

ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 23742—2009/ISO 5985:2002

饲料中盐酸不溶灰分的测定

Animal feeding stuffs—Determination of ash insoluble in
hydrochloric acid

(ISO 5985:2002, IDT)

2009-05-12 发布

2009-09-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准等同采用 ISO 5985:2002《动物饲料中盐酸不溶灰分的测定》(英文版)。

为便于使用,本标准做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的“,”;
- 删除国际标准的前言;
- 增加国家标准的前言;
- 把“动物饲料”改为“饲料”;
- 将“ISO 6497:2002”替换为“GB/T 14699.1”;
- 将“ISO 6498:1998”替换为“GB/T 20195”;
- 将“ISO 5984”替换为“GB/T 6438”;
- 国际标准中“方法 A”和“方法 B”的表示,用“灼烧处理法”和“酸处理法”代替;
- 8.2.1 中增加空煅烧器皿的恒重;
- 6.4 中加入电炉;
- 第 9 章中增加了公式的编号。

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(SAC/TC 76)提出并归口。

本标准起草单位:中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所[国家饲料质量监督检验中心(北京)]。

本标准主要起草人:李丽蓓、饶正华、张苏。

饲料中盐酸不溶灰分的测定

1 范围

本标准规定了饲料中盐酸不溶灰分的测定方法。

因试样的种类而确定适用的处理方法。

- a) 灼烧处理法适用于有机的单一饲料和配合饲料(酸处理法提到的除外)。
- b) 酸处理法适用于矿物质、矿物质混合物和用灼烧处理法测定的盐酸不溶灰分大于1%的配合饲料。

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 6438 饲料中粗灰分的测定(GB/T 6438—2007, ISO 5984:2002, IDT)

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

盐酸不溶灰分 ash insoluble in hydrochloric acid

在本标准规定的条件下,不溶于稀盐酸的那一部分灰分。

注:盐酸不溶灰分用质量分数表示。

4 原理

4.1 灼烧处理法:通过灰化将试样中的有机物分解,获得的灰分用盐酸处理,过滤混合物,然后干燥,称其残渣的质量。

4.2 酸处理法:用盐酸处理过的试样,过滤后干燥,再烧成灰。获得的灰分按4.1处理。

5 试剂

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 盐酸溶液:3 mol/L。

5.2 三氯乙酸溶液:200 g/L。

5.3 三氯乙酸溶液:10 g/L。

6 仪器设备

实验室常用设备以及以下设备。

6.1 分析天平:感量0.001 g。

6.2 马弗炉:电加热,自动控温,配有高温计。马弗炉中摆放煅烧器皿的地方,在550℃时温差不会超过20℃。

6.3 干燥箱:温度控制在 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

6.4 电热板、燃烧器或电炉。

6.5 沸水浴。

6.6 煅烧器皿:铂或铂金制品(如 10%铂,90%金)或在实验条件下不受影响的其他材质(如 50 mL 瓷坩埚)。器皿为矩形,底面积约 20 cm^2 ,高度约 2.5 cm。对易于膨胀的碳水化合物试样,器皿底面积约 30 cm^2 ,高度约 3 cm。

6.7 干燥器:盛有有效的干燥剂。

7 采样

重要的是实验室收取的试样具有代表性,在运输或储存过程中未被损坏或改变。

储存试样时不应使成分变质或改变。

采样按 GB/T 14699.1 执行。

8 测定步骤

8.1 试样的准备

试样制备按 GB/T 20195 执行。

8.2 灼烧处理法

8.2.1 试样称量

8.2.1.1 将煅烧器皿(6.6)放入马弗炉(6.2)中,于 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧至少 30 min,移入干燥器(6.7)中冷却至室温,称重,准确至 0.001 g。

8.2.1.2 称量 5 g 试样(8.1)至恒重的煅烧器皿(6.6),准确至 0.001 g。

8.2.2 测定

8.2.2.1 将盛有试样的煅烧器皿(8.2.1.2)放于电热板、燃烧器或电炉上(6.4),逐渐加热至试样炭化,转入马弗炉(6.2)中,设定温度为 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 3 h。仔细观察灰分中是否有碳粒,若无碳粒,将煅烧器皿(6.6)继续放于马弗炉(6.2)中灼烧 1 h。如果有碳粒或怀疑有碳粒,让煅烧器皿冷却并用蒸馏水润湿,在 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱(6.3)中将其小心蒸发至干,再将煅烧器皿放入马弗炉(6.2)中灼烧 1 h,取出置于干燥器(6.7)中冷却至室温。

注:此条件下得到的灰分符合 GB/T 6438 中规定的要求。

8.2.2.2 将得到的灰分用 75 mL 稀盐酸(5.1)转移到 250 mL~400 mL 烧杯中,在电热板、燃烧器或电炉(6.4)上小心加热沸腾 15 min,用不含灰分滤纸过滤,热水冲洗滤纸与残渣,直至洗液中不呈酸性。将带有残渣的滤纸置于煅烧器皿(6.6)上,置于干燥箱(6.3)中, $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 烘 2 h,将煅烧器皿放入 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 马弗炉(6.2),灼烧 30 min。取出煅烧器皿放入干燥器(6.7)内冷却后称重,准确至 0.001 g。再次放于马弗炉(6.2)内 $550\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 30 min。将煅烧器皿(6.6)放入干燥器(6.7)内冷却至室温,迅速称量,准确至 0.001 g。

8.2.2.3 同一试样应取两份进行平行测定。

8.3 酸处理法

8.3.1 试样称量

称量 5 g 试样(8.1)于 250 mL~400 mL 烧杯中,准确至 0.001 g。

8.3.2 测定

8.3.2.1 在含有试样的烧杯(8.3.1)中依次加入 25 mL 水与 25 mL 稀盐酸(5.1)。混匀后静置至泡沫消失。再加入 50 mL 盐酸,如果还有泡沫,静置至泡沫消失。于沸水浴锅(6.5)中加热烧杯 30 min 或更长时间,直至所有淀粉完全水解。

用不含灰分滤纸过滤溶液,用 50 mL 热水冲洗滤纸与残渣。

8.3.2.2 如果溶液很难过滤,重新取样测定,但是要用 50 mL 三氯乙酸溶液(5.2)代替 50 mL 盐酸。冲洗滤纸和残渣时,先用热三氯乙酸溶液(5.3)冲洗,再用热水冲洗。

8.3.2.3 将带有残渣的滤纸置于煅烧器皿(6.6)上,在干燥箱(6.3)内,103 °C±2 °C烘 2 h。再放于马弗炉(6.2)内 550 °C灼烧 3 h。让煅烧器皿(6.6)在干燥器(6.7)中冷却至室温。

8.3.2.4 继续 8.2.2.2 的步骤操作。

8.3.2.5 同一试样应取两份进行平行测定。

9 结果计算

试样中盐酸不溶灰分 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 ——煅烧器皿与盐酸不溶灰分的总质量,单位为克(g);

m_0 ——空煅烧器皿质量,单位为克(g);

m_1 ——煅烧器皿与试样的总质量,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 10.2)满足要求,结果表示至 0.1%(质量分数)。

10 精密度

10.1 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。

10.2 重复性

在同一实验室,同一试样,由同一操作人员使用同一设备获得的两个独立的测定结果的绝对差值不能超过表 1 中给出的重复性限(r)的 5%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R)

单位为克每千克

样品名称	盐酸不溶灰分	r	R
鱼粉	8.2	0.8	2.3
木薯粉	34.6	2.8	5.2
肉粉	8.6	0.8	1.9
小猪饲料	2.6	0.3	1.0
肉鸡饲料	1.7	0.3	1.0
大麦	2.6	0.5	1.7
挤压棕榈粕	6.0	0.8	1.2

10.3 再现性

在不同实验室,用同样的方法,对同一试样,由不同的操作人员,用不同的设备得到的两个独立的测定结果的绝对差值不能超过表 1 中给出的再现性限(R)的 5%。

11 试验报告

试验报告应详细说明下列信息:

- a) 完成样品检测所需的所有信息;
- 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)
实验室间试验的结果

根据 ISO 5725-1 和 ISO 5725-2 进行实验室间试验,以确定本方法的精密度,其中用格拉布斯(Grubbs)试验代替狄克逊(Dixon)试验确定高峰值。本试验有 20 个~30 个实验室参加,样品有鱼粉、木薯粉、肉粉、小猪饲料、肉鸡饲料、大麦、挤压棕榈粕。实验室间试验结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间测试结果

参数	样品 ^a						
	1	2	3	4	5	6	7
实验室数	29	30	23	22	20	24	25
单独结果数	29	30	23	22	20	24	25
承认结果的数	28	29	22	20	19	23	23
盐酸不溶灰分平均值/(g/kg)	8.2	34.6	8.6	2.6	1.7	2.6	6.0
重复性标准偏差(S_r)/(g/kg)	0.3	1.0	0.3	0.1	0.1	0.2	0.3
重复性变异系数/%	9.5	8.0	8.9	12.2	17.6	18.3	13.3
重复性限(r)/(g/kg)	0.8	2.8	0.8	0.3	0.3	0.5	0.8
再现性标准偏差(S_R)/(g/kg)	0.8	1.7	0.7	0.3	0.3	0.6	0.4
再现性变异系数/%	28.1	14.9	22.5	39.1	56.9	64.7	20.7
再现性限(R)/(g/kg)	2.3	5.2	1.9	1.0	1.0	1.7	1.2

^a 1:鱼粉;2:木薯粉;3:肉粉;4:小猪饲料;5:肉鸡饲料;6:大麦;7:挤压棕榈粕。

参 考 文 献

- [1] ISO 5725-1 测试方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:基本原理与定义
- [2] ISO 5725-2 测试方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测试方法重复性和可再现性的基本方法
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
饲料中盐酸不溶灰分的测定
GB/T 23742—2009/ISO 5985:2002

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

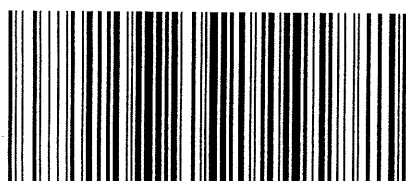
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2009年7月第一版 2009年7月第一次印刷

*

书号: 155066·1-38179 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 23742-2009

打印日期: 2009年10月14日