

ICS 65.120
B 46

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1459—2007

饲料中酸性洗涤纤维的测定

Determination of acid detergent fiber in feedstuff (ADF)

2007-12-18 发布

2008-03-01 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准是在参照了美国公职化学家协会(AOAC)方法及国内外文献基础上,根据我国技术发展水平研究制定的。

本标准由中华人民共和国农业部畜牧业司提出。

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(西安)。

本标准主要起草人:李会玲、赵彩会、贾青、李胜、张眉。

饲料中酸性洗涤纤维的测定

1 范围

本标准规定了饲料中酸性洗涤纤维(ADF)的测定方法。
本标准适用于各种植物性单一饲料。

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 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 14699.1 饲料 采样

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

酸性洗涤纤维(ADF) acid detergent fiber

用酸性洗涤剂去除饲料中的脂肪、淀粉、蛋白质和糖类等成分后,残留的不溶解物质的总称,包括纤维素、木质素及少量的硅酸盐等。

4 原理

植物性饲料经酸性洗涤剂浸煮,再用水、丙酮洗涤后不溶解的残渣为酸性洗涤纤维。

5 仪器和设备

5.1 样品粉碎机。

5.2 分析筛:孔径为 1 mm。

5.3 分析天平:感量为 0.000 1 g。

5.4 电热式恒温烘箱。

5.5 可调温电炉或电热板。

5.6 回流消煮装置:配冷凝球的 600 mL 高型烧杯或配冷凝管的 500 mL 锥形瓶。

5.7 30 mL 烧结玻璃过滤坩埚(G₂)。

5.8 抽滤装置:烧结玻璃过滤坩埚、抽滤瓶和真空泵组成。

5.9 干燥器:装有变色硅胶等有效干燥剂。

5.10 纤维测定仪:符合本标准测定原理。

6 试剂和溶液

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂,所用水应符合 GB/T 6682 三级水的要求。

- 6.1 硫酸。
- 6.2 丙酮。
- 6.3 十六烷基三甲基溴化铵(C₁₉H₄₂NBr, CTAB)。
- 6.4 1.00 mol/L 硫酸(1/2H₂SO₄)溶液:按 GB/T 601 配制并标定。
- 6.5 酸性洗涤剂(2%十六烷基三甲基溴化铵溶液):称取 20 g CTAB 溶解于 1 000 mL 1.00 mol/L 硫酸溶液中,搅拌溶解。

注:十六烷基三甲基溴化铵对黏膜有刺激,需戴口罩;丙酮是高挥发可燃试剂,进入烘箱干燥前,确保其挥发干。

7 测定步骤

7.1 采样

按 GB/T 14699.1 执行。

7.2 试样制备

按 GB/T 20195 制备后,封入样品袋,作为试样。

7.3 分析步骤

用回流消煮装置测定,按以下步骤操作:

7.3.1 将洁净的烧结玻璃过滤坩埚(5.7)预先在 105℃(±2℃)电热恒温箱内干燥 4 h,然后放在干燥器中冷却 30 min 后称量,直至恒重(两次称量结果之差小于 0.002 g)。

7.3.2 称取约 1 g 试样,准确至 0.000 2 g,放入烧杯中(5.6)。如果样品中脂肪含量大于 10%,必须用丙酮进行脱脂:将试样放入预先恒重的烧结玻璃过滤坩埚(5.7)中,用 30 mL~40 mL 丙酮脱脂 4 次,每次浸泡 3 min~5 min,抽真空以去除残余丙酮,空气干燥 10 min~15 min,将残渣转移至烧杯(5.6)中。使用同一个坩埚收集酸性洗涤剂提取后的试样纤维残渣。

7.3.3 在盛试样的烧杯中加入热的酸性洗涤剂(6.5)100 mL,盖上冷凝球,打开冷却水,快速加热试样至沸腾。调节电炉使溶液保持微沸的状态,持续消煮 60 min(±5 min)。如果试样沾到烧杯壁上,用不大于 5 mL 的酸性洗涤剂进行冲洗。

7.3.4 准备好抽滤装置(5.8),将试样消煮液缓缓倒入烧结玻璃过滤坩埚,抽真空过滤,用玻璃棒捣散滤出的试样残渣,并用热水(95℃~100℃)清洗坩埚壁和试样残渣 3 次~5 次,确保所有酸被清除。再用约 40 mL 丙酮清洗滤出物 2 次,每次浸润 3 min~5 min,抽滤,如果滤出物有颜色需重复清洗、抽滤。

7.3.5 将过滤坩埚置通风橱,待丙酮挥发尽放在 105℃(±2℃)电热恒温箱内干燥 4 h,然后放在干燥器中冷却 30 min 后称量,直至恒重。

用纤维测定仪,按仪器说明操作。

8 结果计算

8.1 计算

饲料中酸性洗涤纤维含量 X,以质量分数表示,单位为百分含量(%).按公式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——过滤坩埚的质量,单位为克(g);

m_2 ——过滤坩埚及试样残渣的总质量,单位为克(g);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

每个试样做两个平行测定,取其平均值为分析结果,结果保留一位小数。

8.2 重复性

酸性洗涤纤维(ADF)含量 $\leq 10\%$,允许相对偏差 $\leq 5\%$;酸性洗涤纤维(ADF)含量 $> 10\%$,允许相对偏差 $\leq 3\%$.

本标准
起草
主要起草单位
起草人
审核
批准