

中华人民共和国国家标准

GB/T 6438—2025 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)

2025-08-01 发布 2026-02-01 实施

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 <math>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) 更改了原理(见第 4 章,2007 年版的第 4 章);
- c) 增加了"试剂或材料"(见第5章);
- d) 删除了"采样"(见 2007 年版的第 6 章);
- e) 更改了箱式电阻炉和灼烧皿的技术要求(见 6.2、6.5,2007 年版的 5.2、5.5);
- f) 将"试样制备"更改为"样品"(见第7章,2007年版的7.1);
- g) 更改了称样质量(见 8.1,2007 年版的 7.2);
- h) 将"测定"更改为"炭化和灰化"(见 8.2,2007 年版的 7.3);
- i) 更改了精密度要求(见第 10 章,2007 年版的 9.2);
- i) 删除了"实验室间试验""再现性""试验报告"(见 2007 年版的 9.1、9.3、第 10 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:

- ——增加"试剂或材料"为第5章;
- ——第6章对应 ISO 5984:2022 的第5章;
- ----第7章对应 ISO 5984:2022 的 7.1;
- ----8.1 对应 ISO 5984:2022 的 7.2;
- ——8.2 对应 ISO 5984:2022 的 7.3;
- ----第9章对应 ISO 5984:2022 的第8章:
- ---- 第 10 章对应 ISO 5984:2022 的 9.2。

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(见第 1 章, ISO 5984: 2022 的第 1 章),以满足我国各类饲料样品粗灰分检测需要;
- ——增加了"试剂或材料"(见第5章),以满足我国饲料粗灰分检测需要;
- ——删除了"采样"(见 ISO 5984:2022 的第 6 章),以符合 GB/T 20001.4—2015 结构和样品规定要求。
- ——更改了精密度要求(见第 10 章, ISO 5984: 2022 的第 9 章),以符合我国饲料粗灰分实际检测 技术水平:
- ——删除了"测试报告"(见 ISO 5984:2022 的第 10 章),以符合我国饲料粗灰分实际检测需要;
- ——删除了"实验室间测试结果"(见 ISO 5984;2022 的附录 A),以符合我国饲料粗灰分实际检测需要。

本文件做了下列编辑性改动:

——为与现有标准协调,将标准名称改为《饲料中粗灰分的测定》。

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。

GB/T 6438—2025

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、全国畜牧总站。 本文件主要起草人:宋军、张凤枰、田双喜、杜言、辜景新、魏冬梅、杜亚欣、杜雪莉、陈析羽、侯国军、 卓林、卢加文、杨发树、张璐、张叶。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

- ——1986 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 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD) GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2024,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

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: 粗灰分通常用百分比表示其质量分数。

4 原理

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 盐酸溶液(3 mol/L):量取 250 mL 盐酸,用水稀释至 1 000 mL,混匀。

6 仪器设备

- 6.1 分析天平:精度 0.001 g。
- **6.2** 箱式电阻炉:电加热,具有温度控制和显示功能,或者能够实现程序控温;样品摆放位置的温度可稳定在 550 ℃ ± 25 ℃。
- 6.3 电热恒温干燥箱:可控温 103 ℃±2 ℃。
- 6.4 电热板或电炉。

GB/T 6438—2025

6.5 灼烧皿: 瓷坩埚、石英坩埚、铂坩埚或铂合金(如 10% Pt、90% Au) 坩埚,体积 30 mL \sim 50 mL。比重较轻、炭化时容易膨胀的样品(如乳清粉等)宜使用皿底面积更大的坩埚。

注:新的瓷坩埚或石英坩埚投入使用前预先在盐酸溶液(5.2)中煮沸,用水(5.1)清洗干净后烘干。

6.6 干燥器:盛有有效的干燥剂,如变色硅胶。

7 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;分布均匀的液体和半固体样品至少 200 g,直接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 称样

平行做两份试验。将灼烧皿(6.5)置于 550 $\mathbb{C}\pm25$ \mathbb{C} 箱式电阻炉(6.2)中灼烧至少 30 min,移入干燥器(6.6)中冷却至室温,称量,精确至 0.001 g。称取 2 g(精确至 0.001 g)试样(炭化时容易膨胀的试样称取约 1 g),置于灼烧皿(6.5)中。

8.2 炭化和灰化

8.2.1 固体样品

- 8.2.1.1 将盛有试样的灼烧皿置于电热板上,逐渐加热炭化试样至无烟(注意操作安全,防止试样飞溅),再将盛有炭化后试样的灼烧皿转入550℃±25℃的箱式电阻炉中灼烧至少3h。也可将盛有试样(炭化时易膨胀的试样如乳清粉等除外)的灼烧皿直接放入具有程序控温功能的箱式电阻炉中,按表1箱式电阻炉的温度梯度进行炭化和灰化。
- 8.2.1.2 观察是否有炭粒,若无炭粒,继续于箱式电阻炉中灼烧 1 h。如有炭粒,将灼烧皿冷却至室温,用少许水(5.1)润湿,于 $103 \% \pm 2 \%$ 的电热干燥箱(6.3)中蒸发至干,再将灼烧皿置于箱式电阻炉中灼烧 1 h。取出,干燥器中冷却至室温,迅速称量,精确至 0.001 g。如仍有炭粒时,继续重复上述步骤直至无炭粒。

步骤	程序
1	2 h 内逐渐将炉温升至 250 ℃
2	250 ℃下保温 1 h
3	1 h 内逐渐升温至 550 ℃
4	保持温度在 550 ℃,直至灰分呈灰白色(如8 h 后)

表 1 箱式电阻炉的温度梯度

8.2.2 液体和半固体样品

将盛有试样的灼烧皿于 $103 \ \mathbb{C} \pm 2 \ \mathbb{C}$ 的电热干燥箱(6.3) 中烘干,从"置于电热板上,逐渐加热炭化试样……"开始按 8.2.1 操作。

9 试验数据处理

试样中粗灰分的含量 ω 以质量分数计,数值以百分比(%)表示,按式(1)计算:

$$w = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \qquad \dots \tag{1}$$

式中:

 m_2 ——灼烧后粗灰分加灼烧皿的质量,单位为克(g);

 m_0 ——为空灼烧皿的质量,单位为克(g);

m₁——装有试样的灼烧皿的质量,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。

10 精密度

在重复性条件下,当 w<4%时,两次独立测定结果之间的绝对差值不超过 0.2%;当 4.0% $\leq w$ < 10.0%时,两次独立测定结果之间的绝对差值不大于该算术平均值的 5%;当 10.0% $\leq w$ <20.0%时,两次独立测定结果之间的绝对差值不超过 0.5%;当 20.0% $\leq w$ <40.0%时,两次独立测定结果之间的绝对差值不超过 1.0%。 w<40%时,两次独立测定结果之间的绝对差值不超过 1.0%。

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1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2部分:标准测定方法的重复性和再现性测定的基本方法

4