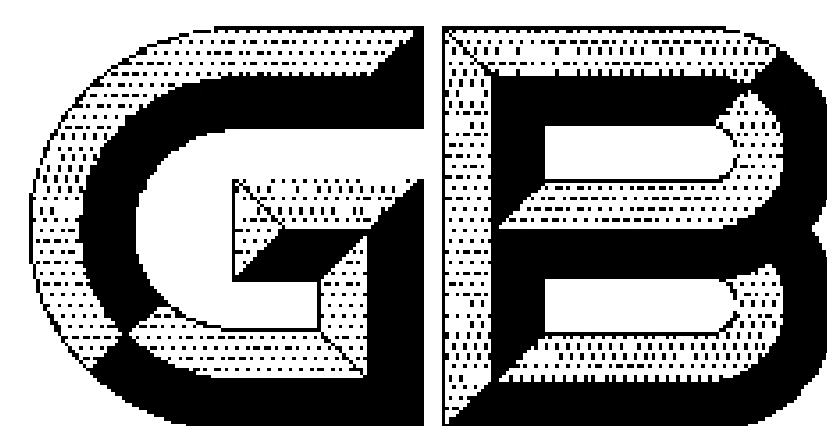




中华人民共和国国家标准

GB/T 34271—2017

饲料中油脂的皂化值的测定

Determination of saponification value of oils in feeds

2017-09-07 发布

2018-04-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准起草单位：上海市农业科学院农产品质量标准与检测技术研究所、广东恒兴饲料实业股份有限公司、广州天科科技有限公司、上海市饲料质量监督检验站。

本标准主要起草人：赵志辉、林森、杨俊花、杨海锋、顾赛红、王红梅、韩薇。

饲料中油脂的皂化值的测定

1 范围

本标准规定了饲料中油脂的皂化值的测定方法。
本标准适用于配合饲料、浓缩饲料和饲料原料中油脂的皂化值的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 6433 饲料中粗脂肪的测定
- 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

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

皂化值 saponification value
在规定条件下皂化 1 g 饲料所含的油脂所需的氢氧化钾毫克数。

4 原理

用石油醚提取样品中的油脂,在回流条件下将该油脂和氢氧化钾-乙醇溶液一起煮沸皂化,以碱性蓝 6B 为指示剂,用盐酸标准溶液滴定过量的氢氧化钾。

5 试剂和材料

除非另有规定,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 中规定的三级用水。

- 5.1 石油醚:沸程 30 ℃~60 ℃。
- 5.2 金刚砂或玻璃细珠。
- 5.3 乙醇:95%。
- 5.4 氢氧化钾-乙醇溶液(0.05 mol/L):称取 2 g 氢氧化钾,置于聚乙烯容器中,用 1 000 mL 95%乙醇(5.3)溶解,密闭放置 24 h。取上清液至另一聚乙烯容器中。
- 5.5 盐酸标准溶液 I : $c(\text{HCl})=0.5\text{ mol/L}$,按 GB/T 601 制备和标定。
- 5.6 盐酸标准溶液 II : $c(\text{HCl})=0.05\text{ mol/L}$,准确移取 100 mL 盐酸标准溶液 I (5.5),将水煮沸 15 min 后冷却,用此无二氧化碳水定容至 1 000 mL,现配现用。
- 5.7 碱性蓝 6B 指示剂(20 g/L):称取 2 g 碱性蓝 6B 溶于 100 mL 95%乙醇(5.3)中。

5.8 盐酸： $c(\text{HCl})=3\text{ mol/L}$ 。

5.9 滤器辅料：硅藻土，在盐酸 $[c(\text{HCl})=6\text{ mol/L}]$ 中消煮 30 min，用水洗至中性，然后在 130 °C 下干燥。

6 仪器和设备

6.1 实验室常用设备。

6.2 提取套管：无脂肪和油，用乙醚洗涤。

6.3 索氏提取器：虹吸容积约 100 mL，或用其他循环提取器。

6.4 加热装置：有温度控制装置，不作为火源。

6.5 电热真空箱：温度能保持在 $(80\pm2)^\circ\text{C}$ 。

6.6 分析天平：感量 0.000 1 g。

6.7 锥形瓶：容量 250 mL，带有磨口。

6.8 回流冷凝管：带有连接锥形瓶(6.7)的磨玻璃接头。

7 试样的制备

按 GB/T 14699.1 规定，将实验室风干样粉碎，全通过 0.9 mm 孔径标准筛，混合，装入清洁的广口瓶内密封避光保存，备用。



8 分析步骤

8.1 水解

按照 GB/T 6433 要求，纯动物性饲料，包括乳制品；脂肪不经水解不能提取的纯植物性饲料，如谷蛋白、酵母、大豆及马铃薯蛋白以及加热处理的饲料；含有一定数量加工产品的配合饲料，其脂肪含量至少有 20% 来自这些加工产品，样品提取前需要水解。其他样品直接按 8.2 操作。

称取 0.5 g~5 g 试样(精确到 0.000 1 g)于锥形瓶中，按 GB/T 6433 规定进行水解。将提取套管放入干燥器内冷至室温然后按 8.3 进行操作。

8.2 称样

称取 0.5 g~5 g 试样(精确到 0.000 1 g)，放入 80 °C 的电热真空箱内(6.5)干燥 120 min，取出，放入干燥器内冷至室温。转移至提取套管(6.2)中并用一小块脱脂棉覆盖。对于非纯油脂样品，按照 8.3 操作，对于纯油脂样品，按照 8.4 操作。

8.3 提取

加入 150 mL 石油醚于干燥的锥形瓶中，并与索氏提取器(6.3)连接，将套管置于索氏提取器中并放入加热装置中，调节加热装置(6.4)使温度至约 70 °C，控制回流速度每秒至少 5 滴，提取 8 h，收集石油醚提取物，取下锥形瓶，蒸馏除去残留溶剂。

8.4 皂化

准确移取 25.00 mL 氢氧化钾-乙醇溶液(5.4)，加到上述含提取物的锥形瓶中，连接回流冷凝管(6.8)，并将锥形瓶放在 75 °C 的加热装置(6.4)中，回流 120 min。

8.5 测定

加 3 滴~5 滴碱性蓝 6B 指示剂(5.7)于热溶液中,对于非纯油脂样品,用盐酸标准溶液Ⅱ(5.6)滴定至溶液呈蓝色为终点。对于纯油脂样品,用盐酸标准溶液Ⅰ(5.5)滴定至溶液呈蓝色为终点。

8.6 空白试验

空白试验需与测定平行进行,用同样的方法和试剂,但不加试样。

当滴定试样所用盐酸的用量不到空白试验所用盐酸标准溶液用量的三分之一时,则应减少称样量,重新测定。



9 结果计算

试样中油脂的皂化值以氢氧化钾(KOH)质量分数 w 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{(V_0 - V_1) \times c}{m} \times M \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c ——盐酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_0 ——空白试验滴定消耗的盐酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——试样滴定消耗的盐酸标准溶液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样的质量,单位为克(g);
- M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.1$)。

测定结果用平行测定的算术平均值表示,计算结果表示到小数点后两位。

10 重复性

在重复性测定条件下获得的两次平行测试结果的绝对差值不大于算术平均值的 10%。
