



中华人民共和国林业行业标准

LY/T 1566—1999

杨树皮提取物饲料添加剂

Feed additive from poplar bark extract

1999-08-16 发布

1999-12-01 实施

国家林业局 发布

前 言

杨树皮提取物饲料添加剂系采用杨树皮提取物(又称杨树皮类脂)中的生物活性物质制成的具有生物活性的添加剂产品。主要用于配(混)合饲料,以及直接用于畜禽日粮中作添加剂。

本标准规定了杨树皮提取物饲料添加剂的产品质量标准、理化指标、检测方法、验收规则、包装标志、运输和贮存等有关方面内容。

本标准由国家林业局科学技术司提出。

本标准由中国林业科学研究院林产化学工业研究所归口。

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、宋强、张兴黔。

中华人民共和国林业行业标准

杨树皮提取物饲料添加剂

LY/T 1566—1999

Feed additive from poplar bark extract

1 范围

本标准规定了杨树皮提取物饲料添加剂的技术要求、检验方法、检验规则、标志、包装、运输和贮存。本标准适用于杨树皮提取物中的生物活性物质制成的具有生物活性的添加剂产品。

2 技术要求

- 2.1 原料:符合企业或行业标准规定。
- 2.2 产品等级:特级品、一级品和二级品。
- 2.3 产品外观为浅黄绿色,呈粉末状,外表具有油光泽,具有杨树皮特有气味。
- 2.4 产品物理化学指标应符合表 1 要求。

表 1 产品物理化学指标

项 目	指 标		
	特级品	一级品	二级品
水分,% ≤	10	11	12
粗脂肪含量,% ≥	18	16	14
维生素 E 含量,mg/kg ≥	800	700	600
粉末粒度(在孔径 1 mm 筛上残留物料),% ≤	3	4	5

3 检验方法

3.1 抽样方法和样品制备

3.1.1 抽样方法

样品取样,每批总数在 10 袋以下,则每袋均抽取。每批总数超过 10 袋时,取样袋数按式(1)计算:

$$S = 10 + \sqrt{\frac{\text{总袋数} - 10}{2}} \dots\dots\dots (1)$$

计算结果四舍五入取整数。取样袋点分布均匀,每袋取样数量一致,取得试样混合均匀,以四分法缩至 1 kg 左右,分装两个清洁、干燥的密封棕色瓶内。瓶上粘贴标签,注明生产厂名称、产品名称、批号、取样日期及取样人姓名。另外在检验记录簿上应记载取样地点、取样时天气、气温及仓贮情况等。一瓶样品供化验室分析,另一瓶样品密封保存在阴凉干燥处,以备复检。

3.1.2 样品制备

取回样品(不低于 0.5 kg)分成两份。一份样品用于测定粉末粒度;另一份样品用粉碎机粉碎至 40 目,装于棕色密封广口瓶中,作其他几个指标测定用。

3.2 水分测定

3.2.1 原理

试样在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱内,在大气压下烘干,直至恒量,逸失的量为水分。

3.2.2 仪器和设备

分析天平:感量 0.0001 g 。

电热式恒温烘箱:可控制温度为 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

称样皿:玻璃,直径 40 mm 以上,高 25 mm 以下。

干燥器:以变色硅胶作干燥剂。

3.2.3 分析步骤

洁净称样皿,在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 1 h ,取出,在干燥器中冷却 30 min ,称量,准确至 0.0002 g 。再烘干 30 min ,同样冷却,称量,直至两次称量之差小于 0.0005 g 为止。

用已恒量的称样皿称取两份粉碎至 40 目的杨树皮提取物饲料添加剂试样,每份 2 g 左右,准确至 0.0002 g ,不盖称样皿盖,在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干 3 h (以温度达到 105°C 开始计时),取出,盖好称样皿盖,在干燥器中冷却 30 min ,称量。

再同样烘干 1 h ,冷却,称量,直至两次称量之差小于 0.002 g 为止。

3.2.4 结果计算

含水率按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: X_1 ——样品中水分, %;

m_1 —— 105°C 烘干前试样及称样皿质量, g;

m_2 —— 105°C 烘干后试样及称样皿质量, g;

m_0 ——已恒量的称样皿质量, g。

3.2.5 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,报告至小数点后第一位。两个平行样测定值相差不得超过 0.2% ,否则重做。

3.3 粗脂肪的测定

3.3.1 原理

在索氏(Sexhlet)脂肪提取器中用乙醚提取试样,称取提取后残渣质量,用样品风干样量与其相减,再减去水分,即得粗脂肪的量。其中除脂肪外,还有有机酸、磷脂、脂溶性维生素、叶绿素等,因而测定结果称粗脂肪或乙醚提取物。

3.3.2 试剂

无水乙醚(GB/T 12591—1990):分析纯。

3.3.3 仪器设备

分析天平:感量 0.0001 g 。

电热式恒温烘箱:可控制温度为 $50^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ 。

电热式恒温水浴锅:可控制温度为 $37^{\circ}\text{C} \sim 200^{\circ}\text{C}$ 。

索氏脂肪提取器(带球形冷凝管),接受瓶体积为 150 mL 。

脂肪滤纸:取 $\phi 12.5\text{ cm}$ 的定性中速滤纸,放入乙醚中浸泡 24 h ,取出晾干备用。

干燥器:用变色硅胶作干燥剂。

白色涤棉线(或脱脂棉线)。

3.3.4 分析步骤

洁净称样皿,放入脱脂滤纸,在 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 1 h ,取出,在干燥器中冷却 30 min ,称量,再烘干,同样冷却,称量,直至两次称量之差小于 0.001 g 为恒量。

取粉碎至 40 目的杨树皮提取物饲料添加剂试样 1 g 左右(称准至 0.000 2 g),用已恒量的脱脂滤纸包好,用线扎紧,放入 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 120 min(或称测水分后的干试样,折算成风干试样量),将滤纸包好,扎上白色涤棉线。放入脂肪抽提器中,接上接受瓶,向抽提器内加入无水乙醚 100 mL~120 mL,接上冷凝器,在 50°C 左右水浴锅中加热 7 h~12 h(回流次数每小时 7 次~9 次),总回流次数约 70 次左右,或检查抽提管流出的乙醚挥发后不留下油渍为抽提终点。取出滤纸包晾干,直至无乙醚气味,解开滤纸包扎线,将滤纸包打开放入原来称量皿中,移入 $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘 1 h,取出,在干燥器中冷却 30 min,称量,再烘干,同样冷却,称量,直至两次称量之差小于 0.001 g 为恒量。

3.3.5 结果计算

粗脂肪含量按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中: X_2 ——粗脂肪含量,%;

m_2 ——样品绝干质量,g;

m_1 ——滤纸包内无水脱脂样品质量,g;

m ——样品量,g。

其中:

$$m_2 = m(1 - W) \quad \dots\dots\dots (4)$$

W ——含水率,%。

3.3.6 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,粗脂肪含量在 10%以上(含 10%),允许相对偏差为 3%,粗脂肪含量在 10%以下,允许相对偏差为 5%。

3.4 维生素 E 含量测定

3.4.1 原理

用氢氧化钾皂化维生素 E,使其生成 α -生育酚, α -生育酚与三氯化铁、 α 、 α -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 $2 \mu\text{g/mL}$ ~ $15 \mu\text{g/mL}$ 时符合比尔定律。

3.4.2 试剂和溶液

3.4.2.1 95%乙醇(GB/T 679—1994):分析纯。

3.4.2.2 无水乙醇(GB/T 678—1990):分析纯。

3.4.2.3 40%乙醇溶液:取 203 mL 无水乙醇(3.4.2.2)加蒸馏水 240 mL 混匀。

3.4.2.4 乙醚(GB/T 12591—1990):分析纯。

3.4.2.5 石油醚(GB/T 15894—1995):分析纯,沸程 60°C ~ 90°C 。

3.4.2.6 氢氧化钾(GB/T 2306—1980):分析纯。

3.4.2.7 乙醚-石油醚混合液:取 1 份体积乙醚(3.4.2.4)与 3 份体积石油醚(3.4.2.5)混合均匀备用。

3.4.2.8 20%(m/V)氢氧化钾水溶液:取 20 g 氢氧化钾(3.4.2.6)用蒸馏水溶解并稀释至 100 mL。

3.4.2.9 15%(m/V)硫酸钠水溶液:取无水硫酸钠(GB/T 9853—1988,分析纯)15 g 用蒸馏水溶解并稀释至 100 mL。

3.4.2.10 0.2%三氯化铁无水乙醇溶液:称取 0.334 g 三氯化铁($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$,HG3—1085—1997,分析纯)用无水乙醇(3.4.2.2)定容到 100 mL。

3.4.2.11 0.5% α 、 α -联吡啶无水乙醇溶液:称取 0.5 g α 、 α -联吡啶(GB/T 16495—1996,分析纯)用无水乙醇(3.4.2.2)定容到 100 mL。

3.4.3 仪器设备

分析天平:感量 0.000 1 g。

分光光度计:721 型。

旋转蒸发器:转速为 0 r/min~100 r/min。

棕色锥形瓶:250 mL。

分液漏斗:500 mL。

玻砂漏斗:G-2 号。

吸滤瓶。

3.4.4 分析步骤

称取粉碎至 40 目的杨树皮提取物饲料添加剂试样 2 g~3 g(称准至 0.000 2 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%(m/V)氢氧化钾水溶液 20 mL,搅拌回流 25 min~30 min,稍微冷却,立即用 20 mL 蒸馏水淋洗冷凝器,加入石油醚 40 mL。

将棕色锥形瓶中上层澄清液转入 500 mL 分液漏斗中,再将瓶中剩余物倒入玻砂漏斗中抽滤,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,加入乙醚-石油醚混合液(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-石油醚混合液分两次萃取,最后弃去下层,提取液合并至第一分液漏斗中,用 50 mL 40%乙醇溶液与 50 mL 蒸馏水各洗涤一次,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,残渣溶入无水乙醇并定容到 100 mL。

吸取上层清液 2 mL 于一带塞的棕色瓶中,另一棕色瓶中加入无水乙醇 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,无水乙醇溶液 21.0 mL,密塞振摇至完全均匀,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 10 min 时,用分光光度计在波长 520 nm 处测定溶液的吸光度。

3.4.5 结果计算

维生素 E 含量按式(5)计算:

$$X_3 = \frac{0.302A}{L \cdot d_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: X_3 ——样品中维生素 E 含量,mg/kg;

d_2 ——杨树皮提取物饲料添加剂试样量与无水乙醇溶液体积之比,g/mL;

L ——比色皿厚度,cm;

A ——吸光度;

0.302——计算系数。

3.4.6 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%。

3.5 粉末粒度的测定

3.5.1 仪器

标准分样筛:孔径 1 mm。

天平:感量 0.01 g。

3.5.2 分析步骤

称取杨树皮提取物饲料添加剂 100 g,放入规定的标准分样筛内,手工筛 5 min,直至筛不下物料为止,然后称筛中残留的物料质量。

3.5.3 测定结果的计算

计算见式(6):

$$X_4 = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中： X_4 ——筛中残留物料的百分数，%；

m_1 ——筛中残留的物料质量，g；

m ——杨树皮提取物饲料添加剂试样质量，g。

3.5.4 误差与重现性

检验结果计算到小数点后第一位，第二位四舍五入。过筛损失不得超过1%，平行测定允许误差不超过1%，求其平均值即为检验结果。

4 检验规则

4.1 产品合格证

产品出厂必须附有生产单位的产品合格证，合格证上应标明品名、等级、批号、生产日期以及生产单位检验部门负责人的签章证明和证明产品合格的专用公章，收货单位凭产品合格证验收。

4.2 抽样方法及数量见 3.1.1。

4.3 使用单位有权按本标准技术要求和检验方法，对所收到的产品质量进行检验。

4.4 检验结果中有一项指标不符合本标准规定质量指标，应重新取样进行复验，复验结果仍不合格，则本批产品判为不合格品。

4.5 供需双方对检验结果发生争议时，可由双方共同取样委托国家法定的产品质量监督检验机构进行仲裁分析，一切费用由责任方承担。

5 包装、标志、运输和贮存

5.1 产品采用双层袋包装，内衬黑色无毒的聚乙烯塑料薄膜袋，外用化纤编织袋，每袋净重 20 kg，袋口缝合要牢固。

5.2 在包装袋上印刷下列内容：

产品名称、饲料编号、生产日期、有效期、等级、净重、厂名和商标，以及防雨、防潮、防火、防污染等标志。

印色必须无毒。

5.3 产品在运输中应小心装卸，并保持清洁干燥，不允许采用潮湿、污染、肮脏的运输工具，运输途中应防止日晒、雨淋、水淹及虫、鼠害。

5.4 产品应贮存在干燥、清洁、避光、通风、没有虫害和药类污染的库房，在室温下贮存期不超过一年。