

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1459—2022

代替 NY/T 1459—2007

饲料中酸性洗涤纤维的测定

Determination of acid detergent fiber (ADF) in feeds

[ISO 13906:2008, Animal feeding stuffs—Determination of acid detergent fibre (ADF) and acid detergent lignin (ADL) contents, MOD]

2022-07-11 发布

2022-10-01 实施

中华人民共和国农业农村部 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》和 GB/T 1.2—2020《标准化工作导则 第2部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》的规定起草。

本文件代替 NY/T 1459—2007《饲料中酸性洗涤纤维的测定》，与 NY/T 1459—2007 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,2007年版的第1章)；
- b) 增加了过滤法检出限(见第1章)；
- c) 增加了助滤剂(见4.2.8)；
- d) 增加了脱脂步骤(见4.5.3)；
- e) 更改了精密度(见4.7,2007年版的8.2)；
- f) 增加了滤袋法(见第5章)。

本文件修改采用 ISO 13906:2008《动物饲料 酸性洗涤纤维(ADF)和酸性洗涤木质素(ADL)含量的测定》。

本文件与 ISO 13906:2008 相比做了下述结构调整：

- 3.1 对应 ISO 13906:2008 的 3.1,因本文件不涉及酸性洗涤木质素,删除 3.2；
- 4.1 对应 ISO 13906:2008 的第4章；
- 4.2 对应 ISO 13906:2008 的第5章；
- 4.3 对应 ISO 13906:2008 的第6章；
- 4.4 对应 ISO 13906:2008 的第7章和第8章；
- 4.5 对应 ISO 13906:2008 的 9.1,因本文件不涉及酸性洗涤木质素的测定,删除 9.2；
- 4.6 对应 ISO 13906:2008 的 10.1,因本文件不涉及酸性洗涤木质素的测定,删除 10.2；
- 4.7 对应 ISO 13906:2008 的第11章；
- 删除了 ISO 13906:2008 的第12章试验报告内容；
- 增加了第5章滤袋法。

本文件与 ISO 13906:2008 的技术差异及其原因如下：

- 为了满足我国饲料中检测需要,更改了适用范围(见第1章)；
- 为了方便使用,助滤剂规定为石英砂(粒径 125 μm ~150 μm)(见4.2.8)；
- 根据我国饲料行业实际检测技术水平,修改了精密度要求(见4.7)；
- 根据国内外酸性洗涤纤维检测技术发展趋势,满足我国饲料行业实际检测需要,增加了滤袋法(见第5章)。

本文件做了下列编辑性改动：

- 为了区分滤袋法,ISO 13906:2008 的 9.1 明确为“过滤法”(见第4章)；
- 合并 ISO 13906:2008 的 9.1.2 和 9.1.3,并规定“若使用纤维测定仪,按照仪器说明书操作”(见4.5)。

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。

本文件由农业农村部畜牧兽医局提出。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本文件起草单位：通威股份有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司。

本文件主要起草人：杨发树、宋军、张凤枰、杜亚欣、宋涛。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

NY/T 1459—2022

2007 年首次发布为 NY/T 1459—2007；
本次为第一次修订。

饲料中酸性洗涤纤维的测定

1 范围

本文件规定了饲料中酸性洗涤纤维测定的过滤法和滤袋法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和植物性饲料原料中酸性洗涤纤维的测定。

本文件过滤法的检出限为 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(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

酸性洗涤纤维(ADF) acid detergent fiber

用酸性洗涤剂处理试样后残留的不溶解物质的总称,主要是纤维素和木质素(植物性饲料)或不溶性蛋白复合物(动物源性饲料和热损伤饲料)。

4 过滤法

4.1 原理

试样用酸性洗涤剂浸煮,再用水、丙酮洗涤,除掉不耐酸的碳水化合物、没有发生梅拉德(Maillard)反应(热损伤)的蛋白质和脂肪后剩余的残留物即是酸性洗涤纤维(ADF)。

4.2 试剂或材料

警示:十六烷基三甲基溴化铵对粘膜有刺激,操作时需戴防护口罩;丙酮和石油醚是高挥发可燃试剂,在进入烘箱干燥前,确保其完全挥发。

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 丙酮。

4.2.3 石油醚(沸程 30℃~60℃)。

4.2.4 硫酸溶液(0.50 mol/L±0.025 mol/L H₂SO₄):按照 GB/T 601 的规定配制和标定。

4.2.5 酸性洗涤剂:称取 20 g 十六烷基三甲基溴化铵(C₁₉H₄₂NBr,CTAB),加入 1 000 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液(4.2.4),搅拌溶解,混匀。

4.2.6 消泡剂:硅油。

4.2.7 盐酸溶液(4 mol/L):量取 328 mL 浓盐酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

4.2.8 助滤剂:石英砂,粒径 125 μm~150 μm。使用前加入 4 mol/L 盐酸溶液(4.2.7)浸没,煮沸,然后用水洗涤至中性,在(525±20)℃下灼烧 2 h,取出,冷却后放入干燥器中备用。

4.3 仪器设备

4.3.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

4.3.2 回流消煮装置:配有独立加热单元和水冷凝器,或符合 4.1 原理的纤维测定仪。应校准加热单元性能,使用冷凝器时可在 5 min 内煮沸 50 mL 冷水;纤维测定仪可在 10 min 内煮沸 50 mL 冷水。

4.3.3 砂芯坩埚:50 mL,孔径 $40\ \mu\text{m}\sim 60\ \mu\text{m}$ 。或与纤维测定仪配套的砂芯坩埚,26 mL $\sim$ 28 mL,孔径 $40\ \mu\text{m}\sim 100\ \mu\text{m}$ 。

注 1:初次使用前,将砂芯坩埚小心地逐步加温,温度不超过 $550\ ^\circ\text{C}$,并在 $(525\pm 20)\ ^\circ\text{C}$ 下灼烧 1 h。每次使用后在 $(525\pm 20)\ ^\circ\text{C}$ 灰化 3 h,用酸性洗涤剂(4.2.5)浸泡,超声 10 min,除去灰分,用热水冲洗坩埚,再用冷水浸泡至少 30 min。

注 2:砂芯坩埚过滤速率测试:每个坩埚装满 50 mL(纤维测定仪坩埚为 25 mL)水,在不抽真空的条件下,记录排干时间,应为 $(180\pm 60)\ \text{s}$ (纤维测定仪砂芯坩埚为 $(75\pm 30)\ \text{s}$)。如果排干时间小于 100 s(纤维测定仪砂芯坩埚小于 30 s),应舍弃不用;如果排干时间小于 120 s(纤维测定仪砂芯坩埚小于 45 s),应检查坩埚是否有裂纹;如果排干时间大于 240 s(纤维测定仪砂芯坩埚大于 105 s),应采用酸性或者碱性清洁剂清洗砂芯坩埚,如清洗后仍不能提高过滤速率,应舍弃。

4.3.4 抽滤装置:抽滤瓶和真空泵。

4.3.5 电热干燥箱:可控温 $(103\pm 2)\ ^\circ\text{C}$ 。

4.3.6 马弗炉: $(525\pm 20)\ ^\circ\text{C}$ 。

4.4 样品

按照 GB/T 20195 制备试样。缩分样品至约 200 g(以干基计),其中一半样品放置在防潮、密封的容器中,用于水分的测定。若试样水分含量高于 15%时,应先将试样置于低于 $60\ ^\circ\text{C}$ 烘箱中,风干至水分低于 15%以下。粉碎使其全部通过 1.0 mm 孔径的分析筛,充分混匀,装入密闭容器中,备用。

4.5 试验步骤

4.5.1 砂芯坩埚的准备

将洁净的砂芯坩埚(4.3.3)置于电热干燥箱(4.3.5)内, $(103\pm 2)\ ^\circ\text{C}$ 干燥 4 h,取出,置于干燥器中冷却 30 min,称量(精确至 0.000 1 g),直至恒重(2 次称量结果之差不超过 0.002 g)。

4.5.2 称样

平行做 2 份试验。称取 1 g 试样(精确至 0.000 1 g),若试样需要预先脱脂,试样置于另外一个砂芯坩埚(4.3.3)中,按 4.5.3 脱脂;若试样不需要预先脱脂,试样置于回流消煮装置(4.3.2)中,按 4.5.4 消煮。同时做空白试验。

4.5.3 脱脂

脂肪含量超过 10%的试样应预先脱脂,脂肪含量超过 5%的试样建议预先脱脂。脂肪含量未知试样建议预先脱脂。

在砂芯坩埚中加入 40 mL 丙酮(4.2.2)或石油醚(4.2.3),浸泡试样 5 min,然后用抽滤装置(4.3.4)抽真空,除去丙酮或石油醚,重复 2 次。将砂芯坩埚放入通风橱内干燥 20 min,以挥干残余的丙酮或石油醚。把脱脂后的试样残渣全部转移至回流消煮装置(4.3.2)中。

4.5.4 消煮

在回流消煮装置(4.3.2)中加入 100 mL 酸性洗涤剂(4.2.5),打开冷却水,加热,5 min 内加热试样溶液至沸腾。必要时加入 2 滴 $\sim$ 4 滴消泡剂(4.2.6)以消除泡沫。调节加热装置使溶液保持微沸状态,持续消煮 $(60\pm 1)\ \text{min}$ 。如果试样沾到消煮容器壁上,用不多于 5 mL 的酸性洗涤剂(4.2.5)冲洗。

4.5.5 洗涤

称取 5 g 助滤剂(4.2.8),精确至 0.000 1 g,置于砂芯坩埚中,连接抽滤装置,缓缓倒入试样消煮液,真空抽滤。用玻璃棒捣散试样残渣,并用 40 mL $90\ ^\circ\text{C}\sim 100\ ^\circ\text{C}$ 水清洗砂芯坩埚壁和试样残渣,重复 3 次 $\sim$ 5 次,至洗脱液呈中性。再用 40 mL 丙酮(4.2.2)清洗残渣,搅拌至所有团块破碎,将所有颗粒暴露于丙酮中,浸泡 5 min,直至残渣脱色,真空抽滤,并重复 1 次。如果滤出物有颜色,需再用丙酮重复浸泡、抽滤,直至无色。

4.5.6 干燥

将砂芯坩埚放入通风橱内干燥 20 min,待丙酮完全挥干后移至于干燥箱内, (103 ± 2) °C 干燥 4 h,取出,置于干燥器中冷却 30 min,称量(精确至 0.000 1 g),直至恒重(2 次称量结果之差不超过 0.002 g)。

若使用纤维测定仪,按照仪器说明书操作。

4.6 试验数据处理

试样中酸性洗涤纤维(ADF)的含量以质量分数表示,按公式(1)计算。

$$\omega = \frac{(m_4 - m_1 - m_3) - (m_{l3} - m_{l1} - m_{l2})}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- ω 试样中酸性洗涤纤维含量的数值,单位为百分号(%);
 - m_1 试样测定用砂芯坩埚质量的数值,单位为克(g);
 - m_2 试样质量的数值,单位为克(g);
 - m_3 试样测定用助滤剂质量的数值,单位为克(g);
 - m_4 试样、助滤剂和砂芯坩埚经消煮干燥后总质量的数值,单位为克(g);
 - m_{l1} 空白试验用砂芯坩埚质量的数值,单位为克(g);
 - m_{l2} 空白试验用助滤剂质量的数值,单位为克(g);
 - m_{l3} 空白试验砂芯坩埚和助滤剂消煮干燥后总质量的数值,单位为克(g);
- 测定结果以平行测定的算术平均值表示,结果保留至小数点后 1 位。

4.7 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:

酸性洗涤纤维(ADF) < 5% 时,其绝对差值 ≤ 1%;

酸性洗涤纤维(ADF) 在 5% ~ 10% 时,其绝对差值与算术平均值之比 ≤ 10%;

酸性洗涤纤维(ADF) > 10% 时,其绝对差值与算术平均值之比 ≤ 6%。

5 滤袋法

5.1 原理

同 4.1。

5.2 试剂或材料

警示:十六烷基三甲基溴化铵对黏膜有刺激,操作时需戴防护口罩;丙酮和石油醚是高挥发可燃试剂,在进入烘箱干燥前,确保其完全挥发。

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 丙酮。

5.2.3 石油醚(沸程 30 °C ~ 60 °C)。

5.2.4 硫酸溶液(0.50 mol/L ± 0.025 mol/L H₂SO₄):按照 GB/T 601 配制和标定。

5.2.5 酸性洗涤剂:称取 20 g 十六烷基三甲基溴化铵(C₁₉H₄₁NBr,CTAB),加入 1 000 mL 0.5 mol/L 硫酸溶液(5.2.4),搅拌溶解,混匀。

5.2.6 消泡剂:硅油。

5.3 仪器设备

5.3.1 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3.2 回流消煮装置:配有独立加热单元,或符合 5.1 原理纤维测定仪。应校准加热单元性能,使用冷凝器时可在 5 min 内煮沸 50 mL 冷水;纤维测定仪可在 10 min 内煮沸 50 mL 水。

5.3.3 滤袋:孔径 25 μm,可耐受酸性洗涤剂高温消煮。

5.3.4 干燥箱:可控温 (103 ± 2) °C。

5.4 样品

同 4.4。

5.5 试验步骤

5.5.1 称样

平行做 2 份试验。称量 (103 ± 2) °C 干燥 2 h、在干燥器中冷却至室温的滤袋(5.3.3)(精确至 0.000 1 g)。称取试样 0.5 g(精确至 0.000 1 g),置于滤袋中,封口。样品体积不宜超过滤袋容量的 1/2,如太满可适当减少,但不得低于 0.2 g。若试样需要预先脱脂,按 5.5.2 脱脂;若试样不需要预先脱脂,按 5.5.3 消煮。同时做空白试验。

5.5.2 脱脂

脂肪含量超过 10%的试样应预先脱脂,脂肪含量超过 5%的试样建议预先脱脂。脂肪含量未知试样建议预先脱脂。

将装有试样的滤袋放入烧杯中,加入丙酮(5.2.2)或石油醚(5.2.3),使滤袋完全浸没,浸泡 5 min,其间用玻璃棒轻微搅拌 2 次,或取出滤袋反复浸没 2 次。取出滤袋,置于吸水纸上,轻轻挤压去除丙酮或石油醚,重复操作 1 次。将滤袋置于通风橱内干燥 20 min,挥干残余的丙酮或石油醚。

5.5.3 消煮

将装有试样的滤袋分散放入回流消煮装置(5.3.2)中,按每个滤袋 100 mL 的量加入酸性洗涤剂(5.2.5),打开冷却水,10 min 内加热试样溶液至沸腾。必要时加 2 滴~4 滴消泡剂(5.2.6)以消除泡沫。调节加热装置,保持试样溶液微沸,持续消煮 (60 ± 1) min。消煮过程应保证滤袋完全浸没于溶液中,每 10 min 至少翻动 1 次,保证试样被充分消煮。

5.5.4 洗涤

取出滤袋,置于吸水纸上,轻轻挤压去除消煮液。用 90 °C~100 °C 水浸泡洗涤滤袋 3 次,直至浸出液呈中性,轻轻挤压除水。将滤袋放入烧杯中,加入丙酮,使滤袋完全浸没,浸泡 5 min,重复 1 次。如果滤出液仍有颜色,用丙酮重复清洗,直至滤出液无色。

5.5.5 干燥

将洗涤后的滤袋置于通风橱内干燥 20 min,待丙酮挥干后,移至干燥箱(5.3.4)内, (103 ± 2) °C 干燥 4 h。取出,置于干燥器中冷却 30 min,称量(精确至 0.000 1 g),直至恒重(2 次称量结果之差不超过 0.002 g)。

若使用纤维测定仪,按照仪器说明书操作。

5.6 试验数据处理

试样中酸性洗涤纤维(ADF)的含量以质量分数表示,单位为百分含量(%),按公式(2)计算。

$$\omega = \frac{(m_7 - m_5) - (m_{16} - m_{11})}{m_6} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_5 试样测定用滤袋质量的数值,单位为克(g);

m_6 试样质量的数值,单位为克(g);

m_7 试样、滤袋经消煮干燥后总质量的数值,单位为克(g);

m_{11} 空白试验用滤袋质量的数值,单位为克(g);

m_{16} 空白试验滤袋经消煮干燥后质量的数值,单位为克(g);

测定结果以平行测定的算术平均值表示,结果保留至小数点后 1 位。

5.7 精密度

同 4.7。