



中华人民共和国国家标准

GB/T 6433—2025

代替 GB/T 6433—2006

饲料中粗脂肪的测定

Determination of crude fat in feeds

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

2025-01-24 发布

2025-08-01 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) 删除了采样(见 2006 年版的第 7 章)；
- b) 更改了样品制备要求(见 4.4, 2006 年版的第 8 章)；
- c) 增加了膨化颗粒饲料预提取要求(见 4.1 和 4.5.1)；
- d) 测定结果单位更改为百分比(见 4.6, 2006 年版的第 10 章)；
- e) 更改了精密度要求(见 4.7, 2006 年版的第 11 章)；
- f) 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；
- 删除了 ISO 6492:1999 的第 7 章；
- 4.4 对应 ISO 6492:1999 的第 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、附录 A 和参考文献；
- 增加了第 5 章。

本文件与 ISO 6492:1999 的技术差异及其原因如下：

- 增加了膨化颗粒饲料预提取要求(见 4.1 和 4.5.1)，以满足我国膨化颗粒饲料粗脂肪检测需要；
- 用 GB/T 6682 代替 ISO 3696(见 4.2.1)，以符合我国的技术特点；
- 删除了采样的内容；
- 用 GB/T 20195 代替 ISO 6498(见 4.4)，以符合我国的技术特点；
- 更改了样品制备要求(见 4.4, ISO 6492:1999 的第 7 章)，以满足我国不同形态饲料原料和饲料产品粗脂肪检测需要；
- 更改测定结果单位为百分比(见 4.6, ISO 6492:1999 的第 10 章)，与我国饲料标签国家标准规定一致；
- 更改了精密度要求(见 4.7, ISO 6492:1999 的第 11 章)，以适用于我国饲料粗脂肪实际检测技术水平；
- 增加了滤袋法(见第 5 章)，以符合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。

本文件做了下列编辑性改动：

- 标准名称更改为《饲料中粗脂肪的测定》；

——明确 ISO 6492:1999 方法为“索氏提取法”，以区分增加的滤袋法。

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/TC 76)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、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：张凤枰、樊霞、宋军、王石、杜亚欣、刘晓露、冯玉超、杜雪莉、米海峰、张璐、肖志明、王志刚、张振方、杨发树、吴金玉。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

—— 1986 年首次发布为 GB/T 6433—1986,1994 年第一次修订,2006 年第二次修订；

——本次为第三次修订。

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索氏提取法和滤袋法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料(藻类及其加工产品除外)中粗脂肪的测定。

为保证本文件粗脂肪测定效果,将饲料分为以下两类,B类产品试样提取前需要水解。

B类:

- 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植物源性饲料原料,如谷蛋白、酵母、大豆和马铃薯蛋白,以及经热加工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植物源性饲料原料的配合饲料、浓缩饲料和精料补充料,其中至少 20% 的粗脂肪来源于这些饲料原料。

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—2008,ISO 3696:1987,MOD)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2024,ISO 6498:2012,MOD)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

粗脂肪含量 **crude fat content**

从试样中提取的粗脂肪的质量分数。

4 索氏提取法

4.1 原理

膨化颗粒饲料和粗脂肪含量超过 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,称量石油醚提取物残渣;A类试样用石油醚提取,蒸馏、干燥除去溶剂,称量石油醚提取物残渣。

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。

4.2.3 石油醚:沸程 30 °C~60 °C。

4.2.4 丙酮。

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

4.2.6 盐酸溶液(6 mol/L):量取 247 mL 浓盐酸,用水稀释并定容至 500 mL,混匀。

4.2.7 玻璃珠或金刚砂。

4.2.8 硅藻土:用盐酸溶液(4.2.6)消煮 30 min,用水洗至中性,130 °C±2 °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,在通风橱中挥干 30 min,去除残余石油醚。

4.3.3 索氏提取器:虹吸容积约 100 mL,或性能相当的循环提取装置。

4.3.4 加热装置:有温度控制装置,不产生明火。

4.3.5 电热干燥箱:控温精度 103 °C±2 °C、130 °C±2 °C。

4.3.6 电热真空干燥箱:控温精度 80 °C±2 °C,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 GB/T 20195 制备固体样品,至少 200 g,粉碎使其全部通过 1.0 mm 孔径的试验筛,充分混匀,装入密闭容器中,保存,备用。分布均匀的液体样品和膏状样品,直接装入密闭容器中,按相关产品标准规定保存,备用。分布不均匀的液体样品和膏状样品匀浆后装入密闭容器中,2 °C~8 °C保存,尽快检测。

4.5 试验步骤

4.5.1 试验步骤选择

如果试样不易粉碎,或脂肪含量超过 20%且不易均质、缩减的试样,以及膨化颗粒饲料试样,从 4.5.2 开始操作。其他试样从 4.5.3 开始操作。

4.5.2 预提取

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 粒~6 粒玻璃珠或金刚砂(4.2.7)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提取装置,则控制回流速度至少 5 滴/s(约 10 mL/min)。提取结束后,烧瓶中的石油醚提取物用石油醚(4.2.3)定容至 500 mL,充分混合。取另一个装有玻璃珠或金刚砂(4.2.7)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 蒸馏除去溶剂至近干,加 2 mL 丙酮(4.2.4)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电热干燥箱(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。也可采取以下步骤:蒸馏除去溶剂,烧瓶中的残渣在 80 °C电热真空干燥箱(4.3.6)中干燥 90 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,在通风橱中挥干,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 1.0 mm 孔径的试验筛,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 4.5.2.3),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,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 500 mL 锥形瓶(或烧瓶)中,加 100 mL 盐酸溶液(4.2.5)、4 粒~6 粒玻璃珠或金刚砂(4.2.7),用表面皿覆盖,或将锥形瓶(或烧瓶)与回流冷凝器连接,在电热板或加热套上加热至混合物微沸,保持 60 min,每 10 min 旋转摇动一次,防止试样黏附于容器壁上。

冷却至室温,加一定量的硅藻土(4.2.8),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称样量(4.5.3)或提高酸的浓度,重新进行水解。

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,置于电热真空干燥箱(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 粒~6 粒玻璃珠或金刚砂(4.2.7)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提取器(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提取装置,则控制回流速度至少 5 滴/s(约 10 mL/min)。

4.5.5.2 蒸馏除去溶剂,直至近干,加 2 mL 丙酮(4.2.4)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 电热干燥箱(4.3.5)中干燥 10 min,取出,置于干燥器(4.3.7)中冷却至室温,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

经预提取的试样中粗脂肪的含量 w_1 以质量分数计,数值以 % 表示,按公式(1)计算:

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

式中:

m_2 ——4.5.2.2 中装有玻璃珠或金刚砂的烧瓶和干燥石油醚预提取物残渣的质量,单位为克(g);

m_1 ——4.5.2.1 中装有玻璃珠或金刚砂的烧瓶的质量,单位为克(g);

m_6 ——4.5.5.2 中装有玻璃珠或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);

m_5 ——4.5.5.1 中装有玻璃珠或金刚砂的烧瓶的质量,单位为克(g);

m_3 ——4.5.2.3 中获得的干燥预提取残渣的质量,单位为克(g);

100 ——换算系数;

m_0 ——4.5.2.1 中称取的试样质量,单位为克(g);

m_4 ——4.5.3 中称取的试样质量,单位为克(g)。

未经预提取的试样中粗脂肪的含量 w_2 以质量分数计,数值以 % 表示,按公式(2)计算:

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

式中:

m_6 ——4.5.5.2 中装有玻璃珠或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);

m_5 ——4.5.5.1 中装有玻璃珠或金刚砂的烧瓶的质量,单位为克(g);

100 ——换算系数;

m_4 ——4.5.3 称取的试样质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后一位。

4.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果应符合以下要求:

粗脂肪含量 $<5\%$ 时,其绝对差值不大于 0.5% ;

粗脂肪含量在 $5\% \sim 10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的 10% ;

粗脂肪含量 $>10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的 8% 。

5 滤袋法

5.1 原理

B类试样干燥后用石油醚预提取,干燥,用盐酸加热水解,残渣经洗涤、干燥后再用石油醚提取,挥发、干燥除去溶剂,称量试样残渣。A类试样干燥后用石油醚提取,挥发、干燥除去溶剂,称量试样残渣。

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 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.2.3 盐酸溶液(3 mol/L):量取 247 mL 浓盐酸,用水稀释并定容至 $1\text{ }000\text{ mL}$,混匀。

5.2.4 盐酸溶液(6 mol/L):量取 247 mL 浓盐酸,用水稀释并定容至 500 mL ,混匀。

5.2.5 硅藻土:用盐酸溶液(5.2.4)消煮 30 min ,用水洗至中性,在 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥箱内干燥 3 h ,密封保存,备用。

5.2.6 滤袋:孔径 $\geq 3\text{ }\mu\text{m}$,可密封,受热稳定,耐 3 mol/L 盐酸消煮,耐石油醚。

5.3 仪器设备

5.3.1 分析天平:精度 $0.000\text{ }1\text{ g}$ 。

5.3.2 脂肪测定仪:温度可调节至 $85\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 95\text{ }^{\circ}\text{C}$,可耐压 $276\text{ kPa} \sim 552\text{ kPa}$ ($40\text{ psi} \sim 80\text{ psi}$)。

5.3.3 水解装置:有温度控制装置,不产生明火,温度可调节至 $100\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.4 电热干燥箱:温度可调节至 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

5.3.5 干燥器:内装有效的干燥剂。

5.4 样品

同4.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 称样

平行做两份试验。称取 (0.20 ± 0.01) g 硅藻土(5.2.5)于滤袋(5.2.6)中。准确称取 1 g 试样(m_7),精确至 0.000 1 g,置于同一滤袋(5.2.6)中,再加入 (0.10 ± 0.01) g 硅藻土,封口,混匀。在 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱(5.3.4)中干燥 3 h,取出,置于干燥器(5.3.5)中冷却 30 min,称重(m_8),精确至 0.000 1 g。如果试样是 B 类产品,从 5.5.2 开始操作;如果试样是 A 类产品,从 5.5.4 开始操作。

5.5.2 预提取

将盛有试样的滤袋置于脂肪测定仪(5.3.2)中,加入石油醚(5.2.2),使滤袋全部浸没, $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 回流提取 2 h。取出滤袋,在通风橱中挥干 30 min,去除残余石油醚,在 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱(5.3.4)中干燥 60 min,取出,置于干燥器(5.3.5)中冷却 30 min,称重(m_9),精确至 0.000 1 g。

5.5.3 水解

将经预提取后的盛有试样的滤袋放入水解装置(5.3.3)中,按每个滤袋 50 mL 的量加入盐酸溶液(5.2.3),开启冷凝水,加热至即将沸腾时,调整加热功率保持微沸 60 min。取出滤袋,用约 $50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水洗涤至中性,放在吸水纸上,用压板轻轻挤压,吸干滤袋表面的水,在 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱(5.3.4)中干燥 3 h,取出,置于干燥器(5.3.5)中冷却 30 min,称重(m_{10}),精确至 0.000 1 g。

5.5.4 提取

将盛有试样的滤袋(5.5.1 或 5.5.3)置于脂肪测定仪(5.3.2)中,加入石油醚(5.2.2), $90\text{ }^{\circ}\text{C}$ 提取 2 h。取出滤袋,在通风橱中挥干 30 min,去除残余石油醚,在 $103\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热干燥箱(5.3.4)中干燥 120 min,取出,置于干燥器(5.3.5)中,冷却至室温,称重(m_{11}),精确至 0.000 1 g。

5.6 试验数据处理

经预提取的试样中粗脂肪的含量 w_3 以质量分数计,数值以%表示,按公式(3)计算:

$$w_3 = \frac{(m_8 - m_9) + (m_{10} - m_{11})}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

- m_8 —— 5.5.1 中称样后滤袋、硅藻土和试样干燥后的质量,单位为克(g);
- m_9 —— 5.5.2 中预提取后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量,单位为克(g);
- m_{10} —— 5.5.3 中水解后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量,单位为克(g);
- m_{11} —— 5.5.4 中提取后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量,单位为克(g);
- 100 —— 换算系数;
- m_7 —— 5.5.1 中称取的试样质量,单位为克(g)。

未经预提取的试样中粗脂肪的含量 w_4 以质量分数计,数值以%表示,按公式(4)计算:

$$w_4 = \frac{m_8 - m_{11}}{m_7} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

- m_8 —— 5.5.1 中称样后滤袋、硅藻土和试样干燥后的质量,单位为克(g);
- m_{11} —— 5.5.4 中提取后滤袋、硅藻土和试样残渣干燥后的质量,单位为克(g);
- 100 —— 换算系数;
- m_7 —— 5.5.1 中称取的试样质量,单位为克(g)。

测定结果以平行测定的算术平均值表示,保留至小数点后一位。

5.7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果应符合以下要求:

粗脂肪含量 $<5\%$ 时,其绝对差值不大于 0.5% ;

粗脂肪含量在 $5\%\sim 10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的 10% ;

粗脂肪含量 $>10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的 8% 。
