



中华人民共和国国家标准

GB/T 6438—2007/ISO 5984:2002
代替 GB/T 6438—1992

饲料中粗灰分的测定

Animal feeding stuffs—Determination of crude ash

(ISO 5984:2002, IDT)

2007-06-21 发布

2007-09-01 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 5984:2002《动物饲料中粗灰分的测定》(英文版)。

为便于使用,本标准进行了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的“,”;
- 采样按 GB/T 14699.1 执行;
- 试样制备按 GB/T 20195 执行;
- 删除了国际标准的前言;
- 增加了本国标准前言;
- 5.5 中增加了“如瓷质材料”;
- 8 中增加了计算公式的编号。

本标准代替 GB/T 6438—1992《饲料中粗灰分的测定方法》。

本标准与 GB/T 6438—1992 的主要区别是:

- 取消了恒质的要求;
- 按 ISO 5984:2002 的要求,用精密度代替允许差。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(武汉)。

本标准主要起草人:武润仙、杨林、何一帆、钱昉、钟鸣、杨爱华、张朝富。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 6438—1986、GB/T 6438—1992。

饲料中粗灰分的测定

1 范围

本标准规定了动物饲料中粗灰分的测定方法。

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

粗灰分 crude ash

在本标准规定的条件下,550℃灼烧所得的残渣。

4 原理

试样中的有机质经灼烧分解,对所得的灰分称量。

注:灰分用质量分数表示。

5 仪器设备

除常用实验室设备外,其他仪器设备如下。

5.1 分析天平:感量为0.001 g。

5.2 马弗炉:电加热,可控制温度,带高温计。马弗炉中摆放煅烧盘的地方,在550℃时温差不超过20℃。

5.3 干燥箱:温度控制在(103±2)℃。

5.4 电热板或煤气喷灯。

5.5 煅烧盘:铂或铂合金(如10%铂,90%金)或在实验条件下不受影响的其他物质(如瓷质材料),最好是表面积约为20 cm²、高约为2.5 cm的长方形容器,对易于膨胀的碳水化合物样品,灰化盘的表面积约为30 cm²、高为3.0 cm的容器。

5.6 干燥器:盛有有效的干燥剂。

6 采样

重要的是实验室收到一份真正具有代表性的样品,并且在运输及保存过程中不受到破坏或不发生变化。

样品应以不破坏或不改变其组分的方式贮存。

采样按GB/T 14699.1执行。

7 分析步骤

7.1 试样制备

试样制备按 GB/T 20195 执行。

7.2 试验步骤

将煅烧盘(5.5)放入马弗炉(5.2)中,于 550℃,灼烧至少 30 min,移入干燥器(5.6)中冷却至室温,称量,准确至 0.001 g。称取约 5 g 试样(7.1)(精确至 0.001 g)于煅烧盘(5.5)中。

7.3 测定

将盛有试样(7.2)的煅烧盘放在电热板或煤气喷灯(5.4)上小心加热至试样炭化,转入预先加热到 550℃的马弗炉(5.2)中灼烧 3 h,观察是否有炭粒,如无炭粒,继续于马弗炉中灼烧 1h,如果有炭粒或怀疑有炭粒,将煅烧盘冷却并用蒸馏水润湿,在(103±2)℃的干燥箱(5.3)中仔细蒸发至干,再将煅烧盘置于马弗炉中灼烧 1h,取出于干燥器中,冷至室温迅速称量,准确至 0.001 g。

注:由上述步骤得到的粗灰分可用于测定盐酸不溶性灰分(参见 ISO 5985)。

对同一试样取两份试料进行平行测定。

8 结果表示

粗灰分 W ,用质量分数(%)表示,按式(1)计算:

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

式中:

m_2 ——灰化后粗灰分加煅烧盘的质量,单位为克(g);

m_0 ——为空煅烧盘的质量,单位为克(g);

m_1 ——装有试样的煅烧盘质量,单位为克(g)。

取两次测定的算术平均值作为测定结果,重复性限(见 9.2)满足要求,结果表示至 0.1%(质量分数)。

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,从该试验得出的结果可能不适用附录 A 中列出以外的物质和浓度范围。

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%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R) 单位为克每千克

样品	粗灰分	r	R
鱼粉	179.8	2.7	4.4
木薯	59.1	2.4	3.6
肉粉	175.6	2.4	5.6
仔猪饲料	50.2	2.1	3.3
仔鸡饲料	42.7	0.9	2.2
大麦	20.0	1.0	1.9
糖浆	119.9	3.6	9.1
挤压棕榈粕	35.8	0.7	1.6

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%。

10 试验报告

试验报告应详细说明下列信息:

- a) 识别样品所必需的全部信息;
- b) 如果已知采样方法,应说明使用的采样方法;
- c) 采用的测定方法,附本标准的参考文献;
- d) 所有本标准未规定的、或认为是非强制性的、以及可能影响测定结果的全部细节;
- e) 获得的测定结果;
- f) 如果检查了重复性则提供两个测定结果,应提供得到的最终结果。

附 录 A
(资料性附录)
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,其中用 Grubbs 试验代替 Dixon 试验确定高峰值。本试验有 40 个~52 个试验室参加,样品有鱼粉等,实验室间试验结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间试验统计结果

参数	样品 ^a							
	1	2	3	4	5	6	7	8
实验室数	52	48	47	50	48	48	40	49
可接受的结果	50	47	43	49	44	45	39	46
灰分平均值/(g/kg)	179.8	59.1	175.6	50.2	42.7	20.0	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/%	1.5	4.1	1.4	4.2	2.1	5.0	3.0	2.0
重复性限(r)/(g/kg)	2.7	2.4	2.4	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/%	2.5	6.0	3.2	6.6	5.1	9.6	7.6	4.4
再现性限(R)/(g/kg)	4.4	3.6	5.6	3.3	2.2	1.9	3.1	1.6
^a 1:鱼粉; 5:仔鸡饲料; 2:木薯; 6:大麦; 3:肉粉; 7:糖蜜; 4:仔猪饲料; 8:挤压棕榈粕。								

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
- [3] ISO 5985 动物饲料 盐酸不溶性灰分的测定
- [4] ISO 6497 动物饲料 抽样
-