

中华人民共和国国家标准

GB/T 6438—202×
代替GB/T 6438—2007

饲料中粗灰分的测定

Determination of crude ash in feeds

(ISO 5984:2022 Animal feeding stuffs—Determination of crude ash, MOD)

(公开征求意见稿)

202×-××-××发布

202×-××-××实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

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。

本文件代替 GB/T 6438—2007《饲料中粗灰分的测定》，与 GB/T 6438—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) 更改了马弗炉的技术要求（见5.2，2007年版的5.2）；
- c) 更改了煅烧皿的技术要求（见5.5，2007年版的5.2）；
- d) 删除了采样（见2007年版的第6章）；
- e) 增加了样品（见第6章）；
- f) 增加了马弗炉程序升温条件（见7.2）；
- g) 更改了精密度（见第9章，2007年版的第9章）

本文件修改采用 ISO 5984:2022《动物饲料中粗灰分的测定》。

本文件与 ISO 5984:2022 相比做了下述结构调整：

——删除了ISO 5984:2022的第6章；

——增加了第6章；

——删除了ISO 5984:2022的第10章。

本文件与ISO 5984:2022的技术差异及其原因如下：

——更改了适用范围，以满足我国饲料粗灰分检测需要（见第1章）。

本文件做了下列编辑性改动：

——标准名称更改为“饲料中粗灰分的测定”；

——删除了ISO 5984:2022的第10章。

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。

本文件由全国饲料工业标准化技术委员会（SAC/TC 76）提出并归口。

本文件起草单位：通威农业发展有限公司、国粮武汉科学研究设计院有限公司[国家饲料质量检验检测中心（武汉）]、全国畜牧总站。

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——1992年首次发布为 GB/T 6438—1986，1992年第一次修订，2007年第二次修订，；

——本次为第三次修订。

饲料中粗灰分的测定

1 范围

本文件描述了饲料中粗灰分的测定方法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合饲料和饲料原料中粗灰分的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

粗灰分 crude ash

在本文件规定的条件下，（550±25）℃灼烧所得的残渣。

注：粗灰分通常用质量百分比率表示。

4 原理

试样经炭化和（550±25）℃灼烧，冷却后称量残余的灰烬。

5 仪器设备

5.1 分析天平：精度 0.001 g。

5.2 马弗炉：电加热，可恒定控制温度，带高温计或热电偶。炉温设置为 550℃。炉中摆放煅烧皿的地方，在 550℃时温度应为（550±25）℃。建议使用带可编程的时间-温度控制器的马弗炉。

5.3 电热干燥箱：温度能够控制在（103±2）℃。

5.4 电热板：或煤气喷灯，或电炉，带安全保护装置，或执行安全作业规程。

5.5 煅烧皿：铂或铂合金（如 10% Pt, 90% Au），或在实验条件下不受影响的其他材质，如瓷质或石英坩埚。优选皿口面积约为 20 cm²、高约为 2.5 cm 者。对于蓬松样品和炭化时容易膨胀的样品（如糖蜜），煅烧皿最小为皿口面积 30 cm²、高 3.0 cm。

5.6 干燥器：盛有有效的干燥剂。

6 样品

按 GB/T 20195 制备固体样品，至少 200 g，粉碎使其全部通过 1.0 mm 孔径的试验筛，充分混匀，装入密闭容器中，保存，备用。

7 试验步骤

7.1 称样

平行做两份试验。将煅烧皿（5.5）放入马弗炉（5.2）中，于 550 °C 灼烧至少 30 min，移入干燥器（5.6）中冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。称取约 5 g 试样，精确至 0.000 1 g，置于煅烧皿（5.5）中。

也可将测试完的煅烧皿清洗后在（550 ±25）°C 的马弗炉中灼烧至少 30 min 后存放于不低于 100 °C 的干燥箱中。

7.2 测定

将盛有试样的煅烧皿放在电热板（或煤气喷灯、电炉）上小心加热至试样炭化，转入预先加热到 550 °C 的马弗炉（5.2）中灼烧至少 3 h。对基质不膨胀的试样，也可将包含供试品的煅烧皿（7.2）直接放在冷的马弗炉中，并使用梯度加热程序，使供试品在温度达到（550 ±25）°C 之前炭化。

建议使用带可编程的时间-温度控制器的马弗炉，可使用如下温度梯度：

- 在室温下放入煅烧皿；
- 将炉膛在 2 h 内缓慢升温至 250 °C；
- 在 250 °C 下保温 1 h；
- 在 1 h 内缓慢升温度至 550 °C；
- 保持温度在 550 °C，直至灰分呈灰白色（如 8 h 后）。

观察灰分是否有炭粒。如无炭粒，继续于马弗炉中灼烧 1 h。如可见炭粒或怀疑有炭粒，将煅烧皿冷却后用蒸馏水润湿，置于（103 ±2）°C 电热干燥箱（5.3）中小心烘干，再将煅烧皿置于马弗炉中灼烧 1 h，取出，置于干燥器中冷却至室温，称量，精确至 0.000 1 g。

注：由上述步骤得到的粗灰分可用于盐酸不溶灰分的测定。

8 试验数据处理

试样中粗灰分的含量 w 以质量分数计，数值以%表示，按式（1）计算：

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_2 ——灰化后粗灰分加煅烧皿的质量，单位为克（g）；

m_0 ——为空煅烧皿的质量，单位为克（g）；

m_1 ——装有试样的煅烧皿的质量，单位为克（g）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，保留至小数点后一位。

9 精密度

9.1 实验室间试验

附录 A 中详细列出了本方法精密度的实验室间试验结果，测量范围为 15 g/kg 至 200 g/kg，但一般认为该方法也适用于 0 g/kg 到 1 000 g/kg 之间的含量范围。为此按 5 段范围规定重复性，并按 3 段范围规定再现性（表 1）。

该方法也适用于这些测试外的其他基质的实验室间测试。

表 1 重复性限 (r) 和再现性限 (R)

样品	粗灰分 g/kg	r %	R %
鱼粉	179.8	2.7	4.1
木薯	59.1	2.4	3.1
肉粉	175.5	2.5	5.4
仔猪饲料	50.2	2.1	3.0
仔鸡饲料	42.7	0.9	2.1
大麦	19.6	1.0	1.8
糖浆	119.9	3.6	8.8
挤压棕榈仁粕	35.8	0.7	1.5

9.2 重复性

用同一方法，对相同试验材料，在同一实验室内，由同一操作人员使用同一设备获得的两个独立试验结果之间的绝对差值超过表 1 中列出的或由表 1 得出的重复性限 r 的情况不大于 5%：

- 粗灰分 40 g/kg 以下为 2 g/kg（绝对差）；
- 粗灰分 40 g/kg 到 100 g/kg（不含）为 5%（相对差）；
- 粗灰分 100 g/kg 到 200 g/kg（不含）为 5 g/kg（绝对差）。

NFV18-101 中，粗灰分均值大于 200 g/kg 的平均值的重复性范围规定为：

- 粗灰分 200 g/kg 到 400 g/kg（不含）为 2.5%（相对差）；
- 粗灰值大于等于 400 g/kg 为 10 g/kg（绝对差）。

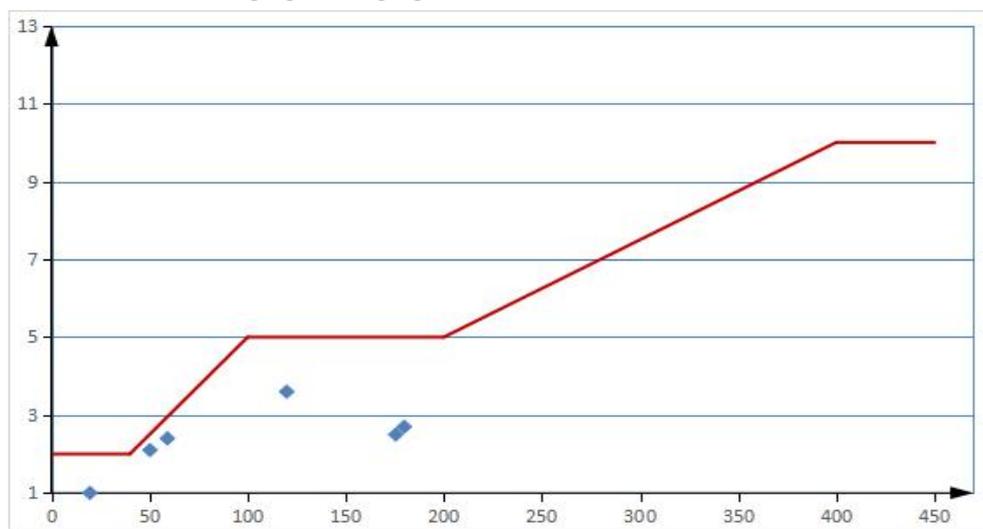


图 1 粗灰分重复性控制图

9.3 再现性

用相同的方法，对同一试样，在不同的实验室内，由不同的操作人员，用不同的设备得到的两个独立的试验结果之差的绝对值超过表 1 列出的或由表 1 导出的再现性限 R 的情况不大于 5%（图 2）：

- 粗灰分 30 g/kg 以下为 3 g/kg（绝对差）；
- 粗灰分 30 g/kg 到 100 g/kg（不含）为 10%（相对差）；
- 粗灰分大于等于 100 g/kg 的为 10 g/kg（绝对差）。

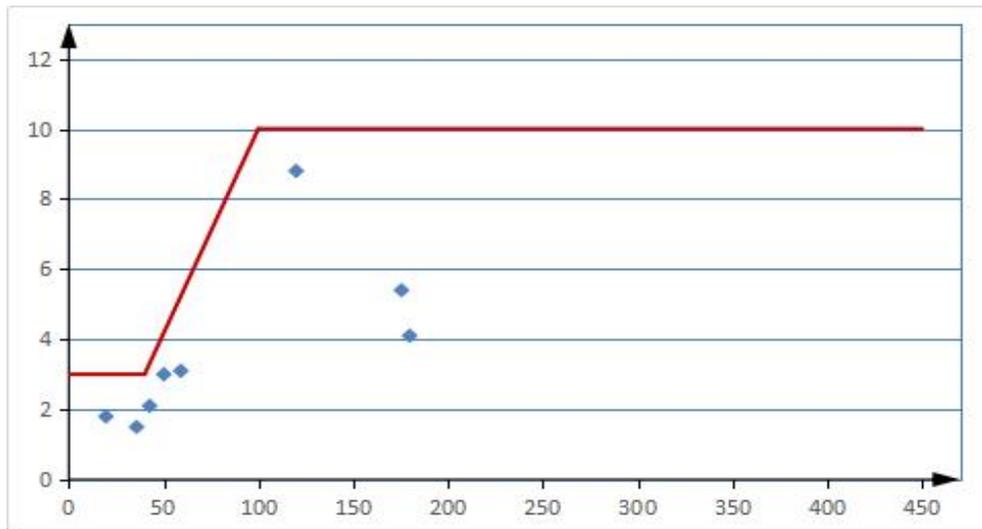


图2 粗灰分再现性控制图

附录 A
(资料性)
实验室间试验结果

根据 ISO 5725-1、ISO 5725-2 进行实验室间试验，以确定本方法的精密度，用 Grubbs 检验代替 Dixon 检验确定异常值。共有 40~52 个实验室对包括鱼粉、木薯、肉粉、仔猪饲料、肉鸡饲料、大麦、糖蜜和棕榈仁粕进行了测试。实验室间测试的结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间试验统计结果

参数	样品							
	1	2	3	4	5	6	7	8
灰分平均值, g/kg	179.8	59.1	175.5	50.2	42.7	19.6	119.9	35.8
重复性标准差(S_r), g/kg	1.0	0.9	0.9	0.8	0.3	0.4	1.3	0.2
重复性变异系数($C_{V,r}$), %	0.5	1.5	0.5	1.5	0.8	1.8	1.1	0.7
重复性限 (r), g/kg	2.7	2.4	2.5	2.1	0.9	1.0	3.6	0.7
再现性标准差(S_R),g/kg	1.4	1.1	1.9	1.1	0.7	0.6	3.1	0.5
再现性变异系数($C_{V,R}$), %	0.8	1.9	1.1	2.1	1.7	3.2	2.6	1.5
再现性限 (R),g/kg	4.1	3.1	5.4	3.0	2.1	1.8	8.8	1.5
样品: 1. 鱼粉; 2. 木薯; 3. 肉粉; 4. 仔猪饲料; 5. 肉鸡饲料; 6. 大麦; 7. 糖蜜; 8. 棕榈仁粕								

参考文献

- [1] ISO 5725-1 实验方法和结果的精确度（可信度和精密度）——第一部分：原理及定义
 - [2] ISO 5725-2 实验方法和结果的精确度（可信度和精密度）——第二部分：标准测定方法的重复性和再现性测定的基本方法
 - [3] ISO 5985 动物饲料——盐酸不溶性灰份的测定
 - [4] GB/T 14699.1 饲料 采样（ISO 6497）
 - [5] GB/T 20195 动物饲料 试样的制备（ISO 6498）
 - [6] NF V 18-101 动物饲料 粗灰分的测定（法国）
-