центром нашей
компанияи.

Ограничения и исключения в области авторских прав

Нарушение должно быть расследовано

Номер телефона для передачи информации или жалоб: (010)68510107



GB/T 19164-2021