



中华人民共和国国家标准

GB/T 22510—2008/ISO 2171:2007

谷物、豆类及副产品 灰分含量的测定

Cereals, pulses and by-products—
Determination of ash yield by incineration

(ISO 2171:2007, IDT)

2008-11-04 发布

2009-01-20 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
谷物、豆类及副产品
灰分含量的测定

GB/T 22510—2008/ISO 2171:2007

*

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 1 字数 15 千字
2009年1月第一版 2009年1月第一次印刷

*

书号:155066·1-35562 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 22510-2008

前 言

本标准等同采用 ISO 2171:2007《谷物、豆类及副产品 灰分含量的测定》(英文版)。

为便于使用,本标准对 ISO 2171:2007 作了下列编辑性修改:

- “本国际标准”一词改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除国际标准的前言;
- 用“质量分数”代替“m/m”,用“体积分数”代替“v/v”;
- 将原引用标准 ISO 6540 改为 GB/T 10362;
- 将原引用标准 ISO 712 改为 GB/T 21305。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:北京国家粮食质量监测中心。

本标准主要起草人:吕琴、尚艳娥、王彩琴、李辉。

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂	2
6 仪器	2
7 杆样	2
8 试样的制备	2
9 测定步骤	2
9.1 水分含量的测定	2
9.2 灰化皿的准备	2
9.3 试样的准备	3
9.4 预灰化	3
9.5 灰化	3
9.6 测定次数	3
10 结果表示	3
11 精密度	3
11.1 实验室间试验	3
11.2 重复性	4
11.3 再现性	4
11.4 临界差	4
11.5 不确定度	4
12 测试报告	4
附录 A (资料性附录) 实验室间测试结果	6
附录 B (资料性附录) 重复性限和再现性限的实际应用	8
参考文献	9

谷物、豆类及副产品 灰分含量的测定

1 范围

本标准规定了食用谷物、豆类及其粉碎制品灰分含量的测定方法。

本标准适用于谷物颗粒、面粉和小麦颗粒粉、粉碎制品(麸皮和麸皮含量高的制品、粗粒面粉)、混合谷物粉(混合物)、除粉碎制品外的其他谷物副产品、豆类及其副产品等灰分含量测定。

本标准不适用于淀粉及淀粉衍生物(参见 ISO 3593)、饲料(参见 ISO 5984)、种子的灰分含量测定。

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 10362 粮油检验 玉米水分测定(GB/T 10362—2008,ISO 6540:1980,MOD)

GB/T 21305 谷物及谷物制品水分的测定 常规法(GB/T 21305—2007,ISO 712:1998,IDT)

ISO 24557 豆类水分含量的测定 烘箱法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

灰分 ash

试样经本标准规定方法灼烧后剩下的残留物。

4 原理

试样经高温灰化至有机物灼烧完全后,称量残留物。550℃灰化后残留物呈片状,900℃灰化后残留物呈玻璃状。

通常情况下,含盐(如氯化钠、焦磷酸盐)产品应采用(550±10)℃灰化。

不同产品类型采用的灰化温度见表1。

表1 产品类型和灰化温度

产 品 类 型	灰化温度/℃	
面粉	550±10	900±25
小麦颗粒粉	550±10	900±25
谷物颗粒	550±10	900±25
其他粉碎制品(麸皮、麸皮含量高的制品、粗粒面粉)	550±10	—
混合谷物产品(混合物)	550±10	—
除粉碎制品外的其他谷物副产品	550±10	—
豆类及其副产品	550±10	—

5 试剂

除其他说明,所使用的试剂为分析纯,水为蒸馏水、去离子水或相当纯度的水。

5.1 盐酸:1:1(体积比)体积混合。

5.2 五氧化二磷(P_2O_5)。

5.3 乙醇。

6 仪器

6.1 粉碎磨:容易清理,死角尽可能小,粉碎快速均匀。

6.2 灰化皿:容积不低于 20 mL,长方形或圆形,平底,底部表面积至少 12 cm²。在实验条件下灰化皿不被损害。合适的材质为:

a) 900 °C 为铂金或铱;

b) 550 °C 为石英或硅石。

在这两种情况下,使用的材质符合相应要求。

灰化皿应在盐酸(5.1)中至少浸泡 1 h,先用自来水淋洗,然后用蒸馏水冲洗,最后放在烘箱(6.7)中烘干。

6.3 电加热马福炉:可充分通风,有温度控制系统,耐热层在灰化温度下不掉渣,温度能控制在 $(900 \pm 25)^\circ\text{C}$ 或 $(550 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

6.4 干燥器:有多孔铝或陶瓷托盘,内盛五氧化二磷干燥剂。

6.5 分析天平:分度值 0.1 mg。

6.6 格槽分样器或锥形分样器。

6.7 烘箱:用于干燥灰化皿。

7 扦样

实验室所得样品应具有代表性,在运输和储存过程中不得受到损害或变质。

本标准不规定扦样方法,推荐采用 ISO 6644 和 ISO 13690。

8 试样的制备

对谷物或含有整粒谷物的产品,混合均匀后,根据所使用的粉碎磨(6.1)的要求,分取有代表性数量的样品。粉碎分取的样品。

其他产品不需粉碎。

9 测定步骤

9.1 水分含量的测定

玉米和豆类分别按 GB/T 10362 和 ISO 24557 测定试样的水分含量,其他谷物按 GB/T 21305 测定试样的水分含量。

豆类及其产品如果水分含量低于 7% 或高于 13%,应按 GB/T 21305 进行 90 min 烘干和水分调节。

9.2 灰化皿的准备

900 °C 的灰化皿(6.2):将洁净的灰化皿放入已达灰化温度的马福炉(6.3)内 5 min,取出,置入干燥器(6.4)中冷却,称量(6.5),精确至 0.1 mg。

550 °C 的灰化皿:将洁净的灰化皿放入烘箱(6.7)中烘干(如在 130 °C 烘 90 min),立即将灰化皿取出,置入干燥器(6.4)内冷却,称量(6.5),精确至 0.1 mg。

9.3 试样的准备

将准备好的试样仔细混匀,快速称量(6.5),精确至 0.1 mg。

灰化温度为 900 °C 时称取试样 3.9 g~4.1 g,对低密度产品,称取试样(2±0.1)g。

灰化温度为 550 °C 时称取试样 4.9 g~5.1 g,对低密度产品,称取试样(3±0.1)g。

称好的样品置于按 9.2 要求操作的灰化皿内,铺平样品使其成均匀薄层,不要压实。

9.4 预灰化

将盛有样品的灰化皿置于已达灰化温度的炉门口内。

在 900 °C 灰化时,样品立即燃烧。

在 550 °C 灰化时,需用乙醇(5.3)点燃,并需要进行预灰化,可以将灰化皿放入冷的马福炉内,然后升高炉温至灰化温度。

9.5 灰化

待试料燃烧完全后,将灰化皿放入马福炉内,关闭炉门。继续灰化至全部试料包括残留物中的碳粒灼烧完全,900 °C 至少灰化 1 h,550 °C 至少灰化 4 h。

灰化完全后,从马福炉内取出灰化皿,置于干燥器内冷却。不要叠放灰化皿以保证样品的有效干燥。

由于灰分的吸湿性,灰化皿达到室温后(金属灰化皿需放置 15 min~20 min,石英或硅石灰化皿需至少放置 60 min~90 min),立即快速称量,精确至 0.1 mg。

550 °C 灰化的样品,在打开干燥器时,要特别注意防止片状残留物被空气吹出。

样品测定结果的有效性应根据实验室的质量保证进行核查。

9.6 测定次数

同一试样至少进行两次测定。

10 结果表示

灰分含量 $w_{a,d}$ 以干基的质量分数表示,按式(1)计算:

$$w_{a,d} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \times \frac{100}{100 - w_m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_2 ——灰化皿(9.2)和灰化后残渣(9.5)的质量,单位为克(g);

m_1 ——灰化皿(9.2)的质量,单位为克(g);

m_0 ——样品(9.3)的质量,单位为克(g);

w_m ——样品的水分含量,%。

如果进行了重复性实验,两次测定的算术平均值作为测定结果。

结果表示精确至质量分数 0.01%。

灰分含量 $w_{a,w}$ 以湿基的质量分数表示,按式(2)计算:

$$w_{a,w} = (m_2 - m_1) \times \frac{100}{m_0} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

m_2 ——灰化皿(9.2)和灰化后残渣(9.5)的质量,单位为克(g);

m_1 ——灰化皿(9.2)的质量,单位为克(g);

m_0 ——试料(9.3)的质量,单位为克(g)。

11 精密度

11.1 实验室间试验

参照 ISO 5725-1,ISO 5725-2 和 ISO 5725-6 进行实验室间试验,根据实验结果得出重复性限、再现

性限及临界差。详见附录 A。

从实验室间试验得出的值可能不适用于其他含量范围和测试对象。

11.2 重复性

在同一实验室内,用同一方法,对同一试样,由同一操作人员使用同一设备,相继获得的两个独立的测试结果之间的绝对差超过下列重复性限 r [见式(3)]的情况不大于 5%:

$$r = 2.8 \times S_r \quad \dots\dots\dots (3)$$

当 $0.49\% < w_{a,d} \leq 1.00\%$ 时, $r = 2.8 \times 0.009 = 0.025$;

当 $1.00\% < w_{a,d} \leq 2.53\%$ 时, $r = 2.8 \times 0.012 = 0.034$ 。

式中 S_r 是重复性的标准偏差。

11.3 再现性

用同一方法,对同一试样,在不同实验室内,由不同操作人员使用不同设备获得的两个独立的测试结果之间的绝对差超过下列再现性限 R [见式(4)]的情况不大于 5%:

$$R = 2.8 \times S_R \quad \dots\dots\dots (4)$$

当 $0.49\% < w_{a,d} \leq 1.00\%$ 时, $R = 2.8 \times 0.023 = 0.064$;

当 $1.00\% < w_{a,d} \leq 2.53\%$ 时, $R = 2.8 \times 0.027 = 0.076$ 。

式中 S_R 是再现性的标准偏差。

11.4 临界差

临界差是在重复性条件下,两个测试结果的两个平均值间的误差。

11.4.1 同一实验室两组测量的比较

在重复性条件下,在同一实验室得出的两个测试结果的两个平均值间的误差为实验室内临界差 $CD_{内}$ [见式(5)]:

$$CD_{内} = 2.8 S_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2.8 S_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1.98 S_r \quad \dots\dots\dots (5)$$

当 $0.49\% < w_{a,d} \leq 1.00\%$ 时, $CD_{内} = 0.018$;

当 $1.00\% < w_{a,d} \leq 2.53\%$ 时, $CD_{内} = 0.024$ 。

式中 n_1 和 n_2 是对应于每个平均值测试结果的数量。这里 $n_1 = n_2 = 2$ 。

11.4.2 两个实验室的两组测量的比较

在重复性条件下,在两个实验室得出的两个测试结果的两个平均值间的误差为实验室内临界差 $CD_{间}$ [见式(6)]:

$$CD_{间} = 2.8 S_r \sqrt{S_R^2 - S_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2.8 \sqrt{S_R^2 - 0.5 S_r^2} \quad \dots\dots\dots (6)$$

当 $0.49\% < w_{a,d} \leq 1.00\%$ 时, $CD_{间} = 0.058$;

当 $1.00\% < w_{a,d} \leq 2.53\%$ 时, $CD_{间} = 0.077$ 。

应用表见附录 B。

11.5 不确定度

不确定度是表征合理地赋予测试结果分散性的参数。不确定度通过实验室间测试结果的统计分布而确定,用实验标准偏差表示。

本标准中,不确定度 u 等于加或减两倍再现性标准偏差,即 $u = \pm 2S_R$ 。

12 测试报告

测试报告应说明:

- a) 完整地识别样品所需的所有信息;
- b) 取样方法;

- c) 试验方法;
- d) 所有在本标准中未规定或视为任选的操作细节,以及其他可能已经影响了实验结果的事件;
- e) 测试结果,如检查了重现性,列出最终结果;
- f) 说明结果表示方式(湿基和/或干基)。



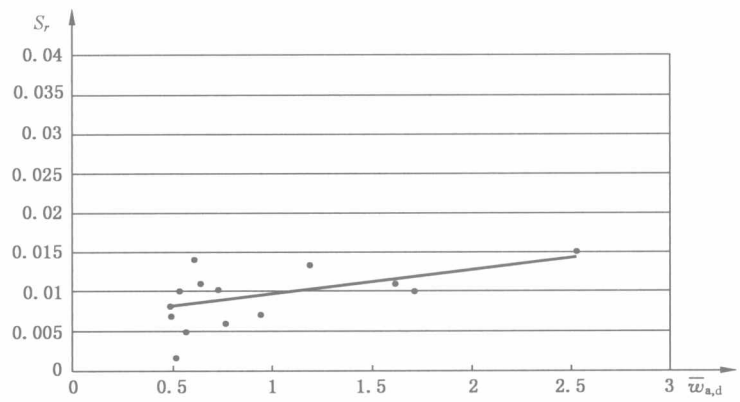
附录 A
(资料性附录)
实验室间测试结果

A.1 在匈牙利(H)、大布列颠(GB)和国际谷物科学与技术协会(ICC)进行的实验室间测试结果见表 A.1。

表 A.1 实验室间测试结果

产品	来源	实验室数目	平均值 $\bar{w}/\%$ (质量分数)	重复性标准偏差 S_r	重复性限 $r=2.8S_r$	重复性协方差 $CV(r)=S_r/\bar{w}$	再现性标准偏差 S_R	再现性限 $R=2.9S_R$	再现性协方差 $CV(R)=S_R/\bar{w}$
面粉 D	GB	9	0.490	0.007	0.020	1.43	0.013	0.036	2.650
面粉 2	H	29	0.494	0.008	0.022	1.62	0.026	0.073	5.26
普通小麦粉 2	ICC	7	0.516	0.001 7	0.004 9	0.33	0.011 8	0.033 0	2.29
面粉 B	GB	12	0.536	0.01	0.028	1.87	0.027	0.076	5.04
面粉 A	GB	12	0.568	0.005	0.014	0.88	0.032	0.09	5.63
面粉 C	GB	11	0.606	0.014	0.039	2.31	0.03	0.084	4.95
面粉 F	GB	12	0.609	0.014	0.039	2.30	0.021	0.059	3.45
面粉 E	GB	12	0.641	0.011	0.031	1.72	0.022	0.062	3.43
普通小麦粉 1	ICC	13	0.725	0.010 4	0.029 2	1.43	0.014 2	0.039 7	1.96
面粉 1	H	30	0.771	0.006	0.017	0.78	0.022	0.062	2.85
小麦/大麦粉	ICC	12	0.946	0.007 1	0.019 8	0.75	0.018 5	0.051 7	1.96
粗小麦粉	ICC	14	1.187	0.013 4	0.037 6	1.13	0.028 3	0.079 0	2.38
小麦 2	H	31	1.615	0.011	0.031	0.68	0.033	0.092	2.04
小麦 1	H	28	1.714	0.01	0.028	0.58	0.034	0.095	1.98
麸皮	ICC	12	2.530	0.015	0.042 0	0.59	0.021	0.059	0.83

A.2 图 A.1 和图 A.2 分别表示用干基质量分数表示的平均灰分含量与重复性标准偏差和再现性标准偏差的关系。



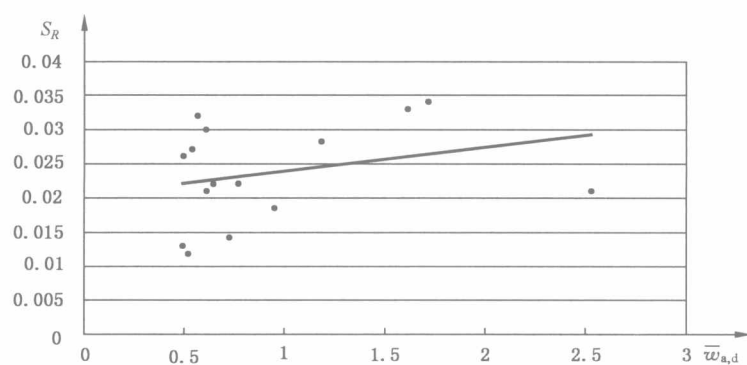
重复性的线性回归方程: $S_r=0.003\bar{w}_{a,d}+0.006\ 8$ (相关系数: $c^2=0.218\ 9$)

图中:

S_r ——重复性标准偏差;

$\bar{w}_{a,d}$ ——平均灰分含量(用干基质量分数表示)。

图 A.1 重复性标准偏差和用干基质量分数表示的平均灰分含量的关系



再现性的线性回归方程: $S_R = 0.003\ 5\bar{w}_{a,d} + 0.020\ 4$ (相关系数: $c^2 = 0.081\ 2$)

图中:

S_R ——再现性标准偏差;

$\bar{w}_{a,d}$ ——平均灰分含量(用干基质量分数表示)。

图 A.2 再现性标准偏差和用干基质量分数表示的平均灰分含量的关系

附录 B
(资料性附录)

重复性限和再现性限的实际应用

表 B.1 重复性限和再现性限的实际应用

范围	有效范围 质量分数 $w_{a,d}/\%$	重复性 标准偏差 S_r	重复性限 $r=2.8S_r$	重复性临界差 CD_r	再现性标准 偏差 S_R	再现性限 $R=2.8S_R$	再现性临 界差 CD_R
谷物和面粉	$0.49 < w_{a,d} \leq 1.00$	0.009	0.025	0.018	0.023	0.064	0.062
	$1.00 < w_{a,d} \leq 2.53$	0.012	0.034	0.024	0.027	0.074	0.071

参 考 文 献

- [1] ISO 3593, *Starch—Determination of ash*
 - [2] ISO 5725-1:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1:General principles and definitions*
 - [3] 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*
 - [4] ISO 5725-6:1994, *Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 6:Use in practice of accuracy values*
 - [5] ISO 5984, *Animal feeding stuffs—Determination of crude ash*
 - [6] ISO 6644, *Flowing cereals and milled cereal products—Automatic sampling by mechanical means*
 - [7] ISO 13690, *Cereals, pulses and milled products—Sampling of static batches*
-