

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 3804—2020

油脂类饲料原料中不皂化物的测定 正己烷提取法

Determination of unsaponifiable matter in fats and oils for feed materials—Method using n-hexane extraction

(ISO 18609: 2000, Animal and vegetable fats and oils—Determination of unsaponifiable matter—Method using hexane extraction, MOD)

行业标准信息服务平台

2020-11-12 发布

2021-04-01 实施



中华人民共和国农业农村部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20000.2—2009 给出的规则起草。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 18609:2000《动植物油脂不皂化物测定 己烷提取法》。

本标准与 ISO 18609:2000 相比在结构上有较大调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 18609:2000 条款编号对照一览表。

本标准与 ISO 18609:2000 的技术性差异及其原因如下:

- 修改了 ISO 标准中前言部分的内容;
- 关于规范性引用文件,本标准作了具有技术性差异的调整,以适应我国的技术条件,调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中,具体调整如下:
 - 用等同采用的 GB/T 15687 代替了 ISO 661;
 - 增加引用了 GB/T 601 和 GB/T 6682。
- 将不皂化物提取溶剂修改为正己烷;
- 在本标准第 5 章中,增加了氢氧化钾-乙醇标准溶液的配制和标定要求;
- 删除了抽样的内容(见 ISO 18609:2000 的第 7 章);
- 在本标准 8.1 中,增加了皂化终点的要求和皂化后回流装置的清洗步骤,以保证试样皂化完全,提高可操作性;
- 在本标准 8.7 中,修改了空白试验残留物限量的要求;
- 在本标准第 10 章中,增加了精密度要求,精密度反映了结果的离散程度,也是分析结果的可靠性依据;
- 删除了试验报告的内容(见 ISO 18609:2000 的第 12 章)。

本标准还作了下列编辑性修改:

- 将“本国际标准”修改为“本标准”;
- 根据我国饲料行业实际,将标准名修改为《油脂类饲料原料中不皂化物的测定 正己烷提取法》;
- 修改了 ISO 标准的适用范围的表述方式;
- 删除了参考文献;
- 增加了资料性附录 A,以附录形式提供了本标准与国际标准编排结构变化对照一览表。

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这些专利的责任。

本标准由农业农村部畜牧兽医局提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)归口。

本标准起草单位:四川威尔检测技术股份有限公司、通威股份有限公司。

本标准主要起草人:宋涛、张凤桦、卢加文、李灿英。

油脂类饲料原料中不皂化物的测定 正己烷提取法

1 范围

本标准规定了油脂类饲料原料中不皂化物的测定方法。

本标准适用于油脂类饲料原料中不皂化物的测定。

警告:与 ISO 3596 方法相比,本方法的测定结果系统性偏低。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

不皂化物 unsaponifiable matter

试样经氢氧化钾皂化、正己烷萃取后,溶解于正己烷中并且在规定条件下不挥发所有剩余物。

注:不皂化物包括自然界中的脂类物质,如甾醇、高级烃和醇类、脂肪族和萜烯醇类,以及经正己烷提取、在 103℃ 时不挥发所有外来有机物(如矿物油)。

4 原理

试样与氢氧化钾乙醇溶液在煮沸回流条件下进行皂化,用正己烷从皂化液中提取不皂化物,蒸发溶剂,并对残留物干燥后称重。

5 试剂或材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

警告:正己烷对上呼吸道有刺激性,操作时需戴口罩;正己烷是高挥发可燃试剂,进入烘箱干燥前,确保其挥发干。

5.1 水:GB/T 6682,三级。

5.2 正己烷:溴价低于 1,且不得含有蒸发残渣。

5.3 95%乙醇。

5.4 乙醇。

5.5 氯化钠。

5.6 乙醇-水溶液(10+90):量取 10 mL 乙醇(5.4),用水稀释至 100 mL,混匀。

5.7 酚酞指示剂(10 g/L):称取 1 g 酚酞,用 95%乙醇(5.3)溶解并稀释至 100 mL,混匀。

5.8 氢氧化钾-乙醇溶液:称取 60 g 氢氧化钾溶于 50 mL 水中,充分混匀,然后用 95%乙醇(5.3)稀释至 1 000 mL,混匀。此溶液呈无色或浅黄色。

5.9 氢氧化钾-乙醇标准溶液 [$c(\text{KOH})=0.1 \text{ mol/L}$]:称取约 500 g 氢氧化钾,置于烧杯中,加约 420 mL 水溶解,冷却,移入聚乙烯容器中,放置。用塑料管量取 7 mL 上层清液,用 95%乙醇(5.3)稀释至