



中华人民共和国国家标准

GB/T 6433—202×

代替 GB/T 6433—2006

饲料中粗脂肪的测定

Determination of crude fats in feeds

(ISO 6492:1999, Animal feeding stuffs—Determination
of fat content, MOD)

(公开征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

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。

本文件代替 GB/T 6433—2006《饲料中粗脂肪的测定》，与 GB/T 6433—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

a) 适用范围更改为“配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料”（见第 1 章，2006 年版的第 1 章）；

b) 增加了滤袋法（见第 5 章）；

本文件修改采用 ISO 6492:1999《动物饲料 脂肪含量的测定》。

本文件与 ISO 6492:1999 相比做了下述结构调整：

——4.1 对应 ISO 6492:1999 的第 4 章；

——4.2 对应 ISO 6492:1999 的第 5 章；

——4.3 对应 ISO 6492:1999 的第 6 章；

——4.4 对应 ISO 6492:1999 的第 7 章、第 8 章；

——4.5 对应 ISO 6492:1999 的第 9 章；

——4.6 对应 ISO 6492:1999 的第 10 章；

——4.7 对应 ISO 6492:1999 的第 11 章；

——删除了 ISO 6492:1999 的第 12 章；

——增加了第 5 章滤袋法。

本文件与 ISO 6492:1999 的技术差异及其原因如下：

——为了满足我国饲料中粗脂肪检测需要，更改了适用范围（见第 1 章）；

——根据我国饲料粗脂肪检测技术水平，修改了精密度要求（见 4.7）；

——根据国内外粗脂肪检测技术发展趋势，满足我国饲料行业实际检测需要，增加了滤袋法（见第 5 章）。

本文件做了下列编辑性改动：

——为了区分滤袋法，ISO 6492:1999 方法明确为“传统法”（见第 4 章）；

——“滤器辅料”明确为“硅藻土”（见 4.2.7）。

——删除了 ISO 6492:1999 附录 A 和参考文献。

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专利的责任。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC76）提出并归口。

本文件起草单位：中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量检验检测中心（北京）]、四川威尔检测技术股份有限公司、通威农业发展有限公司。

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1994 年首次发布为 GB/T 6433—1994、2006 年第一次修订。

——本次为第二次修订。

饲料中粗脂肪的测定

1 范围

本文件描述了饲料中粗脂肪测定的传统法和滤袋法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中粗脂肪的测定。

为保证本方法的测定效果，将饲料分成以下两类，B类产品试样提取前需要水解。

B类：

——单一动物源性饲料原料，包括乳制品；

——脂肪不经预先水解不能提取的单一植物性饲料原料，如谷蛋白、酵母、大豆和马铃薯蛋白，以及经热处理的饲料原料和饲料产品；

——使用了动物源性饲料原料和/或脂肪不经预先水解不能提取的单一植物源性饲料原料的配合饲料、浓缩饲料和精料补充料。

A类：

——B类以外的配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682，ISO 3696:1987，MOD）

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备（GB/T 20195，ISO 6498:2012，MOD）

3 术语和定义

3.1

总脂肪含量 total fat content

用本标准规定的方法从B类试样中提取的物质的质量组分。

3.2

粗脂肪含量 crude fat content

用本标准规定的方法从A类试样中提取的物质的质量组分。

4 传统法

4.1 原理

脂肪含量超过 20%的试样预先用石油醚提取。B 类试样用盐酸加热水解，冷却、过滤，残渣经洗涤、干燥后用石油醚提取，蒸馏、干燥除去溶剂，称量残渣；A 类试样用石油醚提取，蒸馏、干燥除去溶剂，称量残渣。

4.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

4.2.1 水：GB/T 6682，三级。

4.2.2 无水硫酸钠：500 °C灼烧4 h，冷却至约200 °C，取出，置于干燥器中，冷却后密封保存，备用。

4.2.3 石油醚：沸程30 °C~60 °C。

4.2.4 玻璃珠。

4.2.5 丙酮。

4.2.6 盐酸（3 mol/L）：量取247 mL浓盐酸，用水稀释并定容至1 000 mL，混匀。

4.2.7 硅藻土：用6 mol/L盐酸消煮30 min，用水洗至中性，130 °C干燥3 h，密封保存，备用。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平：精度 0.000 1 g。

4.3.2 提取套管：无脂肪和油，预先用石油醚（4.2.3）洗涤，取出，在通风橱中挥发30 min，去除残余石油醚。

4.3.3 索氏抽提器：虹吸容积约100 mL，或性能相当的循环抽提装置。

4.3.4 加热装置：有温度控制装置，不作为火源。

4.3.5 干燥箱：温度能保持在103 °C±2 °C。

4.3.6 电热真空干燥箱：温度能保持在80 °C±2 °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，如氧化钙。

4.3.7 干燥器：内装有效的干燥剂。

4.4 样品

按照 GB/T 20195 规定制备试样，至少 200 g，粉碎使其全部过 1 mm 试验筛，混合均匀，装入密闭容器中，备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 试验步骤选择

如果试样不易粉碎，脂肪含量超过 20%而不易获得均质、缩减的试样，以及膨化配合饲料，从 4.5.2 开始操作。其它试样从 4.5.3 开始操作。

4.5.2 预先提取

4.5.2.1 称取至少 20 g 试样 (m_0)，精确至 0.000 1 g，与 10 g 无水硫酸钠（4.2.2）混合，转移至提取套管（4.3.2）中，并用脱脂棉覆盖。取 4~6 粒玻璃珠置于干燥烧瓶中，将烧瓶与索氏提取器连接。将提取套管置于索氏提取器（4.3.3）中，用石油醚（4.2.3）提取 2 h。如果使用索氏提取器，则调节加热装置（4.3.4）使每小时至少循环 10 次，如果使用性能相当的循环抽提装置，则控制回流速度至少 5 滴/秒（约 10 mL/min）。用石油醚（4.2.3）稀释烧瓶中的石油醚提取物至 500 mL，充分混合。取另一个

装有玻璃珠（4.2.4）的干燥烧瓶称重（ m_1 ），精确至 0.000 1 g，准确移取 50 mL 石油醚提取液至此烧瓶中。

4.5.2.2 蒸馏除去溶剂，直至近干，加 2 mL 丙酮（4.2.5）至烧瓶中，转动烧瓶并在加热装置（4.3.4）中缓慢加热以除去丙酮。残渣在 103 °C ± 2 °C 干燥箱（4.3.5）中干燥 10 min，取出，置于干燥器（4.3.7）中冷却，称量（ m_2 ），精确至 0.000 1 g。

4.5.2.3 取出提取套管中的全部残渣，在通风橱中干燥，除去残余的石油醚，称量残渣质量（ m_3 ），精确至 0.000 1 g。将残渣粉碎使其全部过 1 mm 试验筛，按照 4.5.3 处理。

4.5.3 称样

平行做两份试验。称取 5 g（ m_4 ）试样（4.4 或 4.5.2），精确至 0.000 1 g。B 类试样按 4.5.4 处理；A 类试样转移至提取套管（4.3.2）中，并用脱脂棉覆盖，按照 4.5.5 处理。

4.5.4 水解

将试样转移至 400 mL 烧杯或 300 mL 锥形瓶中，加 100 mL 盐酸（4.2.6）和 4~6 粒玻璃珠（4.2.4），用表面皿覆盖，或将锥形瓶与回流冷凝器连接，在电炉或电热板上加热至混合物微沸，保持 60 min，每 10 min 旋转摇动一次，防止试样粘附于容器壁上。在室温下冷却，加一定量的助滤剂（4.2.7），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：如果在滤液表明出现油或脂，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，将含有残渣的双层滤纸放入提取套管（4.3.2）中，置于电热真空箱（4.3.6）中 80 °C 真空干燥 60 min，取出提取套管，并用脱脂棉覆盖试样。

4.5.5 提取

4.5.5.1 取 4~6 粒玻璃珠置于干燥烧瓶中，称量（ m_5 ），精确至 0.000 1 g，将烧瓶与提取器连接，将提取套管置于索氏抽提器（4.3.3）中，用石油醚（4.2.3）提取 6 h。如果使用索氏提取器，则调节加热装置（4.3.4）使每小时至少循环 10 次，如果使用性能相当的循环抽提装置，则控制回流速度至少 5 滴/秒（约 10 mL/min）。

4.5.5.2 蒸馏除去溶剂，直至近干，加 2 mL 丙酮（4.2.5）至烧瓶中，转动烧瓶并在加热装置（4.3.4）中缓慢加热以除去丙酮。残渣在 103 °C ± 2 °C 干燥箱（4.3.5）内干燥 10 min，取出，置于干燥器（4.3.7）中冷却，称量（ m_6 ），精确至 0.000 1 g。

若采用脂肪测定仪，按仪器操作说明书进行测定。

4.6 试验数据处理

4.6.1 总脂肪

预先提取试样中总脂肪的含量 w_1 以质量分数表示，单位以百分含量（%）表示，按式（1）计算：

$$w_1 = \left[\frac{10 \times (m_2 - m_1)}{m_0} + \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times \frac{m_3}{m_0} \right] \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_0 ——4.5.2 中称取的试样质量，单位为克（g）；

m_1 ——4.5.2 中装有玻璃珠的烧瓶的质量，单位为克（g）；

m_2 ——4.5.2 中带有玻璃珠的烧瓶和干燥石油醚提取物残渣的质量，单位为克（g）；

m_3 ——4.5.2 中获得的干燥提取残渣的质量，单位为克（g）；

m_4 ——4.5.3 称取的试样质量，单位为克（g）；

m_5 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶的质量，单位为克（g）；

m_6 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶和获得的干燥石油醚提取残渣的质量，单位为克（g）。

不预先提取试样中总脂肪的含量 w_2 以质量分数表示，单位以克每 100 g（%）表示，按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_6 - m_5}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

m_4 ——4.5.3 称取的试样质量，单位为克（g）；

m_5 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶的质量，单位为克（g）；

m_6 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶和获得的干燥石油醚提取残渣的质量，单位为克（g）。

4.6.1 粗脂肪

预先提取试样中粗脂肪的含量 w_3 以质量分数表示，单位以百分含量（%）表示，按式（3）计算：

$$w_3 = \left[\frac{10 \times (m_2 - m_1)}{m_0} + \frac{(m_6 - m_5)}{m_4} \times \frac{m_3}{m_0} \right] \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_0 ——4.5.2 中称取的试样质量，单位为克（g）；

m_1 ——4.5.2 中装有玻璃珠的烧瓶的质量，单位为克（g）；

m_2 ——4.5.2 中带有玻璃珠的烧瓶和干燥石油醚提取物残渣的质量，单位为克（g）；

m_3 ——4.5.2 中获得的干燥提取残渣的质量，单位为克（g）；

m_4 ——4.5.3 称取的试样质量，单位为克（g）；

m_5 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶的质量，单位为克（g）；

m_6 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶和获得的干燥石油醚提取残渣的质量，单位为克（g）。

不预选提取试样中粗脂肪的含量 w_4 以质量分数表示，单位以克每 100 g（%）表示，按式（4）计算：

$$w_4 = \frac{m_6 - m_5}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_4 ——4.5.3 称取的试样质量，单位为克（g）；

m_5 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶的质量，单位为克（g）；

m_6 ——4.5.5 中装有玻璃珠的烧瓶和获得的干燥石油醚提取残渣的质量，单位为克（g）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留到小数点后一位。

4.7 精密度

在重复性条件下，试样中总脂肪两次独立测定结果之间的绝对差不得大于 0.5%，试样中粗脂肪两次独立测定结果之间的绝对差不得大于 0.3%。

5 滤袋法

5.1 原理

同 4.1。

5.2 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.2.1 水：GB/T 6682，三级。

5.2.2 石油醚：沸程30℃~60℃。

5.2.3 盐酸（3 mol/L）：量取 247 mL 浓盐酸，用水稀释并定容至 1 000 mL，混匀。

5.2.4 硅藻土：在 6 mol/L 盐酸中消煮 30 min，用水洗至中性，130℃干燥 3 h，密封保存，备用。

5.3 仪器设备

5.3.1 分析天平：精度 0.000 1 g、0.01 g。

5.3.2 脂肪抽提装置：温度可调节至 90℃±2℃。

5.3.3 水解装置：温度可调节至 100℃±2℃。

5.3.4 滤袋：耐3 mol/L盐酸消煮、耐石油醚，能密封、能截留≥1 μm的粒子。

5.3.5 干燥箱：温度能保持在103℃±2℃。

5.3.6 干燥器：内装有效的干燥剂。

5.4 样品

按照 GB/T 20195 规定制备试样，至少 200 g，粉碎使其全部过 1 mm 试验筛，混合均匀，装入密闭容器中，备用。如果试样不易粉碎，或脂肪含量超过 20%而不易获得均质、缩减的试样，按照 4.5.2 规定制备试样。

5.5 试验步骤

5.5.1 称样

平行做两份试验。称取 0.2g±0.01 g 硅藻土（5.2.4），置于滤袋中。准确称取 1.0 g 试样（ m_7 ），精确至 0.000 1 g，置于滤袋中，补充 0.1 g±0.01 g 硅藻土，封口，混匀。于 103℃±2℃干燥 3 h，取出，放入干燥器中冷却 30 min，称重（ m_8 ），精确至 0.000 1 g，同时做空白实验。如果试样是 B 类产品，按 5.5.2 操作；如果试样是 A 类产品，按 5.5.4 操作。

5.5.2 预先提取

将试样滤袋置于脂肪抽提装置（5.3.2）中，加入石油醚（5.2.2），使滤袋全部浸没，90℃回流提取 120 min；取出滤袋，在通风橱中挥发 30 min，去除残余石油醚，于 103℃±2℃干燥 60 min，采用 5.5.1 相同条件冷却并称重（ m_{10} ），精确至 0.000 1 g。

5.5.3 水解

将滤袋放入水解装置（5.3.3）中，按每个滤袋加入50 mL的量加入盐酸溶液（5.2.3），开启冷凝水，加热至即将沸程，调整加热功率保持微沸60 min。取出滤袋，用冷水洗涤至中性，放在滤纸上，用压板

轻轻挤压，吸干滤袋表面的水，于103 °C± 2 °C干燥3 h，取出，放入干燥器中冷却，称重 (m_9)，精确至0.000 1 g。

5.5.4 提取

将试样滤袋置于脂肪抽提装置(5.3.2)中，90 °C提取 120 min；取出滤袋，在通风橱中挥发 30 min，去除残余石油醚，103 °C± 2 °C干燥 60 min，取出，放入干燥器中，冷却至室温，称重 (m_{10})，精确至 0.000 1 g。

若采用脂肪测定仪，按仪器操作说明书进行测定。

5.6 试验数据处理

5.6.1 总脂肪

试样中总脂肪的含量 w_5 以质量分数表示，单位以百分含量表示，按式(3)计算：

$$w_5 = \frac{m_9 - m_{10}}{m_7} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m_7 ——试样质量，单位为克(g)；

m_9 ——酸水解后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量，单位为克(g)；

m_{10} ——抽提后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量，单位为克(g)。

5.6.2 粗脂肪

试样中粗脂肪的含量 w_6 以质量分数表示，单位以百分含量表示，按式(4)计算：

$$w_6 = \frac{m_8 - m_{10}}{m_7} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_7 ——试样质量，单位为克(g)；

m_8 ——滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量，单位为克(g)；

m_{10} ——抽提后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量，单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留到小数点后一位。

5.7 精密度

在重复性条件下，试样中总脂肪两次独立测定结果之间的绝对差不得大于 0.5%，试样中粗脂肪两次独立测定结果之间的绝对差不得大于 0.3%。