



团 体 标 准

T/ZZB 2282—2021



2021 - 08 - 26 发布

2021 - 09 - 26 实施

浙江省品牌建设联合会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语与定义	1
4 基本要求	2
5 技术要求	2
6 取样	3
7 试验方法	3
8 检验规则	5
9 标签、包装、运输、贮存和保质期	5
10 质量承诺	6
附录 A （规范性） 鱼粉中 17 种氨基酸总量/粗蛋白质与甘氨酸/17 种氨基酸总量的结果计算...	7
附录 B （规范性） 鱼粉中 DHA 与 EPA 占鱼粉总脂肪酸比例之和的测定	9
附录 C （规范性） 鱼粉中挥发性盐基氮（VBN）的测定	12

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。

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这些专利的责任。

本文件由浙江省品牌建设联合会提出并归口管理。

本文件由台州市标准化研究院牵头组织制定。

本文件主要起草单位：玉环市五丰蒸干脱脂鱼粉厂。

本文件参与起草单位（排名不分先后）：苏州大学、浙江丰宇海洋生物制品有限公司、宁波远大海洋生物科技有限公司。

本文件主要起草人：章华江、王灵华、邵永林、许剑彬、许福土、叶元土、张银照、严根方。

本文件评审专家组长：盛华栋。

本文件由台州市标准化研究院负责解释。



饲料原料 红鱼粉

1 范围

本文件规定了饲料原料红鱼粉的术语和定义、基本要求、技术要求、试验方法、检验规则、标签、包装、运输、贮存、保质期和质量承诺。

本文件适用于以全鱼（白鱼粉原料鱼除外）的鱼体为原料，经蒸煮、压榨、干燥、粉碎获得的饲料原料红鱼粉。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 6432 饲料中粗蛋白的测定 凯氏定氮法
- GB/T 6435 饲料中水分的测定
- GB/T 6438 饲料中粗灰分的测定
- GB/T 6439 饲料中水溶性氯化物的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 10647 饲料工业术语
- GB 10648 饲料标签
- GB 13078 饲料卫生标准
- GB/T 14698 饲料原料显微镜检查方法
- GB/T 14699.1 饲料 采样
- GB/T 15399 饲料中含硫氨基酸的测定 离子交换色谱法
- GB/T 18246 饲料中氨基酸的测定
- GB/T 18823 饲料检测结果判定的允许误差
- GB/T 19164 饲料原料 鱼粉
- GB/T 20195 动物饲料 试样的制备
- GB/T 23742 饲料中盐酸不溶灰分的测定
- GB/T 23884 动物源性饲料中生物胺的测定 高效液相色谱法
- GB/T 28717—2012 饲料中丙二醛的测定 高效液相色谱法

3 术语与定义

GB/T 10647、GB/T 19164界定的术语和定义适用于本文件。

4 基本要求

4.1 设计研发

应具备对鱼粉加工工艺进行设计、优化的能力。

4.2 原材料

4.2.1 应使用海洋捕捞鱼，不应使用腐败变质、受到石油或重金属等有毒有害物质污染的原料。

4.2.2 所使用的抗氧化剂、防腐剂应符合《饲料添加剂品种目录》和《饲料添加剂安全使用规范》的要求。

4.3 工艺装备

4.3.1 应具备并使用预处理、蒸煮、压榨、干燥、粉碎等自动化连续生产线，实现对进料速度、蒸汽压力等参数的监控。

4.3.2 应配备废气、废水预处理设施。

4.4 检验检测

4.4.1 应具备成品外观与性状、水分、粗蛋白质、挥发性盐基氮、粗灰分、氨基酸、脂肪酸、组胺、丙二醛的检验能力。

4.4.2 应配置高效液相色谱仪、氨基酸分析仪、气相色谱仪、恒温培养箱等检测设备。

5 技术要求

5.1 外观与性状

应符合表1要求。

表1 外观与性状

项目	要求
色泽	黄褐色至褐色，或青灰色
状态	肉眼可见粉状物，可见少量鱼骨、鱼眼等。显微镜下可见颗粒状或纤维状鱼肉、颗粒状鱼内脏和鱼溶浆以及鱼骨、鱼鳞
气味	具有鱼粉正常气味，无腐臭味、油脂酸败味及焦糊味

5.2 理化指标

应符合表2的要求。

表2 理化指标

项目	要求
粗蛋白质/%	≥67.0
赖氨酸/%	≥5.0

表2 (续)

项目	要求
17种氨基酸总量 ^a /粗蛋白质/%	≥87.0
甘氨酸/17种氨基酸总量/%	≤8.0
DHA ^b 与EPA ^c 占鱼粉总脂肪酸比例之和/%	≥20.0
水分/%	≤10.0
粗灰分/%	≤17.0
砂分(盐酸不溶性灰分)/%	≤1.0
盐分(以NaCl计)/%	≤3.0
挥发性盐基氮(VBN)/(mg/100g)	≤95
组胺/(mg/kg)	≤300
丙二醛(以鱼粉所含粗脂肪为基础计)/mg/kg	≤10.0

^a 17种氨基酸总量: 胱氨酸、蛋氨酸、天门冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、甘氨酸、丙氨酸、缬氨酸、异亮氨酸、亮氨酸、酪氨酸、苯丙氨酸、赖氨酸、组氨酸、精氨酸和脯氨酸之和。

^b DHA: 二十二碳六烯酸(C22:6n-3)。

^c EPA: 二十碳五烯酸(C20:5n-3)。

5.3 卫生指标

应符合GB 13078的规定。

6 取样

按GB/T 14699.1规定执行。

7 试验方法

7.1 外观与性状

7.1.1 取适量试样置于白瓷盘中,在自然光下通过目视、手触、鼻嗅等进行检验。

7.1.2 显微镜检查按GB/T 14698规定执行。

7.2 理化指标

7.2.1 粗蛋白质

按GB/T 6432规定执行。

7.2.2 赖氨酸

按GB/T 18246规定执行。

7.2.3 17种氨基酸总量

7.2.3.1 胱氨酸和蛋氨酸按GB/T 15399规定执行。

7.2.3.2 天门冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、甘氨酸、丙氨酸、缬氨酸、异亮氨酸、亮氨酸、酪氨酸、苯丙氨酸、赖氨酸、组氨酸、精氨酸和脯氨酸按 GB/T 18246 规定执行。

7.2.3.3 17 种氨基酸总量计算方法按附录 A 规定执行。

7.2.4 甘氨酸

按GB/T 18246规定执行。

7.2.5 甘氨酸/17 种氨基酸总量

按附录A规定执行。

7.2.6 DHA 与 EPA 占鱼粉总脂肪酸比例之和

按附录B规定执行。

7.2.7 水分

按GB/T 6435规定执行，以直接干燥法为仲裁法。

7.2.8 粗灰分

按GB/T 6438规定执行。

7.2.9 砂分（盐酸不溶性灰分）

按GB/T 23742规定执行。

7.2.10 盐分（以 NaCl 计）

7.2.10.1 样品

按GB/T 20195制备样品至少200g，粉碎使其全部通过1mm孔径的分析筛，充分混匀，装入磨口瓶中，备用。

7.2.10.2 测定

平行做两份试验。称取试样3g（精确至0.1mg）于坩埚中，置于电炉上缓慢加热，逐渐调高温度，炭化至无烟为止，将坩埚放入550℃±20℃马弗炉中灼烧4h。取出坩埚，待温度降至室温后，加入约15mL水，于电炉上缓慢加热煮至微沸，立即取下，搅拌1min~2min，冷却至室温，将溶液和残渣全部转移至100mL容量瓶中，定容，摇匀。静置10min，过滤，准确移取滤液10mL，滴定、试验数据处理和精密度按照GB/T 6439规定执行。

7.2.11 挥发性盐基氮（VBN）

按附录C规定执行，以半微量法为仲裁法。

7.2.12 组胺

按GB/T 23884规定执行。

7.2.13 丙二醛（以鱼粉所含粗脂肪为基础计）

按附录B中的B.5.1提取试样中的粗脂肪后，立即称取粗脂肪1 g（精确至0.000 1 g）于具塞三角瓶中，按照GB/T 28717—2012中7.1的规定，准确加入50 mL三氯乙酸-EDTA混合溶液，于25℃下以180次/min振摇30 min。取约20 mL提取液于50 mL离心管中，5 000 r/min离心5 min，取上清液 GB/T 28717—2012自7.2开始操作。

7.3 卫生指标

按GB 13078规定执行。

8 检验规则

8.1 组批

以相同材料、相同生产工艺、连续生产或同一班次生产的同一规格的产品为一批，但每批产品不得超过60 t。

8.2 出厂检验

产品出厂应进行出厂检验，检验项目为外观与性状、粗蛋白质、水分、粗灰分和挥发性盐基氮。

8.3 型式检验

型式检验项目为本文件5.1~5.3规定的所有项目。在正常生产情况下，每半年至少进行1次型式检验。有下列情况之一时，亦应进行型式检验：

- a) 产品定型投产时；
- b) 生产工艺或主要原料来源有较大改变，可能影响产品质量时；
- c) 停产3个月以上，重新恢复生产时；
- d) 出厂检验结果与上次型式检验结果有较大差异时；
- e) 饲料行政管理部门提出检验要求时。

8.4 判定规则

8.4.1 所检验项目全部合格，判定为该批次产品合格。

8.4.2 检验结果中有任何一项指标不符合本文件规定时，可自同批次产品中重新加倍取样进行复检。若复检有一项结果不符合本文件规定，即判定该批次产品不合格。微生物指标不得复检。

8.4.3 各项指标的极限数值判定按GB/T 8170中全数值比较法执行。

8.4.4 理化指标检验结果判定的允许误差按GB/T 18823规定执行（GB/T 18823未规定的项目除外）。

9 标签、包装、运输、贮存和保质期

9.1 标签

按GB 10648规定执行。若添加了饲料添加剂抗氧化剂、防腐剂，还应标明其通用名称。

9.2 包装

包装材料应无毒、无害、防潮。

9.3 运输

T/ZB 2282—2021

运输中防止包装破损、日晒、雨淋，不应与有毒有害物质混运。

9.4 贮存

贮存时防止日晒、雨淋，禁止与有毒有害物质混储。

9.5 保质期

未开启包装的产品，在规定的运输、贮存条件下，产品保质期应与标签中标明的保质期一致。

10 质量承诺

客户对产品质量有异议时，应在24小时内作出响应。



附录 A (规范性)

鱼粉中 17 种氨基酸总量/粗蛋白质与甘氨酸/17 种氨基酸总量的结果计算

A.1 17 种氨基酸总量结果计算

试样中 17 种氨基酸（包括胱氨酸、蛋氨酸、天门冬氨酸、苏氨酸、丝氨酸、谷氨酸、甘氨酸、丙氨酸、缬氨酸、异亮氨酸、亮氨酸、酪氨酸、苯丙氨酸、赖氨酸、组氨酸、精氨酸和脯氨酸）总量以质量分数 w_1 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（A.1）计算：

$$w_1 = w_{a1} + w_{a2} + w_{a3} + \dots + w_{a17} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

- w_{a1} ——试样中胱氨酸的含量，%；
- w_{a2} ——试样中蛋氨酸的含量，%；
- w_{a3} ——试样中天门冬氨酸的含量，%；
- w_{a4} ——试样中苏氨酸的含量，%；
- w_{a5} ——试样中丝氨酸的含量，%；
- w_{a6} ——试样中谷氨酸的含量，%；
- w_{a7} ——试样中甘氨酸的含量，%；
- w_{a8} ——试样中丙氨酸的含量，%；
- w_{a9} ——试样中缬氨酸的含量，%；
- w_{a10} ——试样中异亮氨酸的含量，%；
- w_{a11} ——试样中亮氨酸的含量，%；
- w_{a12} ——试样中酪氨酸的含量，%；
- w_{a13} ——试样中苯丙氨酸的含量，%；
- w_{a14} ——试样中赖氨酸的含量，%；
- w_{a15} ——试样中组氨酸的含量，%；
- w_{a16} ——试样中精氨酸的含量，%；
- w_{a17} ——试样中脯氨酸的含量，%。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后 2 位。

A.2 17 种氨基酸总量/粗蛋白质结果计算

试样中 17 种氨基酸总量/粗蛋白质以质量分数 w_2 计，数值以百分含量（%）表示，按公式（A.2）计算：

$$w_2 = \frac{w_1}{w_3} \times 100 \dots\dots\dots (A.2)$$

式中：

- w_1 ——试样中 17 种氨基酸总量，%；
- w_3 ——试样中粗蛋白质含量（详见 7.2.1），%。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留 3 位有效数字。

A.3 甘氨酸/17种氨基酸总量结果计算

试样中甘氨酸/17种氨基酸总量以质量分数 w_4 计，数值以百分含量(%)表示，按公式(A.3)计算：

$$w_4 = \frac{w_{a7}}{w_l} \times 100 \dots\dots\dots (A.3)$$

式中：

w_{a7} ——试样中甘氨酸的含量，%；

w_l ——试样中17种氨基酸总量，%。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留2位有效数字。



附录 B

(规范性)

鱼粉中 DHA 与 EPA 占鱼粉总脂肪酸比例之和的测定

B.1 原理

用石油醚提取试样中的粗脂肪，在碱性条件下脂肪经皂化、甲酯化生成脂肪酸甲酯，经气相色谱仪分析，峰面积归一化法测定DHA与EPA占鱼粉总脂肪酸比例之和。

B.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

B.2.1 水：GB/T 6682，三级。

B.2.2 正庚烷：优级纯。

B.2.3 甲醇：色谱纯。

B.2.4 石油醚：沸程30℃~60℃。

B.2.5 无水硫酸钠：150℃烘干1h，密封保存，备用。

B.2.6 三氟化硼甲醇溶液：15%（市售）。

B.2.7 2%氢氧化钠甲醇溶液：称取2g氢氧化钠，溶解于100mL甲醇中，混匀，备用。

B.2.8 饱和氯化钠溶液：称取360g氯化钠，加入1000mL水，搅拌溶解，澄清后备用。

B.2.9 DHA和EPA甲酯混合标准溶液（2.0mg/mL）：称取20mg DHA甲酯标准品（CAS号：2566-90-7，含量≥98%）、20mg EPA甲酯标准品（CAS号：2734-47-6，含量≥98%）（精确至0.00001g）于10mL容量瓶中，用正庚烷溶解、定容，混匀。-18℃以下保存，有效期3个月。

B.2.10 快速滤纸：定量。

B.3 仪器设备

B.3.1 电子天平：感量1g、0.0001g、0.00001g。

B.3.2 气相色谱仪：配有氢火焰离子检测器（FID检测器）。

B.3.3 恒温水浴锅：温度可达80℃，控温精度±1℃。

B.3.4 干燥箱：温度可达150℃，控温精度±1℃。

B.3.5 往复式振荡器：不低于180次/min，温度能保持在25℃±1℃。

B.3.6 旋转蒸发仪。

B.3.7 涡旋混合仪。

B.4 样品

按GB/T 20195制备样品至少200g，粉碎使其全部通过1mm孔径的分析筛，充分混匀，装入磨口瓶中，立即检测。

B.5 试验步骤

B.5.1 粗脂肪提取

平行做两份试验。称取100g试样，分别包在10个滤纸包中（勿用脱脂棉线捆扎），置于500mL具塞三角瓶中，加入300mL石油醚浸泡滤纸包，加入无水硫酸钠10g，通氮气30s，立即加塞。于25℃下在

往复式振荡器上以180次/min振荡1h，静置2 min~3 min，转移提取液于鸡心瓶或圆底烧瓶中。用100 mL石油醚再洗涤一次滤纸包，合并提取液，于35 °C旋转蒸发至无石油醚溢出，残留物为提取的粗脂肪。

B.5.2 脂肪的皂化和脂肪酸的甲酯化

完成提取后，立即称取粗脂肪0.2 g（精确至0.000 1 g）于250 mL烧瓶中，加入2 %氢氧化钠甲醇溶液8 mL，连接回流冷凝器，80 °C±1 °C水浴上回流20 min。从冷凝回流器上端加入15 %三氟化硼甲醇溶液7 mL，继续在80 °C±1 °C水浴上回流5 min后，用少量水冲洗回流冷凝器。停止加热，从水浴上取下烧瓶，用冰浴迅速冷却至室温。准确加入10 mL正庚烷，振摇2 min，再加入饱和氯化钠水溶液2 mL，涡旋混合30 s，静置分层。吸取上层正庚烷提取溶液5 mL至25 mL试管中，加入3 g~5 g无水硫酸钠，振摇1 min，静置5 min，吸取上层溶液于进样瓶中，待测。

B.5.3 气相色谱参考条件

毛细管色谱柱：聚二氰丙基硅氧烷强极性固定相，长100 m，内径0.25 mm，膜厚0.2 μm。或性能相当者。

检测器温度：280 °C。

进样口温度：270 °C。

柱温：初始100 °C，保持13 min，10 °C/min升温至180 °C，保持6 min；1 °C/min升温至200 °C，保持20 min；4 °C/min升温至230 °C，保持10.5 min。

进样量：1.0 L。

分流比：50:1。

载气：氮气。

载气流速：1.0 mL/min。

尾吹气流速：40 mL/min。

氢气流速：40 mL/min。

空气流速：400 mL/min。

B.5.4 测定

在仪器的最佳条件下，分别取DHA和EPA甲酯混合标准溶液（B.2.9）和试样溶液（B.5.2）上机测定，以保留时间定性，色谱峰峰面积归一化法定量。DHA和EPA甲酯混合标准溶液的气相色谱图参见图B.1。

B.6 试验数据处理

试样中DHA与EPA占鱼粉总脂肪酸比例之和以质量分数 w_5 计，数值以百分含量(%)表示，按公式(B.1)计算：

$$w_5 = \frac{A_{DHA} + A_{EPA}}{\sum A_s} \times 100 \dots \dots \dots (B.1)$$

式中：

A_{DHA} ——试样溶液中DHA甲酯色谱峰峰面积；

A_{EPA} ——试样溶液中EPA甲酯色谱峰峰面积；

$\sum A_s$ ——试样溶液中各脂肪酸甲酯的峰面积之和。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

B.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的10%。

B.8 DHA 和 EPA 甲酯混合标准溶液气相色谱图

DHA和EPA甲酯混合标准溶液（2.0 mg/mL）气相色谱图见图B.1。

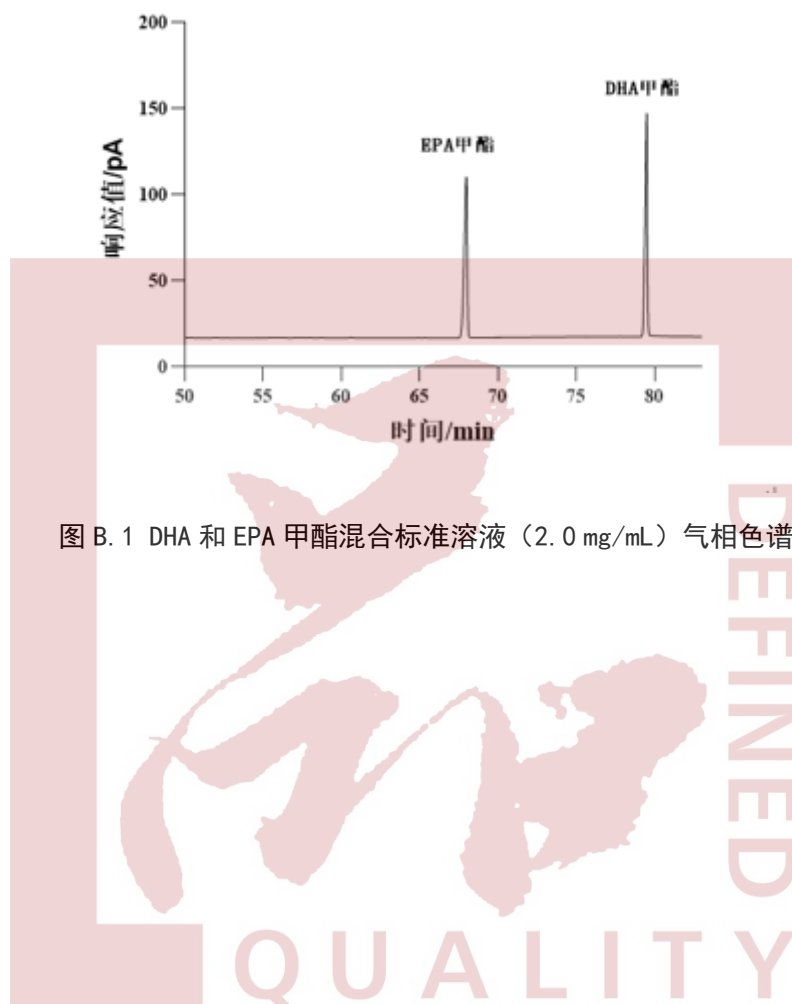


图 B.1 DHA 和 EPA 甲酯混合标准溶液（2.0 mg/mL）气相色谱

附 录 C
(规范性)
鱼粉中挥发性盐基氮 (VBN) 的测定

C.1 原理

挥发性盐基氮在碱性溶液中蒸出, 硼酸溶液吸收后, 用盐酸标准滴定溶液滴定, 依据氮的含量计算出挥发性盐基氮含量。

C.2 试剂或材料

C.2.1 除非另有规定, 仅使用分析纯试剂。

C.2.2 水: GB/T 6682, 三级。新沸冷水。

C.2.3 硼酸溶液 (20 g/L): 称取硼酸20 g, 加水溶解后定容至1 000 mL。

C.2.4 氧化镁混悬液 (10 g/L): 称取氧化镁10 g, 加1 000 mL水, 摇匀。

C.2.5 盐酸标准滴定溶液 ($c(\text{HCl})=0.1 \text{ mol/L}$): 按GB/T 601 配制、标定。

C.2.6 盐酸标准滴定溶液 ($c(\text{HCl})=0.01 \text{ mol/L}$): 用0.1 mol/L盐酸标准滴定溶液 (C.2.4) 稀释。临用现配。

C.2.7 盐酸标准滴定溶液 ($c(\text{HCl})=0.02 \text{ mol/L}$): 用0.1 mol/L盐酸标准滴定溶液 (C.2.4) 稀释。临用现配。

C.2.8 甲基红乙醇溶液: 称取0.1 g甲基红, 用乙醇 (95%) 溶解并定容至100 mL。

C.2.9 溴甲酚绿乙醇溶液: 称取0.5 g溴甲酚绿, 用乙醇 (95%) 溶解并定容至100 mL。

C.2.10 甲基红-溴甲酚绿混和指示剂: 将甲基红乙醇溶液 (C.2.7) 与溴甲酚绿乙醇溶液 (C.2.8) 等体积混合, 临用现配。

C.2.11 消泡剂: 硅油。

C.2.12 pH试纸: 1-14。

C.3 仪器设备

C.3.1 电子天平: 感量0.1 g、0.000 1 g。

C.3.2 往复式振荡器: 不低于120次/min。

C.3.3 半微量定氮装置。

C.3.4 半自动凯氏定氮仪。

C.3.5 全自动凯氏定氮仪。

C.3.6 酸式滴定管: 10 mL。

C.4 样品

按GB/T 20195制备样品至少200 g, 粉碎使其全部通过1 mm孔径的分析筛, 充分混匀, 装入磨口瓶中, 立即检测。

C.5 试验步骤

C.5.1 半微量法 (仲裁法)

C.5.1.1 提取

平行做两份试验。称取试样5 g（精确至0.000 1 g）置于300 mL具塞锥形瓶中，准确加入100 mL水，盖上瓶塞，以120次/min 室温下振摇30 min，静置5 min，干过滤，滤液为试样提取液。

C.5.1.2 蒸馏

按照GB/T 6432规定检查定氮装置气密性。将半微量定氮装置（C.3.3）的冷凝管下端浸入盛有30 mL 硼酸溶液（C.2.2）和3滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂（C.2.9）的锥形瓶中。准确移取提取液（C.5.1.1）10 mL注入定氮装置反应室中，用10 mL水冲洗试样入口，滴加2滴消泡剂（C.2.10），塞好试样入口玻璃塞，再加入15 mL氧化镁混悬液（C.2.3，用前摇匀），小心提起玻璃塞使氧化镁混悬液流入反应室，待混悬液接近全部流入反应室时塞紧玻璃塞，并在入口处加水密封，防止漏气。打开蒸气开关，立即蒸馏。蒸馏3 min后，用pH试纸测定馏出液的pH，当馏出液pH值为中性时达到蒸馏终点。取下锥形瓶，使冷凝管末端离开液面，并用水冲洗冷凝管末端2次~3次，得到吸收液，待滴定。同时做试剂空白试验。

蒸馏结束后对设备管路进行清洁。在反应室中加水20 mL~30 mL，蒸馏3 min~5 min，保证馏出液pH为中性，确保蒸馏设备清洁无污染。

C.5.1.3 滴定

蒸馏得到的吸收液立即用0.01 mol/L盐酸标准滴定溶液（C.2.5）滴定，由蓝绿色变成灰红色为滴定终点。

C.5.2 半自动凯氏定氮仪法

C.5.2.1 提取

按C.5.1.1步骤进行。

C.5.2.2 蒸馏

按照GB/T 6432规定检查仪器气密性。按照仪器说明书进行操作。将仪器冷凝管下端浸入盛有30 mL 硼酸溶液（C.2.2）和3滴甲基红-溴甲酚绿混合指示剂（C.2.9）的锥形瓶中。准确移取提取液（C.5.1.1）20 mL置于蒸馏管中，加水20 mL，滴加2滴消泡剂（C.2.10），再加入30 mL氧化镁混悬液（C.2.3，用前摇匀），立即连接到蒸馏器上开始蒸馏。蒸馏3 min后，用pH试纸测定馏出液的pH，当馏出液pH值为中性时达到蒸馏终点。取下锥形瓶，使冷凝管末端离开液面，并用水冲洗冷凝管末端2次~3次，得到吸收液，待滴定。同时做试剂空白试验。

蒸馏结束后对设备管路进行清洁。在蒸馏管中加水20 mL~30 mL，蒸馏3 min~5 min，保证馏出液pH为中性，确保蒸馏设备清洁无污染。

C.5.2.3 滴定

蒸馏得到的吸收液立即用0.02 mol/L盐酸标准滴定溶液（C.2.6）滴定，由蓝绿色变成灰红色为滴定终点。

C.5.3 全自动凯氏定氮仪法

C.5.3.1 提取

按C.5.1.1步骤进行。

C.5.3.2 蒸馏和滴定

按照GB/T 6432规定检查仪器气密性。使用0.02 mol/L盐酸标准滴定溶液（C.2.6）。按照仪器说明书操作。首先进行试剂空白测定，取得空白值。准确移取提取液（C.5.1.1）20 mL于蒸馏管中，加水20 mL，滴加2滴消泡剂（C.2.10），再加入30 mL氧化镁混悬液（C.2.3，用前摇匀），立即连接到蒸馏器上，开始测定。测定完毕及时清洗和疏通加液管路和蒸馏系统。

注：为防止管路堵塞，手动添加氧化镁混悬液。

C.6 试验数据处理

试样中挥发性盐基氮的含量以质量分数 w_6 计，数值以毫克每百克（mg/100 g）表示，按公式（C.1）计算：

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

式中：

- c——盐酸标准滴定溶液的浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；
 - V_0 ——试剂空白消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 - V_1 ——试液消耗盐酸标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；
 - V_2 ——提取时加水的体积，单位为毫升（mL）；
 - V_3 ——移取提取液的体积，单位为毫升（mL）；
 - 14——氮的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；
 - m——试样质量，单位为克（g）；
 - 100——计算结果换算为毫克每百克（mg/100g）的换算系数。
- 测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留3位有效数字。

C.7 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的10%。