



中华人民共和国国家标准

GB/T 14698—2017
代替 GB/T 14698—2002

饲料原料显微镜检查方法

Identification method of feed material by microscopy

2017-09-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 14698—2002《饲料显微镜检查方法》。本标准与 GB/T 14698—2002 相比主要技术变化如下：

- 在文本中删除了配合饲料的相关内容(见 2002 年版第 1 章)；
- 对标准文本结构进行了调整；
- 增加了石油醚脱脂处理方法(见 7.2.3)。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)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)、新希望六和股份有限公司、广州康瑞德生物技术股份有限公司、湖南正虹科技发展股份有限公司。

本标准主要起草人：杨海鹏、郭吉原、刘贤荣、杨林、荣佳、朱正鹏、胡珍君、王虎、钱昉、姜晓霞。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14698—1993、GB/T 14698—2002。

饲料原料显微镜检查方法

1 范围

本标准规定了饲料原料的显微镜检查方法。
本标准适用于饲料原料的显微镜定性检查。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 14699.1 饲料 采样
- GB/T 34269—2017 饲料原料显微镜检查图谱
- 饲料原料目录(中华人民共和国农业部公告 第 1773 号)

3 原理

在显微镜下观察被检查物质的外观形态、组织结构、细胞形态及染色特征等,比照 GB/T 34269—2017,对其种类和品质进行鉴别和评价。

4 仪器

- 4.1 体式显微镜:可放大 7 倍~40 倍。
- 4.2 生物显微镜:可放大 40 倍~500 倍。
- 4.3 放大镜。
- 4.4 标准筛:孔径为 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

除另有说明,本标准所用的试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

- 5.1 四氯化碳。
- 5.2 石油醚:沸点 30 ℃~60 ℃。
- 5.3 丙酮溶液(3+1):3 体积的丙酮与 1 体积的水混合。
- 5.4 盐酸溶液(1+1):1 体积盐酸与 1 体积的水混合。

- 5.5 硫酸溶液(1+1):1 体积硫酸与 1 体积的水混合。
- 5.6 硝酸溶液(1+2.5):1 体积硝酸与 2.5 体积的水混合。
- 5.7 碘溶液:称取 0.75 g 碘化钾和 0.1 g 碘溶于 30 mL 水中,贮存于棕色瓶内。
- 5.8 茚三酮溶液 5 g/L:称取 0.5 g 茚三酮溶解于 100 mL 水中,贮存于棕色瓶内,现用现配。
- 5.9 硝酸铵溶液:10 g 硝酸铁溶于 100 mL 水中。
- 5.10 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,将此液缓慢倒入硝酸溶液(5.6)中,微热溶解,冷却后与 100 mL 硝酸铵溶液(5.9)混合。
- 5.11 悬浮剂 I:称取 10 g 水合氯醛溶解于 10 mL 水中,加入 10 mL 丙三醇,混匀,贮存在棕色瓶中。
- 5.12 悬浮剂 II:称取 160 g 水合氯醛溶解于 100 mL 水中,并加入 10 mL 盐酸溶液(5.4)。
- 5.13 硝酸银溶液:称取 10 g 硝酸银于 100 mL 水中。
- 5.14 间苯三酚溶液 20 g/L:称取 2 g 间苯三酚溶解于 100 mL 95%的乙醇中,置于棕色瓶内。

6 比照样品

6.1 饲料原料比照样品

按照《饲料原料目录》中特征描述收集和准备比照样品。

6.2 掺杂物比照样品

搜集稻谷壳粉、木屑、花生壳粉、皮革粉等可能被用于充当掺杂物或掺假物样品。

6.3 杂草种籽

搜集常与谷物混杂的杂草种籽。

7 试样制备

7.1 取样

按 GB/T 14699.1 采样,抽取有代表性的饲料样品,用四分法缩减取样分取到检查所需量。试样在常温条件下储于具塞玻璃瓶中或密闭的样品袋内。

7.2 试样前处理



7.2.1 筛分

根据试样粒度情况,选用适当标准筛(4.4),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。必要时试样可先经石油醚、丙酮、四氯化碳处理后再筛分(按照 7.2.3、7.2.4 和 7.2.5 处理)。

7.2.2 颗粒或团粒试样处理

取数粒于研钵(4.5)中,用研杆碾压使其分散成各组分,但不应将组分本身研碎。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 7.2.3、7.2.4 和 7.2.5 进行处理。

7.2.3 石油醚脱脂处理

油脂含量高或粘附有大量细颗粒试样(如:鱼粉、肉骨粉、膨化大豆等饲料原料样品),取约 5 g 试样

置于 100 mL 高型烧杯中,加入 50 mL 石油醚(5.2),搅拌 10 s,静置沉降,小心倾析出石油醚,待样品表面石油醚挥发后,置于干燥箱(4.9)中在约 70 °C 开门烘 10 min 或在通风柜内吹干,取出冷却至室温后将样品置于培养皿(4.7)内待检。

警告——此步骤需在通风的环境或通风柜内操作,注意防爆炸、防燃烧。

7.2.4 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 丙酮溶液(5.3)搅拌数分钟以溶解糖蜜,静置沉降。小心倾析,用丙酮溶液(5.3)重复洗涤、沉降、倾析两次。稍挥干后置 60 °C 干燥箱中 20 min,取出于室温下冷却。

警告:此步骤需在通风的环境或通风柜内操作,注意预防有机溶剂中毒。

7.2.5 四氯化碳浮选处理

取约 10 g 试样置于 100 mL 高型烧杯中,加入约 90 mL 四氯化碳(5.1),搅拌约 10 s,静止 2 min~5 min。待上下分层清晰后,将漂浮在上层的物质用勺捞出或采用倾析过滤法分离出,待表面浮选剂挥发后,置于干燥箱(4.9)中在(70±2) °C 烘 10 min~20 min,取出冷却至室温后将样品置于培养皿(4.7)内待检。另将沉淀物倒出放入培养皿(4.7)内,待表面浮选剂挥发后,置于干燥箱(4.9)中在(70±2) °C 烘 10 min~20 min,取出冷却至室温后将样品置于培养皿(4.7)内待检。必要时可将漂浮物、沉淀物过筛。

警告:此步骤需在通风的环境或通风柜内操作,注意预防有机溶剂中毒。

8 检查步骤

8.1 感官检验

将 50 g~100 g 试样摊放于白纸上,在充足的自然光下对试样进行感官检查,检查者以视觉、触觉直接检查试样。

仔细识别试样标示物质的特征,检查有无掺杂物、热损伤、虫蚀、活昆虫、杂草种子及霉变等情况,手捻试样感觉其硬度大小及其是否含有裹杂物。

必要时用比照样品在相同条件下进行对比。对可疑物可利用放大镜(4.3)进行辨认。

8.2 体式显微镜检查

将上述摊有试样的培养皿置体式显微镜(4.1)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;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茚三酮试验(9.2.6)、间苯三酚试验(9.2.7)、碘试验(9.2.8)等。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,或参照 GB/T 34269 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,若量大,则称为掺杂物。应特别注意有害物质。

8.3 生物显微镜检查

将体式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(4.7)上,加两滴悬浮液 I (5.11),用探针(4.8)搅拌分散,浸透均匀,加盖玻片,在生物显微镜

(4.2)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(4.7),揭开盖玻片,加一滴碘溶液(5.7),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 (5.12),煮沸 1 min,冷却,取 1~2 滴底部沉淀物置载玻片(4.7)上,加盖玻片镜检。

9 鉴别方法和鉴别实验

9.1 主要无机组分的鉴别

将干燥后的沉淀物(7.2.3、7.2.4 和 7.2.5)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,用体式显微镜检查,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。

9.2 鉴别试验

9.2.1 观察方式

鉴别试验可用肉眼或体式显微镜观察。

9.2.2 硝酸银试验

夹取未知可疑物颗粒 2~5 粒置于点滴板(4.6)上,滴加 2 滴硝酸银溶液(5.13),观察现象:

- 如果生成白色晶体,并慢慢变大,说明未知颗粒是氯化物;
- 如果生成黄色结晶,并生成黄色针状,说明未知颗粒为磷酸盐;
- 如果生成能略为溶解的白色针状,说明是硫酸盐;
- 如果颗粒慢慢变暗,说明未知颗粒是骨。

9.2.3 盐酸试验

夹取未知可疑物颗粒 2~5 粒置于点滴板(4.6)上,滴加 2 滴盐酸溶液(5.4),或夹取可疑物 3~5 粒置于 50 mL 烧杯中加入 5 mL 盐酸溶液(5.4),观察现象:

- 如果剧烈起泡,说明未知可疑颗粒为碳酸盐;
- 如果慢慢起泡或不起泡,则该试样还应进行钼酸盐试验(9.2.4)和硫酸试验(9.2.5)。

9.2.4 钼酸盐试验

夹取未知可疑物颗粒 2~5 粒置于点滴板(4.6)上,滴加 2 滴钼酸盐溶液(5.10),观察现象。如果在接近未知可疑颗粒的地方生成微小黄色结晶,说明未知可疑颗粒为磷酸盐、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可用硝酸银鉴别)。

9.2.5 硫酸试验

夹取未知可疑物颗粒 2~5 粒置于点滴板(4.6)上,滴加 2 滴盐酸溶液(5.4)后,再滴入 2 滴硫酸溶液(5.5),如慢慢形成细长的白色针状物,说明未知可疑物颗粒为钙盐。

9.2.6 茚三酮试验

夹取未知可疑物颗粒 2~5 粒置于 50 mL 烧杯内,滴加 5~7 滴茚三酮溶液(5.8)浸润未知可疑颗粒,水浴加热到 $(80 \pm 5)^\circ\text{C}$,如未知颗粒显蓝紫色,说明未知可疑物颗粒含蛋白质。

9.2.7 间苯三酚试验

取试样 1 g~2 g 于 50 mL 烧杯内,滴加 10~20 滴间苯三酚溶液(5.14)浸润样品,放置 5 min,滴加 5~10 滴盐酸溶液(5.4),若呈深红色,则试样中含有木质素。

9.2.8 碘试验

夹取未知可疑物颗粒 2~5 粒置于点滴板(4.6)上,滴加 2 滴碘溶液(5.7)到可疑物颗粒上,如呈蓝紫色,则可疑物含有淀粉;也可取样品 5 g~10 g 置于 100 mL 烧杯中,加入 80 mL 水,电炉(4.9)上煮沸后取下,静止 2 min 后滴加 5 mL 碘溶液(5.7),若溶液变呈蓝或蓝紫色,则样品中含淀粉类物质。

10 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合的判定意见。

GB/T 14698—2017《饲料原料显微镜检查方法》
国家标准第 1 号修改单

本修改单经国家标准化管理委员会于 2019 年 6 月 4 日批准,自 2019 年 6 月 4 日起实施。

-
- 一、将 5.9 硝酸铵溶液中“10 g 硝酸铁溶于 100 mL 水中。”修改为“10 g 硝酸铵溶于 100 mL 水中。”
 - 二、将 5.10 钼酸盐溶液中“……将此液缓慢倒入硝酸溶液(5.6)中,微热溶解……”修改为“……将此液缓慢倒入 320 mL 硝酸溶液(5.6)中,微热溶解……”。
-