



中华人民共和国国家标准

GB/T 6435—2006/ISO 6496:1999
代替 GB/T 6435—1986

饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定

Determination of moisture and other volatile mater content in feeds

(ISO 6496:1999, Animal feeding stuffs—Determination of moisture and other volatile mater content, IDT)

2006-12-12 发布

2007-03-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准等同采用 ISO 6496:1999《动物饲料——水分和其他挥发性物质含量的测定》(英文版)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- 标准名称改为:饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定;
- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除了国际标准的前言;
- 增加了本标准的前言;
- 规范性引用文件增加了“GB/T 14699.1”,以与第6章对应;
- 第6章“采样”的第1段改为:“按 GB/T 14699.1 采样”,更改的原因是 GB/T 14699.1 等同采用了国际标准 ISO 6497:2002,而 ISO 6496 发布时 ISO 6497 尚处于草案阶段,所以当时的标准中不能引用,只能作为文献推荐使用(本标准的参考文献已将 ISO 6497 删除);
- 规范性引用文件直接引用了等同采用国际标准 ISO 6498 的我国标准 GB/T 20195。第7章和9.2中“注”亦做了相应处理。

本标准与 GB/T 6435—1986 的主要技术差异如下:

- 将干燥温度由 105℃ 改为 103℃;
- 修改了干燥的时间;
- 增加了检查在干燥过程中是否有影响检验结果的化学反应的内容。

本标准自实施之日起代替 GB/T 6435—1986。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国农业部提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:农业部饲料质量监督检验测试中心(济南)。

本标准主要起草人:孟凡胜、陈淑沂、孙延军、门晓冬、李胜、李明涛。

饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定

1 范围

本标准规定了饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定方法。

本方法适用于动物饲料,但以下情况除外:

- a) 奶制品;
- b) 矿物质;
- c) 含有相当数量的奶制品和矿物质的混合物,如代乳品;
- d) 含有保湿剂(如丙二醇)的动物饲料;
- e) 下列单一动物饲料:
 - 1) 动植物油脂(按 ISO 662^[1]的方法 A 测定);
 - 2) 油料籽实(按 GB/T 14489.1^[2]的方法测定);
 - 3) 油料籽实饼粕(按 GB/T 10358^[3]的方法测定);
 - 4) 谷物,不包括玉米及谷类产品(按 ISO 712^[4]的方法测定);
 - 5) 玉米(按 GB/T 10362《玉米水分测定法》^[5]的方法测定)。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 14699.1 饲料 采样(GB/T 14699.1—2005,ISO 6497:2002,IDT)

GB/T 20195 动物饲料 试样的制备(GB/T 20195—2006,ISO 6498:1998,IDT)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

水分和其他挥发性物质含量 **moisture and other volatile matter content**

按照本标准规定的步骤干燥样品所损失物质的质量。

注:水分和其他挥发性物质含量通常以质量分数(%)表示。

4 原理

根据样品性质的不同,在特定条件下对试样进行干燥所损失的质量在试样中所占的比例。

5 仪器和材料

实验室常用及以下仪器、材料。

- 5.1 分析天平:感量 1 mg。
- 5.2 称量瓶:由耐腐蚀金属或玻璃制成,带盖。其表面积能使样品铺开约 0.3 g/cm²。
- 5.3 电热鼓风干燥箱:温度可控制在 103℃±2℃。
- 5.4 电热真空干燥箱:温度可控制在 80℃±2℃,真空度可达 13 kPa。

应备有通入干燥空气导入装置或以氧化钙(CaO)为干燥剂的装置。(20 个样品需 300 g 氧化钙)。

5.5 干燥器:具有干燥剂。

5.6 砂:经酸洗。

6 采样

按 GB/T 14699.1 采样。

样品应具有代表性,在运输和贮存过程中避免发生损坏和变质。

7 试样制备

按 GB/T 20195 制备试样。

8 分析步骤

8.1 试样

8.1.1 液体、粘稠饲料和以油脂为主要成分的饲料

称量瓶(5.2)内放一薄层砂(5.6)和一根玻璃棒。将称量瓶及内容物和盖一放入 103℃ 的干燥箱(5.3)内干燥 30 min±1 min。盖好称量瓶盖,从干燥箱中取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。

称取 10 g 试样(第 7 章)于称量瓶中,准确至 1 mg。用玻璃棒将试样与砂充分混合,玻璃棒留在称量瓶中,按 8.2 操作。

8.1.2 其他饲料

将称量瓶(5.2)放入 103℃ 干燥箱(5.3)中干燥 30 min±1 min 后取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。

称取 5 g 试样(第 7 章)于称量瓶中,准确至 1 mg,并摊匀。

8.2 测定

将称量瓶盖放在下面或边上与称量瓶一同放入 103℃ 干燥箱(5.3)中,建议平均每升干燥箱空间最多放一个称量瓶。

当干燥箱温度达 103℃ 后,干燥 4 h±0.1 h。将盖盖上,从干燥箱中取出,在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量,准确至 1 mg。

以油脂为主要成分的饲料应在 103℃ 干燥箱(5.3)中再干燥 30 min±1 min。两次称量的结果相差不应大于试样质量的 0.1%,如果大于 0.1%,按 8.3 操作。

8.3 检查试验

为了检查在干燥过程中是否有因化学反应[如美拉德(Maillard)反应]而造成不可接受的质量变化,作如下检查。

在干燥箱(5.3)中于 103℃ 再次干燥称量瓶和试样,时间为 2 h±0.1 h。在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量,准确至 1 mg。如果经第二次干燥后质量变化大于试样质量的 0.2%,就可能发生了化学反应。在这种情况下按 8.4 所述步骤操作。

注:此处试样质量 0.2% 的变化不应与 10.2 所说的重复性限相混淆。后者涉及的是在重复性条件下两个独立试验结果的绝对偏差。而前者是基于检查再次加热前后同一试样的称量结果差别,以确定是否发生了不可接受的化学变化。

8.4 发生不可接受质量变化的样品

按 8.1 取试样。将称量瓶盖放在下面或边上与称量瓶一同放入 80℃ 的真空干燥箱(5.4)中,减压至 13 kPa。通入干燥空气或放置干燥剂干燥试样。在放置干燥剂的情况下,当达到设定的压力后断开真空泵。在干燥过程中保持所设定的压力。当干燥箱温度达到 80℃ 后,加热 4 h±0.1 h。小心地将干燥箱恢复至常压。打开干燥箱,立即将称量瓶盖盖上,从干燥箱中取出,放入干燥器中冷却至室温称量,

准确至 1 mg。

将试样再次放入 80℃ 的真空干燥箱中干燥 30 min ± 1 min, 直至连续两次干燥质量变化之差小于其质量的 0.2%。

8.5 测定次数

同一试样进行两个平行测定。

9 计算

9.1 未作预处理的样品

未作预处理的样品, 其水分和其他挥发性物质的含量 w_1 以质量分数表示, 数值以 % 计, 按式(1)计算:

$$w_1 = \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_3 ——试样的质量, 单位为克(g);

m_4 ——称量瓶(包括盖)的质量, 如使用砂和玻璃棒, 也包括砂和玻璃棒的质量, 单位为克(g);

m_5 ——称量瓶(包括盖)和干燥后试样的质量, 如使用砂和玻璃棒, 也包括砂和玻璃棒的质量, 单位为克(g)。

9.2 经过预处理的样品

注: 对于难以粉碎的样品见 GB/T 20195。

9.2.1 样品水分含量高于 17%, 脂肪含量低于 120 g/kg, 只需预干燥的样品, 其水分和其他挥发性物质的含量 w_2 以质量分数表示, 数值以 % 计, 按式(2)计算:

$$w_2 = \left(\frac{m_0 - m_1}{m_0} + \left[\frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right] \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

m_0 ——试样经提取和/或空气风干前的质量, 单位为克(g);

m_1 ——试样经提取和/或空气风干后的质量, 单位为克(g);

m_3 ——试样的质量, 单位为克(g);

m_4 ——称量瓶(包括盖)的质量, 如使用砂和玻璃棒, 也包括砂和玻璃棒的质量, 单位为克(g);

m_5 ——称量瓶(包括盖)和干燥后试样的质量, 如使用砂和玻璃棒, 也包括砂和玻璃棒的质量, 单位为克(g)。

9.2.2 经脱脂的高脂肪低水分试样及经脱脂和预干燥的高脂肪高水分试样, 其水分和其他挥发性物质的含量 w_3 , 以质量分数表示, 数值以 % 计, 按式(3)计算:

$$w_3 = \left(\frac{m_0 - m_1 - m_2}{m_0} + \left[\frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times \frac{m_1}{m_0} \right] \right) \times 100 \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

m_2 ——从试样中提取脂肪的质量(见 GB/T 20195), 单位为克(g);

式中其他符号的含义同 9.2.1。

9.3 结果表示

取两次平行测定的算术平均值作为结果(8.5), 两个平行测定结果的绝对差值不大于 0.2%。超过 0.2%, 重新测定。

结果精确至 0.1%。

10 精密度

10.1 实验室间对比试验

本方法实验室间测定精密度的详细情况参见附录 A。该实验室间比对测定的结果,可能不适用于附录 A 以外的其他含量范围和饲料品种。

10.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测定方法,在短时间内,对同一被测试样相互独立进行测定获得的两个测定结果的绝对差值,超过表 1 所给出的重复性限 r 值的情况不大于 5%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R)

样品	水分和其他挥发性物质的含量/(%)	重复性限/(%)	再现性限/(%)
配合饲料	11.43	0.71	1.99
浓缩饲料	10.20	0.55	1.57
糖蜜饲料	7.92	1.49	2.46
干牧草	11.77	0.78	3.00
甜菜渣	86.05	0.95	3.50
苜蓿(紫花苜蓿)	80.30	1.27	2.91

10.3 再现性

在不同实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测定方法,对同一被测试样相互独立进行测定获得的两个测试结果的绝对差值,超过表 1 所给出的再现性限 R 的情况不大于 5%。

11 检验报告

检验报告应包括:

- 识别样品所需的全部信息;
- 如果知道,应说明所用的采样方法;
- 所使用的测定方法;
- 对本标准未指明的或可供选择的所有操作细节,以及可能影响实验结果的任何偶发事件的细节加以说明;
- 所得到的测定结果。如果进行了重复性检验,则给出最后的测定结果。

附 录 A
(资料性附录)
实验室间对比测定结果

实验室间测定由 ISO /TC 34/SC 10 动物饲料分委员会于 1996 年组织并按 ISO 5725-2:1994^[7] 进行。此测定有 23 个实验室参加。对配合饲料、浓缩饲料、糖蜜饲料、干牧草、甜菜渣、苜蓿(紫花苜蓿)等样品进行了研究。

表 A.1 实验室间测定的统计结果

参 数	样品 ^a					
	1	2	3	4	5	6
剔除异常值后保留的实验室数	23	23	19	23	23	23
水分和其他挥发性物质含量的平均值/(%)	11.43	10.20	7.92	11.77	86.05	80.30
重复性标准偏差 S_r /(%)	0.253	0.195	0.533	0.28	0.34	0.454
重复性变异系数/(%)	2.21	1.91	6.73	2.38	0.40	0.57
重复性限 $r(2.8 \times S_r)$ /(%)	0.71	0.55	1.49	0.78	0.95	1.27
再现性标准偏差 S_R /(%)	0.71	0.562	0.878	1.07	1.25	1.04
再现性变异系数/(%)	6.22	5.51	11.09	9.09	1.45	1.30
再现性限 $R(2.8 \times S_R)$ /(%)	1.99	1.57	2.46	3.00	3.50	2.91
^a 样品1:配合饲料; 2:浓缩饲料; 3:糖蜜饲料; 4:干牧草; 5:甜菜渣; 6:苜蓿(紫花苜蓿)。						

参 考 文 献

- [1] ISO 662, Animal and vegetable fats and oils—Determination of moisture and volatile matter content.
 - [2] GB/T 14489.1 油料水分及挥发物含量测定法(GB/T 14489.1—1993, eqv ISO 665:1977, Oilseeds—Determination of moisture and volatile matter content).
 - [3] GB/T 10358 油料饼粕中水分及挥发物含量测定法(GB/T 10358—1993, eqv ISO 771:1977, Oilseed residues—Determination of moisture and volatile content).
 - [4] ISO 712, Cereals and cereal products—Determination of moisture content (Routine reference method).
 - [5] GB/T 10362 玉米水分测定法[GB/T 10362—1989, eqv ISO 6540:1980, Maize—Determination of moisture content(on milled grains and on whole grains)].
 - [6] ISO 5725-1:1994, Accuracy(trueness and precision)of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions.
 - [7] ISO 5725-2:1994, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 2:Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method.
-