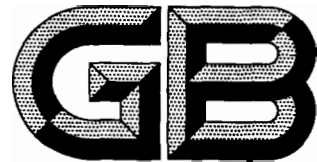


ICS 65.120
B 46



中华人民共和国国家标准

GB/T 6435—2014
代替 GB/T 6435—2006

饲料中水分的测定

Determination of moisture in feedstuffs

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

2014-07-08 发布

2015-01-09 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6435—2006《饲料中水分和其他挥发性物质含量的测定》。

本标准与 GB/T 6435—2006 相比主要变化如下：

- 标准的名称改为“饲料中水分的测定”；
- 由等同采用调整为修改采用；
- 修改了“范围”中的第一、第二段；
- “范围”中“谷物,不包括玉米及谷类产品”修改为“谷物(不包括玉米)及谷物产品”；
- “范围”中 GB/T 9696 替代了 ISO 662; GB/T 21305 替代了 ISO 712;
- 删除了“水分及其他挥发性物质”定义,增加了“水分 moisture”定义;
- 增加了称量瓶的规格要求;
- 8.1~8.4 修改为“直接干燥法”和“减压干燥法”两条;
- 增加了直接干燥法水分含量 $\geq 15\%$ 的样品的重复性要求;
- 删除了 9.2“经过预处理的样品”;
- 删除了第 1 章、附录中参考文献的标注编号和附录中参考文献 ISO 5725-1:1994;重新排列了参考文献的顺序。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 6496:1999《动物饲料 水分和其他挥发性物质含量的测定》。

本标准与 ISO 6496:1999 相比在结构上有较多调整,附录 A 中列出了本标准与 ISO 6496:1999 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 6496:1999 相比存在技术性差异。这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示,附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会(SAC/TC 76)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)、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)]、中国饲料工业协会。

本标准主要起草人:孟凡胜、张苏、栗胜兰、刘继明、梁萌、李宏、郭洁、宫玲玲。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 6435—1986、GB/T 6435—2006。

饲料中水分的测定

1 范围

本标准规定了饲料、饲料原料和饲料添加剂中水分的测定方法。

本标准适用于饲料、饲料原料和饲料添加剂中水分含量的测定。

本标准不适用于：

- 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)的饲料；
- e) 下列饲料原料：
 - 1) 动植物油脂(按 GB/T 9696 标准的方法 A 测定)；
 - 2) 油料(按 GB/T 14489.1 的方法测定)；
 - 3) 油料饼粕(按 GB/T 10358 的方法测定)；
 - 4) 谷物(不包括玉米)及谷物产品(按 GB/T 21305 的方法测定)；
 - 5) 玉米(按 GB/T 10362 的方法测定)。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 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文件。

3.1

水分 moisture

按照本标准规定的步骤干燥样品所损失物质(水分和其他挥发性物质)的质量。

4 原理

根据样品性质选择特定条件对试样进行干燥，通过试样干燥损失的质量计算水分的含量。

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。

GB/T 6435—2014

5.2 称量瓶。

5.2.1 玻璃称量瓶:直径 50 mm,高 30 mm,或能使样品铺开约 0.3 g/cm^2 规格的其他耐腐蚀金属称量瓶(减压干燥法须耐负压的材质)。

5.2.2 玻璃称量瓶:直径 70 mm,高 35 mm,或能使样品铺开约 0.3 g/cm^2 规格的其他耐腐蚀金属称量瓶(减压干燥法须耐负压的材质)。

5.3 电热干燥箱:温度可控制在 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.4 电热真空干燥箱:温度可控制在 $80 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$,真空度可达 13 kPa 以下。

应具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:经酸洗或市售(试剂)海砂。

6 采样

按 GB/T 14699.1 或相关标准规定的方法采样。

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 直接干燥法

8.1.1 固体样品

将洁净的称量瓶(5.2.1)放入 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱(5.3)中,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上。干燥 $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 后盖上称量瓶盖,将称量瓶取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量(m_1),准确至 1 mg。

称取 5 g 试料(m_2)于称量瓶内,准确至 1 mg,并摊平。将称量瓶放入 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱(5.3)内,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上,建议平均每立方米干燥箱空间最多放一个称量瓶。

当干燥箱温度达 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 后,干燥 $4 \text{ h} \pm 0.1 \text{ h}$ 。盖上称量瓶盖,将称量瓶取出放入干燥器冷却至室温。称量其质量(m_3),准确至 1 mg。再于 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱中干燥 $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$,从干燥箱中取出,放入干燥器冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。

如果两次称量值的变化小于等于试料质量的 0.1%,以第一次称量的质量(m_3)按式(1)计算水分含量;若两次称量值的变化大于试料质量的 0.1%,将称量瓶再次放入干燥箱中于 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥 $2 \text{ h} \pm 0.1 \text{ h}$,移至干燥器中冷却至室温,称量其质量,准确至 1 mg。若此次干燥后与第二次称量值的变化小于等于试料质量的 0.2%,以第一次称量的质量(m_3)按式(1)计算水分含量;大于 0.2%时按本标准 8.2 法测定水分。

8.1.2 半固体、液体或含脂肪高的样品

在洁净的称量瓶(5.2.2)内放一薄层砂(5.6)和一根玻璃棒。将称量瓶放入 $103 \text{ }^\circ\text{C} \pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ 干燥箱(5.3)内,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上,干燥 $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ 。盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量(m_1),准确至 1 mg。

称取 10 g 试料(m_2)于称量瓶内,准确至 1 mg。用玻璃棒将试料与砂混匀并摊平,玻璃棒留在称量瓶内。将称量瓶放入干燥箱中,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上。建议平均每立方米干燥箱空间最多放一个称量瓶。

当干燥箱温度达 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,干燥 $4\text{ h}\pm 0.1\text{ h}$ 。盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放入干燥器冷却至室温。称量其质量(m_3),准确至 1 mg。再于 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥箱中干燥 $30\text{ min}\pm 1\text{ min}$,从干燥箱中取出,放入干燥器冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。

如果两次称量值的变化小于等于试料质量的 0.1%,以第一次称量的质量(m_3)按式(1)计算水分含量;若两次称量值的变化大于试料质量的 0.1%,将称量瓶再次放入干燥箱中于 $103\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 干燥 $2\text{ h}\pm 0.1\text{ h}$,移至干燥器中冷却至室温,称量其质量,准确至 1 mg。若此次干燥后与第二次称量值的变化小于等于试料质量的 0.2%,以第一次称量的质量(m_3)按式(1)计算水分含量;大于 0.2%时按本标准 8.2 法测定水分。

8.2 减压干燥法

按 8.1 条干燥称量瓶(固体样品 5.2.1;半固体、液体或含脂肪高的样品 5.2.2),称量其质量(m_1),准确至 1 mg。

按 8.1 条称取试料(m_2)。将称量瓶放入真空干燥箱(5.4)中,取下称量瓶盖并放在称量瓶的边上,减压至约 13 kPa。通入干燥空气或放置干燥剂。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 $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 后,加热 $4\text{ h}\pm 0.1\text{ h}$ 。干燥箱恢复至常压,盖上称量瓶盖,将称量瓶从干燥箱中取出,放在干燥器(5.5)中冷却至室温。称量其质量,准确至 1 mg。将试料再次放入真空干燥箱中干燥 $30\text{ min}\pm 1\text{ min}$,直至连续两次称量值的变化之差小于试样质量的 0.2%,以最后一次干燥称量值(m_3)计算水分的含量。

9 测定结果的计算和表示

9.1 测定结果的计算

试样中水分以质量分数 X 计,数值以%表示,按式(1)计算:

$$X = \frac{m_2 - (m_3 - m_1)}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——称量瓶的质量,如使用砂和玻璃棒,也包括砂和玻璃棒,单位为克(g);

m_2 ——试料的质量,单位为克(g);

m_3 ——称量瓶和干燥后试料的质量,如使用砂和玻璃棒,也包括砂和玻璃棒,单位为克(g)。

9.2 测定结果的表示

取两次平行测定的算术平均值作为结果。结果精确至 0.1%。

直接干燥法:两个平行测定结果,水分含量 $<15\%$ 的样品绝对差值不大于 0.2%。水分含量 $\geq 15\%$ 的样品相对偏差不大于 1.0%。

减压干燥法:两个平行测定结果,水分含量的绝对差值不大于 0.2%。

10 精密度

10.1 实验室的对比试验

本方法实验室的测定精密度的详细情况见附录 C。该实验室比对测定的结果,可能不适用于附录

GB/T 6435—2014

C 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 的情况不大于 5%。

表 1 重复性限(r)和再现性限(R)

样品	水分/%	重复性限 r /%	再现性限 R /%
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定结果的绝对差值,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;
- 采样方法(如果知道);
- 测定方法;
- 本标准未指明的或可供选择的所有操作,以及可能影响测定结果的因素;
- 所得到的测定结果;
- 如果检验了重复性,给出最后的结果。

附 录 A
(资料性附录)

本标准与 ISO 6496:1999 相比的结构变化情况

本标准与 ISO 6496:1999 相比在结构上有较多调整,具体章条编号对照情况见表 A.1。

表 A.1 本标准与 ISO 6496:1999 的章条编号对照情况

本标准章条编号	对应的 ISO 章条编号
—	引言
5.2.1	5.2
5.2.2	5.2
8.1	8.1~8.3
8.1.1	8.1.2、8.2、8.3
8.1.2	8.1.1、8.2、8.3
8.2	8.4
—	9.2、9.2.1、9.2.2
9.2	8.5、9.3
附录 A	—
附录 B	—
附录 C	附录 A

GB/T 6435—2014

附录 B

(资料性附录)

本标准与 ISO 6496:1999 的技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 6496:1999 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 ISO 6496:1999 的技术性差异及其原因

本标准 章条编号	技术性差异	原因
封面	将 ISO 6496:1999 标准的名称《动物饲料 水分和其他挥发性物质含量的测定》修改为《饲料中水分的测定》	《饲料工业术语》GB/T 10647—2008 使用“水分”；大部分饲料行业的标准使用“水分”；我国饲料行业习惯使用“水分”来描述这一技术指标
前言	删除了 ISO 6496:1999 的前言,重新起草了前言	符合 GB/T 1.1 要求
1	将 ISO 6496:1999 范围中的“饲料”修改为“饲料、饲料原料和饲料添加剂”	适应我国目前的饲料分类情况
1	用 GB/T 9696、GB/T 10358、GB/T 10362、GB/T 14489.1、GB/T 21305 分别代替 ISO 662、ISO 771、ISO 6540、ISO 665、ISO 712	有一致性的对应关系
2	将 ISO 6496:1999 规范性引用文件中的引语修改为:“下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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。”	符合 GB/T 1.1 要求
2	关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,调整的情况集中反映在第二章“规范性引用文件”中,具体调整如下: —增加了 GB/T 14699.1 饲料 采样(见第 6 章); —用 GB/T 20195 代替了 ISO 6498(见第 7 章)	标准引用了 GB/T 14699.1; 用我国的标准代替 ISO 的标准,便于使用相关标准
3.1	删除“水分及其他挥发性物质”定义,增加“水分 moisture 按照本标准规定的步骤干燥样品所损失物质(水分和其他挥发性物质)的质量。”定义	便于理解术语“水分”
5.1, 5.2	增加了称量瓶的规格和材质要求	增加称量瓶的规格要求,以方便选用。 在负压条件下,中空的称量瓶盖有爆裂的潜在可能
5.6	增加了“市售(试剂)海砂”	已有作为试剂的海砂,便于选用
6	增加了“相关标准规定的方法采样”	有的产品标准规定了适合该产品相应的采样方法
8.1~8.2	对 ISO 6496:1999 第 8.1~8.4 条作了编辑性修改,分为“8.1 直接干燥法”和“8.2 减压干燥法”两条	条文更清晰,便于使用

表 B.1 (续)

本标准 章条编号	技术性差异	原因
8.1~8.2	增加了检查试验后,不需要采用减压干燥法测定的取值要求	条文更明确,便于操作
9.1	对 ISO 6496:1999 中 9.1 条的公式作了编辑性修改: $W_1 = \frac{m_3 - (m_5 - m_4)}{m_3} \times 100\%$ 改为: $X = \frac{m_2 - (m_3 - m_1)}{m_2} \times 100\%$	适应我国的标准表述习惯
9	删除了 ISO 6496:1999 标准 9.2 条中的式(2)和式(3)	标准中没有涉及预处理样品的分析步骤,删除后条文更清晰
9.2	增加了直接干燥法中水分含量 $\geq 15\%$ 时,两个平行测定结果的相对偏差不大于 1.0%的要求	符合实际情况
11	对 ISO 6496:1999 中 11 章作了编辑性修改,将“所得到的测定结果;如果检验了重复性,给出最后的结果”分为两段	条文更清晰
参考文献	删除了 ISO 5725-1:1994。 删除了 ISO 6496:1999 中第 1 章、附录中参考文献的标注编号。 用 GB/T 6379.2—2004、GB/T 9696、GB/T 10358、GB/T 10362、GB/T 14489.1、GB/T 21305 分别代替 ISO 5725-2:1994、ISO 662、ISO 771、ISO 6540、ISO 665、ISO 712。 重新排列了参考文献的顺序	标准中没有涉及 ISO 5725-1:1994;所代替的标准有一致性的对应关系。 删除标注编号、重新排列顺序,符合 GB/T 1.1 的要求

GB/T 6435—2014

附录 C
(资料性附录)
实验室的测定结果

实验室的测定由 ISO/TC 34/SC 10 动物饲料分会于 1996 年组织并按 ISO 5725-2:1994 进行。此测定有 23 个实验室参加。对配合饲料、浓缩料、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 C.1 实验室测定的统计结果

参数	样品					
	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
注：样品 1：配合饲料； 样品 2：浓缩料； 样品 3：糖蜜饲料； 样品 4：干牧草； 样品 5：甜菜渣； 样品 6：苜蓿(紫花苜蓿)。						

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第2部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(ISO 5725-2:1994, IDT)
 - [2] GB/T 9696 动植物油脂 水分和挥发物含量测定
 - [3] GB/T 10358 油料饼粕 水分及挥发物含量的测定
 - [4] GB/T 10362 粮油检验 玉米水分测定
 - [5] GB/T 14489.1 油料 水分及挥发物含量测定
 - [6] GB/T 21305 谷物及谷物制品水分的测定 常规法
-