



中华人民共和国国家标准

GB/T 6433—2006/ISO 6492:1999
代替 GB/T 6433—1994

饲料中粗脂肪的测定

Determination of crude fat in feeds

(ISO 6492:1999, IDT)

2006-06-09 发布

2006-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准是 GB/T 6433—1994《饲料粗脂肪测定方法》的修订版。

本标准与 1994 版的主要差异是增加了水解方法。

本标准等同采用国际标准 ISO 6492:1999《动物饲料中脂肪含量的测定》。

本标准做了下列编辑性修改：

——“本国际标准”一词改为“本标准”；

——用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”；

——删除了国际标准的前言；

——用 GB/T 6682 代替 ISO 3696, 用 GB/T 14699.1 代替 ISO 6497, 用 GB/T 20195 代替 ISO 6498, 用 GB/T 6379.1—2004 代替 ISO 5725-1:1994, 用 GB/T 6379.2—2004 代替 ISO 5725-2:1994。

本标准自实施之日起,代替 GB/T 6433—1994。

本标准的附录 A 是资料性附录。

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(北京)。

本标准主要起草人:张苏、李丽蓓、范志影、杨曙明、苏晓鸥。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 6433—1994, GB/T 6433—1986。

饲料中粗脂肪的测定

1 范围

本标准规定了动物饲料脂肪含量的测定方法,本方法适用于油籽和油籽残渣以外的动物饲料。为了本方法的测定效果,将动物饲料分为下列两类;B类产品的样品提取前需要水解。

B类:

- 纯动物性饲料,包括乳制品;
- 脂肪不经预先水解不能提取的纯植物性饲料,如谷蛋白、酵母、大豆及马铃薯蛋白以及加热处理的饲料;
- 含有一定数量加工产品的配合饲料,其脂肪含量至少有 20% 来自这些加工产品。

A类:B类以外的动物饲料。

对于油籽,在 ISO 659^[1] 中介绍了一种己烷提取的“油含量”测定方法。

注:对油籽残渣,在 ISO 734-1^[2] 中介绍了一种用己烷提取的“油含量”测定方法,而在 ISO 736^[3] 中则介绍了一种乙醚提取的“油含量”的测定方法。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

脂肪含量 fat content

用本标准所规定的方法从样品中提取的物质的质量组分。

注:脂肪含量以克每千克表示,也可用质量分数表示。

4 原理

4.1 脂肪含量较高的样品(至少 200 g/kg)预先用石油醚提取。

4.2 B类样品用盐酸加热水解,水解溶液冷却、过滤,洗涤残渣并干燥后用石油醚提取,蒸馏、干燥除去溶剂,残渣称量。

4.3 A类样品用石油醚提取,通过蒸馏和干燥除去溶剂,残渣称量。

5 试剂和材料

本标准所用试剂,未注明要求时,均指分析纯试剂。

5.1 水至少应为 GB/T 6682 规定的 3 级。

5.2 硫酸钠,无水。

5.3 石油醚,主要由具有 6 个碳原子的碳氢化合物组成,沸点范围为 40℃~60℃。

溴值应低于 1,挥发残渣应小于 20 mg/L。也可使用挥发残渣低于 20 mg/L 的工业乙烷。

5.4 金刚砂或玻璃细珠。

5.5 丙酮。

5.6 盐酸: $c(\text{HCl})=3 \text{ mol/L}$ 。

5.7 滤器辅料:例如硅藻土(kieselguhr),在盐酸[$c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$]中消煮 30 min,用水洗至中性,然后在 130℃下干燥。

6 仪器设备

实验室常用仪器设备,特别是下列各件。

6.1 提取套管,无脂肪和油,用乙醚洗涤。

6.2 索氏提取器,虹吸容积约 100 mL,或用其他循环提取器。

6.3 加热装置,有温度控制装置,不作为火源。

6.4 干燥箱,温度能保持在 $(103\pm 2)^\circ\text{C}$ 。

6.5 电热真空箱,温度能保持在 $(80\pm 2)^\circ\text{C}$,并减压至 13.3 kPa 以下,配有引入干燥空气的装置,或内盛干燥剂,例如氧化钙。

6.6 干燥器,内装有效的干燥剂。

7 采样

采样不是本标准规定的方法的一部分,在 GB/T 14699.1^[4]中推荐了一种采样方法。

重要的是实验室收到一份真正有代表性的样品,并在运输及保存过程中不受到破坏或不发生变化。

样品的保存方法应使样品变质及成分变化降至最低。

8 试样制备

试样按 GB/T 20195 制备。

9 分析步骤

9.1 分析步骤的选择

如果试样不易粉碎,或因脂肪含量高(超过 200 g/kg)而不易获得均质的缩减的试样,按 9.2 处理。

在所有其他情况下,则按 9.3 处理。

9.2 预先提取

9.2.1 称取至少 20 g 制备的试样(m_0)(第 8 章),准确至 1 mg,与 10 g 无水硫酸钠(5.2)混合,转移至一提取套管(6.1)并用一小块脱脂棉覆盖。

将一些金刚砂(5.4)转移至一干燥烧瓶,如果随后将对脂肪定性,则使用玻璃细珠取代金刚砂。将烧瓶与提取器连接,收集石油醚提取物。

将套管置于提取器(6.2)中,用石油醚(5.3)提取 2 h。如果使用索氏提取器,则调节加热装置(6.3)使每小时至少循环 10 次,如果使用一个相当设备,则控制回流速度每秒至少 5 滴(约 10 mL/min)。

用 500 mL 石油醚(5.3)稀释烧瓶中的石油醚提取物,充分混合。对一个盛有金刚砂或玻璃细珠(5.4)的干燥烧瓶进行称量(m_1),准确至 1 mg,吸取 50 mL 石油醚溶液移入此烧瓶中。

9.2.2 蒸馏除去溶剂,直至烧瓶中几无溶剂,加 2 mL 丙酮(5.5)至烧瓶中,转动烧瓶并在加热装置(6.3)上缓慢加温以除去丙酮,吹去痕量丙酮。残渣在 103℃干燥箱(6.4)内干燥 (10 ± 0.1) min,在干燥器(6.6)中冷却,称量(m_2),准确至 0.1 mg。

也可采取下列步骤。

蒸馏除去溶剂,烧瓶中残渣在 80℃电热真空箱(6.5)中干燥 1.5 h,在干燥器(6.6)中冷却,称量

(m_2), 准确至 0.1 mg。

9.2.3 取出套管中提取的残渣在空气中干燥, 除去残余的溶剂, 干燥残渣称量(m_3), 准确至 0.1 mg。

将残渣粉碎成 1 mm 大小的颗粒, 按 9.3 处理。

9.3 试料

称取 5 g(m_4)制备的试样(第 8 章或 9.2), 准确至 1 mg。

对 B 类样品(见第 1 章)按 9.4 处理。

对 A 类样品, 将试料移至提取套管(6.1)并用一小块脱脂棉覆盖, 按 9.5 处理。

9.4 水解

将试料转移至一个 400 mL 烧杯或一个 300 mL 锥形瓶中, 加 100 mL 盐酸(5.6)和金刚砂(5.4), 用表面皿覆盖, 或将锥形瓶与回流冷凝器连接, 在火焰上或电热板上加热混合物至微沸, 保持 1 h, 每 10 min 旋转摇动一次, 防止产物粘附于容器壁上。

在环境温度下冷却, 加一定量的滤器辅料(5.7), 防止过滤时脂肪丢失, 在布氏漏斗中通过湿润的无脂的双层滤纸抽吸过滤, 残渣用冷水洗涤至中性。

注: 如果在滤液表面出现油或脂, 则可能得出错误结果, 一种可能的解决办法是减少测定试料或提高酸的浓度重复进行水解。

小心取出滤器并将含有残渣的双层滤纸放入一个提取套管(6.1)中, 在 80℃ 电热真空箱(6.5)中于真空条件下干燥 60 min, 从电热真空箱中取出套管并用一小块脱脂棉覆盖。

9.5 提取

9.5.1 将一些金刚砂(5.4)转移至一干燥烧瓶, 称量(m_5), 准确至 1 mg。如果随后将要测定脂肪定性, 则使用玻璃细珠取代金刚砂。将烧瓶与提取器连接, 收集石油醚提取物。

将套管置于提取器(6.2)中, 用石油醚(5.3)提取 6 h。如果使用索氏提取器, 则调节加热装置(6.3)使每小时至少循环 10 次, 如果使用一个相当设备, 则控制回流速度每秒至少 5 滴(约 10 mL/min)。

9.5.2 蒸馏除去溶剂, 直至烧瓶中几无溶剂, 加 2 mL 丙酮(5.5)至烧瓶中, 转动烧瓶并在加热装置(6.3)上缓慢加温以除去丙酮, 吹去痕量丙酮。残渣在 103℃ 干燥箱(6.4)内干燥(10±0.1)min, 在干燥器(6.6)中冷却, 称量(m_6), 准确至 0.1 mg。

也可采取下列步骤:

蒸馏除去溶剂, 烧瓶中残渣在 80℃ 电热真空箱(6.5)中真空干燥 1.5 h, 在干燥器(6.6)中冷却, 称量(m_6), 准确至 0.1 mg。

10 计算

10.1 预先提取测定法(9.2)

试样的脂肪含量 W_1 按式(1)计算, 以克每千克表示:

$$W_1 = \left[\frac{10(m_2 - m_1)}{m_0} + \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times \frac{m_3}{m_0} \right] \times f \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_0 ——在 9.2 中称取的试样质量, 单位为克(g);

m_1 ——在 9.2 中装有金刚砂的烧瓶的质量, 单位为克(g);

m_2 ——在 9.2 中带有金刚砂的烧瓶和干燥的石油醚提取物残渣的质量, 单位为克(g);

m_3 ——在 9.2 中获得的干燥提取残渣的质量, 单位为克(g);

m_4 ——试料(9.3)的质量, 单位为克(g);

m_5 ——在 9.5 中使用的盛有金刚砂的烧瓶的质量, 单位为克(g);

m_6 ——在 9.5 中盛有金刚砂的烧瓶和获得的干燥石油醚提取残渣的质量, 单位为克(g);

f ——校正因子单位, 单位为克每千克(g/kg)($f=1\ 000\ \text{g/kg}$)。

结果表示准确至 1 g/kg。

10.2 无预先提取的测定法

试样的脂肪含量 W_2 按式(2)计算,以克每千克表示:

$$W_2 = \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times f \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_4 ——试料(9.3)的质量,单位为克(g);

m_5 ——在 9.5 中使用的带有金刚砂的烧瓶的质量,单位为克(g);

m_6 ——在 9.5 中盛有金刚砂的烧瓶和获得的石油醚提取干燥残渣的质量,单位为克(g);

f ——校正因子单位,单位为克每千克(g/kg)($f=1\ 000\ \text{g/kg}$)。

结果表示准确至 1 g/kg。

11 精密度

11.1 实验室间实验

附录 A 详细列出了本方法精密度实验室间的实验结果,从这些实验得出的数值可能不适用于附录 A 中规定以外的含量范围和基质。

11.2 重复性

用同一方法,对相同的实验材料,在同一实验室内,由同一操作人员使用同一设备,在短时间内获得的两个独立的实验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或由表 1 得出的重复性限 r 的情况不大于 5%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R)

样 品	重复性限(r)/(g/kg)	再现性限(R)/(g/kg)
B类(需要水解)	5.0	12.0 ^a
A类(不需要水解)	2.5	7.7 ^b
^a 鱼粉和肉粉除外,见表 A.1。 ^b 椰子粉除外,见表 A.2。		

11.3 再现性

用同一方法,对相同的实验材料,在不同实验室,由不同操作人员使用不同设备获得的两个独立实验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或从表 1 得出的再现性限 R 的情况不大于 5%。

12 实验报告

实验报告应详细说明:

- 为样品完全鉴定所需的全部信息;
- 采用的取样方法(如果了解);
- 采用的测定方法,附本标准作为参考文献;
- 在本标准中未详述的或视为可选择的全部操作细节,以及可能影响测定结果的任何事件的细节;
- 所取得的测定结果,如果检查了重复性则要提供两个测定结果。

附录 A
(资料性附录)
实验室间实验结果

1984年前捷克斯洛伐克、荷兰和法国的成员团体按照 ISO 5725^[5] (已取消,被用于得到的精密度数据)组织了3个实验室间试验,确定了本方法的精密度。

在前捷克斯洛伐克有21个实验室参加了试验,测定的样品有全脂奶粉、鱼粉、肉仔鸡混合饲料和牛颗粒饲料。

在法国有33个实验室参加了试验,试验的样品有酒糟、玉米、肉粉、大豆粉和火鸡饲料。

在荷兰有10个实验室参加了试验,试验的样品有大麦、骨粉、椰子粉、羽毛粉、玉米谷蛋白饲料和两份混合饲料。

试验的统计结果见表 A.1 和表 A.2

注:在文献 ISO/TC 34/SC 10N353 中有更详细的信息。

表 A.1 B类(需要水解)样品实验室间试验的统计结果

参 数	样 品 ^a										
	1	2 ^b	3	4	5	6	7	8 ^b	9 ^b	10	11
剔除界外值后保留的实验室数	25	8	23	24	18	23	27	8	8	19	20
脂肪平均含量 ^c /(g/kg)	23.4	40.2	44.7	55.0	78.0	80.9	88.4	101.3	150.6	188.0	251.0
重复性标准差, S_r /(g/kg)	—	0.78	—	—	1.73	—	—	1.20	1.73	1.24	1.84
重复性变异系数/(%)	—	1.98	—	—	2.23	—	—	1.20	1.13	0.67	0.74
重复性限, $r(2.8 \times S_r)$ /(g/kg)	—	2.2	—	—	4.9	—	—	3.4	4.9	3.5	5.2
再现性标准差, S_R /(g/kg)	4.03	1.98	2.57	4.38	5.55	2.97	5.69	1.80	3.32	2.65	3.39
再现性变异系数/(%)	17.29	4.95	5.77	7.98	7.10	3.68	6.44	1.77	2.23	1.41	1.34
再现性限, $R(2.8 \times S_R)$ /(g/kg)	11.4	5.6	7.3	12.4	15.7	8.4	16.1	5.1	9.4	7.5	9.6
^a 样品 1:大豆粉;样品 2:玉米麸质饲料;样品 3:玉米;样品 4:酒糟;样品 5:鱼粉;样品 6:火鸡饲料;样品 7:肉粉;样品 8:羽毛粉;样品 9:骨粉;样品 10:牛颗粒饲料;样品 11:奶粉。 ^b 结果以干物质计。 ^c 使用的溶剂:石油醚,沸点范围 40℃~60℃。											

表 A.2 A类(不需要水解)样品实验室间试验的统计结果

参 数	样 品 ^a											
	1	2 ^b	3 ^b	4	5	6	7	8	9	10 ^b	11 ^b	12
剔除界外值后保留的实验室数	31	10	10	30	29	21	30	21	28	10	10	19
脂肪平均含量 ^c /(g/kg)	15.5	15.9	31.8	37.8	40.1	51.0	69.7	72.0	75.0	107.1	117.3	177.0
重复性标准差, S_r /(g/kg)	—	0.42	0.60	—	—	0.64	—	0.88	—	0.81	0.78	0.88
重复性变异系数/(%)	—	2.76	1.87	—	—	1.24	—	1.24	—	0.78	0.67	0.49

表 A.2 (续)

参 数	样 品 ^a											
	1	2 ^b	3 ^b	4	5	6	7	8	9	10 ^b	11 ^b	12
重复性限, $r(2.8 \times S_r)/(g/kg)$	—	1.2	1.7	—	—	1.8	—	2.5	—	2.3	2.2	2.5
再现性标准差, $S_R/(g/kg)$	1.97	1.24	2.72	1.57	1.74	2.12	2.04	2.61	1.85	4.59	1.94	1.59
再现性变异系数/(%)	12.73	7.84	8.62	4.17	4.35	4.17	2.94	3.64	2.47	4.28	1.66	0.88
再现性限, $R(2.8 \times S_R)/(g/kg)$	5.6	3.5	7.7	4.4	4.9	6.0	5.8	7.4	5.2	13.0	5.5	4.5
^a 样品 1:大豆粉;样品 2:大麦;样品 3:混合饲料;样品 4:酒糟;样品 5:玉米;样品 6:肉仔鸡混合料;样品 7:肉粉;样品 8:鱼粉;样品 9:火鸡饲料;样品 10:椰子粉;样品 11:混合饲料;样品 12:牛颗粒饲料。 ^b 结果以干物质计。 ^c 使用的溶剂为石油醚,沸点范围 40℃~60℃。												

参 考 文 献

- [1] ISO 659, *Oilseeds-Determination of oil contents (Reference method)*.
 - [2] ISO 734-1, *Oilseeds residues-Determination of oil contents—Part 1: Extraction method with hexane (or light petroleum)*.
 - [3] ISO 736, *Oilseeds residues-Determination of diethyl ether extract*.
 - [4] GB/T 14699.1 饲料 采样。
 - [5] ISO 5725: 1986, *Precision of test methods-Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory tests*.
 - [6] GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义。
 - [7] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。
-