

中华人民共和国农业行业标准

NY/T ××××—202×

饲料酸价的测定

Determination for acid value of feeds

(公开征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××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》的规定起草。

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：国粮武汉科学研究设计院有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司、哈尔滨普凡饲料有限公司、湖南百宜科技集团有限公司。

本文件主要起草人：

饲料酸价的测定

1 范围

本文件描述了饲料酸价的电位滴定测定方法。
本文件适用于配合饲料、浓缩饲料和宠物饲料酸价的测定。
本文件定量限为0.08 mg/g。

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 9725 化学试剂 电位滴定法通则
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文件。

3.1

酸价 acid value

中和饲料中1 g油脂游离脂肪酸所需氢氧化钾的毫克数。

注：本文件所指酸价不能区分饲料中的游离脂肪酸、无机酸和其他有机酸。

4 原理

用石油醚提取试样中的粗脂肪，经冷溶剂或热乙醇溶解、电位法滴定，根据消耗标准滴定溶液的体积计算酸价。

5 试剂或材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

- 5.1 水：GB/T 6682，三级。
- 5.2 石油醚：沸程 30 °C~60 °C。
- 5.3 无水乙醇。
- 5.4 无水硫酸钠：130 °C干燥 3 h，取出、冷却，装入密闭容器中保存。
- 5.5 酚酞指示剂（10 g/L）：称取 1.0 g 酚酞，溶解于 100 mL 的乙醇中，混匀。

5.6 无水乙醚-异丙醇混合溶液：将无水乙醚和异丙醇等体积混匀，临用现配。使用前每 100 mL 无水乙醚-异丙醇混合溶液中加入 0.3 mL 酚酞指示剂（5.5），用氢氧化钾标准溶液（5.8）中和至酒红色消失。

5.7 乙醚-乙醇混合溶液：将乙醚和乙醇等体积混匀，临用现配。使用前每 100 mL 混合溶剂中加入 0.3 mL 酚酞指示剂（5.5），用氢氧化钾标准溶液（5.8）中和至酒红色消失。

5.8 氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液： $c(\text{KOH})=0.05 \text{ mol/L}$ ，按 GB/T 601 配制和标定，或购置有证标准滴定溶液。

5.9 滤纸：定性，快速。

6 仪器设备

6.1 自动电位滴定仪：滴定精度 0.01 mL/滴，电信号测量分辨率达 0.1 mV。

6.2 非水相酸碱滴定专用复合 pH 电极：采用 Ag/AgCl 内参比电极，或性能相当者。

6.3 分析天平：精度 0.000 1 g、0.01 g。

6.4 往复式振荡器：振荡频率不低于 150 r/min。

6.5 离心机：转速不低于 7 000 r/min。

6.6 旋转蒸发器：可控温 $40\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，真空度可低至 $3.3\times 10^3 \text{ Pa}$ （25 mmHg）。

7 样品

按 GB/T 20195 制备样品，至少 500 g，固体样品粉碎使其全部通过 1 mm 孔径的试验筛，充分混匀，装入密闭容器中，保存，备用。分布不均匀的液体样品和膏状样品检测前匀浆。

8 试验步骤

8.1 粗脂肪提取

8.1.1 固体试样

称取 100 g~300 g 试样，分别包在 10 个~20 个滤纸包中，置于 1 000 mL 具塞广口瓶中，加入 800 mL 石油醚浸泡滤纸包，通氮气 30 s，立即加塞。于室温下 150 r/min 振荡过夜，取出，静置 30 min，提取液经装有 50 g 无水硫酸钠的漏斗过滤，收集滤液于圆底烧瓶中，于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 旋转蒸发至无石油醚溢出，残留物为提取的粗脂肪。

8.1.2 水分含量高试样

称取 300 g 试样，先用纱布将水沥干，加入 100 g 无水硫酸钠，置于 1 000 mL 具塞广口瓶中，加入 800 mL 石油醚浸泡，搅拌器搅拌 5 min，通氮气 30 s，立即加塞。于室温下 150 r/min 振荡过夜，取出，静置 30 min，提取液经装有 50 g 无水硫酸钠的漏斗过滤，收集滤液于圆底烧瓶中，于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 旋转蒸发至无石油醚溢出，残留物为提取的粗脂肪。

注：如残留物浑浊，将残留物转移至 50 mL 离心管中，加入 2 g 无水硫酸钠，涡旋 30 s，7 000 r/min 离心 5 min，取上清液为提取的粗脂肪。

8.2 试样称量

平行做两份试验。根据估计酸价，按照表1的酸价范围称样。精确称取8.1中提取的粗脂肪（精确至0.000 1 g），置于滴定杯中，若检测后发现该试样的酸价范围与表1对应的酸价范围与表1对应的称样量不符，则宜再次按照表1调整称样量后重新测定。

表 1 试样称取表

酸价范围 mg/g	称样量 g
<5	3
≥5~<15	2
≥15~<40	0.8
≥40	0.2

8.3 测定

8.3.1 冷溶剂法

于8.2滴定杯中加入80 mL无水乙醚-异丙醇混合溶液（5.5）或乙醚-乙醇混合溶液（5.6）溶解粗脂肪，加入1颗聚四氟乙烯磁力搅拌子，以适当的转速搅拌至少20 s，使试样完全溶解并形成澄清溶液，维持搅拌状态。将已连接在自动电位滴定仪上的电极和滴定管插入试样溶液中，注意应将电极的玻璃球泡和滴定管的防扩散头完全浸没在样品溶液的液面以下，避免碰到烧杯内壁。启动自动电位滴定仪，用氢氧化钾-乙醇标准滴定溶液（5.7）进行滴定。按GB/T 9725以“pH突跃”或一阶微分曲线峰值最大导致的等当点所对应的体积为滴定终点，记录标准滴定溶液的消耗量。典型的pH-滴定体积实时变化曲线见附录A。

每次试样滴定结束后，电极、滴定管和搅拌子应先用溶剂冲洗，再用水冲洗后方可进行下一个试样的测定。

8.3.2 热乙醇法

平行做两份试验。准确称取试样（准确至 0.000 1 g）于 200 mL 烧杯中，加入 80 mL 无水乙醇（5.3），置于 80 °C~100 °C水浴中加热直到溶液微沸，混匀。取出，加入 1 颗聚四氟乙烯磁力搅拌子，从“以适当的转速搅拌至少 20 s，使试样完全溶解并形成澄清溶液……”开始按 8.3.1 操作。

8.4 空白试验

取另一滴定杯，准确加入80 mL无水乙醚-异丙醇混合溶液（5.5）或乙醚-乙醇混合溶液（5.6）或乙醇（5.3），用自动电位滴定仪进行测定，获得空白滴定体积 V_0 。滴定结束后，电极和滴定管头先后用乙醇和水冲洗干净，拭干后将电极放入电极保存液中保存。

9 试验数据处理

试样酸价（以饲料所含粗脂肪为基础计）以质量分数 w 计，数值以毫克每克（mg/g）表示。按式（1）计算：

$$w = \frac{(V - V_0) \times c \times 56.1}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

V —— 试样消耗的标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_0 —— 空白试验消耗的标准滴定溶液体积，单位为毫升（mL）；

c —— 标准滴定溶液浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

56.1 —— 氢氧化钾的摩尔质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

m —— 试样质量，单位为克（g）；

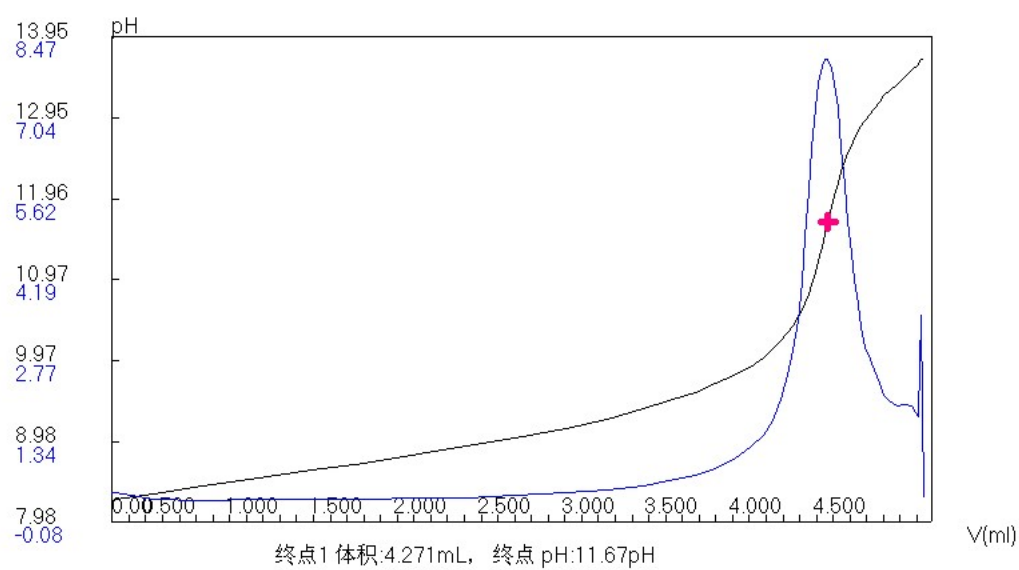
测定结果以平行测定的算术平均值表示，酸价 ≤ 1 mg/g，计算结果保留2位小数； 1 mg/g<酸价 ≤ 100 mg/g，计算结果保留1位小数；酸价 ≥ 100 mg/g，计算结果保留至整数位。

10 精密度

在重复性条件下，两次独立测定结果与其算术平均值的绝对差值不应超过算术平均值的15%。

附录 A
(资料性)
典型 pH-滴定体积实时变化曲线

典型的 pH-滴定体积实时变化曲线见图 A.1。



注：黑线为实时 pH 值变化曲线，蓝线为实时电位变化曲线

图 A.1 典型 pH-滴定体积实时变化曲线