

中华人民共和国国家标准

《饲料中粗灰分的测定》

编制说明

(公开征求意见稿)

通威农业发展有限公司
中国粮武汉科学研究设计院有限公司
全国畜牧总站

2024年9月

目 录

一、工作简况	1
1.1 任务来源	1
1.2 标准修订背景	1
1.3 主要工作过程	3
1.3.1 成立标准编制小组	3
1.3.2 查询国内外相关标准和文献资料	3
1.3.3 确定标准制定技术路线，制定原则	4
1.3.4 进行论证实验，确定方法主要试验技术内容制	4
1.3.5 标准方法研究和征求意见稿形成	4
二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据	6
2.1 标准编制原则	6
2.1.1 规范性	6
2.1.2 适用性	6
2.1.3 客观性	6
2.1.4 协调性	7
2.1.5 易用性	7
2.2 主要修订内容	7
2.2.1 修改适用范围	7
2.2.2 修改采用 ISO 5984 : 2022	7
2.2.3 增加程序升温设备的使用选择	7
2.3 主要技术内容确定的依据	7
2.3.1 称量器皿的选择	7
2.3.3 称样量考察	12
2.3.3 程序升温的对比	13
2.4 精密度考察	14
2.5 微波灰化装置（微波马弗炉）的试用情况	14
2.6 方法适用性考察	15
三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果	16

四、与国内、国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况	16
五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准	16
六、与有关法律、法规的关系	16
七、重大分歧意见的处理经过和依据	17
八、涉及专利的有关说明	17
九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议	17
十、其他应当说明的事项	17
参考文献	17

一、工作简况

1.1 任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年国家标准复审修订计划的通知》（国标委发[2023]64 号），本标准修订项目编号为 20233099-T-469，项目名称为《饲料中粗灰分的测定》，项目承担单位为通威股份有限公司、中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。2022 年 6 月，因通威股份有限公司内部组织架构变革，对公司板块业务进行细分，新成立通威农业发展有限公司，承担原通威股份有限公司农牧板块全部业务，计划未来单独拆分上市，使后续业务更聚焦。因此，主要起草单位申请变更为通威农业发展有限公司、中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。

1.2 标准修订背景

饲料中的粗灰分（Crude Ash）是饲料样品在 550 °C~600 °C 高温中将有机物质氧化后剩余的残渣，主要是矿物质氧化物或盐类等无机物质，因此称为粗灰分。任何物质经过焚烧都会留下粗灰分，所以粗灰分也是控制饲料质量的一个指标。粗灰分并不是饲料中的精确营养物质，但可以用来反映饲料质量高低和配方特点，粗灰分过高就说明饲料中矿物质原料等无机物相对较多，因此一般设了上限标准，以防止额外添加不具备营养的矿物质原料。

实际上粗灰分的含量会受到多种因素影响，因为各种饲料组分不同，灼烧条件不完全一致，残留物也各不相同。同一样品的粗灰分残留物与样品中原有的无机物并不相同，有的可能比原无机物多（如有机碳元素大部分变为二氧化碳散失，但不排除有一部分转变为碳酸根），有的可能比原无机物少（如样品中易挥发的无机成分可能在加热过程中散失，部分难挥发无机成分在较高温度下也会随挥发性成分挥发造成损失），但总体上如果样品本身矿物质含量较高，相同灼烧条件下所产生的粗灰分也相对较高。

目前，国内外食品、饲料类（粗）灰分相关检测方法标准方法见表 1。

表 1 国内外食品和饲料中粗灰分的测定方法标准

序号	标准编号	标准名称
1	ISO 5984:2022	Animal feeding stuffs—Determination of crude ash 动物饲料粗灰分的测定
2	GB/T 6438 - 2007	饲料中粗灰分的测定 (ISO 5984:2002, IDT)
3	AOAC Official Method 942.05(1943)	Ash of Animal Feed 动物饲料中的灰分
4	AOAC Official Method 900.02(2002)	AOAC Official Method 900.02 Ash of Sugars and Syrups 糖和糖浆中的灰分
5	GB 5009.4 - 2016	食品安全国家标准 食品中灰分的测定
6	BS ISO 2171 - 2007	Cereals, pulses and by-products-Determination of ash yield by incineration 谷物、豆类及其副产物 灰分含量测定 焚烧法
7	GB/T 23742 - 2009	粮油检验 小麦粉灰分含量测定 近红外法
8	SN/T 2997 - 2011	石油产品灰分测定 微波灰化法
9	TCPCIF 0150 - 2021	塑料 灰分的测定 程控灰化炉法

目前, 国内外饲料、食品中粗灰分的检测方法主要是焚烧法, 如 ISO 5984 : 2002 《Animal feeding stuffs Determination of crude ash》、GB/T 6438 - 2007 《饲料中粗灰分的测定》(ISO 5984 : 2002, IDT), GB 5009.4 - 2016 《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》。现行国家标准 GB/T 6438 - 2007 等同采用 ISO 5984 : 2002, 经查, ISO 已于 2022 年启用 ISO 5984 : 2022, ISO 5984 : 2022 技术上主要增加了程序升温马弗炉的使用推荐, 通过减少转移操作, 提高了操作方便程度, 并降低了操作安全风险, 有必要引进采用。另外, 国内外更加节能、高效的微波灰化法在工业(烤瓷牙)、石化等行业灰分测试中也有应用(如 SN/T 2997 - 2011), 可酌情考虑引入。技术差异上, 目前查到的 AOAC Official Method 942.05 (1943 版) 采用 600 °C 作为灰化温度, 与 ISO 等标准差异较大, 2012 年还有人建议修改这一温度^[13]。有也有文献采用快速消化器^[15]、氧弹式量热仪^[16]等仪器进行粗灰分的测定, 但考虑方法成熟度和仪器普及性等因素暂不考虑引入。以上修订有利于饲料中粗灰分的测定方法国家标准及时和国际接轨, 并逐步走向环保、节能、便捷、自动化。

GB/T 6438 - 2007 已经使用 17 年，其适用范围表述比较笼统，本次修订修改采用 ISO 5984 : 2022，拟按相关饲料法律法规和标准等要求对其适用范围进行具体明确表述，修改仪器设备配置、试验步骤，并按照 GB/T 1.1 - 2020、GB/T 1.2 - 2020 和 GB/T 20001.4 - 2015 对规范标准文本。本次修订 GB/T 6438 - 2007，有利于饲料原料和饲料产品生产企业进一步加强饲料原料和饲料产品质量控制，提升动物营养精准调控技术水平，促进我国饲料工业、畜牧业和水产养殖业的高质量发展。

1.3 主要工作过程

1.3.1 成立标准编制小组

2024 年 3 月，通威农业发展有限公司接到国标委《饲料中粗灰分的测定》修定任务后，对该标准的具体工作进行了认真研究，确定了总体工作方案，并成立了以通威农业发展有限公司、中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）]、全国畜牧总站相关专家人员组成的标准编制小组，落实了人员分工，详见表 2。

表 2 标准主要起草人员和任务分工

人员	职称	任务分工
		项目主持人，负责项目的全面工作
		项目实施方案、标准文本和编制说明编写和完善、征求意见、方法验证
		标准文本和编制说明编写和完善、样品选取、样品检测
		检测方法研究、样品检测
		检测方法研究、样品检测
		检测方法研究
		检测方法研究、标准文本和编制说明编写
		标准文本和编制说明编写和完善
		标准文本和编制说明编写和完善

1.3.2 查询国内外相关标准和文献资料

2024 年 1 月~2 月，标准编制小组成员查阅了国内外相关标准和文献，确立了标准修订指导思想，形成了标准草案工作组讨论稿，并初步制定实施方案。

1.3.3 确定标准制定技术路线，制定原则

2024年2月,通威农业发展有限公司、中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)],全国畜牧总站组织有关专家、主要起草人员召开标准修订项目启动研讨视频会,会上标准编制小组介绍了对国内外相关分析方法的研究,标准制定的技术路线和技术难点,以及拟开展的主要工作等内容,并进一步确定了标准修订的主要内容、技术路线、分工、完成时限等。

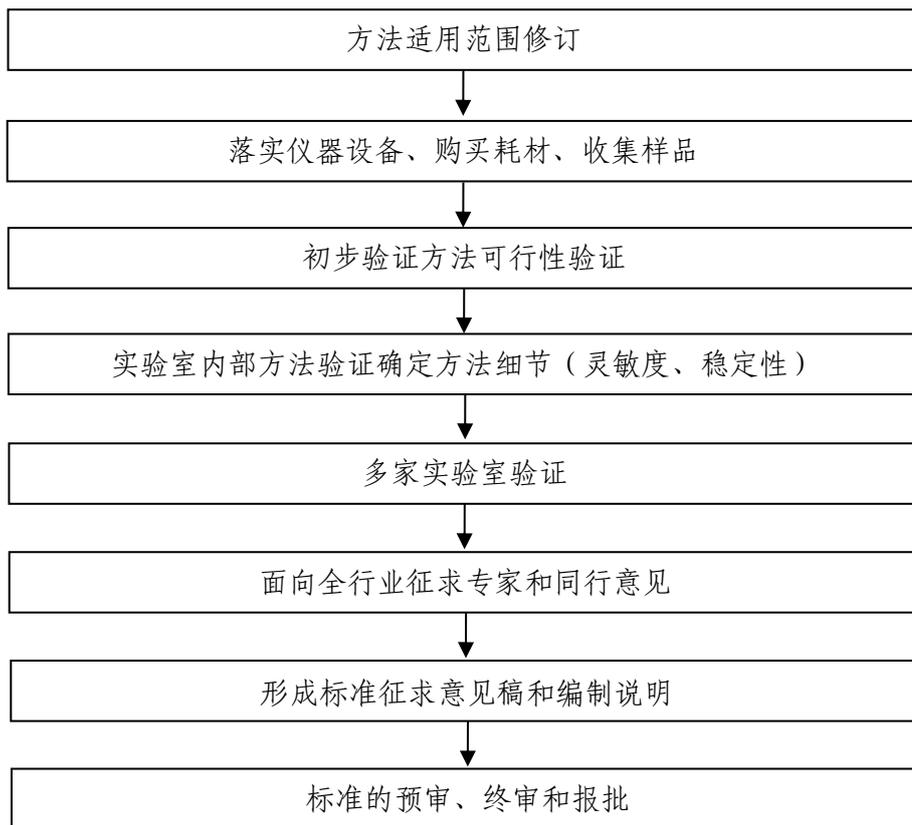


图1 标准修订技术路线

1.3.4 进行论证实验，确定方法主要试验技术内容制定的合理性

2024年3月~2024年4月,在查询、收集国内外相关标准、文献和技术资料的基础上,在参照国际和国外先进标准的基础上,结合目前的实际情况,确定了标准修订主要研究内容和相应的试验方法,确定了标准修订实施方案。

1.3.5 标准方法研究和征求意见稿形成

2024年4月~2024年8月,开展样品收集、方法学研究和实际样品检测,对方法研究过程中出现的问题和困难,标准编制小组进行了认真研究分析,并得

以解决，完善了方法的准确性和可靠性，在此基础上完成了标准文本及编制说明的征求意见稿。

二、标准编制原则和主要技术内容确定的依据

2.1 标准编制原则

2.1.1 规范性

本标准的编写制定过程以提高测试方法的选择性、准确度、重复性和分析效率为总原则，制定过程中严格遵循国家有关政策、法规和规章，标准的编写及表述按照 GB/T 1.1 - 2020《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》、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》和 GB/T 20001.4 - 2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定和要求编写标准全文。查阅了国内外相关标准，结合现行标准实施情况，以保证标准的科学性、先进性、协调性和衔接性。本次修订在 GB/T 6438 - 2007 基础上，修改采用 ISO 5984:2022《动物饲料 粗灰分含量的测定》。本次修订结合国内外检测技术发展趋势和我国饲料行业发展现状，力求应用技术水平高、稳定性和重复性好的技术和设备，保证检测数据准确、可靠，并提高检测效率，全力满足我国饲料行业粗灰分检测需要。在标准制定过程中力求做到：技术内容的叙述正确无误，文字表达准确、简明、易懂，标准的构成严谨合理，内容编排、层次划分等符合逻辑及相关规定。

2.1.2 适用性

我国 GB/T 10647 - 2008《饲料工业术语》中 7.6 条粗灰分的定义为“饲料经 550 °C 灼烧后的残渣”；同时，2.1 条饲料的定义为“能提供动物所需营养素，促进动物生长、生产和健康，且在合理使用下安全、有效的可饲物质”，饲料的范围应当包括饲料原料（按照《饲料原料目录》规定，饲料原料包括牧草、粗饲料及其加工产品）、饲料产品（配合饲料、浓缩饲料、精料补充料、添加剂预混合预饲料、宠物零食和功能型饲料等）和各种饲料添加剂。考虑到饲料添加剂因其特殊性一般未采用统一的饲料检测方法标准（多采用灼烧残渣、炽灼残渣等表述并自行列出方法），该方法适用范围拟不包括饲料添加剂。

2.1.3 客观性

面向高校、科研院所、各级饲料质检机构、饲料行业大中小型企业等广泛征求意见，同时在国家标准化管理委员会网站公开征求意见，并按照要求合理采纳

各相关方意见与建议。

2.1.4 协调性

制定的标准与现行相关法规和标准之间能相互协调，避免重复和不必要的差异。

2.1.5 易用性

标准编制小组对相关的国内外标准、技术资料进行分析、研究，参考了国内外粗灰分试验的研究方法，同时结合国内检测机构及饲料添加剂生产企业的质量控制及检验水平的实际情况对该标准进行了适当的修订。此标准的内容便于检测机构和生产企业使用，并且易于被其他标准引用。

2.2 主要修订内容

2.2.1 修改适用范围

目前，我国饲料行业需要测定饲料中粗灰分含量的主要是饲料原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料，添加剂预混合饲料因添加量有限，其对饲料总灰分的贡献一般未予关注，同时，饲料添加剂因其产品特殊，多采用灼烧残渣、炽灼残渣等表述灰分，自行列出试验方法，一般未采用统一的饲料灰分检测方法标准。因此，本次修订适用范围为：**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。**

2.2.2 修改采用 ISO 5984 : 2022

根据我国饲料行业发展现状，考察我国主要饲料原料、饲料产品中粗灰分的测定情况，修改采用 ISO 5984 : 2022，并进一步细化考察不同煅烧器皿、不同称样量对检测结果的影响，为实际检测工作提供相对而言比较具体和更加实用的参考条件。

2.2.3 增加程序升温设备的使用选择

按照 ISO 5984 : 2022 中程序升温设备的使用推荐，结合国内常用设备条件进行了验证，给出了参考升温程序。

2.3 主要技术内容确定的依据

2.3.1 称量器皿的选择

虽然 GB/T 6438 - 2007 (ISO 5984 : 2002, IDT) 推荐使用铂坩埚 (方形)，

但圆形的瓷坩埚一直是实验室最常见和经济的选择。本次修订根据 ISO 5984 : 2022 同时列举了瓷、石英材质的坩埚，并不再推荐方形坩埚的要求。

根据刘亚彬等的研究，瓷坩埚和铂坩埚的测定结果基本相当，并无明显差异。程建华等则研究认为表面积约 20 cm²、高约 2.5 cm 的坩埚容积偏小（30 mL 瓷坩埚表面积超过 35 cm²，对 5 g 样品的称样量仍显不足）^[14]。通过计算发现，GB/T 6438 - 2007 描述表面积约为 20 cm²、高约 2.5 cm，如果按圆柱形坩埚所有底部和外壁面积计算，直径约为 2.0 cm，不考虑坩埚厚度的容积约为 8 cm³，相对于 5 g 样品确实明显偏小；而 ISO 5985 : 2002 中同样的“surface area”一词在等同采用的 GB/T 23742 - 2009 《饲料中盐酸不溶灰分的测定》中表述为“底面积”，同时在 ISO 2171 : 2007 《谷物、豆类和副产品灰分含量测定焚烧法》中，英文版描述为平底且表面积不低于 12 cm²（容积不低于 20 mL），约相当于圆底直径 4.0 cm、高度 2 cm 的圆柱形，此形状与国内目前常用坩埚形状差异较大。综合这些描述认为，ISO 标准所提到的坩埚有比较大的底面积，大体与矮型称量皿形状相似。

目前国内常用的坩埚，实测 30 mL 坩埚底面内径约 2 cm（底面积约 3.5 cm²），50 mL 坩埚底面内径约 2.6 cm（底面积约 6.0 cm²），均远小于 ISO 标准。市售方形或圆形瓷舟普遍高度在 1.5 cm 左右，又相对偏浅。经多方联系，我们购买了底面积约 20 cm² 的市售方形刚玉坩埚进行了比对（边长 5 cm、容积 39 mL，主要设计用于进行中性物质的熔融），买回后发现坩埚重达 90 g~130 g，壁厚，耐骤热骤冷性能不理想，受热不均或骤热骤冷均不承受，实际检测中电炉、马弗炉快速升温时均发生过从中心点萃裂的情况，见图 2。因此，从耐用性角度考虑，方形刚玉坩埚并不特别适合粗灰分实际检测需要（上一版 ISO 标准推荐的方形应为不易淬裂的金属材质坩埚）。



图 2 方形刚玉坩埚淬裂情况

考虑到金属材料良好的抗裂性能，同时购买镍坩埚进行考察，结果显示其粗灰分检测数据和其他材质并无明显差异（表 3），但由于镍坩埚高温状态下易氧化、不耐盐酸腐蚀，完成试验后不易清洗，如用盐酸清洗则再次恒重的重量损失较大，见表 1，作为粗灰分的检测器皿也不理想。

表 2 镍坩埚检测粗灰分后盐酸清洗质量损失情况

坩埚编号 处理损失	1	2	3	4	5	6	7	平均(g)
空坩埚 恒重质量(g)	47.9360	48.4074	49.0208	48.0184	49.6309	49.4316	47.3854	——
酸清洗后 恒重质量(g)	47.8369	48.3180	48.9358	47.9261	49.5864	49.3582	47.3202	——
重量损失(g)	0.0991	0.0894	0.0850	0.0923	0.0445	0.0734	0.0652	0.0991

根据以上情况，在称样量 2 g 左右的情况下，采用以下材质的坩埚，进行了实验验证，不同型号坩埚测定粗灰分含量的对比结果见表 3。

表 3 不同型号坩埚测定粗灰分含量的对比

样品 \ 坩埚	瓷坩埚 50 mL (圆形, 底面积约 6.0 cm ²)	瓷坩埚 30 mL (圆形, 底面积约 3.5 cm ²)	刚玉坩埚 39 mL (方形, 底面积约 20 cm ²)	石英坩埚 50 mL (圆形, 底面积约 6.0 cm ²)	镍合金坩埚 50mL (圆形, 底面积约 6.0 cm ²)
种蛋鸭配合饲料	11.7	11.9	12.1	11.5	12.1
肉兔配合饲料	7.6	7.6	7.7	7.5	7.8
全犬种通用全犬粮	5.5	5.5	5.6	5.4	6.9
仔猪浓缩饲料	16.0	16.1	16.5	16.1	16.9
犊牛精料补充料	7.0	6.8	6.9	6.9	7.2
仔猪维生素预混合饲料	32.5	32.4	32.6	32.6	32.6
鱼粉	14.0	13.5	13.6	13.5	14.3
玉米蛋白粉	1.0	1.0	0.5	0.9	1.3
大麦	2.4	2.3	2.2	2.2	2.4

上述试验结果表明, 除铂坩埚、瓷坩埚、石英坩埚之外, 刚玉坩埚也能满足粗灰分检测要求, 但镍坩埚在部分样品的粗灰分检测中偏差相对较大(可能是阻挡红外线能力、金属氧化等因素所致)。考虑耐用性和成本等因素, 推荐试验选择 50 mL 或 30 mL 瓷坩埚作为粗灰分测定用坩埚。

2.3.2 灰分的检查和复烧

大部分饲料灰分应当为灰白色, 含有较多矿物质的样品呈现矿物质灼烧后的特定颜色, 见图 3。

恒重方面, ISO 5984 : 2022 未专门强调恒重要求。根据 Journal of AOAC International 杂志文章 Determination of Ash in Animal Feed: AOAC Official Method 942.05 Revisited^[13], 各种不同的恒重条件得到的结果不尽相同, 唯一能重复的是灰化 3 h、分 3 次恒重 1 h 条件和灰化 3 h、恒重 3 h 条件(实际总灰化时间均为 6 h)。日常检测试验中我们发现, 玉米蛋白粉样品, 即使加水也一直保持黑色炭粒状, 灰分随灰化时间延长逐渐降低, 在浅底的刚玉坩埚中灰化 6 h

甚至可低至 0.4%~0.5% (见下图右上中心坩埚), 和程建华等的研究一致^[14]。灰分含量较高的浓缩饲料、蛋禽产蛋饲料也存在类似随灰化时间延长粗灰分逐渐降低的情况。考虑到检测效率问题, 类似样品建议减少称样量, 以尽快达到相对恒重, 考虑到可能面对更多的特殊样品, 拟采用 ISO 标准的描述, 对灰分的恒重偏差不做明确要求。



图 3 石英坩埚、方形刚玉坩埚、瓷坩埚不同样品灰分颜色展

2.3.3 称样量考察

根据 2.3.1 条所确定的器皿形状，考虑到坩埚的容积和样品的厚度，采用国内常用坩埚时称样量应当适量减少。考虑 AOAC Official Method 942.05 中描述的称样量为 2 g，拟作为修订参考依据。选取种蛋鸭高峰期配合饲料、肉兔生长繁殖配合饲料、全犬种通用全犬粮、仔猪浓缩饲料、犊牛精料补充料、仔猪维生素预混合饲料、鱼粉、玉米蛋白粉、大麦共 9 种不同类型的样品，采用常用的 50 mL 和 30 mL 瓷坩埚对 1 g、2 g、5 g 三种称样量进行了验证，结果见表 4。

表 4 不同称样量粗灰分含量的对比

样品	坩埚	瓷坩埚 50 mL (圆形、底面积约 6.0 cm ²)			瓷坩埚 30 mL (圆形、底面积约 3.5 cm ²)		
		称样 1 g	称样 2 g	称样 5 g	称样 1 g	称样 2 g	称样 5 g
种蛋鸭高峰期配合饲料		11.76	11.79	11.59	12.02	12.18	11.72
		12.23	11.89	11.57	11.78	11.86	11.69
		12.20	11.80	11.70	12.12	12.12	11.75
肉兔生长繁殖配合饲料		7.34	7.61	7.49	7.43	7.45	7.49
		7.43	7.54	7.54	7.21	7.42	7.53
		7.23	7.52	7.51	7.26	7.47	7.52
全犬种通用全犬粮		5.38	5.58	5.42	5.26	5.54	5.37
		5.37	5.65	5.48	5.19	5.55	5.53
		5.43	5.45	5.45	5.61	5.44	5.47
仔猪浓缩饲料		15.58	14.54	15.78	14.45	15.05	15.89
		15.57	15.04	16.17	14.32	15.66	15.94
		15.59	14.94	15.90	15.02	15.03	15.80
犊牛精料补充料		6.62	6.85	6.89	6.72	6.95	6.91
		6.61	6.92	7.02	6.76	6.93	6.69
		6.75	6.97	6.82	6.78	7.00	6.66
仔猪维生素预混合饲料		32.66	32.44	32.30	32.69	32.89	32.37
		32.53	32.38	32.46	32.49	32.72	32.63
		32.52	32.24	32.40	32.69	32.68	32.31
鱼粉		13.50	13.53	13.51	13.53	13.62	13.54
		13.48	13.42	13.44	13.55	13.61	13.52
		13.47	13.66	13.47	13.48	13.59	13.44
玉米蛋白粉		0.79	0.66	0.96	0.86	0.90	0.99
		0.66	0.89	0.99	0.91	0.84	0.99
		0.85	0.92	0.98	0.95	0.95	0.99
大麦		2.25	2.30	2.33	2.29	2.27	2.27
		2.13	2.34	2.38	2.26	2.30	2.35
		2.16	2.31	2.35	2.23	2.33	2.36

根据验证结果，为保证在标准规定时间内尽快达到恒质的要求，拟规定称样量为 2 g 时，坩埚底面积至少约为 6 cm²，（相当于常用的 50 mL 瓷坩埚）称样

量为 1 g 时坩埚底面积至少约为 3.5 cm²，（相当于常用的 30 mL 瓷坩埚）。实际操作中，灰分特别低、易燃的样品可以适当增加称样量。一般饲料样品如果增加称样量，增加恒质步骤，也能取得正确的结果，这与程建华等的研究结果一致^[14]，但多次恒质不利于效率的提高。

2.3.3 程序升温的对比

按照 ISO 5984 : 2022 中对程序升温的描述，根据 2.3.2 条所确定的称样量，选取种蛋鸭高峰期配合饲料、肉兔生长繁殖配合饲料、全犬种通用全犬粮、仔猪浓缩饲料、犊牛精料补充料、仔猪维生素预混合饲料、鱼粉、乳清粉、幼猫湿粮共 8 种不同类型的样品，采用 30 mL 瓷坩埚，采用两种程序升温模式进行粗灰分的对比测试（其中幼猫湿粮采用 103 °C 烘干后检测）。具体验证结果见表 5。

表 5 不同程序升温模式检测粗灰分含量的对比

样品	程序	传统方法		程序升温方法 1		程序升温方法 2	
		平行测定	均值	平行测定	均值	平行测定	均值
种蛋鸭高峰期配合饲料		11.98	11.9	11.96	12.0	12.13	12.1
		11.81		12.06		12.11	
		11.93		12.08		12.16	
全犬种通用全犬粮		5.47	5.4	5.56	5.5	5.70	5.6
		5.34		5.55		5.53	
		5.31		5.44		5.68	
仔猪浓缩饲料		15.91	16.0	15.59	15.6	15.8	15.9
		16.29		15.63		16.3	
		15.89		15.50		15.6	
犊牛精料补充料		6.53	6.8	7.06	7.1	6.89	6.9
		6.92		7.09		7.02	
		6.90		7.12		6.82	
仔猪预混合饲料		32.33	32.4	32.36	32.7	32.30	32.4
		32.55		33.05		32.46	
		32.41		32.71		32.40	
鱼粉		13.60	13.6	13.72	13.7	13.51	13.5
		13.55		13.75		13.44	
		13.59		13.70		13.47	
乳清粉		6.44	6.4	6.53	6.5	6.39	6.4
		6.43		6.55		6.37	
		6.40		6.53		6.38	
幼猫湿粮		2.20	2.2	2.41	2.3	2.21	2.2
		2.18		2.25		2.17	
		2.20		2.24		2.17	

注：（1）传统方法：电路上小火炭化后放入 550 °C 马弗炉中灼烧 3 h，复烧 1 h；
（2）程序升温方法 1：在已恒温 200 °C 的高温炉中炭化 2 h、加温至 300 °C 炭化 2 h，然后加温至 550 °C ± 25 °C，恒重 3 h，直至灰分呈灰白色（必要时复烧）；
（3）程序升温方法 2：室温下放入，2 h 缓慢升温至 250 °C，炭化 2 h，然后 1 h 内缓慢升温至 550 °C，恒重 3 h，直至灰分呈灰白色（必要时复烧）。

从验证结果可以看出,不同升温程序下测定结果与传统方法相比并无明显差异,均完全适合于粗灰分的检测。考虑到炭化时的高温引起物质挥发和分解对矿物质检测结果的影响,炭化温度一般不宜太高,建议不超过 300 °C 为宜。

2.4 精密度考察

选取种蛋鸭高峰期配合饲料、肉兔生长繁殖配合饲料、全犬种通用全犬粮、仔猪浓缩饲料、犊牛精料补充料、仔猪维生素预混合饲料、鱼粉、玉米蛋白粉、大麦共 9 种不同类型的样品,按照上述确定的方法,测定实际样品中粗灰分的含量,计算精密度,结果见表 6,其中除玉米蛋白粉之外,结果的相对标准偏差均在 3% 以内。该结果表明本方法精密度良好,除玉米蛋白粉等特殊类型的样品之外,能满足不同类型的饲料样品粗灰分检测的精密度需求,准确定量。

表 6 精密度试验结果

样品	测定结果(%)								
	平行 1	平行 2	平行 3	平行 4	平行 5	平行 6	平行 7	均值	RSD
种蛋鸭高峰期配合饲料	12.02	11.78	12.12	12.18	11.86	12.12	11.98	12.01	1.22
肉兔生长繁殖配合饲料	7.43	7.21	7.26	7.45	7.42	7.47	7.49	7.39	1.48
全犬种通用全犬粮	5.61	5.54	5.55	5.44	5.37	5.53	5.47	5.50	1.46
仔猪浓缩饲料	15.02	15.05	15.66	15.03	15.89	15.94	15.80	15.48	2.79
犊牛精料补充料	6.84	6.79	6.75	6.84	6.88	6.85	6.82	6.82	0.72
仔猪维生素预混合饲料	32.69	32.49	32.69	32.89	32.72	32.68	32.66	32.69	0.36
鱼粉	13.46	13.50	13.49	13.48	13.54	13.46	13.41	13.48	0.30
玉米蛋白粉	0.86	0.91	0.95	0.90	0.84	0.95	0.92	0.90	4.65
大麦	2.29	2.26	2.23	2.27	2.30	2.33	2.30	2.28	1.35

2.5 微波灰化装置(微波马弗炉)的试用情况

随着更高效率的微波加热技术的普及,市场上已经出现了微波高温炉(微波马弗炉),从环保、节能、提高效率等角度考虑,该技术是未来高效检测的发展方向之一。选取大麦、犊牛精料补充料、仔猪维生素预混合饲料,按照上述确定的方法和微波马弗炉做对比(升温程序:30 min 升温至 250 °C,保温 2 h,30 min 升温至 550 °C,保温 3 h),对比结果见表 7。结果表明,对于大麦、犊牛精料补充料、仔猪维生素预混合饲料,微波灰化装置测定方法能满足检测需求,且检

测结果重复性良好，能够满足测定要求，准确定量。

表 7 普通马弗炉和微波灰化装置粗灰分检测结果的对比

样品	普通马弗炉测定结果			微波灰化装置测定结果			微波法与传统法偏差
	平行(%)	均值(%)	RSD(%)	平行(%)	均值(%)	RSD(%)	
大麦	2.30	2.31	0.04	2.38	2.37	0.34	+ 0.06
	2.34			2.37			
	2.31			2.36			
犊牛精料补充料	6.85	6.91	0.12	7.26	7.15	1.34	+ 0.24
	6.92			7.08			
	6.97			7.10			
仔猪维生素预混料	32.89	32.76	0.20	32.90	32.93	0.43	+ 0.17
	32.72			33.09			
	32.68			32.81			

2.6 方法适用性考察

选取水产配合饲料、鸡配合饲料、水产预混合饲料、鸡预混合饲料，按照上述确定的方法和，测定实际样品中粗灰分的含量，结果见表 8。对照《中国饲料成分及营养价值表（2023 年第 34 版）》，可参考结果均在合理范围内（见表格中参考数据）。结果表明，对于本编制说明涉及的各类饲料样品，本方法能满足检测需求，且检测结果重复性良好，能够满足测定要求，准确定量。

表 8 实际样品中粗灰分含量的测定

样品	平行(%)	均值(%)	参考值(%)	样品	平行(%)	均值(%)	参考值(%)
乳清粉	6.21	6.3	8.0	白酒糟粉	10.03	10.0	—
	6.29				10.03		
	6.26				10.07		
猪血球粉	3.76	3.7	3.2	猪肉粉	10.89	10.8	22.3
	3.70				10.71		
	3.69				10.85		
水解羽毛粉	3.47	3.6	5.8	玉米蛋白粉	1.15	1.2	1.4~1.7
	3.65				1.15		
	3.56				1.23		
发酵豆粕	7.31	7.4	—	猪育肥配合饲料	5.48	5.6	—
	7.43				5.67		
	7.45				5.55		
玉米	1.16	1.2	1.2~1.3	大豆粕	6.96	6.9	4.9~6.0
	1.16				6.84		

样品	平行(%)	均值(%)	参考值(%)	样品	平行(%)	均值(%)	参考值(%)
	1.19				6.81		
鸡肉粉	7.16	7.2	—	鲈鱼膨化颗粒饲料	12.15	12.1	—
	7.18				12.07		
	7.13				12.16		
大麦	2.30	2.31	2.2~2.4	鱼粉	13.60	13.6	12.3~16.5
	2.34				13.55		
	2.31				13.59		

三、试验验证的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

本次标准修订根据我国饲料行业发展现状，修改采用 ISO 5984 : 2022，对饲料原料、饲料产品中粗灰分的测定进行验证，根据实际情况修改了称样量，考察了不同材质坩埚的结果一致性和程序升温马弗炉使用情况，进一步提高方法的适用性和检测效率。经上述方法学验证，修订后的标准方法可以用于粗灰分含量的测定。方法的精密度符合 GB/T 27417 - 2017 《合格评定 化学分析方法确认和验证指南》要求。以上修订有利于我国饲料监管体系和生产企业加强产品质量控制，加强脂肪酸精准营养调控，有利于和国际检测方法接轨，促进我国饲料工业、畜牧业和水产养殖业的高质量发展。

四、与国内、国际、国外同类标准技术内容的对比情况，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

五、采标情况，以及是否合规引用或采用国际国外标准

修改采用 ISO 5984 : 2022。

六、与有关法律、法规的关系

本标准的制定过程中严格贯彻国家有关方针、政策、法律和规章等、严格执行国家强制性标准和行业标准。与相关的各种基础标准相衔接，遵循了政策性和协调统一性的原则。本标准与现行法律、法规、规章和政策以及有关基础和强制性标准不矛盾。

七、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准修订过程中，标准编制小组查阅了国内外相关文献资料，向国家和省部级饲料检测实验室、主要大中型饲料企业实验室、全国饲料工业标准化技术委员会委员等相关的科研院所、高校、检测机构、企业等单位有关专家充分征求意见，并将按照征求的意见、预审和终审专家意见进行修改、完善。

八、涉及专利的有关说明

本标准未明确涉及某一具体专利，但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。

九、贯彻国家标准的要求，以及组织措施、技术措施、过渡期和实施日期的建议等措施建议

(1) 首先应在实施前保证文本的充足供应，让每个使用者都能及时得到文本；

(2) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传，建议全国饲料工业标准化技术委员会组织标准起草单位通过标准培训、会议宣贯、影音文件等方式，积极开展本标准的宣贯工作。

(3) 建议本标准正式发布后，设定6个月的过渡期，过渡6个月后实施。

十、其他应当说明的事项

无。

参考文献

- [1] ISO 5984-2022 Animal feeding stuffs—Determination of crude ash
- [2] AOAC Official Method 942.05 Ash of Animal Feed
- [3] BS ISO 5985-2002 Animal feeding stuffs —Determination of ash insoluble in hydrochloric acid
- [4] GB/T 23742-2009 饲料中盐酸不溶灰分的测定
- [5] GB 5009.4-2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定

- [6] AOAC Official Method 900.02 Ash of Sugars and Syrups (2002)
- [7] AOAC Official Method 936.07 Ash of Flour(1936)
- [8] BS ISO 2171-2007 谷物、豆类及其副产物 灰分含量测定 焚烧法
- [9] T/CPCIF 0150-2021 塑料 灰分的测定 程控灰化炉法
- [10] SN/T 2997-2011 石油产品灰分测定 微波灰化法
- [11] GBT 18798.2-2018 固态速溶茶 第2部分: 总灰分测定
- [12] GBT 23742-2009 粮油检验 小麦粉灰分含量测定 近红外法
- [13] Determination of Ash in Animal Feed AOAC Official Method 942.05 Revisited, Journal of AOAC International Vol. 95, No. 5, 2012
- [14] 程建华、熊升伟等, 灼烧恒质对饲料粗灰分测定的影响研究, 粮食储藏, 2009, 38(1), 43-47
- [15] 谭振云, LNK892 快速消化器在测定粗灰分中的应用, 辽宁农业科学 1991, 6, 51-52~24
- [16] 魏忠云等, 利用氧弹式热量计测定试样粗灰分的探讨, 湖南畜牧兽医, 1999, 3, 12-13