

中华人民共和国国家标准
《饲料中粗脂肪的测定》

编制说明

(公开征求意见稿)

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所
四川威尔检测技术股份有限公司
通威农业发展有限公司

2024年1月

目 录

一、工作简况	1
1.1 任务来源	1
1.2 标准修订背景	1
1.3 工作过程	2
二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据	4
2.1 标准编制原则	4
2.2 主要修订内容	4
2.2.1 修改适用范围	4
本文件描述了饲料中粗脂肪测定的传统法和滤袋法。	4
2.2.2 传统法修改采用 ISO 6492:1999	4
2.2.3 增加滤袋法	5
2.3 传统法修订	5
2.3.1 需要酸水解样品和不需要酸水解样品区分	5
2.3.2 鱼粉直接抽提法和酸水解-抽提法结果比较分析	6
2.4 滤袋法方法学研究	10
2.4.1 预抽提必要性考察	11
2.4.2 预抽提后酸水解时间考察	13
2.4.4 预抽提-酸水解后干燥时间考察	14
2.4.2 预抽提-酸水解-干燥后抽提时间考察	16
2.4.5 预抽提-水解-抽提后干燥时间考察	18
2.4.6 不同滤袋法设备和传统法的比较	19
2.5 方法适用性考察	25
三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果	26
四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况	26
五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准	26
六、与有关法律、法规的关系	26
七、重大分歧意见的处理经过和依据	27
八、涉及专利的有关说明	27
九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议	27
十、其他应当说明的事项	27

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2021 年第二批推荐性国家标准计划及相关标准外文版计划的通知》（国标委发[2021] 23 号），本标准修订项目的编号为 20213328-T-469，项目名称为《饲料中粗脂肪的测定》，项目承担单位为中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心（北京）]、四川威尔检测技术股份有限公司和通威股份有限公司。2022 年 6 月，因通威股份有限公司内部组织架构变革，对公司板块业务进行细分，新成立通威农业发展有限公司，承担原通威股份有限公司农牧板块全部业务，计划未来单独拆分上市，使后续业务更聚焦。因此，主要起草单位申请变更为中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心（北京）]、四川威尔检测技术股份有限公司和通威农业发展有限公司。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。

1.2 标准修订背景

《饲料中粗脂肪的测定》（GB/T 6433—2006）已实施 18 年，由于第一章范围“A 类、B 类产品分类”翻译不准确，导致饲料质检机构、饲料企业无法按照标准进行明确的 A 类、B 类产品分类，影响选择后续的试验步骤；另一方面，国内外关于滤袋法相关的研究报道有很多，使用非常广泛，滤袋法（利用高温快速测定油脂法）已于 2004 年通过 AOCS 认证，标准编号为 AOCS Approved Procedure Am 5-04。国内很多饲料质检机构、饲料生产企业采用此方法开展饲料中粗脂肪的测定，该方法简单、快速、准确性和重复性好，检测效率高，非常受饲料质检机构和饲料生产企业的欢迎，但国内一直没有滤袋法的国家/行业标准。

表 1 国内外食品、饲料中脂肪酸测定标准方法

序号	标准编号	标准名称	测定方法
1	ISO 6492-1999	Animal feeding stuffs — Determination of fat content 动物饲料-脂肪含量的测定	索氏抽提法
2	ISO 11085:2015	Cereals, cereals-based products and animal feeding stuffs — Determination of crude fat and total fat content by the Randall extraction method	索氏抽提法
3	AOCS Approved Procedure Am 5-04	Rapid Determination of Oil/Fat Utilizing High Temperature Solvent Extraction 利用高温快速测定油/脂法	滤袋法

序号	标准编号	标准名称	测定方法
4	GB/T 6433-2006	饲料中粗脂肪的测定	索氏抽提法
5	GB/T 18868-2002	饲料中水分、粗蛋白、粗纤维、粗脂肪、赖氨酸、蛋氨酸快速测定 近红外光谱法	近红外光谱法

本次标准修订拟修改采用 ISO 6492:1999、AOCS Approved Procedure Am 5-04，重新翻译“A类、B类产品分类”，增加目前饲料行业普遍采用的滤袋法作为饲料中粗脂肪测定的第二法，根据饲料行业粗脂肪检测需要，进一步细化试验步骤，保证标准的科学性、先进性，提高标准的可操作性，进一步提升粗脂肪测定方法实用性、可靠性和检测效率。修订 GB/T 6433—2006，有利于饲料原料和饲料生产企业加强饲料原料、饲料产品质量控制，加强脂肪精准营养调控，促进我国饲料业、畜牧业和水产养殖业的高质量发展。

1.3 工作过程

1.3.1 成立标准编制小组

2021年8月，四川威尔检测技术股份有限公司、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心（北京）]和通威股份有限公司接到国家标准修订任务后，成立了标准编制小组，落实了人员分工，详见表2。

表2 标准主要起草人员和任务分工

人员	职称	任务分工
张凤枰	教授级高工	项目主持人，负责项目的全面工作
樊霞	研究员	项目实施方案、标准文本和编制说明编写和完善、征求意见、方法验证
王石	副研究员	样品收集、样品检测、检测方法研究
宋军	高级工程师	样品收集、检测方法研究、标准文本和编制说明编写
杜亚欣	助理工程师	样品检测、检测方法研究

1.3.2 标准修订技术路线和方案制定

2021年9月~2022年1月，标准编制小组查阅了国内外有关标准文献资料，同时调研国内主要国有和民营饲料质检机构、饲料生产企业等标准方法采用情况，制定了标准修订内容和技术路线草案。2022年2月，中国农业科学院农业质量标准与检测技术研

究所[国家饲料质量监督检验中心（北京）]、四川威尔检测技术股份有限公司和通威股份有限公司组织有关专家、主要起草人员召开标准修订项目启动研讨视频会，确定标准修订的主要内容、技术路线、分工、完成时限等。



图 1 标准修订技术路线图

1.3.3 方法学考察及实际样品测定

2022 年 2 月~2023 年 12 月，开展样品收集、方法学研究和实际样品检测。

1.3.4 编制说明和征求意见稿编制、定向征求意见和标准验证

2024 年 1 月，标准编制小组完成标准文本、编制说明征求意见稿的编制工作。

二、国家标准编制原则、主要内容及其确定依据

2.1 标准编制原则

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》、GB/T 1.2—2020《标准化工作导则 第 2 部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》和 GB/T 20001.4—2015《标准编制规则第 4 部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，以保证标准的先进性和衔接性。本次修订在 GB/T 6433—2006 的基础上，索氏抽提法命名为“传统法”，修改采用《动物饲料—脂肪含量的测定》（ISO 6492：1999），新增滤袋法。本次修订结合国内外粗脂肪检测技术发展趋势和我国饲料行业发展现状，力求应用技术水平高、稳定性和重复性好的技术和设备，保证粗脂肪检测数据准确、可靠，并提高检测效率，全力满足我国饲料行业粗脂肪检测需要。

2.2 主要修订内容

2.2.1 修改适用范围

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。

2.2.2 传统法修改采用 ISO 6492:1999

《饲料中粗脂肪的测定》（GB/T 6433—2006）等同采用 ISO 6492:1999，本次修订结合我国饲料行业粗脂肪检测需要和检测技术发展现状，按照 GB/T 1.2—2020《标准化工作导则 第 2 部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》修改采

用 ISO 6492:1999。

2.2.3 增加滤袋法

参照《AOCS Approved Procedure Am 5-04 Rapid Determination of Oilfat Utilizing High Temperature Solvent Extraction》，采用 ANKOM XT15I、ALVA G15 等国内外滤袋法粗脂肪检测设备，考察方法的适用性和实际样品测定的可操作性。

2.3 传统法修订

2.3.1 需要酸水解样品和不需要酸水解样品区分

样品是否需要酸水解，是 GB/T 6433—2006 与之前版本的最大区别，也是可能存在理解偏差甚至让检测和分析人员无所适从的难点。实际生产中，除了少量特殊的纯植物性饲料原料之外，绝大多数饲料产品或饲料原料都经过热加工处理，应归类为需要酸水解的类别。为此选用 10 种饲料原料和饲料产品进行了酸水解和直接抽提方法的对比，结果见表 3。

表 3 不同类型试样直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

样品名称	直接抽提法		酸水解-抽提法		方法偏差 (%)
	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)	
玉米	3.24	3.2	3.69	3.9	0.7
	3.13		4.03		
	3.11		3.97		
玉米 DDGS	10.15	10.2	12.26	12.3	2.2
	10.16		12.33		
	10.16		12.37		
猪浓缩饲料	2.28	2.3	3.27	3.2	1.0
	2.27		3.25		
	2.29		3.21		
烘焙猫粮	17.01	17.0	17.67	17.6	0.7
	16.89		17.63		
	16.93		17.50		
海水鱼膨化配合饲料	6.75	6.8	9.61	9.7	2.9
	6.83		9.73		
	6.83		9.68		
猪肉骨粉	4.28	4.3	7.22	7.3	3.0
	4.24		7.20		
	4.30		7.37		
进口鱼粉	8.10	8.1	8.39	8.4	0.3

样品名称	直接抽提法		酸水解-抽提法		方法偏差 (%)
	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果(%)	平均值 (%)	
	8.09		8.43		
	8.09		8.26		
奶牛精料补充料	1.59	1.6	3.64	3.7	2.0
	1.60		3.67		
	1.67		3.64		
哺乳母猪配合饲料	5.32	5.3	5.93	6.0	0.7
	5.41		6.21		
	5.29		5.83		
菜粕 (加拿大)	1.04	1.0	2.73	2.8	1.8
	1.02		2.83		
	1.04		2.88		

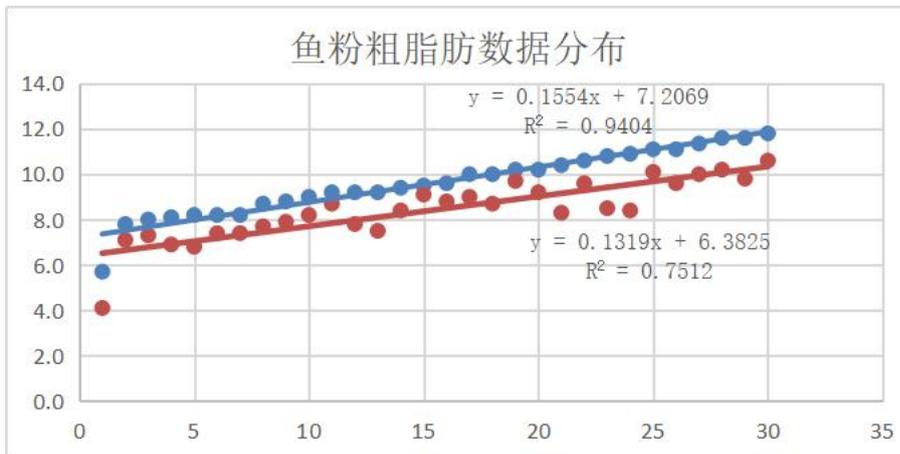
结果表明，除了进口鱼粉，玉米、菜粕（加拿大）、玉米 DDGS、猪肉骨粉、哺乳母猪配合饲料、海水鱼膨化配合饲料、乳猪浓缩料、奶牛精料补充料、烘焙猫粮的酸水解-抽提法粗脂肪测定结果与直接抽提法偏差均超过了 GB/T 6433—2006 规定允许偏差。直接抽提法主要提取试样中的游离脂肪，而酸水解-抽提法把结合态脂肪水解后，把游离态和结合态的脂肪都提取出来，最终测定结果为试样中的总脂肪含量。从脂肪分子水解角度分析，脂肪分子结构是甘油酸三酯，其平均分子量一般达到 800~900 左右，彻底酸水解为甘油和脂肪酸时通常需要和 3 个水分子结合，被抽提出来 3 个脂肪酸分子结合的水中的氢氧根分子量达到 51，但同时会损失一个甘油分子（甘油分子溶于水，分子量 92），实际质量变化不大。因为结合态脂肪的存在，进行酸水解后抽提所得粗脂肪总量一般会高于其直接抽提法脂肪结果。因此，建议没有进行酸水解直接抽提所得粗脂肪含量建议标注直接抽提结果，经酸水解后抽提测定的粗脂肪结果为总脂肪含量。

2.3.2 鱼粉直接抽提法和酸水解-抽提法结果比较分析

鱼粉加工过程经过热加工，试验采集 30 个鱼粉样品开展直接抽提法和酸水解-抽提法比较试验，结果见表 4、图 2。结果表明，30 批次鱼粉样品酸水解-抽提法结果在 5.7%~11.8% 之间，而直接抽提法测定结果在 4.1%~10.6% 之间，直接抽提法结果偏低 0.4%~2.5%，绝大部分直接抽提法和酸水解-抽提法结果之间的偏差超出 GB/T 6433—2006 规定允许偏差，但偏差规律性并不明显。

表 4 鱼粉直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)	样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)
鱼粉 1	5.7	4.1	1.6	鱼粉 16	9.6	8.8	0.8
鱼粉 2	7.8	7.1	0.7	鱼粉 17	10.0	9.0	1.0
鱼粉 3	8.0	7.3	0.7	鱼粉 18	10.0	8.7	1.3
鱼粉 4	8.1	6.9	1.2	鱼粉 19	10.2	9.7	0.5
鱼粉 5	8.2	6.8	1.4	鱼粉 20	10.2	9.2	1.0
鱼粉 6	8.2	7.4	0.8	鱼粉 21	10.4	8.3	2.1
鱼粉 7	8.2	7.4	0.8	鱼粉 22	10.6	9.6	1.0
鱼粉 8	8.7	7.7	1.0	鱼粉 23	10.8	8.5	2.3
鱼粉 9	8.8	7.9	0.9	鱼粉 24	10.9	8.4	2.5
鱼粉 10	9.0	8.2	0.8	鱼粉 25	11.1	10.1	1.0
鱼粉 11	9.2	8.7	0.5	鱼粉 26	11.1	9.6	1.5
鱼粉 12	9.2	7.8	1.4	鱼粉 27	11.4	10.0	1.4
鱼粉 13	9.3	7.5	1.7	鱼粉 28	11.6	10.2	1.4
鱼粉 14	9.4	8.4	1.0	鱼粉 29	11.6	9.8	1.8
鱼粉 15	9.5	9.1	0.4	鱼粉 30	11.8	10.6	1.2



左图为鱼粉粗脂肪检测结果分布，上方蓝色为酸水解，下方红色为直接抽提

图 2 鱼粉直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

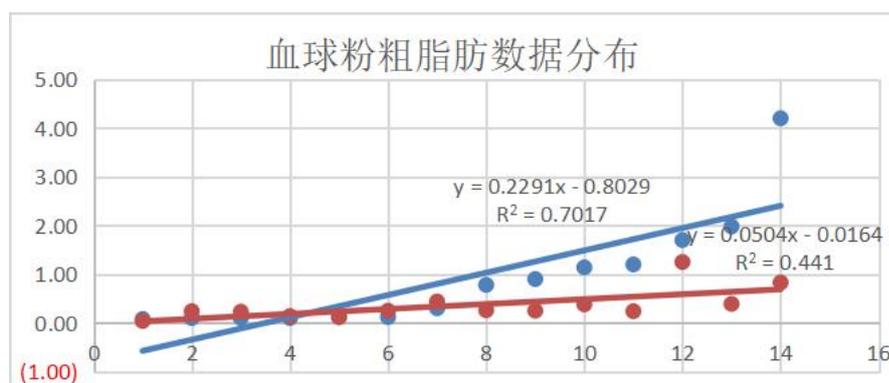
2.3.3 血球粉和血浆粉直接抽提法和酸水解-抽提法结果比较分析

血球粉和血浆粉加工过程经过热加工，试验采集 14 批次血球粉、11 批次血浆粉样品开展直接抽提法和酸水解-抽提法比较试验，结果见表 5、图 2。表 6、图 3 结果表明，14 批次血球粉样品酸水解-抽提法粗脂肪结果分布在 0.08%~4.20%之间，直接抽提法粗

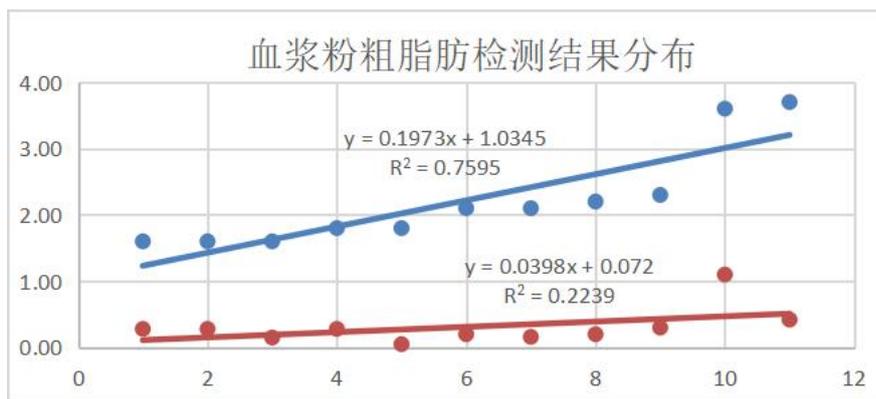
脂肪测定结果分布在 0.04%~1.25%之间，含量较高的血球粉直接抽提法和酸水解-抽提法结果之间的偏差大部分超出 GB/T 6433—2006 规定允许偏差，且趋势线斜率差异较大，两种结果之间不完全成正比；11 批次血浆粉样品直接抽提法和酸水解-抽提法结果之间的偏差全部超出 GB/T 6433—2006 规定允许偏差，两种结果之间也不完全成正比。

表 5 血球粉和血浆粉直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)	样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)
血球粉 1	0.08	0.04	0.04	血浆粉 1	1.60	0.28	1.32
血球粉 2	0.10	0.24	-0.14	血浆粉 2	1.60	0.28	1.32
血球粉 3	0.10	0.23	-0.13	血浆粉 3	1.60	0.15	1.45
血球粉 4	0.10	0.14	-0.04	血浆粉 4	1.80	0.28	1.52
血球粉 5	0.12	0.12	0.00	血浆粉 5	1.80	0.05	1.75
血球粉 6	0.12	0.25	-0.13	血浆粉 6	2.10	0.20	1.90
血球粉 7	0.30	0.44	-0.14	血浆粉 7	2.10	0.16	1.94
血球粉 8	0.78	0.26	0.52	血浆粉 8	2.20	0.20	2.00
血球粉 9	0.90	0.25	0.65	血浆粉 9	2.30	0.30	2.00
血球粉 10	1.14	0.38	0.76	血浆粉 10	3.60	1.10	2.50
血球粉 11	1.20	0.24	0.96	血浆粉 11	3.70	0.42	3.28
血球粉 12	1.70	1.25	0.45	—	—	—	—
血球粉 13	1.98	0.39	1.59	—	—	—	—
血球粉 14	4.20	0.83	3.37	—	—	—	—



左图为血球粉粗脂肪检测结果分布，上方蓝色为酸水解，下方红色为直接抽提



左图为血浆粉粗脂肪检测结果分布，上方蓝色为酸水解，下方红色为直接抽提

图3 血球粉和血浆粉直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

2.3.4 其他常见动物性饲料原料直接抽提法和酸水解-抽提法结果比较分析

试验采集羽毛粉、骨粉、肉粉、肉骨粉开展直接抽提法和酸水解-抽提法比较试验，结果见表6、图4。结果表明，上表4种常见动物性饲料原料羽毛粉、骨粉、肉粉、肉骨粉样品直接抽提法和酸水解-抽提法结果之间的偏差全部超出GB/T 6433-2006规定允许偏差，偏差的比例各不相同，且没有明确规律。

表6 羽毛粉、骨粉、肉粉、肉骨粉直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)	样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)
羽毛粉 1	2.5	0.8	1.7	骨粉 1	10.4	9.3	1.1
羽毛粉 2	3.0	1.5	1.5	骨粉 2	10.6	4.8	5.8
羽毛粉 3	3.3	2.4	0.9	骨粉 3	12.0	5.6	6.4
羽毛粉 4	4.9	4.1	0.8	骨粉 4	12.2	9.8	2.4
羽毛粉 5	5.2	4.6	0.6	骨粉 5	12.8	10.4	2.4
羽毛粉 6	5.4	3.2	2.2	骨粉 6	14.8	14.0	0.8
羽毛粉 7	5.5	4.7	0.8	骨粉 7	15.0	8.2	6.8
羽毛粉 8	7.8	5.8	2.0	骨粉 8	16.0	9.9	6.1
肉粉 1	10.3	9.0	1.3	肉骨粉 1	8.4	5.6	2.8
肉粉 2	12.4	10.6	1.8	肉骨粉 2	8.4	4.8	3.6
肉粉 3	12.6	10.4	2.2	肉骨粉 3	9.0	6.2	2.8
肉粉 4	13.6	11.2	2.4	肉骨粉 4	9.2	7.8	1.4
肉粉 5	13.9	12.1	1.8	肉骨粉 5	10.0	7.5	2.5
肉粉 6	14.4	13.8	0.6	肉骨粉 6	10.8	6.6	4.2
肉粉 7	14.6	12.4	2.2	肉骨粉 7	11.0	9.2	1.8

样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)	样品	酸水解-抽提法 (%)	直接抽提法 (%)	偏差 (%)
肉粉 8	14.8	13.5	1.3	肉骨粉 8	11.2	7.8	3.4
肉粉 9	15.5	14.0	1.5	肉骨粉 9	11.8	8.7	3.1
肉粉 10	15.6	13.2	2.4	肉骨粉 10	12.4	11.1	1.3
肉粉 11	17.3	13.3	4.0	肉骨粉 11	12.6	10.8	1.8
肉粉 12	17.3	16.0	1.3	肉骨粉 12	12.9	8.6	4.3
肉粉 13	17.4	15.6	1.8	肉骨粉 13	13.3	11.8	1.5
肉粉 14	17.4	15.1	2.3	—	—	—	—
肉粉 15	20.2	19.3	0.9	—	—	—	—

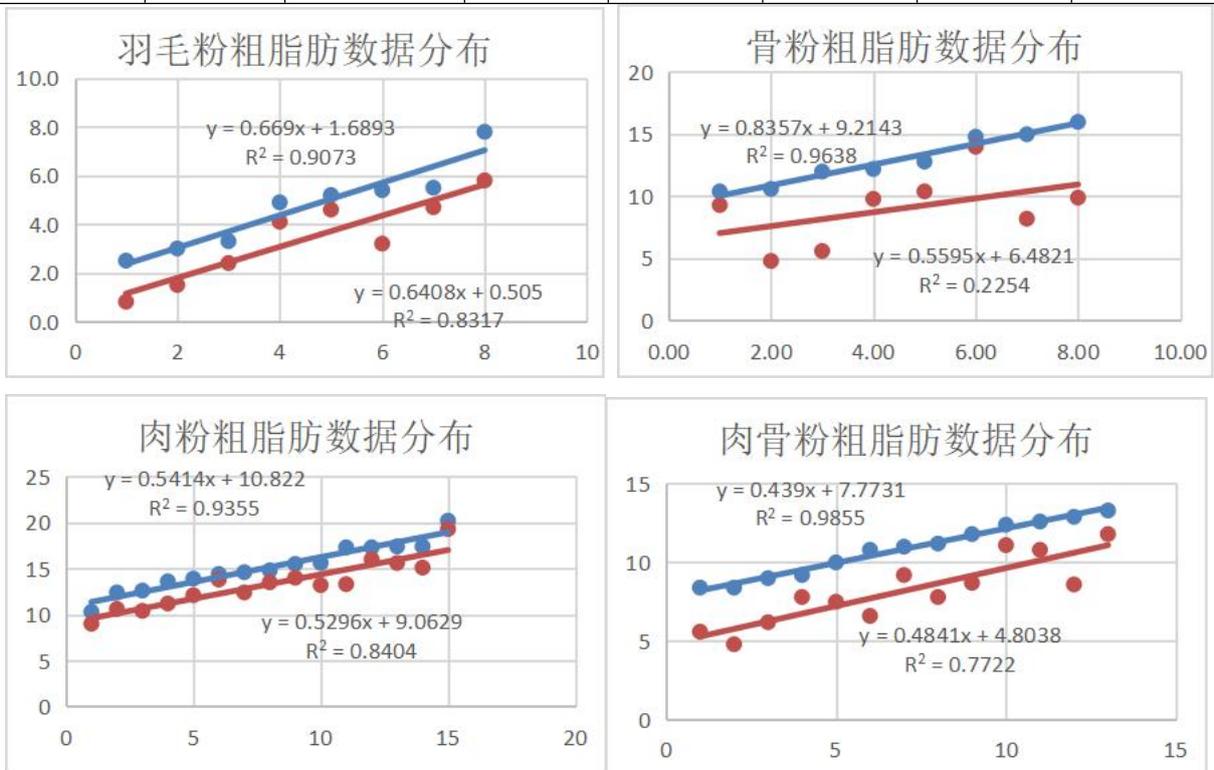


图 4 羽毛粉、骨粉、肉粉、肉骨粉直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果比较

以上结果表明，除部分植物性饲料原料，脂肪不经预先水解不能提取的单一植物性饲料原料、经热加工的饲料原料和饲料产品，以及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等 B 类试样，直接抽提法和酸水解-抽提法粗脂肪测定结果差异较大，需要酸水解后抽提测定其脂肪含量，**建议：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为总脂肪含量，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为粗脂肪含量。**

2.4 滤袋法方法学研究

标准研究试验采用用2种型号滤袋法饲料脂肪测定仪，仪器说明书推荐条件为：在滤袋中按“硅藻土-样品-硅藻土”的顺序称量样品后密封，摇匀，于 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥3 h，冷却称重 (m_1) 【于干燥器中冷却至室温（一般需30 min左右），再准确称重】，后置于滤袋抽提装置中，加入适量沸程为 $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ - $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的石油醚，打开冷凝水，按仪器使用方法 $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 回流抽提120 min，适当冷却后取出滤袋（一般冷却至 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下），于 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥3 h，如前冷却称重 (m_2)。将称重完的滤袋放入酸水解装置中，按每个样品50 mL的量（不超过酸水解装置安全容量）加入1+3盐酸溶液，打开冷凝水，小心加热溶液并保持微沸，回流水解60 min，在装置中用冷水洗涤至中性，取出滤袋放在滤纸上，用压板轻轻挤压，吸干滤袋表面的水，于 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥3 h，取出滤袋，如前冷却称重 (m_9)。将试样滤袋置于脂肪抽提装置（5.3.2）中， $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 提取120 min，取出滤袋， $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥60 min，取出滤袋，如前冷却称重 (m_{10})。

标准编制小组在此基础上开展滤袋法方法学考察。

2.4.1 预抽提必要性考察

考虑到滤袋经受酸处理的影响和滤袋密封性对抽提结果的影响，选取菜籽粕、哺乳母猪配合饲料、烘焙猫粮 3 个样品，按照仪器操作说明书，进行预抽提-酸水解-抽提法和酸水解-抽提法比较试验，考察预抽提的必要性，结果见表 7。两种型号滤袋法脂肪仪对比结果显示，滤袋法粗脂肪酸水解检测中增加预抽提非常有必要，特别是粗脂肪含量较高的样品，即使脂肪含量低的菜粕样也是预抽提步骤的结果更高。

表 7 滤袋法预抽提必要性考察

样品	仪器 1				仪器 2			
	直接酸水解		预抽提-酸水解		直接酸水解		预抽提-酸水解	
	结果 (%)	均值 (%)	结果 (%)	均值 (%)	结果 (%)	均值 (%)	结果 (%)	均值 (%)
菜籽粕	2.36	2.3	2.49	2.5	2.02	2.0	2.48	2.4
	2.22		2.47		2.03		2.37	
	2.20		2.41		2.03		2.46	
哺乳母猪配合饲料	4.97	4.9	5.70	5.7	5.22	5.0	5.28	5.5
	4.73		5.80		5.05		5.58	
	4.89		5.48		4.79		5.53	

烘焙猫粮	15.56	15.4	17.38	17.4	16.39	16.4	17.85	17.7
	15.48		17.36		16.23		17.47	
	15.21		17.56		16.44		17.63	

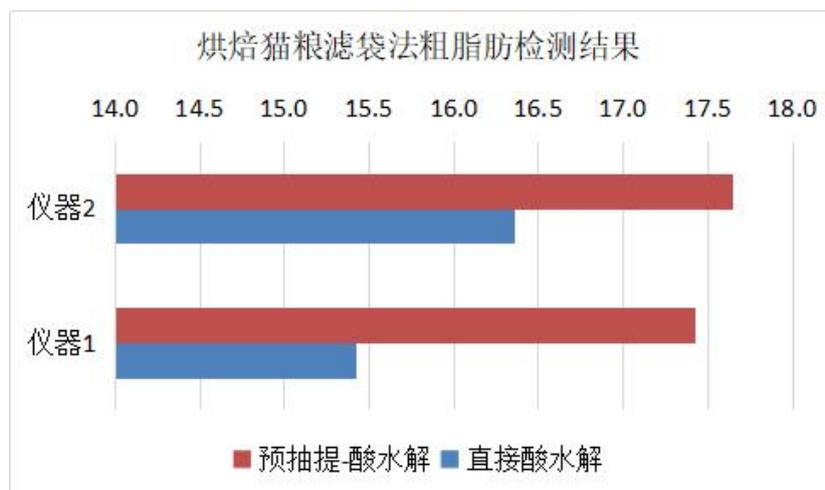
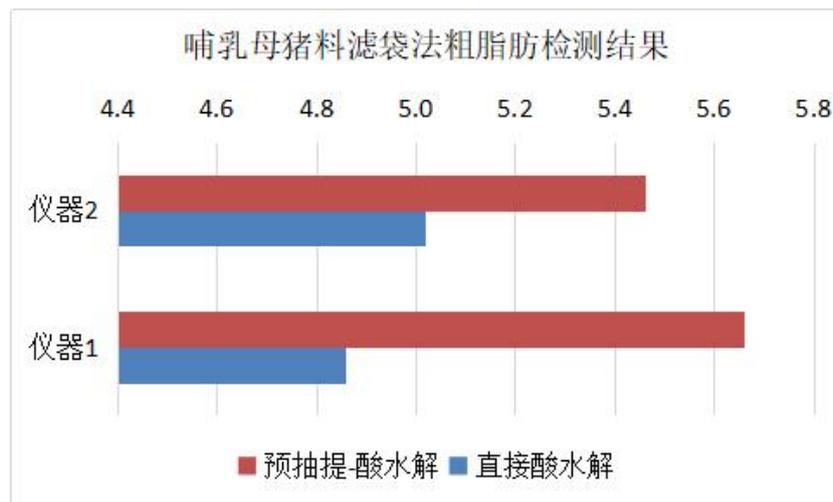
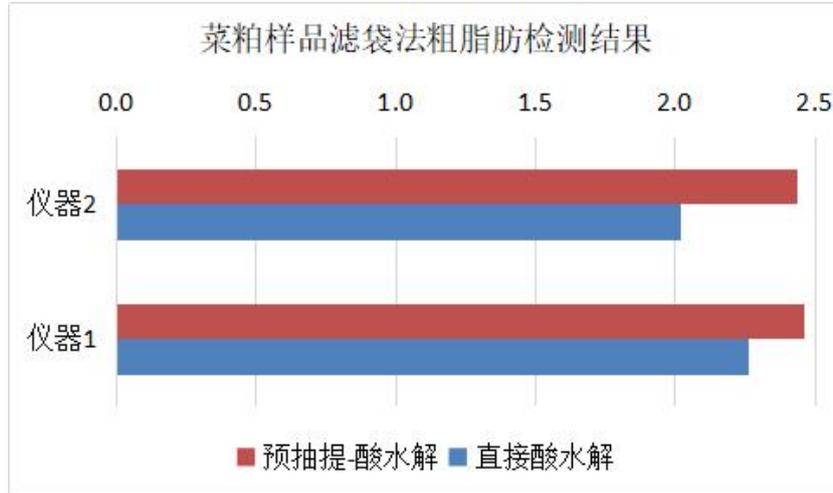


图5 菜粕、哺乳母猪料、烘焙猫粮预抽提酸水解和直接酸水解粗脂肪测定结果比较

2.4.2 预抽提后酸水解时间考察

采集玉米、菜籽粕、猪肉骨粉、进口鱼粉、哺乳母猪配合饲料、海水鱼膨化配合饲料、乳猪浓缩料、奶牛精料补充料、烘焙猫粮等 9 个样品，按照仪器操作说明书预抽提后，其他条件按仪器说明书推荐执行，考察酸水解 40 min、50 min、60 min、70 min、80 min 对测定结果的影响，结果见表 8。

表 8 滤袋法酸水解时间对测定结果的影响（仪器 1）

样品名称	酸水解 40 min		酸水解 50 min		酸水解 60 min		酸水解 70 min		酸水解 80 min	
	测定结果 (%)	平均值 (%)								
玉米	2.23	2.2	2.45	2.6	3.83	3.7	3.82	4.0	3.86	3.8
	2.04		2.58		3.34		4.00		3.72	
	2.19		2.71		3.97		4.13		3.66	
乳猪浓缩饲料	2.95	3.2	2.86	2.9	3.02	3.0	3.43	3.4	2.99	3.0
	3.38		2.86		3.01		3.36		2.99	
	3.35		3.10		3.02		3.37		2.96	
烘焙猫粮	17.52	17.7	17.68	17.7	17.40	17.5	17.46	17.5	17.59	17.6
	17.75		17.35		17.72		17.62		17.66	
	17.79		18.16		17.37		17.50		17.59	
海水鱼膨化配合饲料	9.36	9.1	9.26	9.3	9.59	9.5	9.90	9.7	9.86	9.8
	8.88		9.26		9.48		9.79		9.85	
	8.93		9.41		9.44		9.50		9.65	
猪肉骨粉	6.42	6.7	6.87	7.2	7.59	7.6	7.20	7.5	7.54	7.6
	6.81		7.08		7.67		7.80		7.51	
	6.77		7.72		7.47		7.50		7.76	
进口鱼粉	8.42	8.5	8.72	8.7	8.61	8.8	8.86	8.8	8.57	8.6
	8.36		8.63		8.98		8.59		8.63	
	8.73		8.78		8.77		9.09		8.51	
奶牛精补料	3.44	3.5	3.20	3.2	3.77	3.6	4.37	3.7	3.74	3.5
	3.56		2.96		3.55		3.34		3.38	
	3.47		3.31		3.61		3.52		3.39	
哺乳母猪	5.69	5.7	5.23	5.4	6.17	6.0	5.85	6.0	6.00	5.9
	5.89		5.68		5.68		6.09		5.95	

样品名称	酸水解 40 min		酸水解 50 min		酸水解 60 min		酸水解 70 min		酸水解 80 min	
	测定结果 (%)	平均值 (%)								
	5.39		5.37		6.07		6.14		5.80	
菜籽粕	2.29	2.3	2.21	2.3	3.26	3.1	3.16	3.4	2.71	2.7
	2.08		2.29		3.15		3.69		2.67	
	2.41		2.32		2.84		3.46		2.77	

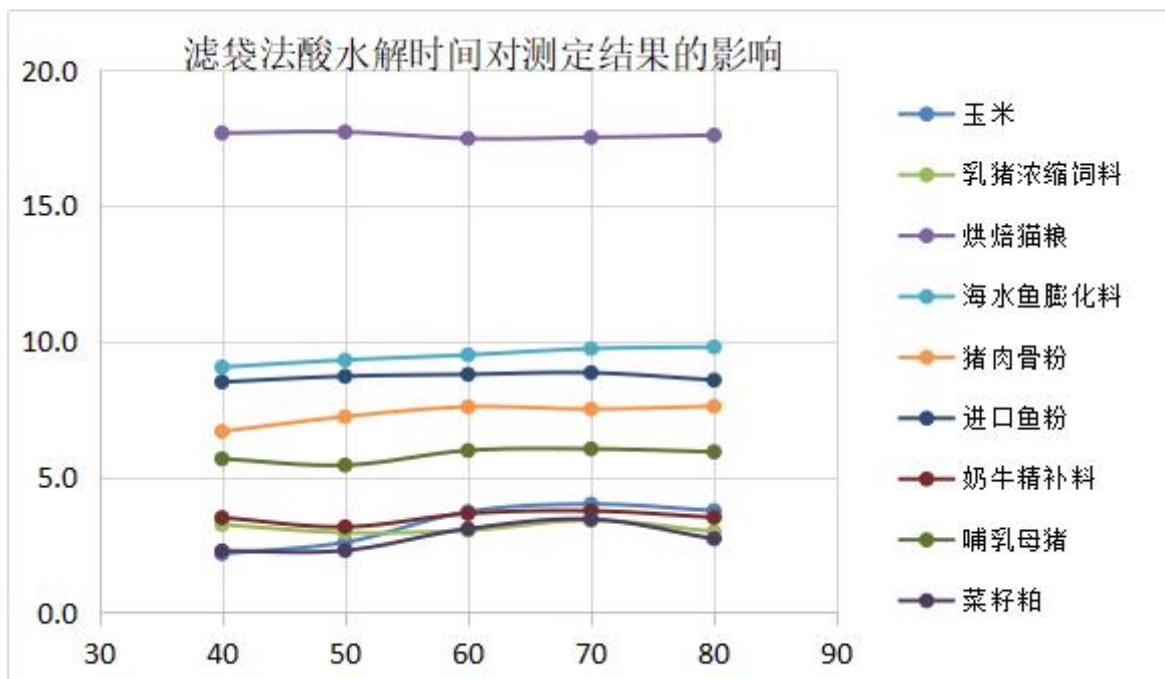


图 6 滤袋法酸水解时间对测定结果的影响

表 9、图 6 显示，大部分样品随酸水解时间延长测得的粗脂肪含量增加，且达到 60 分钟以后趋于稳定，说明酸水解 60 min，结合脂肪水解较彻底，综合考虑设定酸水解时间为 60 min。

2.4.4 预抽提-酸水解后干燥时间考察

考虑到酸水解后滤袋内部完全打湿，专门考察水解后干燥条件的影响。选取玉米、玉米 DDGS、乳猪浓缩饲料、烘焙猫粮、海水鱼膨化配合饲料、猪肉骨粉、进口鱼粉、奶牛精补料、哺乳母猪配合饲料、菜籽粕等 10 个样品，按照仪器操作说明书预抽提、酸水解、抽提后，用滤纸吸掉内外部残余水分，于 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥，考察预抽提、酸水解、抽提后干燥时间对粗脂肪测定结果的影响，结果见表 9、图 7。结果表明， $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 120 min~360 min 结果都相对稳定，显示过长干燥时间并无必要，为保证干燥充分，综合考虑确定干燥时间为 180 min。

表9 预抽提、酸水解后干燥时间对测定结果的影响（仪器1）

样品名称	干燥-120min		干燥-180min		干燥 240min		干燥-300min		干燥-360min	
	测定结果 (%)	平均值 (%)								
玉米	3.76	3.7	3.66	3.6	3.60	3.5	3.57	3.5	3.55	3.5
	3.55		3.45		3.37		3.36			
	3.80		3.70		3.61		3.55			
玉米 DDGS	12.35	12.4	12.20	12.2	12.16	12.2	12.15	12.1	12.15	12.1
	12.31		12.19		12.16		12.12			
	12.40		12.21		12.16		12.12			
乳猪浓缩饲料	2.95	3.0	3.02	3.0	2.98	2.9	2.72	2.9	2.84	2.8
	3.13		3.01		2.97		2.99			
	3.05		3.02		2.78		2.83			
烘焙猫粮	17.32	17.4	17.40	17.5	17.19	17.2	17.41	17.4	17.24	16.9
	17.29		17.72		17.38		17.07			
	17.69		17.37		17.10		17.61			
海水鱼膨化配合饲料	9.98	9.8	9.59	9.5	9.57	9.6	9.48	9.5	9.52	9.4
	9.77		9.48		9.78		9.65			
	9.78		9.44		9.54		9.28			
猪肉骨粉	6.66	6.8	6.89	6.7	6.67	6.7	6.75	6.5	6.38	6.5
	6.90		6.57		6.92		6.65			
	6.68		6.61		6.55		6.19			
进口鱼粉	8.95	9.0	8.61	8.8	8.89	8.8	8.49	8.5	8.44	8.5
	8.96		8.98		8.69		8.62			
	9.14		8.77		8.77		8.45			
奶牛精补料	3.69	3.6	3.77	3.6	3.50	3.6	3.65	3.6	3.46	3.4
	3.48		3.55		3.62		3.61			
	3.63		3.61		3.55		3.57			
哺乳母猪	5.88	5.9	6.17	6.0	6.07	6.0	5.53	5.7	5.92	5.8
	5.96		5.68		5.94		5.72			
	5.89		6.07		5.91		5.83			
菜籽粕	2.81	2.9	3.26	3.1	2.81	2.8	3.00	2.8	2.90	2.8
	3.18		3.15		3.01		2.60			
	2.76		2.84		2.64		2.74			

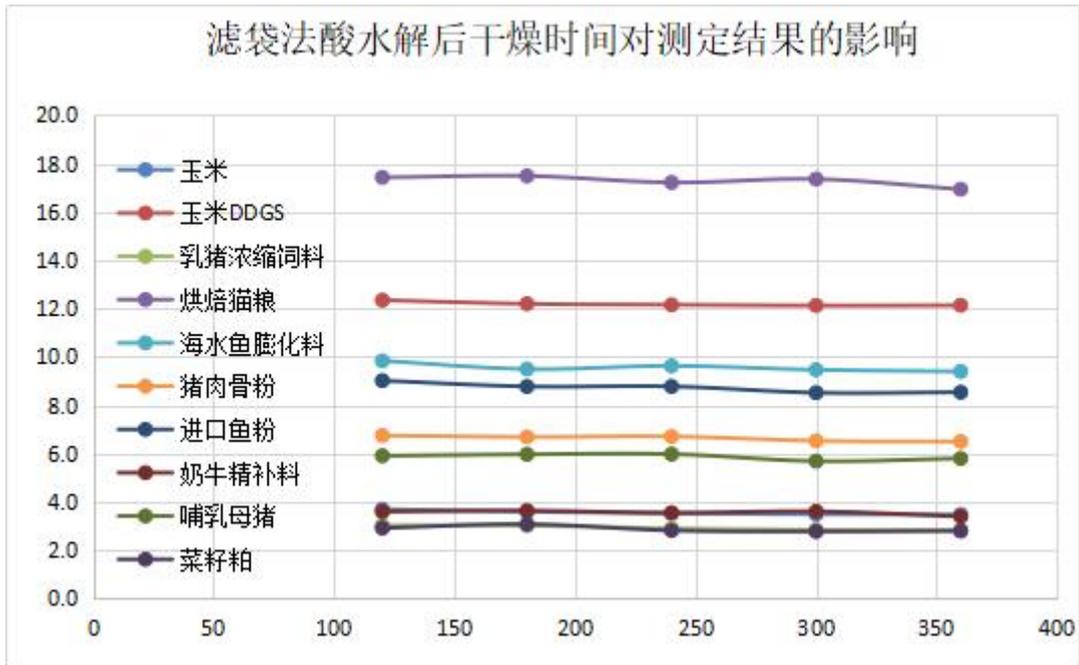


图 7 滤袋法酸水解后干燥时间对测定结果的影响

2.4.2 预抽提-酸水解-干燥后抽提时间考察

采集玉米、玉米 DDGS、乳猪浓缩料、烘焙猫粮、海水鱼膨化配合饲料、猪肉骨粉、进口鱼粉、奶牛精料补充料、哺乳母猪配合饲料、菜籽粕等 10 个样品，按照仪器操作说明书预抽提、水解后，考察抽提 60 min、80 min、100 min、120 min、180 min、240 min、300 min 对粗脂肪测定结果的影响，结果见表 10。结果表明，抽提时间超过 100 分钟后结果趋于稳定，为保证抽提充分，综合考虑设定抽提时间为 120 min。

表 10 滤袋法酸水解后抽提时间对测定结果的影响（仪器 1）

样品名称	60 min		80 min		100 min		120 min		180 min	
	测定结果 (%)	平均值 (%)								
玉米	2.23	2.0	1.92	1.9	3.87	3.6	3.83	3.7	3.75	3.8
	1.91		1.92		3.48		3.34		3.61	
	1.70		1.76		3.55		3.97		3.91	
玉米 DDGS	11.65	11.3	12.14	12.0	12.30	12.3	12.20	12.2	12.87	12.9
	10.96		12.14		12.38		12.19		12.95	
	11.35		11.64		12.22		12.21		12.83	
猪浓缩饲料	2.49	2.4	3.32	3.2	2.98	3.0	3.02	3.0	2.97	3.0
	2.50		3.29		2.99		3.01		2.96	
	2.15		3.12		2.91		3.02		3.04	

样品名称	60 min		80 min		100 min		120 min		180 min	
	测定结果 (%)	平均值 (%)								
烘焙猫粮	16.83	16.8	17.71	17.8	17.80	17.8	17.40	17.5	17.57	17.6
	17.43		17.90		17.92		17.72		17.75	
	16.17		17.72		17.75		17.37		17.46	
海水鱼膨化配合饲料	9.22	8.8	9.36	9.4	9.98	9.8	9.59	9.5	9.40	9.5
	8.27		9.53		9.77		9.48		9.48	
	8.83		9.43		9.58		9.44		9.49	
猪肉骨粉	6.74	7.0	7.16	7.2	7.68	7.5	7.68	7.5	7.61	7.4
	7.08		6.84		7.32		7.32		7.42	
	7.26		7.47		7.59		7.59		7.19	
进口鱼粉	8.27	8.1	8.88	8.9	8.63	8.7	8.61	8.8	8.62	8.7
	8.23		9.08		8.84		8.98		8.83	
	7.68		8.85		8.52		8.77		8.57	
奶牛精补料	2.69	2.7	3.30	3.5	3.30	3.3	3.77	3.6	3.42	3.6
	2.53		3.64		3.27		3.55		3.69	
	2.91		3.41		3.26		3.61		3.69	
哺乳母猪	5.91	5.5	6.45	6.3	6.37	6.3	6.36	6.4	6.11	6.1
	5.13		6.07		6.43		6.46		6.17	
	5.33		6.33		6.10		6.39		5.95	
菜粕(加拿大)	1.71	1.9	2.25	2.3	2.49	2.4	2.81	2.9	3.00	2.9
	1.94		2.29		2.36		3.18		2.95	
	2.19		2.42		2.36		2.76		2.69	

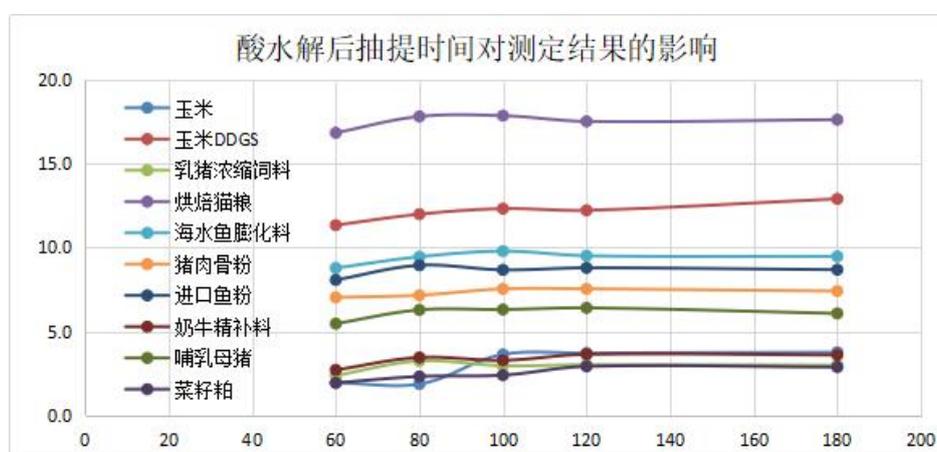


图 8 滤袋法酸水解后干燥时间对测定结果的影响

2.4.5 预抽提-水解-抽提后干燥时间考察

选取乳猪浓缩饲料、哺乳母猪配合饲料、烘焙猫粮共 3 个样品，按照仪器操作说明书预抽提、水解、再抽提后，在 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥，考察干燥时间对粗脂肪测定结果的影响，测定结果见表 11、图 9。结果表明， $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 120 min 与 180 min、240 min、300 min、360 min 结果一致，过长干燥时间并无必要，综合考虑确定抽提后干燥时间为 120 min。

表 11 第二次抽提后干燥时间对测定结果的影响（仪器 2）

样品名称	干燥 120 min		干燥 180 min		干燥 240 min		干燥 300 min		干燥 360 min	
	测定结果 (%)	平均值 (%)								
乳猪浓缩饲料	3.28	3.3	3.25	3.2	3.33	3.3	3.34	3.3	3.22	3.3
	3.48		3.14		3.28		3.37		3.28	
	3.27		3.31		3.29		3.20		3.34	
哺乳母猪配合饲料	5.40	5.4	5.60	5.5	5.57	5.6	5.46	5.5	5.60	5.7
	5.24		5.62		5.55		5.58		5.81	
	5.50		5.25		5.63		5.51		5.63	
烘焙猫粮	17.01	17.1	17.15	17.1	17.32	17.0	16.79	17.1	16.70	17.0
	17.43		17.00		16.77		17.20		17.24	
	16.99		17.03		16.90		17.37		17.01	

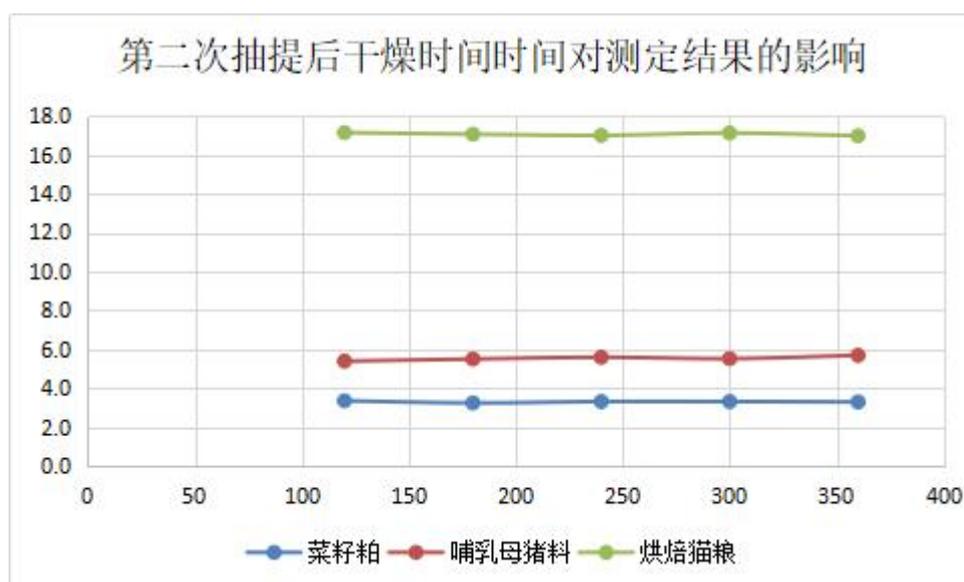


图 9 滤袋法第二次抽提后干燥时间对测定结果的影响

2.4.6 不同滤袋法设备和传统法的比较

采用滤袋法脂肪测定仪仪器 1、仪器 2，用玉米、菜籽粕、玉米 DDGS、猪肉骨粉、进口鱼粉、哺乳母猪配合饲料、海水鱼膨化配合饲料、乳猪浓缩料、奶牛精料补充料、烘焙猫粮等 10 个样品，按照上述确定的预抽提-酸水解-抽提方法和条件，与传统酸水解-抽提法进行方法比较试验，结果见表 12、图 10。

表 12 不同滤袋法仪器和传统法方法比较试验结果

样品名称	传统法		滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2	
	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)
玉米	3.69	3.9	3.72	3.8	3.83	3.7
	4.03		3.79		3.34	
	3.97		3.89		3.97	
玉米 DDGS	12.26	12.3	12.13	12.3	12.20	12.2
	12.33		12.29		12.19	
	12.37		12.53		12.21	
乳猪浓缩饲料	3.27	3.2	3.09	3.2	2.95	3.0
	3.25		3.31		3.13	
	3.21		3.18		3.05	
烘焙猫粮	17.67	17.6	17.37	17.4	17.32	17.4
	17.63		17.38		17.29	
	17.50		17.30		17.69	
海水鱼膨化配合饲料	9.61	9.7	9.72	9.9	9.98	9.8
	9.73		9.98		9.77	
	9.68		10.12		9.78	
猪肉骨粉	7.22	7.3	7.52	7.6	6.66	6.8
	7.20		7.83		6.90	
	7.37		7.32		6.68	
进口鱼粉	8.39	8.4	9.37	9.3	8.95	9.0
	8.43		9.45		8.96	
	8.26		9.17		9.14	
奶牛精补料	3.64	3.7	3.93	3.9	3.69	3.6
	3.67		3.96		3.48	

样品名称	传统法		滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2	
	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)
	3.64		3.81		3.63	
哺乳母猪	5.93	6.0	5.97	5.7	5.88	5.9
	6.21		5.54		5.96	
	5.83		5.56		5.89	
菜籽粕	2.73	2.8	2.73	2.9	2.81	2.9
	2.83		2.93		3.18	
	2.88		3.06		2.76	

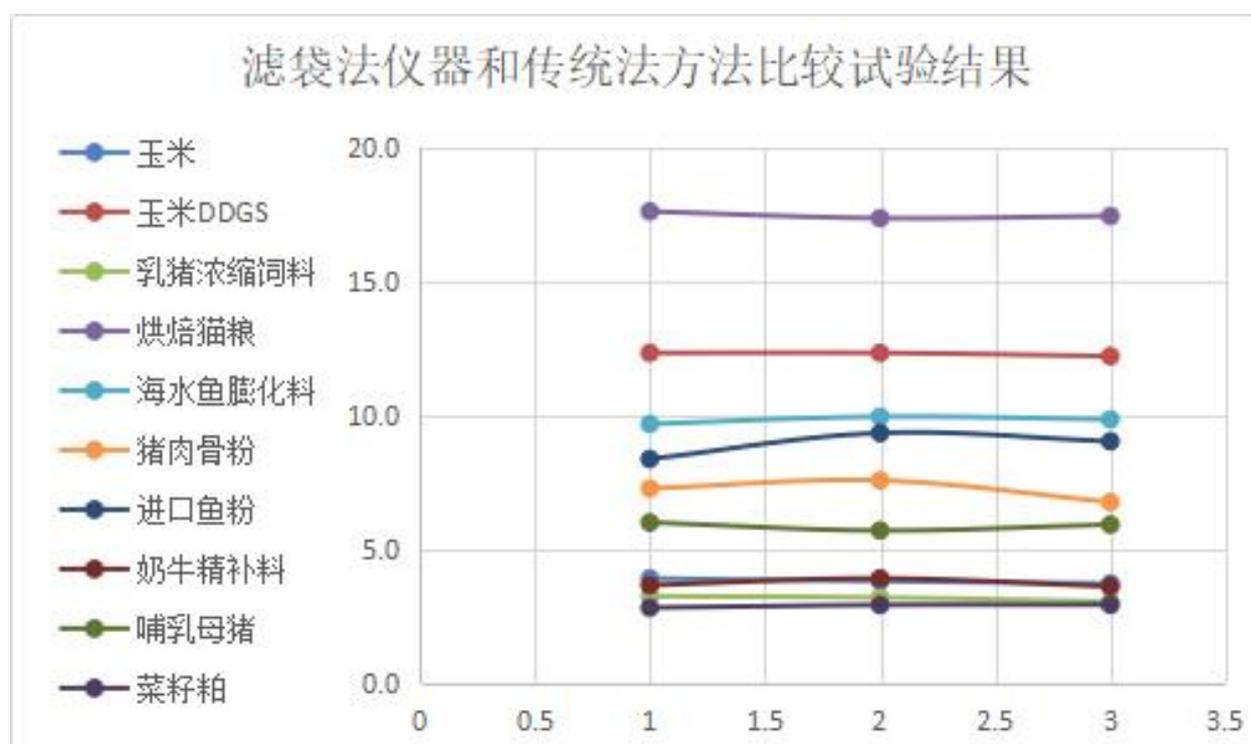


图 10 滤袋法和传统法方法比较试验结果

滤袋法有直接抽提和预抽提-酸水解-抽提两种模式，采集玉米、菜籽粕、玉米 DDGS、猪肉骨粉、进口鱼粉、哺乳母猪配合饲料、海水鱼膨化配合饲料、乳猪浓缩料、奶牛精料补充料、烘焙猫粮等 10 个样品，分别开展滤袋直接抽提法与传统直接抽提法，滤袋预抽提-酸水解-抽提法与传统酸水解-抽提法方法比较试验，结果表 13 和图 11、表 14 和图 12。

表 13 滤袋法与传统法直接抽提测定结果比较

样品名称	直接索氏抽提结果		滤袋直接法结果 (滤袋法仪器 1)		滤袋直接法结果 (滤袋法仪器 2)	
	计算结果%	平均值%	计算结果%	平均值%	计算结果%	平均值%
玉米	3.20	3.2	3.36	3.1	3.38	3.3
	3.20		2.92		2.91	
	3.20		2.95		3.50	
玉米 DDGS	10.30	10.3	10.35	10.5	11.30	10.7
	10.30		10.55		9.17	
	10.30		10.73		11.49	
乳猪浓缩饲料	2.40	2.4	2.26	2.4	2.36	2.4
	2.40		2.50		2.45	
	2.40		2.31		2.48	
烘焙猫粮	17.40	17.4	16.91	16.9	16.46	16.5
	17.40		16.77		16.27	
	17.30		16.96		16.70	
海水鱼膨化配合饲料	7.20	7.2	6.72	6.7	7.04	7.0
	7.10		6.74		6.98	
	7.20		6.66		7.03	
猪肉骨粉	5.50	5.4	5.92	5.8	6.02	6.0
	5.50		6.22		6.21	
	5.30		5.21		5.66	
进口鱼粉	8.50	8.6	7.89	7.8	8.22	8.3
	8.60		8.02		8.29	
	8.60		7.35		8.47	
奶牛精补料	2.30	2.2	2.57	3.0	2.80	2.8
	2.20		3.28		2.73	
	2.20		3.12		2.88	
哺乳母猪	5.40	5.4	5.24	5.0	5.30	5.4
	5.50		4.83		5.48	
	5.40		4.77		5.47	
菜籽粕	1.10	1.1	0.81	1.4	1.57	1.6
	1.20		1.63		1.78	
	1.10		1.67		1.47	

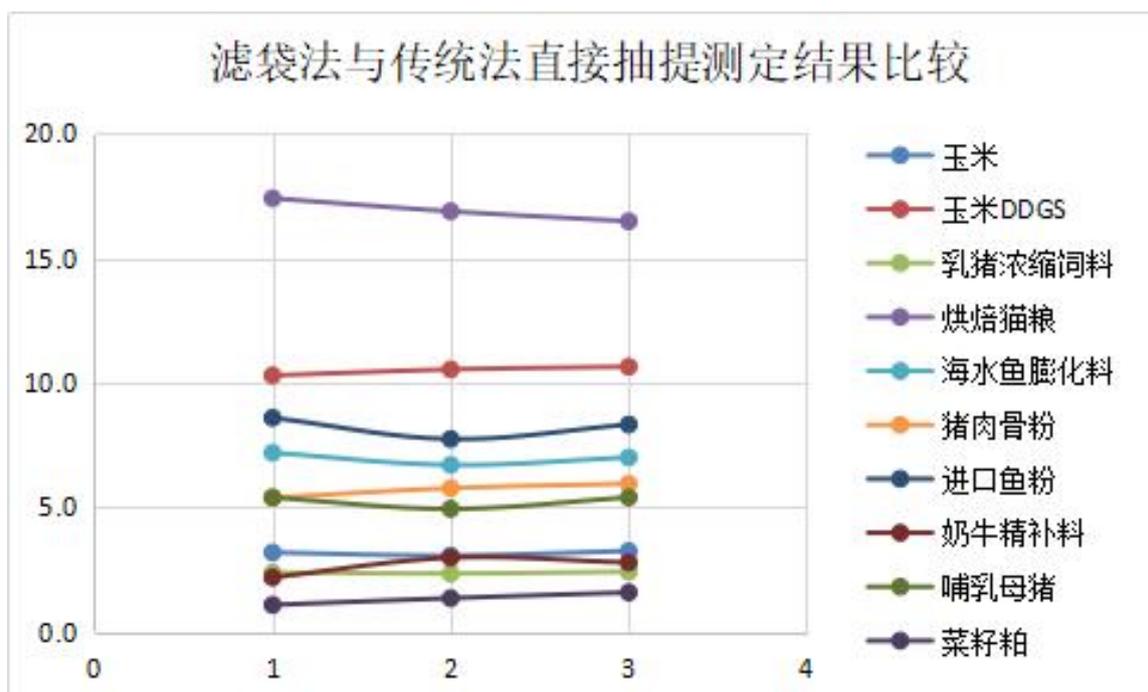


图 11 滤袋法和传统法直接抽提测定结果比较

表 14 滤袋预抽提-酸水解-抽提法与传统酸水解-抽提法测定结果比较

样品名称	传统酸水解-抽提法		滤袋法预抽提-酸水解-抽提法 (仪器 1)		滤袋法预抽提-酸水解-抽提法 (仪器 2)	
	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)	测定结果 (%)	平均值 (%)
玉米	3.69	3.9	3.72	3.8	3.83	3.7
	4.03		3.79		3.34	
	3.97		3.89		3.97	
玉米 DDGS	12.26	12.3	12.13	12.3	12.20	12.2
	12.33		12.29		12.19	
	12.37		12.53		12.21	
乳猪浓缩饲料	3.27	3.2	3.09	3.2	2.95	3.0
	3.25		3.31		3.13	
	3.21		3.18		3.05	
烘焙猫粮	17.67	17.6	17.37	17.4	17.32	17.4
	17.63		17.38		17.29	
	17.50		17.30		17.69	
海水鱼膨化配合饲料	9.61	9.7	9.72	9.9	9.98	9.8
	9.73		9.98		9.77	
	9.68		10.12		9.78	
猪肉骨粉	7.22	7.3	7.52	7.6	7.59	7.6
	7.20		7.83		7.67	
	7.37		7.32		7.47	
进口鱼粉	8.39	8.4	9.37	9.3	8.95	9.0
	8.43		9.45		8.96	
	8.26		9.17		9.14	
奶牛精补料	3.64	3.7	3.93	3.9	3.69	3.6
	3.67		3.96		3.48	
	3.64		3.81		3.63	
哺乳母猪	5.93	6.0	5.97	5.7	5.88	5.9
	6.21		5.54		5.96	
	5.83		5.56		5.89	
菜籽粕	2.73	2.8	2.73	2.9	2.81	2.9
	2.83		2.93		3.18	
	2.88		3.06		2.76	

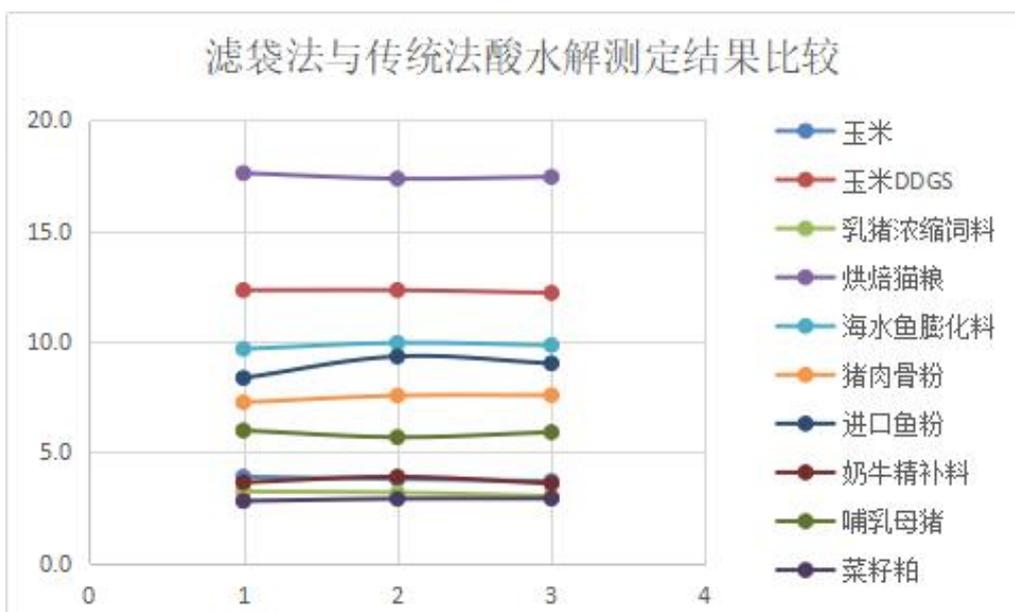


图 12 滤袋法和传统法酸水解测定结果比较

2.5.2 重复性考察

选取猪浓缩饲料、烘焙猫粮、猪肉骨粉进行精密度试验，结果见表 15。结果表明，猪浓缩饲料、烘焙猫粮、猪肉骨粉平行样极差符合标准要求，说明该方法重复性良好，精密度能够满足要求。

表 15 精密度试验结果

样品名称	传统法		滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2	
	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)
猪浓缩饲料	3.27	0.93	3.33	2.66	2.95	1.32
	3.25		3.43		3.13	
	3.21		3.21		3.05	
	3.18		3.12		3.02	
	3.18		3.28		3.01	
	3.19		3.38		3.02	
烘焙猫粮	17.67	0.46	18.05	0.82	18.16	1.1
	17.63		17.79		18.12	
	17.50		17.99		17.75	
	17.39		18.02		18.19	
	17.59		18.14		17.85	
	17.60		17.64		17.69	

样品名称	传统法		滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2	
	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)
猪肉骨粉	7.22	0.64	7.48	1.82	7.59	1.31
	7.20		7.59		7.67	
	7.37		7.72		7.47	
	7.27		7.52		7.69	
	7.30		7.83		7.80	
	7.30		7.32		7.50	

2.5 方法适用性考察

选取低脂肪含量的豆粕和高脂肪含量的海水鱼膨化配合饲料及滤袋空白进行精密度试验，滤袋空白极差 0.04% 优于传统法空白的极差 0.13%，所有平行样极差符合标准要求，检测结果的相对偏差 (RSD, %) 都较低，说明该方法能够适用于高低含量不同的样品。

表 16 方法适用性考察

样品名称	滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2		传统法	
	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)
空白	0.04	/	0.09	/	/	/
	0.04		0.07		/	
	0.06		0.03		/	
	0.02		0.07		/	
	0.03		0.13		/	
	0.02		0.16		/	
豆粕	1.76	3.9	1.50	2.96	1.77	3.33
	1.59		1.62		1.86	
	1.83		1.65		1.84	
	1.86		1.69		1.78	
	1.78		1.68		1.89	
	1.86		1.65		1.69	

样品名称	滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2		传统法	
	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)	测定结果 (%)	RSD (%)
膨化鱼料	27.52	0.44	27.95	1.72	29.48	0.46
	27.42		29.21		29.66	
	27.11		28.99		29.37	
	27.57		28.02		29.09	
	27.57		27.98		29.24	
	27.50		28.06		29.38	

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

滤袋法脂肪仪在提高检测效率、节约试剂、方便操作、提高空间利用率等方面具有明显优势，并且能保证正常的检测精度，可以满足饲料中粗脂肪快速、准确检测的需求。随着检测效率进一步提高的要求，技术的发展、经济水平的提高已经能够支持滤袋法脂肪仪的应用，大中型检测机构已经纷纷采用滤袋法脂肪仪进行粗脂肪的检测，其逐步普及使用是检测技术发展的必然趋势。将滤袋法检测粗脂肪的方法纳入国家标准，有利于推进国内检测机构提高检测效率，促进国内仪器研发生产企业积极提高技术水平，推动国内检测行业和国产分析仪器商家的良性互动，更好地为行业的发展和进步服务。

四、与国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

修改采用 ISO 6492:1999; 滤袋法参考 AOCS Approved Procedure Am 5-04, 有改动。

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

传统法修改采用 ISO 6492:1999, 滤袋法参考 AOCS Approved Procedure Am 5-04。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调同一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

八、涉及专利的有关说明

本标准未明确涉及某一具体专利，但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。

九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作。

(3) 建议本标准正式发布后，设定6个月的过渡期，过渡6个月后实施。

十、其他应当说明的事项

无。