

# 中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1459—202×

代替 NY/T 1459-2007

## 饲料中酸性洗涤纤维的测定

Determination of acid detergent fiber (ADF) in feeds  
(ISO 13906:2008, Animal feeding stuffs— Determination of acid  
detergent fibre (ADF) and acid detergent lignin (ADL) contents, MOD)

(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。

本文件代替 NY/T 1459-2007《饲料中酸性洗涤纤维的测定》，与 NY/T 1459-2007 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) 增加了方法的定量限（见第1章）
- c) 增加了滤袋法（见第8章）；
- d) 更改了精密度（见第9章，2007年版的8.2）

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。

本文件由中华人民共和国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：通威股份有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司。

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：

——2007年首次发布为 NY/T 1459-2007；

——本次为第一次修订。

# 饲料中酸性洗涤纤维的测定

## 1 范围

本文件规定了饲料中酸性洗涤纤维测定的过滤法和滤袋法。

本文件适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和植物性饲料原料中酸性洗涤纤维的测定。

本文件酸性洗涤纤维的定量限为1.0%。

## 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 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

**酸性洗涤纤维 (ADF) acid detergent fiber**

用酸性洗涤剂处理后残留的不溶解的物质的总称，主要是纤维素、木质素和不溶性蛋白复合物。

## 4 原理

试样经酸性洗涤剂浸煮，再用水、丙酮洗涤后不溶解的残渣为酸性洗涤纤维。

## 5 试剂或材料

**警示：十六烷基三甲基溴化铵对粘膜有刺激，操作时需戴防护口罩；丙酮或石油醚是高挥发可燃试剂，在进入烘箱干燥前，确保其挥发干。**

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

- 5.1 水：GB/T 6682，三级。
- 5.2 丙酮。
- 5.3 石油醚（沸程30℃~60℃）。
- 5.4 盐酸（0.5 mol/L）：量取42 mL 浓盐酸，用水稀释并定容至1 L，混匀。
- 5.5 硫酸溶液（0.50 mol/L ± 0.05 mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>）：按照GB/T 601配制和标定。
- 5.6 酸性洗涤剂：称取 20 g十六烷基三甲基溴化铵（C<sub>19</sub>H<sub>42</sub>NBr, CTAB）溶解于1 000 mL 0.5 mol/L硫酸溶液（5.5）中，搅拌溶解，混匀，临用前煮沸。
- 5.7 助滤剂：石英砂，海砂或硅藻土，或性能相当的其他材料。使用前，海砂用沸腾的 4 mol/L 盐酸溶液处理，然后在525℃ ± 15℃下至少加热1 h。其他助滤剂在525℃ ± 15℃下至少加热4 h。
- 5.8 消泡剂：硅油。

## 6 样品

按 GB/T 20195 规定制备，取试样至少 100 g（以干基计），粉碎至通过 1.0 mm 孔径的分析筛，充分混匀，装入密闭容器中，备用。如果试样水分含量大于 15%，应先将试样在不高于 60℃ 烘箱中烘干，使其水分达到 15%以下。

当试样脂肪含量超过 10%必须预先萃取脱脂，试样脂肪含量超过 5% 建议预先萃取脱脂。

## 7 过滤法

### 7.1 仪器设备

- 7.1.1 分析天平：感量0.1 mg。
- 7.1.2 鼓风干燥箱：控温105℃±2℃ 或 130℃ ± 2℃。
- 7.1.3 回流消煮装置：配有独立的加热装置和冷凝器，或任何适用于中性洗涤剂纤维（NDF）测定的仪器。也可用配冷凝球的500 mL 高型烧杯（500 mL 圆底烧瓶可用于冷凝器制作）或配冷凝管的500 mL 锥形瓶。加热装置应可在4 min~5 min内煮沸 50 mL冷水。
- 7.1.4 砂芯坩埚（或称垂熔坩埚或烧结过滤坩埚）：石英、陶瓷或者硬质玻璃材质，过滤筛板孔径 40 μm~100 μm，约 25 mL~50 mL，可与适用的纤维测定仪配套使用。初次使用前，将新坩埚小心地逐步加温，温度不超过 550℃，并在 525℃±15℃下灼烧 1 小时。每次使用后在 525℃±15℃灰化 3 小时，冷却后用清洗液超声 7 min~10 min，反向抽滤除去灰分。将坩埚在室温下浸泡至少 30 min，并用热水抽洗干净。

**坩埚过滤速率测试：**每个坩埚装满 25 mL 蒸馏水，在不抽真空的条件下，记录排干的时间应为  $75\text{ S}\pm 30\text{ S}$ 。如果排干时间小于 40 S，应舍弃不用。如果小于 50 S，应检查坩埚是否有裂纹。如果排干时间大于 105 S，应采用酸性或者碱性清洗液清洗坩埚，如果清洗后仍不能提高过滤的速率，应该舍弃。

7.1.5 抽滤装置：适用于纤维的浸泡（如水抽滤冷浸提装置），可由抽滤瓶和真空泵组成。

7.1.6 马弗炉：控温  $525^{\circ}\text{C}\pm 15^{\circ}\text{C}$ 。

7.1.7 干燥器：装有无水氯化钙和变色硅胶，或其他等效干燥剂。

## 7.2 试验步骤

### 7.2.1 砂芯坩埚的准备

将洁净的装有 1 g 助滤剂（5.7）的砂芯坩埚（7.1.4）在  $105^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  鼓风干燥箱内干燥 4 h，或在  $130^{\circ}\text{C}\pm 2^{\circ}\text{C}$  鼓风干燥箱内干燥 2 h，在干燥器（7.1.7）中冷却 30 min 后称重，直至恒重（两次称量结果之差小于 0.002 g）。

### 7.2.2 称样

称取 1 g 试样，精确至 0.1 mg，如果试样脂肪含量较高需要预萃取，按 7.2.3 处理；如果试样碳酸盐（以碳酸钙计）超过 5%，将试样转移至一个合适的烧杯中按 7.2.4 处理以去除碳酸盐；如果试样不需要预萃取和去除碳酸盐，将试样转移至回流消煮装置中直接按 7.2.5 操作。

### 7.2.3 脱脂

在砂芯坩埚（7.1.4）中用 20 mL 丙酮（5.2）浸泡试样 5 min，然后用抽滤装置（7.1.5）中抽真空除去残余丙酮，重复 2 次。放入通风橱内干燥 10 min ~ 15 min 以去除残余丙酮。如试样还需去除碳酸盐，将试样转移至一个合适的烧杯中，按 7.2.4 操作；否则将试样转移至回流消煮装置中，按 7.2.5 操作。

注：7.2.3 所用的丙酮可用石油醚（沸程  $30^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ ）代替。

### 7.2.4 去除碳酸盐

向试样中加入 100 mL 盐酸（5.4），连续振摇 5 min，小心地将溶液倒入铺有助滤剂（5.6）的砂芯坩埚中，用水洗涤两次，每次约 100 mL，充分洗涤，使尽可能少的物质留在助滤剂上。用酸性洗涤剂（5.6）将试样转移至回流消煮装置（7.1.3）中。

### 7.2.5 消煮

在回流消煮装置（7.1.3）的样品中加入 100 mL 热的酸性洗涤剂（5.6），打开冷却水，快速加热试样溶液至沸腾。调节加热装置使溶液保持微沸的状态，持续消煮  $60\text{ min}\pm 5\text{ min}$ 。如果试样沾到消煮容器壁上，用不大于 5 mL 的酸性洗涤剂进行冲洗。必要时加数滴消泡剂（5.8）以消除泡沫。

### 7.2.6 洗涤

准备好抽滤装置（7.1.5），试样消煮液缓缓倒入预先恒重的砂芯坩埚（7.2.1）中，抽真空过滤，用玻璃棒捣散滤出的试样残渣，并用热水（90℃~100℃）清洗坩埚壁和试样残渣3次~5次（每次 40 mL左右），至洗脱液呈中性（如果使用配套抽滤装置的回流消煮装置，以上步骤可直接在装置中进行操作）。用 20 mL 丙酮（5.2）清洗残渣，搅拌至所有团块破碎，将所有颗粒暴露于丙酮中，浸泡3 min – 5 min，直至残渣脱色。用抽滤装置抽滤，并重复一次。如果滤出物有颜色，需再次重复浸泡、抽滤。

### 7.2.7 干燥

将砂芯坩埚清洁边缘和外壁后置于通风橱中，待丙酮挥发尽后移至在105℃±2℃ 鼓风干燥箱内干燥 4 h，或在130℃±2℃鼓风干燥箱内干燥 2 h，于干燥器中冷却30 min后称量，直至恒重（两次称量结果之差小于 0.002 g）。

不加试样，用相同质量的助滤剂（5.6），按 7.2.5~7.2.7 进行空白试验。

## 7.3 试验数据处理

试样中酸性洗涤纤维（ADF）的含量  $w_1$  以质量分数表示，单位为百分含量（%）。按式（1）计算：

$$w_2 = \frac{(m_3 - m_1) \times (m_{b2} - m_{b1})}{m_2} \times 100 \dots\dots\dots$$

……………（1）

式中：

$m_1$ ——恒重的砂芯坩埚和助滤剂的质量，单位为克（g）；

$m_3$ ——恒重的砂芯坩埚和助滤剂及试样残渣的总质量，单位为克（g）；

$m_{b1}$ ——空白试验恒重的砂芯坩埚和助滤剂的质量，单位为克（g）；

$m_{b2}$ ——空白试验恒重的砂芯坩埚和助滤剂及残渣的总质量，单位为克（g）；

$m_2$ ——试样的质量，单位为克（g）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后一位。

## 8 滤袋法

### 8.1 仪器设备

8.1.1 分析天平：感量0.1 mg。

8.1.2 鼓风干燥箱：控温105℃±2℃ 或 130℃±2℃。

8.1.3 滤袋：聚酯网袋，孔径 20  $\mu\text{m}$ ~25  $\mu\text{m}$ ，有效体积容量大于 1 g 目标试样，可完好密封并与适用的纤维测定仪配套使用。也可采用编织的聚酯网袋或其他性能相当的滤袋。

8.1.4 回流消煮装置：配有独立的加热装置和冷凝器，或任何适用于滤袋法测定中性洗涤剂纤维（NDF）的仪器。也可用配冷凝球的 500 mL 高型烧杯（500 mL 圆底烧瓶可用于冷凝器制作）或配冷凝管的 500 mL 锥形瓶。加热装置应可在 4 min~5 min 内煮沸 50 mL 冷水。

8.1.5 马弗炉：控温  $525^{\circ}\text{C}\pm 15^{\circ}\text{C}$ 。

8.1.6 干燥器：装有无水氯化钙和变色硅胶，或其他等效干燥剂。

## 8.2 试验步骤

### 8.2.1 称样

称滤袋（8.1.3）质量（精确至 0.1 mg）。称取试样 0.5 g（精确至 0.1 mg）于滤袋中，样品体积一般不超过滤袋容量的 1/2，如太满可适当减少，但不得低于 0.2 g，严密封口（设计为敞口冲洗仪器除外）。如果试样脂肪含量较高需要预萃取，按 8.2.2 操作；如果试样碳酸盐（以碳酸钙计）超过 5%，按 8.2.3 处理以去除碳酸盐；如果试样不需要预萃取和去除碳酸盐，直接按 8.2.4 进行操作。

### 8.2.2 脱脂

将装有试样的滤袋放入烧杯中，按照每个滤袋 20 mL 的量加入丙酮（5.1），使样品完全浸没，浸泡 5 min，期间用玻璃棒搅拌 2 次，或取出滤袋反复浸没 2 次，倒去烧杯中的丙酮，将滤袋放在吸水纸中轻轻挤压去除滤袋上的丙酮。重复操作一次。如试样还需去除碳酸盐，按 8.2.3 进行操作；否则将试样转移至回流消煮装置中，按 8.2.4 进行操作。

注：8.2.2 所用的丙酮可用石油醚（沸程  $30^{\circ}\text{C}$ ~ $60^{\circ}\text{C}$ ）代替。

### 8.2.3 去除碳酸盐

将装有试样的滤袋放入烧杯中，用每个滤袋 20 mL 的量加入盐酸（5.4），使滤袋完全浸没，浸泡滤袋 5 min，期间用玻璃棒搅拌 2 次，或取出滤袋反复浸没 2 次，倒去烧杯中的盐酸，将滤袋放在吸水纸中轻轻挤压去除滤袋上的盐酸。将滤袋用水同样浸泡洗涤两次，每次洗涤之后将滤袋放在吸水纸中轻轻挤压，去除滤袋上的残余盐酸。

### 8.2.4 消煮

将装有试样的滤袋分散放入回流消煮装置（8.1.4）中，安装好回流消煮装置，按每个滤袋 100 mL 的量加入预先煮沸的酸性洗涤剂（5.6），打开冷却水，快速加热至沸腾。调节加

热装置，保持溶液沸腾，使滤袋在消煮装置中适当运动，持续消煮 60 min±5 min。必要时加数消泡剂（5.7）以消除泡沫。

### 8.2.5 洗涤

取出滤袋，在吸水纸中轻轻挤压去除消煮液，参照 8.2.1 预萃取步骤用热水（90℃~100℃）浸泡洗涤滤袋三次。用水冲洗滤袋外表面，再次轻轻挤压滤袋除水，重复至浸出液呈中性。将洗涤好的滤袋放入烧杯中，按 8.2.2 步骤用丙酮 20 mL 萃取。如果滤出物有颜色，需再次重复清洗、抽滤，直至滤出物无色。

### 8.2.6 干燥

将洗涤后的滤袋置于通风厨内，待丙酮挥干后，移至 105℃±2℃ 鼓风干燥箱（8.1.3）内干燥 4 h。取出，于干燥器中冷却 30 min 后称量，直至恒重（两次称量结果之差小于 0.002 g）。

同时用不加试样的滤袋，按照 8.2.1~8.2.6 做空白试验。用于计算空白滤袋的校正系数。

## 8.3 试验数据处理

试样中酸性洗涤纤维（ADF）的含量  $w_2$  以质量分数表示，单位为百分含量（%），按式（2）计算：

$$w_2 = \frac{m_6 - m_4 \times k}{m_5} \times 100 \dots\dots\dots$$

.....（2）

式中：

$m_4$ ——在空气中平衡的滤袋的质量，单位为克（g）；

$m_5$ ——试样的质量，单位为克（g）；

$m_6$ ——干燥后的滤袋和试样残渣的质量，单位为克（g）；

$k$ ——空白滤袋校正系数（ $k =$  干燥后的空白滤袋的质量/在空气中平衡的空白滤袋的质量）。

测定结果以平行测定的算术平均值表示，结果保留至小数点后一位。

## 9 精密度

同一实验室，由同一操作人员使用相同设备，按照相同的测试方法，在短时间内对同一被试对象，相互独立进行测试获得的两次独立测试结果，超出按公式（3）计算的重复性限值的情况不超过5%：



$$r_{\text{ADF}} = 0.029 \omega_{\text{ADF}} + 0.715 \dots \dots \dots (3)$$

$\omega_{\text{ADF}}$ —是在重复性条件下获得的两个实验室内以质量分数百分比表示的结果的平均值。

公式(3)用于ADF含量在3.5%到73%之间的数据计算。



中华人民共和国农业行业标准

《饲料中酸性洗涤纤维的测定》

编制说明

（公开征求意见稿）

起草单位：通威股份有限公司

2021年04月

# 目 录

一、标准制定背景及任务来源.....	12
1. 标准制定背景.....	12
2. 任务来源.....	13
二、主要工作过程.....	13
1. 成立标准编制小组.....	13
2. 技术路线和项目方案的制定.....	14
3. 开展方法学研究、实际样品检测.....	14
4. 编写标准文本和编制说明征求意见稿.....	15
5. 征求意见和方法验证.....	15
6. 标准的初审、终审和报批.....	16
三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据.....	18
1. 标准编制原则.....	18
2. 修订内容的说明.....	18
3. 主要技术内容确定的依据.....	23
3.1 样品粉碎粒度的确定.....	23
3.2 助滤剂的选择.....	28
3.3 精密度试验.....	30
3.4 两种测定方法比较.....	36
3.5 不同滤袋法仪器厂家结果比较.....	37
3.6 过滤法仪器和滤袋法仪器测定结果比较.....	38
3.7 定量限.....	39
3.8 质量保证.....	39
四、采用国际标准.....	40
五、与现行法律法规和强制性标准的关系.....	40
六、重大分歧意见的处理经过和依据.....	40
七、标准作为强制性或推荐性标准的意见.....	40
八、贯彻标准的要求和措施建议.....	41
九、废止现行有关标准的建议.....	41
十、其他应予说明的事项.....	41
参考文献.....	41

## 一、标准制定背景及任务来源

### 1. 标准制定背景

粗纤维不能全部反映饲料中大部分的不消化成分。中性洗涤纤维（NDF）和酸性洗涤纤维（ADF）作为评定反刍动物营养需要和粗饲料营养价值的重要指标，其测定方法也不断受到关注<sup>[1]</sup>。酸性洗涤纤维（ADF）是纤维性碳水化合物或结构性碳水化合物的主要成分，主要由纤维素、木质素和不溶性蛋白复合物等组成，其中纤维素和木质素是粗饲料和纤维性饲料的重要营养指标<sup>[2]</sup>。

目前，国内外有关饲料中酸性洗涤纤维（ADF）的测定方法主要有 ISO 13906:2008《动物饲料 酸性洗涤纤维（ADF）和酸性洗涤木质素（ADL）含量的测定》、NY/T 1459-2007《饲料中酸性洗涤纤维的测定》等，ISO 标准方法和我国农业行业标准方法均为手工操作，其操作过程繁琐、过滤时间长，检测效率低。另外，NY/T 1459-2007 仅适用于植物性单一饲料，适用范围受限，不能满足我国饲料行业酸性洗涤纤维实际检测需要。美国油脂化学家学会 AOCS 官方批准的 Ba 6a-05《滤袋法测定饲料中粗纤维方法》，其原理和 ISO 13906:2008、NY/T 1459-2007 一致，采用滤袋密封的样品在全自动纤维仪中进行消煮，滤袋的应用大大提高了检测过程的可控性，避免了检测环节中样品转移带来的样品损失等不确定因素，技术手段先进，检测效率高。当前，国家/行业标准均没有采用滤袋法测定酸性洗涤纤维的标准方法。本标准修订项目在现行农业行业标准 NY/T 1459-2007《饲料中酸

性洗涤纤维的测定》的基础上，修改采用 ISO 13906:2008《动物饲料酸性洗涤纤维（ADF）和酸性洗涤木质素（ADL）含量的测定》，增加滤袋法，并根据饲料行业实际需要，扩大方法的适用范围，以便快速准确测定饲料中酸性洗涤纤维，加强饲料原料评估、提高饲料利用率，促进我国畜牧养殖业的高质量发展。

## 2. 任务来源

根据农业部农财发[2016]29号《农业部关于支付2016年农产品质量安全监管专项经费等项目资金的通知》要求，由通威股份有限公司承担《饲料中酸性洗涤纤维的测定 NY/T 1459-2007》标准修订项目工作。本项目由中华人民共和国农业农村部畜牧兽医局提出，全国饲料工业标准化技术委员会归口，项目编号为 2016-29-158。

## 二、主要工作过程

### 1. 成立标准编制小组

2016年10月，通威股份有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司接到《饲料中酸性洗涤纤维的测定 NY/T 1459-2007》农业行业标准修订项目任务后，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，组建了标准编制小组，制定工作计划，落实人员与分工，详见表1。

表1 标准主要起草人员和任务分工

人员	职称	承担任务
杨发树	高级工程师	项目主持人，负责项目的全面工作
宋军	高级工程师	检测方法研究、样品检测，标准文本和编制说明编写
张凤枰	教授级高工	标准文本和编制说明编写和完善、方法验证、征求意见

人员	职称	承担任务
杜亚欣	助理工程师	检测方法研究、样品检测
张巧芸	工程师	检测方法研究、样品检测
邹昌建	助理工程师	检测方法研究、样品检测
宋涛	高级工程师	标准文本和编制说明编写和完善、方法验证

## 2. 技术路线和项目方案的制定

2016年10月~12月，标准编制小组成员查询和收集了国内外相关标准和文献资料，确立了标准制定指导思想，制定了标准制定技术路线和试验方案。

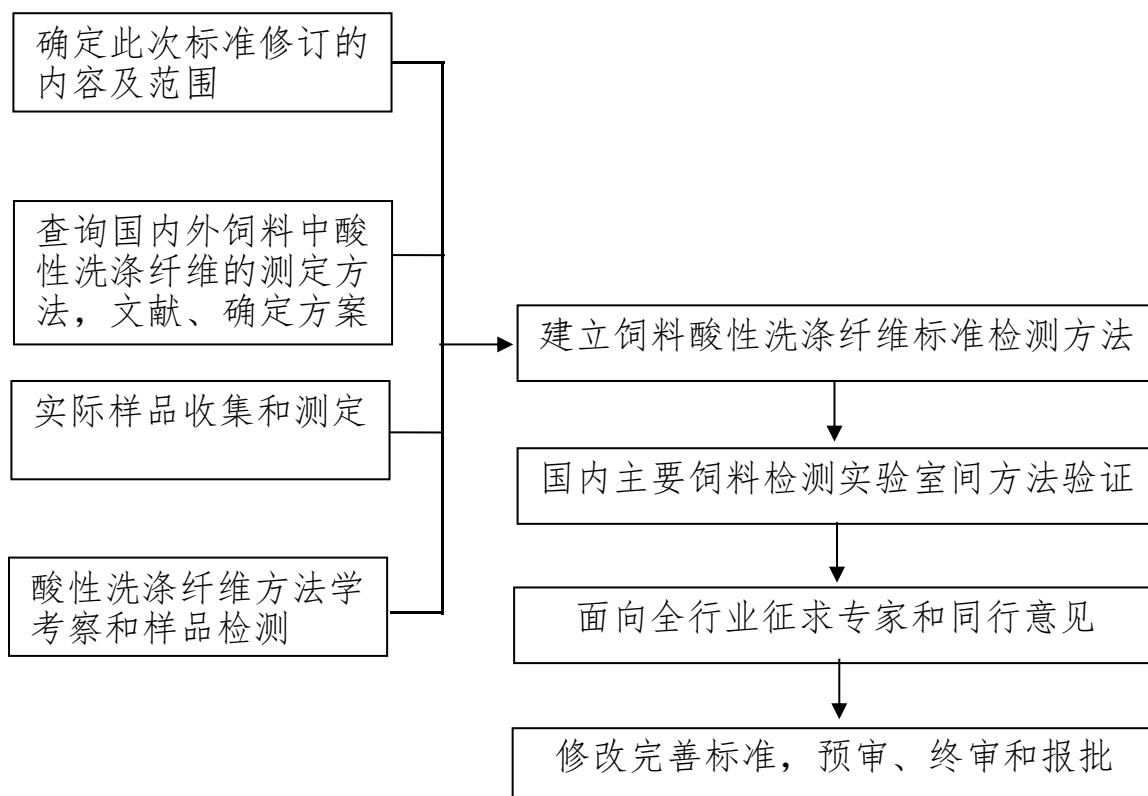


图1 标准修订技术路线图

## 3. 开展方法学研究、实际样品检测

2017年1月~2018年12月，标准编制小组确定了标准修订工作思路，收集了饲料原料、配合饲料、精料补充料和浓缩饲料样品开展

了植物性饲料原料、配合饲料、精料补充料和浓缩饲料中酸性洗涤纤维方法学研究和实际样品测定，完成了饲料中酸性洗涤纤维的过滤法和滤袋法两种方法比较。

#### 4. 编写标准文本和编制说明征求意见稿

2019年1月~2月，标准编制小组完成了标准文本、编制说明初稿征求意见稿的编制工作。

#### 5. 征求意见和方法验证

2019年3月~4月，标准编制小组将起草完成的农业行业标准《饲料中酸性洗涤纤维的测定》标准文本和编制说明征求意见稿发送给国家饲料质检中心、省部级饲料质检机构、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质检机构、科研院所、高校、企业等单位的专家征求意见，详细情况见表2。

表2 标准意见征求情况

序号	单位属性	发函数量	反馈数量
1	高校、科研院所	7	4
2	质检机构	24	15
3	饲料企业	13	7

本次发函征求意见1个月，共发函单位44个，回函单位26个、未回函单位18个，提出意见单位26个，无意见单位2个；共提出意见124条，采纳93条，部分采纳或不采纳31条。标准编制小组根据征求得到意见和建议，对标准草案和编制说明进行认真的修改、完善，并补充相关数据。

2019年5月，标准编制小组分别委托国家饲料质量监督检验中

心（武汉）、农业农村部饲料质量监督检验测试中心（成都）、农业农村部饲料质量监督检验测试中心（南昌）等 3 家检测机构开展农业行业标准《饲料中酸性洗涤纤维的测定》方法验证工作。

2019 年 5 月 20 日~22 日，标准主要起草人员张凤枰参加了全国饲料工业标准化技术委员会在西安组织的“2019 年畜牧业饲料工业标准编制培训班”培训，标准编制小组对标准草案和编制说明进一步修改、完善，于 2019 年 6 月形成农业行业标准《饲料中酸性洗涤纤维的测定》预审稿。

## **6. 标准的初审、终审和报批**

### **6.1 第一次预审**

2019 年 6 月 15 日，通威股份有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司组织常碧影、李俊玲、郭吉原、李宏、刘小敏、符金华、赵立军、曹莹、王威利等 9 位专家对农业行业标准《饲料中酸性洗涤纤维的测定》（预审稿）进行了认真的审查。专家组提出进一步修改意见如下：

（1）适用范围修改为“适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和植物性饲料原料中酸性洗涤纤维的测定”；

（2）建议按 ISO 13906 : 2018 规定：当试样中脂肪含量 10%以上必须脱脂，5%~10%之间建议脱脂；

（3）滤袋法称样量应根据不同样品变化，不能装得过满。更改为建议称样量 0.2 g~0.5 g，不超过滤袋容量 1/2；

（4）按照 ISO 13906 : 2018 规定补充配合饲料、浓缩饲料、精料



补充料过滤法实际样品测定数据；

(5) 按 GB/T 1.1—2009、GB/T 20001.4—2015 规范标准文本，进一步修改、完善编制说明。

与会专家一致同意标准起草单位按照上述意见对征求意见稿进行修改后形成预审稿，报全国饲料工业标准化技术委员会秘书处再次安排预审。

2019 年 7 月~9 月，标准编制小组按照预审意见开展了试验、补充了相关数据，进一步修改、完善标准草案、编制说明，形成预审稿；

## 6.2 第二次预审

2020 年 4 月 8 日，通威股份有限公司、四川威尔检测技术股份有限公司组织常碧影、李重九、柏凡、李祥明、朱聪英、杨秀玉、田晓玲、吴宁鹏、贾铮、黄芸等 10 位专家对农业行业标准《饲料中酸性洗涤纤维的测定》（二次预审稿）进行了第二次预审。专家组提出的进一步修改的意见如下：

(1) 按照 GB/T 20000.2—2009 非等同采用的要求修改文本；

(2) 进一步补充 1.0 mm 粉碎粒度的支撑数据；

(3) 增加牧草及产品、青储饲料和全混合日粮等反刍动物饲料样品中酸性洗涤纤维试验数据；

(4) 按 GB/T 1.1—2009、GB/T 20001.4—2015 规范标准文本，进一步修改、完善编制说明

根据第二次标准预审意见，2020 年 4 月~2021 年 2 月，标准编制小组补充了牧草及产品、青贮饲料和全混合日粮等反刍动物饲料样品

中酸性洗涤纤维试验数据，补充 1.0 mm 粉碎粒度的支撑数据，按照 GB/T 20000.2—2009 非等同采用的要求修改文本，并按照 GB/T 1.1—2020、GB/T 20001.4—2015 进一步规范标准文本，修改、完善编制说明，于 2021 年 4 月形成公开征求意见稿。

同时，标准编制小组委托国家饲料质量监督检验中心（武汉）、农业农村部饲料质量监督检验测试中心（成都）、农业农村部饲料质量监督检验测试中心（南昌）三家检测机构现场再次开展标准方法的验证工作。

### **三、标准编制原则和主要技术内容确定的依据**

#### **1. 标准编制原则**

本标准的结构、技术要素和表达方法按照 GB/T 20000.2—2009 《标准化工作指南 第 2 部分 采用国际标准》、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》、GB/T 20001.4—2015 《标准编制规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定和要求进行编写。

本次修订结合国内外酸性洗涤纤维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、稳定性高和重复性好的技术和设备，保证酸性洗涤纤维检测数据准确、可靠，并提高检测效率，全力满足我国饲料行业酸性洗涤纤维检测需要。

#### **2. 修订内容的说明**

本次修订除按照 GB/T 20000.2—2009 《标准化工作指南 第 2 部分 采用国际标准》、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》、GB/T 20001.4—2015《标准编制规则第4部分：试验方法标准》对标准进行编辑性修改外，主要针对NY/T 1459-2007规定的过滤法重复性较差、检测时间长的问题，结合ISO标准方法和我国饲料检测技术发展现状，增加了滤袋法，扩大了方法适用范围，主要修订内容见表3。

表 3 标准技术内容修订

No.	章条编号	原标准	修订后	修订原因
1	1 范围	本标准规定了饲料中酸性洗涤纤维 (ADF) 的测定方法	本标准规定了饲料中酸性洗涤纤维测定的过滤法和滤袋法。	过滤法参考自 GB/T 6434 (ISO 6865 之 intermediate filtration, GB/T 5515 译为介质过滤法); 修订的方法增加了滤袋法。
2	1 范围	本标准适用于各种植物性单一饲料	本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和植物性饲料原料中酸性洗涤纤维的测定	参考 ISO 13906:2008, 扩展了方法的适用范围 (ISO 13906:2008 描述适用于所有种类饲料)。
3	1 范围	无方法的定量限	方法的定量限为1.0%。	两次恒重允差 0.004g/0.5g(称样量)=0.8%, 修约为 1.0%, 与 ISO 13906:2008 一致。
4	2 规范性引用文件	GB/T 14699.1 饲料 采样	删除	检测方法可不引用采样。
5	3 定义	3.1酸性洗涤纤维 (ADF) 用酸性洗涤剂去除饲料中的脂肪、淀粉、蛋白质和糖类等成分后, 残留的不溶解物质的总称, 包括纤维素、木质素及少量的硅	酸性洗涤纤维 (ADF) acid detergent fiber 用酸性洗涤剂处理后残留的不溶解的物质的总称, 主要是纤维素、木质素和不溶性蛋白复合物。	依据 ISO 13906:2008 重新定义。

No.	章条编号	原标准	修订后	修订原因
		酸盐等		
6	4 原理	植物性饲料经酸性洗涤纤维浸煮，再用水、丙酮洗涤后不溶解的残渣为酸性洗涤纤维	试样经酸性洗涤剂浸煮，再用水、丙酮洗涤后不溶解的残渣为酸性洗涤纤维。	与 ISO13906:2008 一致。
7	6 试剂和溶液	5 试剂和材料	5.6 助滤剂：石英砂，海砂或硅藻土，或性能相当的其他材料。使用前，海砂用沸腾的 4 mol/L 盐酸溶液处理，然后在 525 °C ± 15 °C 下至少加热 1 h。其他助滤剂在 525 °C ± 15 °C 下至少加热 4 h。	参考 ISO 13906:2008 以及 ISO 6865，增加了硅石英砂，海砂或藻土作助滤剂。验证实验实际使用的为石英砂。
8	6 试剂和溶液	5 试剂和材料	5.7 消泡剂：硅油。	根据 ISO 13906:2008，增加了硅油作为消泡剂。也可用其他等效的消泡剂。

No.	章条编号	原标准	修订后	修订原因
9	6 样品	7.1 采样 按照 GB/T 14699.1 执行。 7.2 试样制备 按 GB/T 20195 制备后，封入样品袋，作为试样	6 样品 水分含量大于 15%的试样应先在 60℃烘箱中将水分干燥至 15%以下。按 GB/T 20195 制备样品，至少 200 g，粉碎使其全部通过 1.0 mm 孔径的分析筛，充分混匀，装入密闭容器中，备用。	与 ISO 13906:2008 一致，根据 GB/T 1.1—2020 和 GB/T 20001.4—2015 修订。
10	7 过滤法		7.2.2 消煮 必要时加数滴消泡剂（5.8）以消除泡沫。	与 ISO 13906:2008 保持一致。
11	7.4 精密度	酸性洗涤纤维含量≤5%，极差应<1%；5%<含量≤10%时，极差与均值之比应≤10%；含量>10%时，极差与均值之比应≤8%。	酸性洗涤纤维（ADF）含量≤5%，在重复性条件下得到的两次独立测试结果的差的绝对值≤1%；5%<酸性洗涤纤维（ADF）含量≤10%，两次独立测试结果的差的绝对差值与算术平均值之比≤10%；当酸性洗涤纤维（ADF）含量>10%，两次独立测试结果的差的绝对差值与算术平均值之比≤8%。	ISO 13906:2008 表述为超过用式 $0.029 \bar{wADF} + 0.0715$ 的情况不大于 5%。其中 $wADF$ 为以百分数表示的结果的平均值，相当于含量低的样品偏差用绝对偏差表述。修改好的表述更加符合酸性洗涤纤维测定实际情况。
12	8 滤袋法	无	新增滤袋法	滤袋法检测效率高、重复性好，且适用配合饲料、浓缩饲料、精料补充料及植物性原料中酸性洗涤纤维的测定。

### 3. 主要技术内容确定的依据

#### 3.1 样品粉碎粒度的确定

为评估样品粉碎粒度对酸性洗涤纤维测定结果的影响，选取豆粕、玉米、淡水鱼配合饲料、母猪配合饲料、肉鸡配合饲料等 5 种饲料原料和配合饲料样品，分别按照全部通过 1.0 mm、0.42 mm、0.25 mm 试验筛的粒度要求制备试样；选取全株青贮玉米、小麦秸秆、苜蓿秸秆、牛全混合日粮 4 种样品，因此类高纤维样品难以粉碎到 0.25 mm 细度，试验按照全部通过 1.0 mm、0.42 mm 试验筛的粒度要求制备试样，分别采用过滤法和滤袋法测定酸性洗涤纤维的含量，结果分别见表 4 和表 5。

表 4 不同粉碎粒度过滤法测定结果

样品名称	粉碎粒度	ADF 含量 (g/100g)	三平行试验 平均值 (g/100g)	三平行试验 RSD (%)	不同粒度 平均值 (g/100g)	不同粒度 RSD (%)
豆粕	1.0 mm	7.61	7.59	1.46	7.05	12.14
		7.47				
		7.69				
	0.42 mm	7.62	7.65	0.68		
		7.62				
		7.71				
	0.25 mm	5.89	5.91	0.83		
		5.88				
		5.97				
玉米	1.0 mm	2.89	2.83	1.84	2.47	11.87
		2.80				
		2.80				
	0.42 mm	2.42	2.39	2.69		
		2.44				
		2.32				
	0.25 mm	2.15	2.17	1.16		

样品名称	粉碎粒度	ADF 含量 (g/100g)	三平行试验 平均值 (g/100g)	三平行试验 RSD (%)	不同粒度 平均值 (g/100g)	不同粒度 RSD (%)
		2.20				
		2.17				
母猪配合 饲料	1.0 mm	6.88	6.91	2.13	6.79	1.94
		7.07				
		6.78				
	0.42 mm	6.71	6.76	1.73		
		6.89				
		6.67				
	0.25 mm	6.76	6.71	0.67		
		6.67				
		6.71				
淡水鱼配 合饲料	1.0 mm	9.91	9.66	2.25	10.06	4.65
		9.58				
		9.50				
	0.42 mm	9.81	9.89	2.28		
		10.14				
		9.71				
	0.25 mm	10.52	10.62	1.37		
		10.79				
		10.56				
肉鸡配合 饲料	1.0 mm	3.54	3.41	3.33	3.66	5.76
		3.32				
		3.38				
	0.42 mm	3.79	3.72	2.05		
		3.74				
		3.64				
	0.25 mm	3.78	3.85	2.56		
		3.96				
		3.80				
全株青贮 玉米	1.0 mm	29.90	30.11	0.89	28.88	4.79
		30.41				
		30.02				
	0.42 mm	27.19	27.64	1.43		
		27.82				



样品名称	粉碎粒度	ADF 含量 (g/100g)	三平行试验 平均值 (g/100g)	三平行试验 RSD (%)	不同粒度 平均值 (g/100g)	不同粒度 RSD (%)
		27.92				
小麦秸秆	1.0 mm	45.99	45.85	0.26	45.74	0.37
		45.78				
		45.78				
	0.42 mm	45.58	45.63	0.30		
		45.78				
		45.52				
苜蓿（晚 花期）	1.0 mm	46.92	46.65	0.51	45.62	2.50
		46.57				
		46.46				
	0.42 mm	44.75	44.59	0.31		
		44.51				
		44.51				
牛全混合 日粮	1.0 mm	22.83	22.74	0.61	21.16	8.20
		22.81				
		22.58				
	0.42 mm	19.77	19.58	0.88		
		19.43				
		19.55				

表 4 结果表明，过滤法测定酸性洗涤纤维时，豆粕、玉米样品 3 种粉碎粒度的测定结果 RSD 分别为 12.14%、11.87%，差异较大；母猪、淡水鱼、肉鸡配合饲料样品 3 种粉碎粒度的测定结果 RSD 分别为 1.94%、4.65%、5.76%，差异不显著；豆粕、玉米、母猪配合饲料、淡水鱼配合饲料、肉鸡配合饲料、全株青贮玉米、小麦秸秆、苜蓿（晚花期）、牛全混合日粮等 9 种样品粉碎通过 1 mm 筛和通过 0.42 mm 筛的粒度测定结果差异不明显。但是，粉碎通过 0.25 mm 试验筛豆粕和玉米的酸性洗涤纤维检测结果明显偏低，据《中国饲料成分及营养价值表》2018 年第 29 版酸性洗涤纤维数据，玉米 2.7%~3.5%、

普通豆粕 9.6%、去皮豆粕 5.3%，表明测定酸性洗涤纤维时样品粉碎粒度不宜过细。

表 5 不同粉碎粒度滤袋法测定结果

样品名称	粉碎粒度	ADF 含量 (g/100g)	三平行试验 平均值 (g/100g)	三平行试验 RSD (%)	不同粒度 平均值 (g/100g)	不同粒度 RSD (%)
豆粕	1.0 mm	7.36	7.58	2.60	7.70	1.98
		7.74				
		7.64				
	0.42 mm	7.73	7.72	0.20		
		7.70				
		7.72				
	0.25 mm	7.94	7.81	1.46		
		7.72				
		7.78				
玉米	1.0 mm	2.71	2.73	0.76	2.39	11.39
		2.74				
		2.75				
	0.42 mm	2.29	2.31	0.90		
		2.32				
		2.33				
	0.25 mm	2.20	2.13	4.52		
		2.02				
		2.17				
母猪配合 饲料	1.0 mm	6.73	6.75	1.94	6.72	1.90
		6.89				
		6.63				
	0.42 mm	6.79	6.76	0.90		
		6.80				
		6.69				
	0.25 mm	6.81	6.66	2.81		
		6.45				
		6.72				
淡水鱼配 合饲料	1.0 mm	9.91	9.85	0.79		
		9.76				

样品名称	粉碎粒度	ADF 含量 (g/100g)	三平行试验 平均值 (g/100g)	三平行试验 RSD (%)	不同粒度 平均值 (g/100g)	不同粒度 RSD (%)
	0.42 mm	9.87	9.63	0.54		
		9.66				
		9.66				
	9.57					
	0.25 mm	10.51	10.54	0.25		
		10.55				
10.56						
肉鸡配合 饲料	1.0 mm	3.42	3.40	0.45	3.63	4.84
		3.39				
		3.40				
	0.42 mm	3.79	3.75	1.41		
		3.69				
		3.77				
	0.25 mm	3.69	3.74	1.67		
		3.81				
		3.72				
全株青贮 玉米	1.0 mm	29.59	29.32	0.98	28.60	2.91
		29.02				
		29.35				
	0.42 mm	27.80	27.89	1.21		
		28.26				
		27.60				
小麦秸秆	1.0 mm	45.91	45.67	1.25	45.41	1.03
		46.09				
		45.02				
	0.42 mm	45.18	45.14	0.21		
		45.03				
		45.21				
苜蓿（晚 花期）	1.0 mm	46.00	46.11	0.25	45.34	1.91
		46.11				
		46.23				
	0.42 mm	44.31	44.57	0.58		
		44.56				
		44.83				

样品名称	粉碎粒度	ADF 含量 (g/100g)	三平行试验 平均值 (g/100g)	三平行试验 RSD (%)	不同粒度 平均值 (g/100g)	不同粒度 RSD (%)
牛全混合 日粮	1.0 mm	22.64	22.37	1.07	21.10	6.66
		22.18				
		22.29				
	0.42 mm	20.11	19.83	1.21		
		19.71				
		19.68				

表 5 结果表明，滤袋法检测酸性洗涤纤维时，除玉米粉碎至 0.42 mm 和 0.25 mm 的结果偏低之外，所选 9 种样品不同粉碎粒度测定结果差异不明显，表明高淀粉含量样品用滤袋法测定酸性洗涤纤维时样品粉碎粒度不宜过细。

综合表 4、表 5 测定结果，表明多数样品饲料粉碎粒度为 1.0 mm、0.42 mm，酸性洗涤纤维测定结果差异不明显，但粉碎粒度为 1 mm 时，测定结果重复性均较好。

现行国家/行业标准《饲料中粗纤维的含量测定 过滤法》（GB/T 6434-2006）和《饲料中酸性洗涤纤维的测定》（NY/T 1459-2007）对样品粉碎的细度均是要求通过 1.0 mm 试验筛。综上所述，最终确定样品粉碎至全部通过 1.0 mm 试验筛。

### 3.2 助滤剂的选择

按照《饲料中酸性洗涤纤维的测定》（NY/T 1459-2007）测定酸性洗涤纤维含量时，部分饲料样品堵塞坍塌滤孔，抽滤难度大，部分饲料样品甚至无法完成抽滤，仅能测定植物性原料。ISO 13906:2008 明确规定，测定饲料样品需要添加硅藻土或性能相似的物质等作为助滤剂。为了开展配合饲料、浓缩饲料、精料补充料样品中酸性洗涤纤维测定，结合目前国内实际情况，试验

采用两种常用的助滤剂硅藻土和石英砂，比较两种助滤剂的试验效果，结果见表 6。

表 6 两种助滤剂比较试验结果

样品名称	石英砂			硅藻土		
	ADF (%)	平均值 (%)	相对偏差 (%)	ADF (%)	平均值 (%)	相对偏差 (%)
豆粕	7.16	7.06	1.34	7.80	7.74	0.78
	6.97			7.68		
玉米	2.42	2.36	2.76	2.68	2.55	5.09
	2.29			2.42		
苜蓿颗粒	37.30	37.73	1.14	38.64	38.79	0.39
	38.16			38.94		
仔猪配合饲料	3.82	3.74	2.28	4.61	4.96	6.96
	3.65			5.30		
肉小鸡配合饲料	4.52	4.44	1.92	5.28	5.48	3.74
	4.35			5.69		
产蛋鸭配合饲料	6.53	6.37	2.51	6.88	7.19	4.31
	6.21			7.50		
产奶期羊浓缩料	15.01	15.04	0.16	15.98	16.09	0.68
	15.06			16.20		
奶牛精料补充料	9.86	9.84	0.15	9.29	9.54	2.57
	9.83			9.78		

结果表明，采用石英砂作为助滤剂，植物性饲料原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料样品酸性洗涤纤维的双试验测定结果相对偏差在 0.15%~2.76%之间，而采用硅藻土的相对偏差在 0.39%~6.96%之间，石英砂的重复性明显比硅藻土好，且在采用硅藻土做助滤剂的过程中，发现硅藻土不容易恒重、测定误差大，最终确定采用石英砂作为酸性洗涤纤维测定的助滤剂。

### 3.3 精密度试验

#### 3.3.1 过滤法

NY/T 1459-2007 仅适用各种植物性单一饲料,而为了满足养殖动物饲料配方需要,在动物营养研究、饲料生产工艺研究试验中,动物营养研究人员、饲料配方师均需要测定畜禽配合饲料、浓缩饲料、精料补充料中的酸性洗涤纤维含量,依据 ISO 13906:2008,抽滤时增加助滤剂,解决了饲料难以抽滤问题,因此,本次修订过程中,标准的适用范围增加了配合饲料、浓缩饲料和精料补充料。为了考察过滤法的重复性,分别选取豆粕、苜蓿(晚花期)、肉鸡配合饲料 3 种样品,分别代表植物蛋白原料、高纤维植物性原料和配合饲料,按照所确定的测定方法和条件测定酸性洗涤纤维含量,结果见表 7。

表 7 3 种代表性样品过滤法重复性试验结果

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
豆粕	7.61	7.62	1.11
	7.47		
	7.69		
	7.62		
	7.62		
	7.71		
苜蓿(晚花期)	46.92	45.62	2.50
	46.57		
	46.45		
	44.75		
	44.51		
	44.51		
肉鸡配合饲料	3.79	3.75	1.77
	3.74		

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
	3.64		
	3.80		
	3.82		
	3.72		

表 7 结果表明这三种类型样品酸性洗涤纤维过滤法六平行试验测定结果相对标准偏差在 1.11%~2.50%之间，方法重复性良好。

继续选取玉米 DDGS、小麦粉、玉米、菜粕、高粱、仔猪配合饲料、产蛋鸭配合饲料、育肥猪配合饲料、蛋鸭配合饲料、肉鸭配合饲料、产奶期羊浓缩饲料、仔猪浓缩饲料、蛋鸡浓缩饲料、蛋鸭浓缩饲料、奶牛精料补充料等 14 种饲料原料和饲料产品，验证过滤法的重复性试验效果，结果见表 8。

表 8 14 种饲料原料和饲料产品过滤法重复性试验结果

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	相对偏差 (%)
玉米	2.89	2.83	1.41
	2.80		
	2.80		
高粱	5.80	5.66	2.47
	5.52		
玉米 DDGS	12.51	12.69	1.42
	12.87		
菜粕	23.34	23.49	0.64
	23.64		
仔猪配合饲料	3.82	3.74	2.28
	3.65		
产蛋鸭配合饲料	6.53	6.37	2.51
	6.21		
育肥猪配合饲料	4.60	4.35	5.78
	4.10		

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	相对偏差 (%)
蛋鸡配合饲料	5.04	5.23	3.09
	5.37		
肉鸭配合饲料	5.39	5.48	1.55
	5.56		
产奶期羊浓缩料	15.01	15.04	0.17
	15.06		
仔猪浓缩饲料	7.69	7.61	1.05
	7.53		
蛋鸡浓缩饲料	8.79	8.44	4.15
	8.09		
蛋鸭浓缩饲料	7.21	7.28	1.03
	7.36		
奶牛精料补充料	9.86	9.84	0.15
	9.83		

表 8 结果表明，14 种饲料原料和饲料产品酸性洗涤纤维测定结果相对偏差在 0.15%~5.78%之间，过滤法适用配合饲料、浓缩饲料、精料补充料和饲料原料中酸性洗涤纤维的测定。

### 3.3.2 滤袋法

本次修订增加了滤袋法测定饲料中酸性洗涤纤维含量，试验选取植物性饲料原料、配合饲料、浓缩饲料、精料补充料等 20 种不同类型的样品，采用滤袋法测定酸性洗涤纤维的含量，结果见表 9。结果表明，20 种饲料原料、饲料产品测定结果相对标准标准在 1.03%~5.39%之间，方法重复性良好。

表 9 滤袋法重复性试验结果

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
玉米	2.81	2.83	3.01
	2.76		



样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
	2.89		
	2.94		
	2.71		
	2.86		
玉米 DDGS	10.14	10.31	2.60
	10.47		
	10.45		
	9.95		
	10.68		
	10.17		
豆粕	7.36	7.65	1.90
	7.74		
	7.64		
	7.73		
	7.70		
	7.72		
菜粕	24.22	23.73	1.40
	23.88		
	23.21		
	23.63		
	23.67		
	23.78		
棉仁粕	11.65	11.27	3.42
	11.43		
	10.78		
	11.50		
	11.47		
	10.78		
花生粕	9.82	9.70	2.36
	10.01		
	9.73		
	9.33		
	9.73		
	9.59		
玉米秸秆	58.88	58.51	1.20
	57.98		
	59.65		

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
	57.66		
	58.35		
	58.52		
仔猪配合饲料	4.49	4.26	2.86
	4.22		
	4.14		
	4.27		
	4.19		
	4.24		
奶牛精料补充料	10.89	11.16	1.56
	11.36		
	11.15		
	11.16		
	11.32		
	11.05		
产奶期羊浓缩料	14.18	13.92	1.91
	14.22		
	13.86		
	13.64		
	13.71		
肉小鸡配合饲料	3.42	3.58	5.39
	3.39		
	3.40		
	3.79		
	3.69		
	3.77		
鱼饲料	9.91	9.74	1.36
	9.76		
	9.87		
	9.66		
	9.66		
	9.57		
肉鸭配合饲料	4.92	4.75	3.74
	4.45		
	4.82		
	4.75		
	4.80		

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
母猪配合饲料	6.79	6.70	2.05
	6.80		
	6.66		
	6.81		
	6.45		
	6.72		
仔猪浓缩饲料	7.20	7.21	2.92
	7.12		
	7.57		
	7.02		
	7.15		
蛋鸡浓缩饲料	8.60	8.35	3.28
	8.26		
	8.66		
	8.01		
	8.22		
苜蓿颗粒	34.88	35.52	1.33
	35.79		
	35.87		
	35.91		
	35.16		
蛋鸡配合饲料	5.39	5.33	2.36
	5.16		
	5.49		
	5.26		
	5.34		
小麦秸秆	45.91	45.41	1.03
	46.09		
	45.02		
	45.18		
	45.03		
	45.21		
牛全混合日粮	19.55	20.58	3.04
	20.26		
	20.93		
	20.85		
	21.35		

样品名称	ADF (%)	平均值 (%)	RSD (%)
	20.54		

### 3.4 两种测定方法比较

采用滤袋法和过滤法，分别测定植物性原料、配合饲料、浓缩饲料和精料补充料等 24 种样品的酸性洗涤纤维含量，三平行试验测定结果见表 10。结果表明，饲料原料（含高纤维饲料原料）、配合饲料、浓缩饲料以及精料补充料酸性洗涤纤维测定结果的极差与均值之比均小于 8%，两种方法的测定结果基本一致。

表 10 滤袋法和过滤法测定结果比较

样品	滤袋法 (%)	过滤法 (%)	平均值 (%)	极差/均值 (%)
玉米	2.83	2.73	2.78	3.60
玉米 DDGS	10.34	10.02	10.18	3.14
菜粕	23.72	23.49	23.60	0.97
棉粕	11.11	10.66	10.88	4.13
豆粕	7.63	7.06	7.34	7.76
花生粕	9.12	8.95	9.04	0.94
高粱	5.95	5.66	5.80	5.00
中猪配合饲料	4.89	5.08	4.98	3.81
仔猪配合饲料	3.64	3.74	3.69	2.71
蛋鸡配合饲料	5.33	5.50	5.42	3.14
肉小鸡配合饲料	4.60	4.44	4.52	1.80
产蛋鸭配合饲料	6.32	6.37	6.34	0.79
肉鸭配合饲料	4.67	4.75	4.71	1.70
仔猪浓缩饲料	7.21	7.61	7.41	5.40
蛋鸡浓缩饲料	8.35	8.44	8.40	1.07
蛋鸭浓缩饲料	7.31	7.28	7.30	0.41
产奶期羊浓缩料	14.41	15.04	14.72	4.28

样品	滤袋法 (%)	过滤法 (%)	平均值 (%)	极差/均值 (%)
奶牛精料补充料	9.17	9.85	9.51	3.60
鱼饲料	9.89	9.63	9.76	2.64
玉米秸秆	58.51	59.85	59.18	2.26
苜蓿颗粒	35.52	37.73	36.62	6.03
全株青贮玉米	27.64	27.88	27.76	0.87
小麦秸秆	45.63	45.14	45.38	1.08
苜蓿(晚花期)	44.59	44.56	44.58	0.06
牛全混合日粮	19.58	19.83	19.70	1.27

综上所述表明，采用过滤法和滤袋法测定饲料中的酸性洗涤纤维，测定结果基本一致，方法可行。

### 3.5 不同滤袋法仪器厂家结果比较

采用市场上常见的 2 个进口仪器厂家（其中一家采用滤袋敞口冲洗）、1 个国产仪器厂家的滤袋法仪器进行检测结果的对比，对豆粕、玉米、鱼饲料、母猪配合饲料、肉鸡饲料 5 种配合饲料样品，以及全株青贮玉米、小麦秸秆、苜蓿秸秆、牛全混合日粮 4 种高纤维植物原料样品进行比较，测定结果对比见表 11。结果表明，除仪器 3 淡水鱼配合饲料检测结果明显高于另外两家，3 个仪器厂家测定结果 RSD 均小于 5.0%，9 个饲料原料和饲料产品样品三个仪器厂家酸性洗涤纤维检测结果基本一致。

表 11 不同滤袋法仪器厂家 ADF 结果比较

样品名称	滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2		滤袋法仪器 3		RSD
	检测值	平均值	检测值	平均值	检测值	平均值	%
	%	%	%	%	%	%	
豆粕	7.73	7.72	8.09	8.20	7.60	7.55	4.31
	7.70		7.98		7.53		

样品名称	滤袋法仪器 1		滤袋法仪器 2		滤袋法仪器 3		RSD
	检测值	平均值	检测值	平均值	检测值	平均值	%
	%	%	%	%	%	%	
	7.72		8.55		7.54		
玉米	2.71	2.73	2.72	2.80	2.81	2.83	1.84
	2.74		2.95		2.76		
	2.75		2.72		2.90		
母猪配合饲料	6.73	6.75	6.64	6.62	7.05	7.25	4.84
	6.89		6.66		7.50		
	6.63		6.55		7.20		
淡水鱼配合饲料	9.66	9.63	9.92	9.61	10.03	10.01	2.58
	9.66		9.45		9.85		
	9.57		9.46		10.16		
肉鸡配合饲料	3.79	3.75	3.52	3.56	3.83	3.78	3.23
	3.69		3.60		3.62		
	3.77		3.57		3.89		
全株青贮玉米	27.80	27.88	28.59	28.61	28.53	28.22	1.29
	28.26		28.40		28.14		
	27.60		28.83		27.99		
小麦秸秆	45.18	45.14	44.79	45.13	45.13	45.47	0.43
	45.03		45.32		46.17		
	45.21		45.27		45.10		
苜蓿（晚花期）	44.31	44.56	42.13	42.11	43.48	43.57	2.84
	44.56		41.56		43.16		
	44.83		42.63		44.07		
牛全混合日粮	20.11	19.83	19.36	19.99	19.55	20.25	1.06
	19.71		19.93		20.26		
	19.68		20.69		20.93		

### 3.6 过滤法仪器和滤袋法仪器测定结果比较

选取豆粕、肉鸡饲料和小麦秸秆进行了 2 种过滤法仪器和 3 种滤袋法仪器测定结果进行比较，结果见表 12。结果表明，三个样品采用两种方法、5 种设备的酸性洗涤纤维测定结果一致性较好。

表 12 过滤法仪器和滤袋法仪器测定结果比较

样品名称	豆粕		肉鸡饲料		小麦秸秆	
	检测值	平均	检测值	平均	检测值	平均
	%	%	%	%	%	%
过滤法仪器 1	7.61	7.59	3.79	3.72	45.58	45.63
	7.48		3.74		45.78	
	7.68		3.64		45.52	
过滤法仪器 2	8.30	8.32	3.52	3.56	46.32	46.88
	8.35		3.60		47.38	
	8.30		3.57		46.94	
滤袋法仪器 1	7.36	7.58	3.79	3.75	45.18	45.14
	7.74		3.6		45.03	
	7.64		3.77		45.21	
滤袋法仪器 2	7.71	8.05	3.52	3.56	44.79	45.13
	8.18		3.60		45.32	
	8.27		3.57		45.27	
滤袋法仪器 3	8.52	8.68	3.83	3.78	45.13	45.47
	8.65		3.62		46.17	
	8.88		3.89		45.10	
RSD (%)	5.90		2.89		1.58	

### 3.7 定量限

本标准定量限的说明：两次恒重允差  $0.004\text{g}/0.5\text{g}$  (称样量) = 0.8%，修约为 1.0%，与 ISO 13906:2008 一致。

### 3.8 质量保证

3.8.1 每次检测的前 20 至 30 个试样应包括至少包含一个内部参考或质量控制 (QC) 样品以及两个空白，以后每 20 至 30 个试样再额外增加一个 QC 样品和一个空白。

3.8.2 每次独立测试中至少包含一组重复。重复不应连续，应在开始和结束时各运行一组。

3.8.3 空白的质量变化应 $< 0.0100\text{ g}$ 。如果坩埚空白的质量变化超过 $10\text{mg}$ 或最终坩埚质量小于空坩埚质量，则坩埚的清洗可能不够充分或称重技术存在问题；如果滤袋的空白质量增加或减少超过 $10\text{mg}$ ，则滤袋的清洗不够充分或者滤袋封口存在缺陷，同时不排除滤袋质量的缺陷和衡重技术问题。

## 四、采用国际标准

本标准修改采用 ISO 13906 : 2018。

## 五、与现行法律法规和强制性标准的关系

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。

## 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准制定过程中，标准编制小组查阅了国内外相关标准和文献资料，向国家和省部级饲料检测试验室、主要大中型饲料企业试验室、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，并按照征求的意见、预审和终审专家意见进行修改、完善，无重大分歧意见。

## 七、标准作为强制性或推荐性标准的意见

酸性洗涤纤维（ADF）作为评定反刍动物营养需要和粗饲料营养价值的重要指标，修订该农业行业标准，对于准确测定饲料原料酸性洗涤纤维、加强饲料原料的正确评估使用和推广应用、提高饲料利用率，促进我国畜牧养殖具有十分重要的意义，建议本标准继续作为推荐性农业行业标准在我国饲料行业推广应用。



## 八、贯彻标准的要求和措施建议

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。这是保证新标准贯彻实施的基础。

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秘书处及时组织标准宣贯、培训。

## 九、废止现行有关标准的建议

本标准实施后，建议替代 NY/T 1459-2007。

## 十、其他应予说明的事项

无。

## 参考文献

- [1] 袁翠林，朱亚俊，林英挺，于子洋，王利华. 饲料中中性洗涤纤维和酸性洗涤纤维不同测定方法的比较[J]. 粮食与饲料工业，2014, (4) :62-67.
- [2] 张崇玉，张桂国，王保哲，崔翔，尹朋辉，路绪明. 饲料中酸性洗涤纤维和木质素的快速测定[J]. 山东畜牧兽医，2014, (35): 8-9.
- [3] 《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构和编写》中华人民共和国国家标准 GB/T 1.1-2009.
- [4] 《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》中华人民共和国国家标准 GB/T 20001.4-2015.
- [5] 《饲料中酸性洗涤纤维的测定》中华人民共和国农业行业标准 NY/T1459-2007.

NY/T 1459-202×

[6] 《饲料中酸性洗涤木质素(ADL)的测定》 中华人民共和国国家标准 GB/T 20805-2006.

[7] Animal feeding stuffs-Determination of acid detergent fibre(ADF) and acid detergent lignin)(ADL) contents, ISO 13906:2008(E).