



中华人民共和国国家标准

GB/T 6434—2006/ISO 6865:2000
代替 GB/T 6434—1994

饲料中粗纤维的含量测定 过滤法

Feeding stuffs—Determination of crude fiber content—
Method with intermediate filtration

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

2006-08-03 发布

2006-11-01 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

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器设备	2
7 采样	2
8 试样制备	2
9 手工操作法分析步骤	3
10 半自动操作方法的分析步骤	4
11 计算	5
12 精密度	5
13 试验报告	6
附录 A (资料性附录) 实验室间试验结果	7
参考文献	8

前 言

本标准等同采用 ISO 6865:2000《动物饲料中粗纤维的测定——过滤法》(英文版)。

为便于使用,本标准作了下列编辑性修改:

- a) 将“本国际标准”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除了国际标准的前言,增加了本标准前言;
- d) 将标准名称中“动物饲料”改为“饲料”;
- e) 规范性引用文件中增加“GB/T 14699.1 饲料 采样(ISO 6497:2002, IDT)”;
- f) 用 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》代替原国际标准 ISO 5725-1:1994,用 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》代替原国际标准 ISO 5725-2:1994;
- g) 计算公式按 GB/T 1.1—2000 的要求加编号;
- h) 第7章中,“采样不是本标准规定的方法的一部分,在 GB/T 14699.1 饲料 采样(ISO 6497, IDT)^[6]中推荐了一种采样方法”,改为“采样按 GB/T 14699.1 饲料 采样(ISO 6497:2002, IDT)^[6]进行”。

本标准与 GB/T 6434—1994 的主要技术差异如下:

- 用氢氧化钾标准溶液代替氢氧化钠标准溶液;
- 用海沙或硅藻土代替酸洗石棉;
- 消煮液的体积由 200 mL 改为 150 mL;
- 洗涤液用丙酮代替乙醇;
- 增加了空白实验;
- 增加了滤坩孔径的要求;
- 增加了试样预先脱脂和除去碳酸盐步骤;
- 灰化温度,由 550℃±25℃改为 500℃±25℃;
- 酸消煮后的抽滤改为过滤;
- 灰化后直接称量改为恒量;
- 称样量由 1 g~2 g 改为约 1 g;
- 规定了测量范围。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准自实施之日起,同时代替 GB/T 6434—1994。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)。

本标准主要起草人:李俊玲、宫玲玲、李会荣、战余铭、武金凤。

饲料中粗纤维的含量测定 过滤法

1 范围

本标准规定了粗纤维含量测定的过滤法,描述了手工操作和半自动操作的测定步骤。

本方法适用于粗纤维含量大于 10 g/kg 的饲料。

注:对粗纤维含量等于或小于 10 g/kg 的饲料,可用 ISO 6541^[7]描述的方法测定。

本标准还适用于谷物和豆类植物。

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(neq ISO 3696:1987)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(ISO 6498:1998, IDT)

GB/T 14699.1 饲料 采样(ISO 6497:2002, IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

粗纤维含量 crude fiber content

在样品按本标准规定的分析步骤用酸和碱消煮后所获得的干燥残渣灰化所丢失的质量除以试样的质量。

注:粗纤维含量以克每千克表示,也可用质量分数(%)表示。

4 原理

用固定量的酸和碱,在特定条件下消煮样品,再用醚、丙酮除去醚溶物,经高温灼烧扣除矿物质的量,所余量称为粗纤维。(试样用沸腾的稀释硫酸处理,过滤分离残渣,洗涤,然后用沸腾的氢氧化钾溶液处理,过滤分离残渣,洗涤,干燥,称量,然后灰化。因灰化而失去的质量相当于试样中粗纤维质量。)它不是一个确切的化学实体,只是在公认强制规定的条件下,测出的概略养分。其中以纤维素为主,还有少量半纤维素和木质素。

5 试剂和材料

除非另有规定,只用分析纯试剂。

5.1 水至少应为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.2 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=0.5 \text{ mol/L}$ 。

5.3 硫酸溶液: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=(0.13\pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

5.4 氢氧化钾溶液: $c(\text{KOH})=(0.23\pm 0.005) \text{ mol/L}$ 。

5.5 丙酮。

5.6 滤器辅料:海沙,或硅藻土,或质量相当的其他材料。使用前,海沙用沸腾盐酸 $[c(\text{HCl})=4 \text{ mol/L}]$ 处理,用水洗至中性,在 $500^\circ\text{C}\pm 25^\circ\text{C}$ 下至少加热 1 h。

5.7 防泡剂:如正辛醇。

5.8 石油醚:沸点范围 40℃~60℃。

6 仪器设备

实验室常用设备,特别是下列各件。

6.1 粉碎设备:能将样品粉碎,使其能完全通过筛孔为 1 mm 的筛。

6.2 分析天平:感量 0.1 mg。

6.3 滤坩:石英的、陶瓷的或硬质玻璃的,带有烧结的滤板,滤板孔径 40 μm~100 μm (按 ISO 7493:1980^[1]孔隙度 P100)。

在初次使用前,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。也可使用具有同样性能特性的不锈钢坩,其不锈钢筛板的孔径为 90 μm。

6.4 陶瓷筛板。

6.5 灰化皿。

6.6 烧杯或锥形瓶:容量 500 mL,带有一个适当的冷却装置,如冷凝器或一个盘。

6.7 干燥箱:用电加热,能通风,能保持温度 130℃±2℃。

6.8 干燥器:盛有蓝色硅胶干燥剂,内有厚度为 2 mm~3 mm 的多孔板,最好由铝或不锈钢制成。

6.9 马福炉:用电加热,可以通风,温度可调控,在 475℃~525℃条件下,保持滤坩周围温度准至 ±25℃。马福炉的高温表读数不总是可信的,可能发生误差,因此对高温炉中的温度要定期检查。

因高温炉的大小及类型不同,炉内不同位置的温度可能不同。当炉门关闭时,必须有充足的空气供应。空气体积流速不宜过大,以免带走滤坩中物质。

6.10 冷提取装置,附有:

- 一个滤坩(6.3)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(6.3)的连接环。

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

6.12 加热装置(半自动操作方法):用于酸和碱消煮,附有:

- 一个滤坩(6.3)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(6.3)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。

7 采样

采样按 GB/T 14699.1(ISO 6497:2002, IDT)^[6]进行。

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。

8 试样制备

试样按 GB/T 20195 制备。

用粉碎装置(6.1)将实验室风干样粉碎,使其能完全通过筛孔为 1 mm 的筛,充分混合。

如用手工操作方法,按第 9 章处理。

如用半自动操作方法,则按第 10 章处理。

9 手工操作法分析步骤

9.1 试料

称取约 1 g 制备的试样(第 8 章),准确至 0.1 mg(m_1)。

如果试样脂肪含量超过 100 g/kg,或试样中脂肪不能用石油醚(5.8)直接提取,则将试样装移至一滤坩(6.3),并按 9.2 处理。

如果试样脂肪含量不超过 100 g/kg,则将试样装移至一烧杯(6.6)。如果其碳酸盐(碳酸钙形式)超过 50 g/kg,按 9.3 处理;如果碳酸盐不超过 50 g/kg,则按 9.4 处理。

9.2 预先脱脂

在冷提取装置(6.10)中,在真空条件下,试样用石油醚(5.8)脱脂 3 次,每次用石油醚 30 mL,每次洗涤后抽吸干燥残渣,将残渣装移至一烧杯(6.6)。

9.3 除去碳酸盐

将 100 mL 盐酸(5.2)倾注在试样上,连续振摇 5 min,小心将此混合物倾入一滤坩,滤坩底部覆盖一薄层滤器辅料(5.6)。

用水洗涤两次,每次用水 100 mL,细心操作最终使尽可能少的物质留在滤器上。

将滤坩内容物转移至原来的烧杯中并按 9.4 处理。

9.4 酸消煮

将 150 mL 硫酸(5.3)倾注在试样上。尽快使其沸腾,并保持沸腾状态 30 min±1 min。

在沸腾开始时,转动烧杯一段时间。如果产生泡沫,则加数滴防泡剂(5.7)。在沸腾期间使用一个适当的冷却装置保持体积恒定(见 6.6 和 6.11)。

9.5 第一次过滤

在滤坩中(6.3)铺一层滤器辅料(5.6),其厚度约为滤坩高度的五分之一,滤器辅料上面可盖一筛板(6.4)以防溅起。

当消煮结束时,将液体通过一个搅拌棒滤至滤坩中,用弱真空抽滤,使 150 mL 几乎全部通过。如果滤器堵塞,则用一个搅拌棒小心地移去覆盖在滤器辅料上的粗纤维。

残渣用热水洗涤 5 次,每次约用 10 mL 水,要注意使滤坩的过滤板始终有滤器辅料覆盖,使粗纤维不接触滤板。

停止抽真空,加一定体积的丙酮(5.5),刚好能覆盖残渣,静置数分钟后,慢慢抽滤排出丙酮,继续抽真空,使空气通过残渣,使之干燥。

9.6 脱脂

在冷提取装置(6.10)中,在真空条件下,试样用石油醚(5.8)脱脂 3 次,每次用石油醚 30 mL,每次洗涤后抽吸干燥。

9.7 碱消煮

将残渣定量转移至酸消煮用的同一烧杯中。

加 150 mL 氢氧化钾溶液(5.4),尽快使其沸腾,保持沸腾状态 30 min±1 min,在沸腾期间用一适当的冷却装置(6.6 和 6.11)使溶液体积保持恒定。

9.8 第二次过滤

烧杯内容物通过滤坩(6.3)过滤,滤坩内铺有一层滤器辅料(5.6),其厚度约为滤坩高度的五分之一,上盖一筛板(6.4)以防溅起。

残渣用热水洗至中性。

残渣在真空条件下用丙酮(5.5)洗涤 3 次,每次用丙酮 30 mL,每次洗涤后抽吸干燥残渣。

9.9 干燥

将滤坩置于灰化皿(6.5)中,灰化皿及其内容物在 130℃干燥箱(6.7)中至少干燥 2 h。

在灰化或冷却过程中,滤坩的烧结滤板可能有些部分变得松散,从而可能导致分析结果错误,因此将滤坩置于灰化皿中。

滤坩和灰化皿在干燥器(6.8)中冷却,从干燥器中取出后,立即对滤坩和灰化皿进行称量(m_2),准确至 0.1 mg。

9.10 灰化

将滤坩和灰化皿置于马福炉(6.9)中,其内容物在 $500^{\circ}\text{C} \pm 25^{\circ}\text{C}$ 下灰化,直至冷却后连续两次称量的差值不超过 2 mg。

每次灰化后,让滤坩和灰化皿初步冷却,在尚温热时置于干燥器中,使其完全冷却,然后称量(m_3),准确至 0.1 mg。

9.11 空白测定

用大约相同数量的滤器辅料(5.6),按 9.4 至 9.10 进行空白测定,但不加试样。

灰化(9.10)引起的质量损失不应超过 2 mg。

按第 11 章处理。

10 半自动操作方法的分析步骤

10.1 试料

称取约 1 g 制备的试样(第 8 章)(m_1)准确至 0.1 mg,转移至一带有约 2 g 滤器辅料(5.6)的滤坩(6.3)中。

如果样品脂肪含量超过 100 g/kg,或样品所含脂肪不能用石油醚(5.8)直接提取,则按 10.2 进行。

如果样品脂肪含量不超过 100 g/kg,其碳酸盐(碳酸钙形式)含量超过 50 g/kg,按 10.3 进行,如果碳酸盐不超过 50 g/kg,则按 10.4 进行。

10.2 预先脱脂

将滤坩与冷提取装置(6.10)连接,试样在真空条件下用石油醚(5.8)洗涤 3 次,每次用石油醚 30 mL,每次洗涤后抽吸干燥残渣。

10.3 除去碳酸盐

将滤坩与加热装置(6.12)连接,试样用盐酸(5.2)洗涤 3 次,每次用盐酸 30 mL,在每次加盐酸后在过滤之前停留约 1 min。

约用 30 mL 水洗涤一次,按 10.4 进行。

10.4 酸消煮

将消煮圆筒与滤坩连接,将 150 mL 沸硫酸(5.3)转移至带有滤坩的圆筒中,如果出现泡沫,则加数滴防泡剂(5.7),使硫酸尽快沸腾,并保持剧烈沸腾 $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。

10.5 第一次过滤

停止加热,打开排放管旋塞,在真空条件下通过滤坩将硫酸滤出,残渣用热水至少洗涤 3 次,每次用水 30 mL,洗涤至中性,每次洗涤后抽吸干燥残渣。

如果过滤发生问题,建议小心吹气排出滤器堵塞。

如果样品所含脂肪不能直接用石油醚(5.8)提取,按 10.6 进行;否则,按 10.7 进行。

10.6 脱脂

将滤坩与冷提取装置(6.10)连接,残渣在真空条件下用丙酮洗涤 3 次,每次用丙酮(5.5)30 mL。然后,残渣在真空条件下用石油醚(5.8)洗涤 3 次,每次用石油醚 30 mL。每次洗涤后抽吸干燥残渣。

10.7 碱消煮

关闭排出孔旋塞,将 150 mL 沸腾的氢氧化钾溶液(5.4)转移至带有滤坩的圆筒,加数滴防泡剂

(5.7),使溶液尽快沸腾,并保持剧烈沸腾 30 min±1 min。

10.8 第二次过滤

停止加热,打开排放管旋塞,在真空条件下通过滤坩将氢氧化钾溶液滤去,用热水至少洗涤 3 次,每次用水约 30 mL,洗至中性,每次洗涤后抽吸干燥残渣。

如果过滤发生问题,建议小心吹气排出滤器堵塞。

将滤坩与冷提取装置(6.10)连接,残渣在真空条件下用丙酮洗涤 3 次,每次用丙酮(5.5)30 mL。每次洗涤后抽吸干燥残渣。

10.9 干燥

将滤坩置于灰化皿(6.5)中,灰化皿及其内容物在 130℃干燥箱(6.7)中至少干燥 2 h。

在灰化或冷却过程中,滤坩的烧结滤板可能有些部分变得松散,从而可能导致分析结果错误,因此需将滤坩置于灰化皿中。

滤坩和灰化皿在干燥器(6.8)中冷却,从干燥器中取出后,立即对滤坩和灰化皿进行称量(m_2),准确至 0.1 mg。

10.10 灰化

将滤坩和灰化皿置于马福炉中,其内容物在 500℃±25℃下灰化,直至冷却后连续两次称量的差值不超过 2 mg。

每次灰化后,让滤坩和灰化皿初步冷却,在尚温热时置于干燥箱中,使其完全冷却,然后称量(m_3),准确至 0.1 mg。

10.11 空白测定

用大约相同数量的滤器辅料(5.6),按 10.4 至 10.10 进行空白测定,但不加试样。

灰化(10.10)引起的质量损失不应超过 2 mg。

11 计算

试样中粗纤维的含量(X)以克每千克(g/kg)表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——试料(9.1 或 10.1)的质量,单位为克(g);

m_2 ——灰化皿、滤坩以及在 130℃干燥后获得的残渣(9.9 或 10.9)的质量,单位为毫克(mg);

m_3 ——灰化皿、滤坩以及在 500℃±25℃灰化后获得的残渣(9.10 或 10.10)的质量,单位为毫克(mg)。

结果四舍五入,准确至 1 g/kg。

注:结果亦可用质量分数(%)表示。

12 精密度

12.1 实验室间试验

附录 A 详细列出了本方法精密度的实验室间的试验结果,从该试验得出的数值可能不适用于附录中列出以外的浓度范围及基质的样本。

12.2 重复性

用同一方法,对相同的试验材料,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试验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或由表 1 得出重复性限 r 的情况不大于 5%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R)

样品	粗纤维含量/(g/kg)	重复性限(r)/(g/kg)	再现性限(R)/(g/kg)
向日葵饼粕粉	223.3	8.4	16.1
棕榈仁饼粕	190.3	19.4	42.5
牛颗粒饲料	115.8	5.3	13.8
玉米谷蛋白饲料	73.3	5.8	9.1
木薯	60.2	5.6	8.8
狗粮	30.0	3.2	8.9
猫粮	22.8	2.7	6.4

12.3 再现性

使用同一方法,对相同的试验材料,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试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%。

13 试验报告

试验报告应详细说明:

- 为样品完全鉴定所需的全部信息;
- 使用的抽样方法(如了解);
- 采用的测定方法,并附本标准作为参考文献;
- 在本标准中未详述的或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;
- 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)
实验室间试验结果

1996年和1997年根据ISO 5725:1986^[2]错层式试验进行的4个实验室试验确定了本方法的精密度,在检测中采用了Grubbs分离物试验取代了Dion分离物试验,在GB/T 6379.2—2004(ISO 5725-2:1994)^[4]中介绍了Grubbs分离物试验。

有10个实验室参加了实验室间检测,测定了向日葵饼粕粉、棕榈仁饼粕、牛颗粒饲料、玉米谷蛋白饲料、木薯、狗粮和猫粮等样品。

表 A.1 实验室间试验结果

参 数	样 品 ^a						
	1	2	3	4	5	6	7
剔除界外值后保留的实验室数	10	9	10	10	10	10	10
粗纤维平均含量/(g/kg)	223.3	190.3	115.8	73.3	60.2	30.0	22.8
重复性标准差(S_r)/(g/kg)	3.00	6.93	1.89	2.07	2.00	1.14	0.96
重复性变异系数/(%)	1.3	3.6	1.6	2.8	3.3	3.8	4.2
重复性限(r)[$r=2.8 \times S_r$]/(g/kg)	8.4	19.4	5.3	5.8	5.6	3.2	2.7
再现性标准差(S_R)/(g/kg)	5.75	15.18	4.93	3.25	3.14	3.18	2.29
再现性变异系数/(%)	2.6	8.0	4.3	4.4	5.2	10.6	10.0
再现性限(R)[$R=2.8 \times S_R$]/(g/kg)	16.1	42.5	13.8	9.1	8.8	8.9	6.4
^a 1:向日葵饼粕粉; 2:棕榈仁饼粕; 3:牛颗粒饲料; 4:玉米谷蛋白饲料; 5:木薯; 6:狗粮; 7:猫粮。							

参 考 文 献

- [1] ISO 4793:1986, Laboratory sintered (fritted) filters—Porosity grading, classification and designation.
 - [2] ISO 5725: 1986, Precision of test methods—Determination of repeatability and reproducibility for a standard test method by inter-laboratory test.
 - [3] 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 (ISO 5725-1:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions, IDT).
 - [4] 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 (ISO 5725-2:1994 Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 2:Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method, IDT).
 - [5] ISO 6492, Animal feeding stuffs—Determination of fat content.
 - [6] ISO 6497, Animal feeding stuffs—Sampling.
 - [7] ISO 6541, Agricultural food products—Determination of crude fiber content—Modified Scharrer method.
-