



中华人民共和国国家标准

GB/T 6434—2022

代替 GB/T 6434—2006

饲料中粗纤维的含量测定

Determination of crude fiber content in feeds

(ISO 6865:2000, Animal feeding stuffs—Determination of crude fibre content—
Method with intermediate filtration, MOD)

2022-12-30 发布

2023-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

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 6434—2006《饲料中粗纤维的含量测定 过滤法》，与 GB/T 6434—2006 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了适用范围(见第1章,2006年版的第1章)；
- b) 删除了采样(见2006年版的第7章)；
- c) 用规范性引用的 GB/T 6682 代替了 ISO 3696:1987(见5.1.1),以适应我国的技术条件；
- d) 增加了硫酸溶液的标定方法(见5.1.6、6.1.5),以增加可操作性；
- e) 增加了氢氧化钾溶液的标定方法(见5.1.7、6.1.5),以增加可操作性；
- f) 用规范性引用的 GB/T 20195 代替了 ISO 6498:1998(见5.3),以适应我国的技术条件；
- g) 更改了精密度要求(见5.6,2006年版的第12章)；
- h) 增加了滤袋法(见第6章)；
- i) 删除了试验报告(见2006年版的第13章)。

本文件修改采用 ISO 6865:2000《动物饲料 粗纤维含量的测定 介质过滤法》。

本文件与 ISO 6865:2000 相比做了下述结构调整：

- 5.1 对应 ISO 6865:2000 的第5章；
- 5.2 对应 ISO 6865:2000 的第6章；
- 删除了 ISO 6865:2000 的第7章；
- 5.3 对应 ISO 6865:2000 的第8章；
- 5.4.1、5.4.2 对应 ISO 6865:2000 的第9章、第10章；
- 5.5 对应 ISO 6865:2000 的第11章；
- 5.6 对应 ISO 6865:2000 的第12章；
- 删除了 ISO 6865:2000 的第13章；
- 增加的滤袋法为第6章。

本文件与 ISO 6865:2000 的技术差异及其原因如下：

- 为了满足我国饲料中粗纤维检测需要,更改了适用范围(见第1章)；
- 为适应我国的技术条件,将石油醚沸程更改为 30℃~60℃(见5.1.2)；
- 删除了采样的内容(见第7章)；
- 更改了样品制备方法(见5.3)；
- 根据我国饲料行业实际检测技术水平,更改了精密度要求(见5.6)；
- 根据国内外粗纤维检测技术发展趋势,为了满足我国饲料行业实际检测需要,增加了滤袋法(见第6章)；
- 删除了试验报告的内容(见第13章)。

本文件做了下列编辑性改动：

- 将标准名称更改为《饲料中粗纤维的含量测定》；
- 将“滤器辅料”更改为“助滤剂”(见5.1.8)；
- 增加了“注：碳酸盐的含量以碳酸钙计”(见5.4.1.1、5.4.2.1)；
- 将“9 手工操作法分析步骤”“10 半自动操作方法的操作步骤”分别更改为“5.4.1 滤坩手

工操作法”“5.4.2 滤竭半自动操作法”(见 5.4.1、5.4.2)；

——删除了 ISO 6865:2000 中附录 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/TC 76)提出并归口。

本文件起草单位：山东省畜产品质量安全中心、四川威尔检测技术股份有限公司。

本文件主要起草人：张玮、张凤枰、宋涛、张芸、杜亚欣、孙延军、李俊玲、宋军、李斌、张小超、黄华。

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 6434—1994，2006 年第一次修订；

——本次为第二次修订。

饲料中粗纤维的含量测定

1 范围

本文件描述了饲料中粗纤维含量测定的滤坩法和滤袋法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料中粗纤维含量的测定。

本文件粗纤维的定量限为 1.0 %。

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 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—2006,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

粗纤维含量 **crude fiber content**

按本文件规定的条件，试样分别用酸和碱消煮后所获得的干燥滤渣灰化所丢失的质量占试样质量的百分比。

4 原理

试样用沸腾的稀硫酸处理，过滤分离滤渣，洗涤；用沸腾的氢氧化钾溶液处理，过滤分离滤渣，洗涤，脱脂，干燥，称重，然后灰化。灰化失去的质量占试样质量的百分比即为试样中粗纤维的含量。

5 滤坩法（仲裁法）

5.1 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

5.1.1 水：GB/T 6682，三级。

5.1.2 石油醚：沸程 30 ℃～60 ℃。

5.1.3 丙酮。

5.1.4 盐酸溶液 I (0.5 mol/L)：量取 41.7 mL 盐酸，用水稀释并定容至 1 000 mL，混匀。

5.1.5 盐酸溶液Ⅱ(4 mol/L):量取 333 mL 盐酸,用水稀释并定容至 1 000 mL,混匀。

5.1.6 硫酸溶液(0.13 mol/L±0.005 mol/L):量取 7.2 mL 硫酸,缓慢注入 1 000 mL 水中,混匀,按照 GB/T 601 标定。

5.1.7 氢氧化钾溶液(0.23 mol/L±0.005 mol/L):称取 15.18 g 氢氧化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL,混匀。按照 GB/T 601 标定。

5.1.8 助滤剂:海沙、硅藻土或性能相当的其他材料。使用前,海沙用盐酸溶液Ⅱ(5.1.5)浸没,煮沸处理后,用水洗至中性,于 500 ℃±25 ℃灼烧 2 h,取出,冷却后放入干燥器中备用。

5.1.9 消泡剂:正辛醇或硅油。

5.2 仪器设备

5.2.1 天平:精度 0.01 g 和 0.000 1 g。

5.2.2 滤坩:材质为石英、陶瓷或硬质玻璃,带有玻璃烧结滤板,滤板孔径 40 μm~100 μm。

注:初次使用前,将新滤坩小心地逐步加温,温度不超过 525 ℃,并在 500 ℃±25 ℃下保持数分钟。或使用性能相当的不锈钢坩埚,滤板孔径为 90 μm。

5.2.3 陶瓷筛板。

5.2.4 灰化皿:方舟灰化皿或大小合适的瓷坩埚。

5.2.5 烧杯或锥形瓶:600 mL,带冷凝装置。

5.2.6 干燥器。

5.2.7 干燥箱:控温精度±2 ℃。

5.2.8 马弗炉:控温精度±25 ℃。

5.2.9 冷提取装置:附有

- 一个滤坩(5.2.2)支架;
- 一个装有至真空和液体排出孔旋塞的排放管;
- 连接滤坩(5.2.2)的连接环。

5.2.10 加热装置(手工操作):带有一个适当的冷却装置,在沸腾时能保持体积恒定。

5.2.11 加热装置(半自动操作):用于酸和碱消煮,附有

- 一个滤坩(5.2.2)支架;
- 一个装有至真空和液体排出孔旋塞的排放管;
- 一个容积至少 270 mL 的圆筒,供消煮用,带有回流冷凝器;
- 将加热装置与滤坩(5.2.2)及消煮圆筒连接的连接环;
- 可选择性地提供压缩空气;
- 使用前,设备用沸水预热 5 min。

5.3 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,装入密闭容器中,备用。

5.4 试验步骤

5.4.1 滤坩手工操作法

5.4.1.1 称样

平行做两份试验。称取试样约 1 g(精确至 0.000 1 g)。若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量超过 5%,将其置于滤坩(5.2.2),从 5.4.1.2 开始处理;若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量低于 5%,将

其置于滤坩(5.2.2),按 5.4.1.2 处理后,再按 5.4.1.4 继续处理;若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量超过 5%,将其置于烧杯(5.2.5)中,从 5.4.1.3 开始处理;若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量低于 5%,将其置于烧杯(5.2.5)中,从 5.4.1.4 开始处理。

注:碳酸盐的含量以碳酸钙计。

5.4.1.2 预先脱脂

将装有试样的滤坩连接冷提取装置(5.2.9),加入 30 mL 石油醚(5.1.2),浸泡 5 min,真空抽干,重复 3 次,将滤渣全部转移至烧杯(5.2.5)中。

5.4.1.3 除去碳酸盐

加入 100 mL 盐酸溶液 I(5.1.4),连续搅拌 5 min,小心将此混合物转移至底部预先覆盖一薄层助滤剂(5.1.8,助滤剂厚度约为滤坩高度的 1/5)的滤坩(5.2.2)中,真空抽干。用 100 mL 水洗涤烧杯,一并转入滤坩(5.2.2)中,抽干,重复用水洗涤 1 次。将试样和助滤剂全部转移至原烧杯中。

5.4.1.4 酸消煮

加入 150 mL 硫酸溶液(5.1.6),加热,尽快使其沸腾,并保持沸腾状态 $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。沸腾开始后,每隔 5 min 转动 1 次烧杯。必要时加数滴消泡剂(5.1.9)。沸腾期间开启冷却装置(5.2.5 和 5.2.10),保持消煮液体积恒定。

5.4.1.5 第一次过滤

在滤坩中(5.2.2)铺一层助滤剂(5.1.8,助滤剂厚度约为滤坩高度的 1/5),在助滤剂上加盖一个筛板(5.2.3)以防溅起。消煮结束后,将消煮液转移至滤坩,真空抽滤,尽量抽干。滤渣用热水洗涤 5 次,每次约 10 mL,真空抽滤。停止抽真空后,加 30 mL 丙酮(5.1.3)使之覆盖滤渣,静置 5 min,抽干。

注:确保过滤板始终有助滤剂覆盖,使粗纤维不直接接触滤板。

5.4.1.6 脱脂

将装有试样滤渣的滤坩连接在冷提取装置(5.2.9)上,加入 30 mL 石油醚(5.1.2),浸泡 5 min,真空抽干,重复 3 次。

5.4.1.7 碱消煮

将滤渣全部转移至酸消煮用的同一烧杯中,加入 150 mL 氢氧化钾溶液(5.1.7),加热,尽快使其沸腾,保持沸腾状态 $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。沸腾开始后,每隔 5 min 转动 1 次烧杯。沸腾期间开启冷却装置(5.2.5 和 5.2.10),保持消煮液体积恒定。

5.4.1.8 第二次过滤

试样消煮液通过滤坩(5.2.2)过滤,坩内铺有一层助滤剂(5.1.8,助滤剂厚度约为滤坩高度的 1/5),在助滤剂上加盖一个筛板(5.2.3)以防溅起。消煮结束后,将消煮液转移至滤坩,真空抽滤,尽量抽干。滤渣用热水洗至中性。将装有试样滤渣的滤坩连接在冷提取装置(5.2.9)上,加入 30 mL 丙酮(5.1.3),浸泡 5 min,真空抽干,重复 3 次。

5.4.1.9 干燥

将滤坩置于灰化皿(5.2.4)中, $130\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 2 h。取出,置于干燥器(5.2.6)中,冷却至室温迅速称量,精确至 0.000 1 g。

5.4.1.10 灰化

将滤坩和灰化皿于 $500\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 25\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灰化 30 min, 取出, 滤坩和灰化皿初步冷却后, 置于干燥器中 (5.2.6), 冷却 30 min, 称量, 精确至 0.000 1 g。直至连续 2 次称重的差值不超过 2 mg。

5.4.1.11 空白测定

用相同质量的助滤剂 (5.1.8), 不加试样, 按 5.4.1.4~5.4.1.10 进行空白测定, 灰化引起的质量损失不应超过 2 mg。

5.4.2 滤坩半自动操作法

5.4.2.1 称样

平行做两份试验。称取试样约 1 g, 精确至 0.000 1 g, 转移至装有 2 g 助滤剂 (5.1.8) 的滤坩 (5.2.2) 中。若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量超过 5%, 从 5.4.2.2 开始处理; 若试样脂肪含量超过 10%、碳酸盐含量低于 5%, 按 5.4.2.2 处理后, 再按 5.4.2.4 继续处理; 若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量超过 5%, 从 5.4.2.3 开始处理; 若试样脂肪含量低于 10%、碳酸盐含量低于 5%, 从 5.4.2.4 开始处理。

注: 碳酸盐的含量以碳酸钙计。

5.4.2.2 预先脱脂

将装有试样的滤坩连接冷提取装置 (5.2.9), 加入 30 mL 石油醚 (5.1.2), 浸泡 5 min, 真空抽干, 重复 3 次。

5.4.2.3 除去碳酸盐

将滤坩与加热装置 (5.2.11) 连接, 用盐酸溶液 I (5.1.4) 洗涤试样 3 次, 每次 30 mL, 浸泡 1 min。用约 30 mL 水洗涤 1 次。

5.4.2.4 酸消煮

将滤坩安装在加热装置 (5.2.11) 上, 加入 150 mL 沸腾的硫酸溶液 (5.1.6), 加热, 使硫酸溶液尽快沸腾, 并保持剧烈沸腾 $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。必要时加数滴消泡剂 (5.1.9)。

5.4.2.5 第一次过滤

停止加热, 打开排放管旋塞, 排出硫酸溶液, 滤渣用热水至少洗涤 3 次, 每次用水 30 mL, 真空抽干, 洗涤至中性。如果试样所含脂肪不能直接用石油醚 (5.1.2) 提取, 按 5.4.2.6 进行, 否则, 按 5.4.2.7 进行。

注 1: 如果过滤时堵塞, 小心吹气排除。

注 2: 所含脂肪不能直接用石油醚提取的试样是指 GB/T 6433 规定的脂肪提取前需要水解的 B 类试样。

5.4.2.6 脱脂

将滤坩与冷提取装置 (5.2.9) 连接, 用丙酮 (5.1.3) 洗涤滤渣 3 次, 每次 30 mL, 真空抽干, 然后用石油醚 (5.1.2) 洗涤滤渣 3 次, 每次 30 mL, 真空抽干。

5.4.2.7 碱消煮

关闭排出孔旋塞, 加入 150 mL 沸腾的氢氧化钾溶液 (5.1.7), 加数滴消泡剂 (5.1.9), 加热, 使溶液尽快沸腾, 并保持剧烈沸腾 $30\text{ min} \pm 1\text{ min}$ 。

5.4.2.8 第二次过滤

停止加热,打开排放管旋塞,排出氢氧化钾溶液,用热水至少洗涤 3 次,每次 30 mL,真空抽干,洗至中性。将滤坩与冷提取装置(5.2.9)连接,滤渣用丙酮(5.1.3)洗涤 3 次,每次 30 mL,真空抽干。

注:如过滤困难,小心吹气排出滤器堵塞。

5.4.2.9 干燥

同 5.4.1.9。

5.4.2.10 灰化

同 5.4.1.10。

5.4.2.11 空白测定

用相同质量的助滤剂(5.1.8),不加试样,按 5.4.2.4~5.4.2.10 进行空白测定。灰化(5.4.2.10)引起的质量损失不应超过 2 mg。

5.5 试验数据处理

试样中粗纤维的含量以质量分数 w_1 计,数值以质量分数(%)表示,按式(1)计算。

$$w_1 = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- m_2 ——灰化皿、滤坩、试样滤渣及助滤剂干燥后的质量,单位为克(g);
- m_3 ——灰化皿、滤坩、试样滤渣及助滤剂灰化后的质量,单位为克(g);
- m_1 ——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 1 位。

5.6 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果应符合以下要求:

- 粗纤维含量<5%时,其绝对差值不大于 0.6%;
- 粗纤维含量在 5%~10%时,其绝对差值不大于其算术平均值的 10%;
- 粗纤维含量>10%时,其绝对差值不大于其算术平均值的 6%。

6 滤袋法

6.1 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

- 6.1.1 水:GB/T 6682,三级。
- 6.1.2 石油醚:沸程 30℃~60℃。
- 6.1.3 丙酮。
- 6.1.4 盐酸溶液 I (0.5 mol/L):量取 41.7 mL 盐酸,用水稀释并定容至 1 000 mL,混匀。
- 6.1.5 硫酸溶液(0.13 mol/L±0.005 mol/L):量取 7.2 mL 硫酸,缓慢注入 1 000 mL 水中,混匀,按照

GB/T 601 标定。

6.1.6 氢氧化钾溶液(0.23 mol/L±0.005 mol/L):称取 15.18 g 氢氧化钾,用水溶解,定容至 1 000 mL,混匀。按照 GB/T 601 标定。

6.1.7 滤纸。

6.2 仪器设备

6.2.1 分析天平:精度 0.01 g 和 0.000 1 g。

6.2.2 滤袋:孔径 20 μm~25 μm,受热稳定,耐受酸、碱消煮,或者性能相当者。

6.2.3 烧杯。

6.2.4 坩埚。

6.2.5 干燥器。

6.2.6 干燥箱:控温精度±2 ℃。

6.2.7 马弗炉:控温精度±25 ℃。

6.2.8 加热冷却装置:配有独立加热单元,有一个适当的冷却装置,在沸腾时能保持体积恒定。

6.3 样品

同 5.3。

6.4 试验步骤

6.4.1 称样

平行做两份试验。取经 105 ℃±2 ℃干燥 2 h、在干燥器中冷却至室温的滤袋(6.2.2),称量,精确至 0.000 1 g。称取试样 1 g,精确至 0.000 1 g,装入滤袋内,试样体积一般不超过滤袋容量的 1/2,封口。如太满,可适当减少称样量,但不得低于 0.2 g。若试样脂肪含量超过 5%、碳酸盐超过 5%,从 6.4.2 开始处理;若试样脂肪含量超过 5%、碳酸盐低于 5%,按 6.4.2 处理后,再按 6.4.4 继续处理;若试样脂肪含量低于 5%、碳酸盐超过 5%,从 6.4.3 开始处理;若试样脂肪含量低于 5%、碳酸盐低于 5%,从 6.4.4 开始处理。

6.4.2 预先脱脂

将装有试样的滤袋放入烧杯(6.2.3)中,置于通风橱内,加入丙酮(6.1.3)或石油醚(6.1.2),使样品完全浸没,浸泡 5 min,期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次,或取出滤袋反复浸没 2 次,倒去烧杯中的丙酮或石油醚。重复操作 3 次。取出滤袋,放在滤纸(6.1.7)上,轻轻挤压去除滤袋上的丙酮或石油醚,在通风橱中挥发 30 min,去除残余的丙酮或石油醚。

6.4.3 除去碳酸盐

将装有试样的滤袋放在烧杯(6.2.3)中,加入 100 mL 盐酸溶液 I(6.1.4),浸泡 5 min,取出滤袋,用水冲洗至中性,再用滤纸(6.1.7)把袋内水分轻轻挤干。

6.4.4 酸消煮

将装有试样的滤袋放入烧杯(6.2.3)中,按每个滤袋 100 mL 的量加入硫酸溶液(6.1.5),加热至微沸,保持 30 min±1 min。沸腾期间开启冷却装置(6.2.8),保持消煮液体积恒定。煮沸完毕取出滤袋,

用热水洗至中性,再用滤纸(6.1.7)把袋内水分轻轻挤干。

6.4.5 碱消煮

将酸消煮后的滤袋放入干净的烧杯(6.2.3)中,按每个滤袋 100 mL 的量加入氢氧化钾溶液(6.1.6),加热至微沸,保持 30 min±1 min。沸腾期间开启冷却装置(6.2.8),保持消煮液体积恒定。煮沸完毕取出滤袋,用热水洗至中性,再用滤纸(6.1.7)把袋内水分轻轻挤干。

6.4.6 脱脂

将碱消煮后的滤袋放入干净烧杯,置于通风橱中,加入丙酮适量(6.1.3),使样品完全浸没,浸泡 5 min,期间用玻璃棒轻轻搅拌翻动 2 次,或取出滤袋反复浸没 2 次,倒去烧杯中的丙酮。重复操作 3 次。取出滤袋,放在滤纸(6.1.7)上,轻轻挤压去除滤袋上的丙酮,在通风橱中挥发 30 min,去除残余的丙酮。

6.4.7 烘干

将脱脂后的滤袋于 105 ℃±2 ℃干燥 4 h,取出,置于干燥器(6.2.5)中冷却至室温,迅速称量,精确至 0.000 1 g,直至连续 2 次称重的差值不超过 2 mg。

6.4.8 灰化

将烘干、称重后的滤袋放入已恒重的坩埚(6.2.4)中,置于电炉或电热板上,小心加热至滤袋和残渣完全炭化,于 600 ℃±25 ℃灰化 3 h,取出坩埚,初步冷却后,置于干燥器(6.2.5)中,冷却至室温,称量坩埚及灰分质量,精确至 0.000 1 g,直至连续 2 次称重的差值不超过 2 mg。

6.4.9 空白测定

用空白滤袋,不加试样,按 6.4.4~6.4.8 进行空白试验。灰化引起的质量损失不应超过空白滤袋的质量。

若采用纤维测定仪,按仪器操作说明书进行测定。

6.5 试验数据处理

试样中粗纤维的含量以质量分数 w_2 计,数值以质量分数(%)表示,滤袋法按式(2)和式(3)计算。

$$w_2 = \frac{m_6 - (m_8 - m_7) - m_5 \times f}{m_4} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$f = \frac{m_{16} - (m_{18} - m_{17})}{m_{15}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

m_4 ——滤袋和试样滤渣干燥后的质量,单位为克(g);

m_8 ——坩埚、滤袋和试样滤渣灰化后的质量,单位为克(g);

m_7 ——坩埚质量,单位为克(g);

m_5 ——干燥后的滤袋质量,单位为克(g);

f ——空白滤袋灰化校正因子,按照公式(3)计算;

m_4 ——试样质量,单位为克(g);

m_{16} ——空白试验滤袋干燥后的质量,单位为克(g);

m_{b8} ——空白试验坩埚、滤袋灰化后的质量,单位为克(g);

m_{b7} ——空白试验坩埚质量,单位为克(g);

m_{b5} ——空白试验滤袋质量,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 1 位。

6.6 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果应符合以下要求:

——粗纤维含量 $<5\%$ 时,其绝对差值不大于 0.6%;

——粗纤维含量为 5%~10%时,其绝对差值不大于其算术平均值的 10%;

——粗纤维含量 $>10\%$ 时,其绝对差值不大于其算术平均值的 6%。

参 考 文 献

- [1] GB/T 6433 饲料中粗脂肪的测定(GB/T 6433—2006,ISO 6492:1999,IDT)
-