



中华人民共和国国家标准

GB/T 31578—2015

粮油检验 粮食及制品中粗蛋白测定 杜马斯燃烧法

Inspection of grain and oils—Determination of crude protein content in grain and its products—Combustion method according to the Dumas principle

(ISO/TS 16634-2:2009, Food products—Determination of the total nitrogen content by combustion according to the Dumas principle and calculation of the crude protein content—
Part 2: Cereals, pulses and milled cereal products, MOD)

2015-05-15 发布

2015-11-23 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。

本标准修改采用 ISO/TS 16634-2:2009《食品 杜马斯燃烧法测定总氮含量并计算其中的粗蛋白含量 第2部分:谷物、豆类及碾磨谷物产品》(英文版)。

本标准与 ISO/TS 16634-2:2009 相比,主要差异如下:

——关于规范性引用文件,本标准做了具有技术性差异的调整,反映在第2章“规范性引用文件”中,具体调整如下:

- 用修改采用国际标准的 GB/T 10362,代替了 ISO 6540;
- 用等同采用国际标准的 GB/T 21305,代替了 ISO 712。

——删除了 6.5 中杜马斯定氮仪的脚注。

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(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位:国家粮食局科学研究院、北京中科华星科贸有限公司。

本标准主要起草人:林家永、范维燕、孙辉、姜薇莉、杨云、周陈维。

粮油检验 粮食及制品中粗蛋白测定 杜马斯燃烧法

1 范围

本标准规定了采用杜马斯燃烧法测定谷物、豆类及制品中总氮含量和粗蛋白含量的术语与定义、原理、试剂、仪器和设备、取样、试样制备、测试步骤、结果计算与表示、精密度、试验报告。

本标准适用于谷物、豆类及制品中粗蛋白含量的测定。

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 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 24333 谷物及谷物制品 取样(Cereals and cereal products—Sampling)

ISO 24557 豆类 水分含量测定 烘箱法(Pulses—Determination of moisture content—Air-oven method)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

总氮含量 total nitrogen content

在本标准规定的条件下,测定样品中氮含量,以质量百分数表示。

3.2

粗蛋白含量 crude protein content

由总氮含量(3.1)乘以换算系数得到,以质量百分数表示。

注:本方法使用的换算系数与凯氏法相同,但本方法测定结果与凯氏法略有差异。

4 原理

样品在燃烧管中加热燃烧后转化成气体,其中含氮物质转化成分子氮,干扰气体被一系列吸收剂吸收除去。分子氮经热导检测器检测,得到氮含量。

5 试剂

本标准所使用的试剂均为分析纯,或使用由仪器产商指定的具有相同纯度的试剂。除了标准物质(5.12)外,所用的各种试剂均不能含有氮。

5.1 载气:根据仪器类型的不同,可使用 5.1.1 或 5.1.2 中的一种载气。

- 5.1.1 二氧化碳(CO_2): 纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 5.1.2 氦气(He): 纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 5.2 氧气(O_2): 纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 5.3 二氧化硫和卤素吸收剂: 可用铬酸铅(PbCrO_4)或钢丝绒等, 用于去除燃烧产物中的硫化物。
- 5.4 氧化铜-铂催化剂: 用于填充二级氧化管。铂催化剂(Al_2O_3 中含 $5\% \text{Pt}$)和氧化铜按 $1:7$ 或 $1:8$ 的比例混合。建议填充前不要将氧化铜与铂催化剂混合, 以防止分层。填充时借助合适的漏斗将氧化铜和铂催化剂同时倒入二级燃烧管。
- 5.5 银絮或铜絮: 银絮或铜絮装入二级燃烧管或还原管, 装填前应将其松散开。
- 5.6 石英、玻璃絮或棉花: 按仪器操作说明书使用。
- 5.7 铜或钨(线、屑或粉): 用于填充还原管。以纯铜或纯钨作还原剂, 可提高低含氮量样品(约为 1%)分析结果的精确度。
- 5.8 五氧化二磷(P_2O_5)、高氯酸镁 $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$ 颗粒或其他干燥剂: 用于填充干燥管。
- 5.9 刚玉球或氧化铝颗粒: 用于填充燃烧管。
- 5.10 氧化铜(CuO): 用于填充燃烧管。
- 5.11 氢氧化钠(NaOH): 作为干扰气体的吸收剂。
- 5.12 天冬氨酸($\text{C}_4\text{H}_7\text{NO}_4$)、乙二胺四乙酸($\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$)、谷氨酸($\text{C}_5\text{H}_9\text{NO}_4$)、马尿酸($\text{C}_9\text{H}_9\text{NO}_3$)标准物质或其他已知恒定含氮量的标准物质, 要求氮的回收率应在 99% 以上。
- 5.13 石油醚: 沸点为 $30^\circ\text{C}\sim 60^\circ\text{C}$ 。也可使用丙酮或乙醇。
- 5.14 蔗糖: 用于空白试验。

6 仪器和设备

实验室常用设备和以下专用仪器设备。

- 6.1 分析天平: 感量为 0.0001 g 。
- 6.2 样品粉碎机: 根据样品的特性选择。
- 6.3 筛子: 孔径 $0.8\text{ mm}\sim 1\text{ mm}$, 由不含铁的材料制成。
- 6.4 坩埚(由不锈钢、石英、陶瓷或白金制成)、锡囊/箔或无氮滤纸: 适用于杜马斯仪器。
- 6.5 杜马斯定氮仪: 仪器燃烧炉的温度要大于或等于 850°C , 配有热导检测器和信号积分装置。杜马斯定氮仪的一般操作流程如图参见附录 A。

注: 三种市售仪器原理示意图如附录 B 中图 B.1、图 B.2 和图 B.3 所示。

为避免漏气, 安装时应在 O 型密封圈上涂一些真空润滑脂。所用的玻璃器具放入燃烧炉之前, 应用丙酮等有机溶剂清洗干净, 除去玻璃器具壁上的指纹等痕迹。

7 取样

实验样品应具有代表性, 在储藏和运输过程中不得有损伤或改变。

本标准不规定取样方法。推荐采用 ISO 24333 规定的取样方法。

8 试样制备

样品应按以下方法制备, 得到均匀的测试样品。

用粉碎机(6.2)粉碎样品, 混匀并过筛(6.3), 其粒度分布应符合表 1 的要求。

表 1 粒度的要求

孔径/ μm	通过筛的量/%
710	100
500	95~100
200	≤ 85

样品粉碎时有水分损失,应及时测定样品含水量。报告氮或蛋白质含量的测定结果最好以干基或以固定水分含量为基础来表示。谷物水分含量(玉米除外)按 GB/T 21305 方法测定;玉米水分含量按 GB/T 10362 方法测定;豆类水分含量按 ISO 24557 方法测定。

9 测试步骤

9.1 一般要求

按使用说明书进行仪器的安装、调试、校准和操作。测定之前,先打开仪器,使其达到稳定状态。每天用标准物质(5.12)对仪器性能进行测定,应保证氮的回收率应大于 99.0%。

9.2 样品测定

用天平(6.1)称取大于 0.1 g(精确至 0.000 1 g)的试样,放入坩埚、锡囊/箔或无氮滤纸(6.4)中。蛋白质含量低(小于 1%)的样品,称样量可增加到 3.5 g。具体按杜马斯仪要求的样品量范围进行称量。

有的杜马斯仪器,要求样品水分含量超过 17%时,测定前需进行干燥。

对于蛋白质含量很高或试样量较少时,需进行少量试样的称重。试样重量小于 0.1 g 时,应做第二次验证测定。

9.3 通氧量控制

通氧量控制按仪器说明书要求进行操作。

样品测定前,先用与样品等量的蔗糖代替样品做 3 个空白使仪器处于稳定状态。该空白值代表粉末蔗糖从大气中俘获氮的量。用其平均值修正实测样品的氮含量。

9.4 校准

校准曲线的绘制。取一种标准物质,称取至少 5 份不同浓度的试样进行测定,绘制校准曲线,含氮量应覆盖样品的测量范围。

当试样氮含量超过 200 mg 时,在校准曲线上很可能是非线性的。在非线性区域,可分几个小段进行校准,标准物质按 1 mg~5 mg 氮含量的梯度递增,以保证该区域的校准曲线的可靠性。

校准曲线也可用标准溶液制作。

测定样品之前,用标准物质(5.12)或已知氮含量的样品至少做 3 个重复测定用于校准。之后每测定 15 个~25 个样品做一次校准。如被测标准物质的氮含量与标准值相差大于 0.05%时,应对仪器的性能进行检查,然后再进行校准。

9.5 测定

在仪器稳定的条件下,按照仪器说明书的要求进行样品测定。

分析过程中主要包括以下几个过程(参见图 B.1、图 B.2、图 B.3):

- 样品在 850 ℃ 以上的标准条件下燃烧;
- 燃烧分解的产物(主要为 N_2 、 NO_x 、 CO_2 和水蒸气)被载气(5.1)带入还原管;
- 氮氧化物在还原管中被还原成分子氮,多余的氧与铜或钨(5.7)结合除去;
- 水分在含 P_2O_5 、 $Mg(ClO_4)_2$ 或其他干燥剂(5.8)的干燥管中被除去;
- 挥发性卤素和硫化物等干扰物质被吸附剂(5.3)、银絮(5.5)或 NaOH(5.11)除去;
- 除去干扰物质的含氮气体,被载气带入热导检测器。

9.6 检测与积分

使用高灵敏的热导池检测器对氮进行定量测定。热导池检测器根据所用的载气进行优化,在连续测中可自动调零。仪器自动进行信号放大、模/数转换、数据传输和数据处理。

10 结果计算与表示

10.1 结果计算

10.1.1 氮含量

总氮含量 W_N ,以质量百分比表示。

10.1.2 粗蛋白含量

由式(1)计算得到校正系数 F_c 。

$$F_c = \frac{100 - W_{H_2O,1}}{100 - W_{H_2O,2}} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$W_{H_2O,1}$ ——粉碎前样品水分含量, %;

$W_{H_2O,2}$ ——粉碎后样品水分含量, %。

按式(2)计算样品中粗蛋白含量:

$$W_P = W_N \times F \times F_c \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

W_P ——样品中粗蛋白含量, %;

W_N ——样品在自然含水状态下的氮含量, %;

F ——氮换算蛋白质的系数,参见附录 D。

若粗蛋白含量以干基表示,则按式(3)计算:

$$W_{Pd} = \frac{100W_P}{100 - W_{H_2O}} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

W_{Pd} ——样品中以干物质为基础计算的粗蛋白含量, %;

W_{H_2O} ——样品中水分含量, %。

10.2 结果表示

结果表示为三位有效数字。

11 精密度

11.1 多个实验室的试验

多个实验室间的精密度测定结果参见附录 E。

实验室间的精度数据只适用于一定的浓度范围和样品。以氮含量表示时,适用于氮含量在 0.05%~13.89%之间的样品。

11.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测定方法,在短时间内对同一被测试样进行两次独立测定,两次测定结果的绝对差值大于以下重复性限 r 值的情况不得超过 5%。

$$r = 2.8S_r = 2.8(0.001\ 3\ W_N + 0.012) \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

S_r ——重复性标准偏差;

W_N ——样品中总氮含量, %。

11.3 再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同设备,按相同的测定方法,对同一被测试样进行两个独立测定,两次测定结果的绝对差大于以下再现性限 R 值的情况不得超过 5%。

$$R = 2.8S_R = 2.8(0.012\ 6\ W_N + 0.017) \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

S_R ——再现性标准偏差;

W_N ——样品中总氮含量, %。

11.4 临界差

11.4.1 同一实验室的两组测试结果的比较

在重复性条件下,两组测试结果的平均值之间的差值即为临界差(CD),由式(6)计算得到:

$$CD = 2.8S_r \sqrt{\frac{1}{2n_1} + \frac{1}{2n_2}} = 2.8S_r \sqrt{\frac{1}{2}} = 1.98S_r \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

S_r ——重复性标准偏差;

n_1, n_2 ——与每一个平均值相对应的测试次数。

11.4.2 两个不同实验室的两组测试结果的比较

在重复性条件下,两个不同实验室测定得到的两组结果平均值之间的临界差等于:

$$CD = 2.8 \sqrt{S_R^2 - S_r^2 \left(1 - \frac{1}{2n_1} - \frac{1}{2n_2}\right)} = 2.8 \sqrt{S_R^2 - 0.5S_r^2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

S_R ——再现性标准偏差;

S_r ——重复性标准偏差;

n_1, n_2 ——与每一个平均值相对应的测定次数。

11.5 不确定度

不确定度 U_e 表示测定结果的分散程度,由实验室间测定结果的统计计算得到,用标准偏差表达。
不确定度 U_e 等于:

$$U_e = \pm 2S_R \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

S_R ——再现性标准偏差。

12 试验报告

试验报告应包括:

- 判定样品所需的各种信息;
- 取样方法;
- 所使用的试验方法,并且是遵循本标准进行的;
- 本标准中未规定的操作内容和影响实验结果的细节;
- 试验结果、蛋白质换算系数和样品水分含量;
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
杜马斯定氮仪样品测定的基本流程

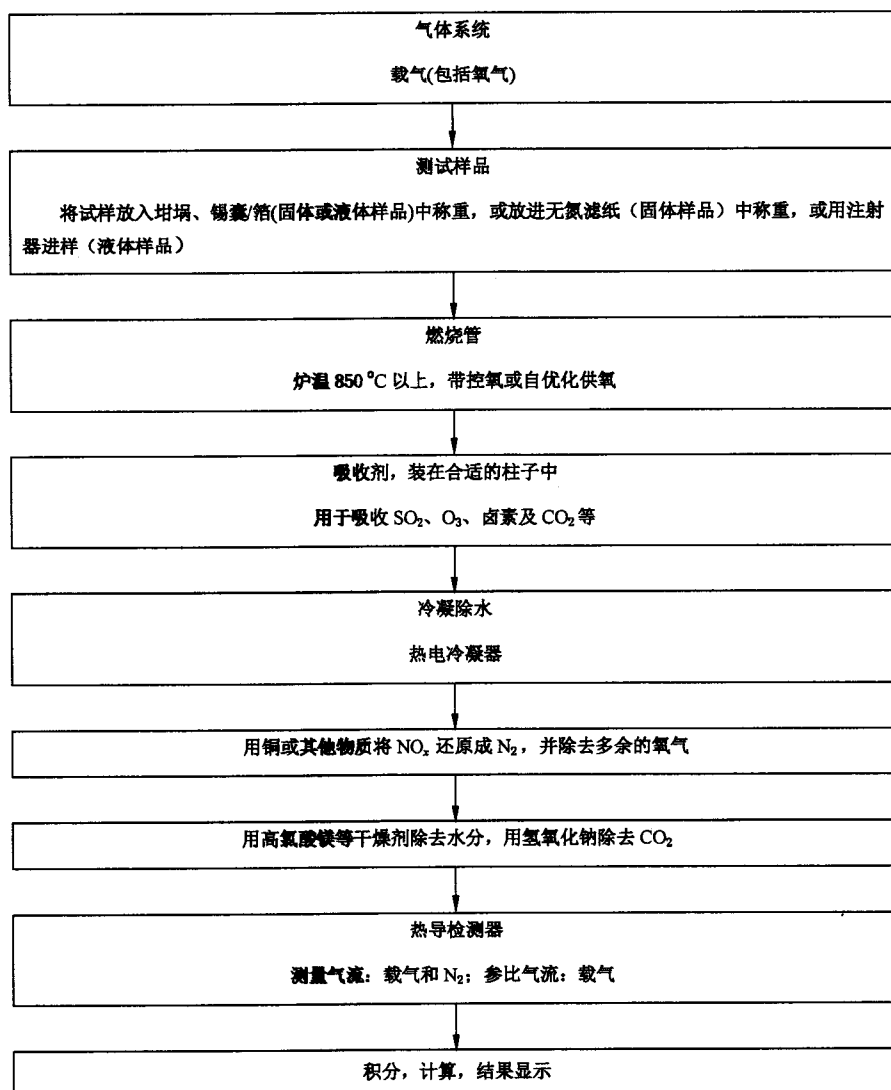
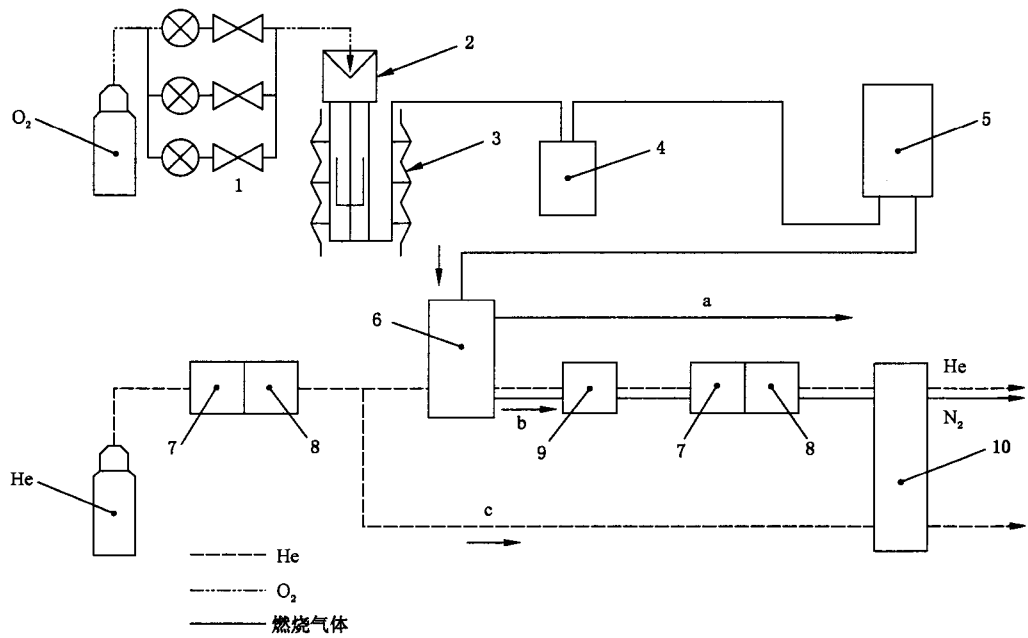


图 A.1 杜马斯定氮仪样品测定的基本流程

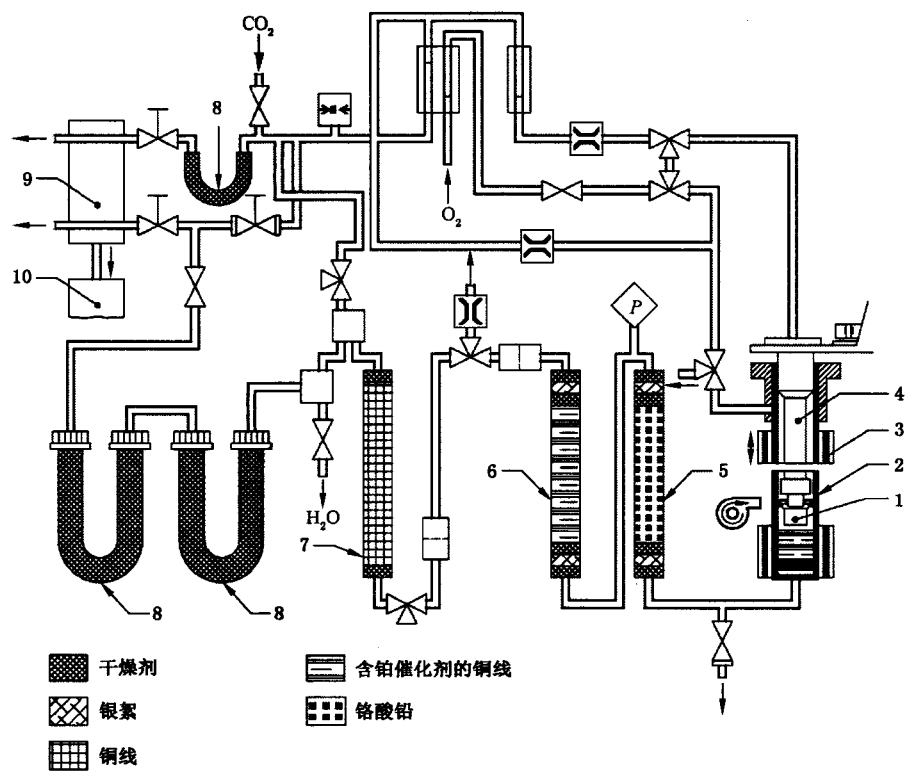
附 录 B
(资料性附录)
杜马斯定氮仪结构示意图



说明:

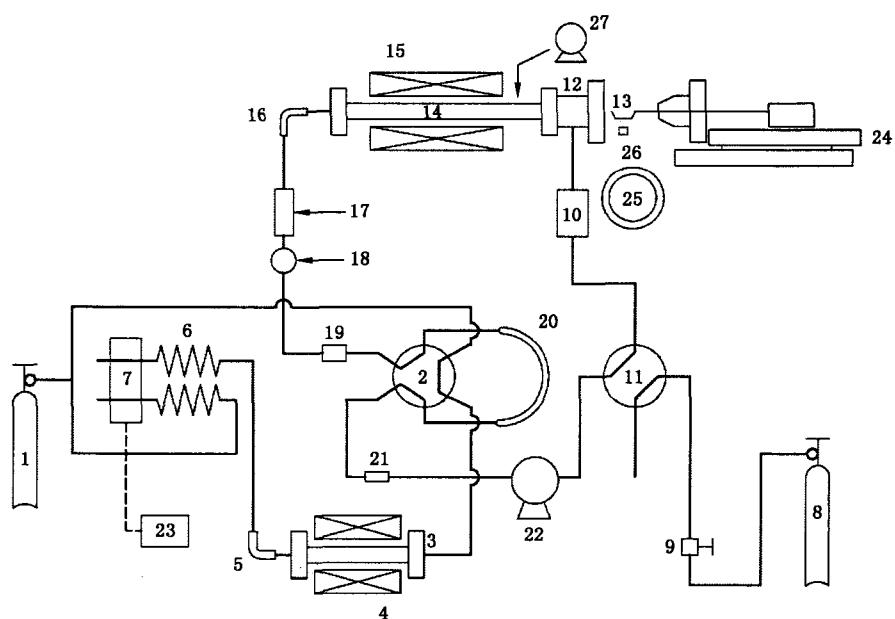
- | | |
|--------------|------------|
| 1——氧气流量控制器; | 8——高氯酸镁; |
| 2——进样器; | 9——铜催化剂; |
| 3——带坩埚电阻炉; | 10——热导检测器; |
| 4——冷却器; | a——剩余燃烧气体; |
| 5——混合器; | b——测量流速; |
| 6——计量器; | c——参考流速。 |
| 7——氢氧化钠支撑材料; | |

图 B.1 杜马斯定氮仪 1(载气为 He)



- 说明：
- 1 —— 坩埚；
 - 2 —— 燃烧柱；
 - 3 —— 燃烧炉；
 - 4 —— 坩埚支撑；
 - 5 —— SO_2 吸收管；
 - 6 —— 后燃烧管；
 - 7 —— 还原柱；
 - 8 —— 干燥管；
 - 9 —— 热导检测器；
 - 10 —— 积分仪。

图 B.2 杜马斯定氮仪 2(载气为 CO_2)



说明：

- | | |
|---------------|----------------|
| 1 —— 氮气钢瓶; | 15 —— 反应炉; |
| 2 —— 阀; | 16 —— 完全燃烧检查管; |
| 3 —— 还原管; | 17 —— 除水蒸汽冷凝器; |
| 4 —— 还原炉; | 18 —— 气体混合管; |
| 5 —— 气体吸收管; | 19 —— 1 号过滤器; |
| 6 —— 气体分离柱; | 20 —— 测量管; |
| 7 —— 热导检测器; | 21 —— 2 号过滤器; |
| 8 —— 氧气瓶; | 22 —— 循环泵; |
| 9 —— 氧气流量控制器; | 23 —— 数据处理器; |
| 10 —— 流量计; | 24 —— 进样装置; |
| 11 —— 阀; | 25 —— 进样阀; |
| 12 —— 试样提升装置; | 26 —— 试样提升装置; |
| 13 —— 试样送入转轴; | 27 —— 空气冷却泵。 |
| 14 —— 反应管; | |

图 B.3 杜马斯定氮仪 3(载气为 He)

附 录 C
(资料性附录)
仪器校准

C.1 校准用化合物

有些杜马斯仪器需要对试样的通氧量进行预测。表 C.1 为用于仪器校准的纯化合物的需氧量的计算值。

表 C.1 用于仪器校准的纯化合物的需氧量

化合物	氮含量 %	需氧量最大理论值 mL/g	需氧量经验值 mL/g
尿素	46.65	1 305	560
天门冬氨酸	10.53	800	631
酪氨酸	7.73	1 391	1 267
谷氨酸	9.52	952	800
苯丙氨酸	8.48	1 593	1 458
乙二胺四乙酸	9.59	920	767
马尿酸	7.82	1 344	1 219

C.2 预测需氧量的计算

C.2.1 尿素(H_2NCOHN_2)计算实例

1 mol 尿素对应于 60.06 g。1 000 mg 尿素含 199.8 mg 的 C、66.6 mg 的 H、466.5 mg 的 N、266.4 mg 的 O。考虑尿素氧含量和以下情况,完全燃烧生成二氧化碳和水所需的氧气量计算为:理想气体的摩尔体积是 22.4 L(在 $T = 0\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $p = 0.1\text{ MPa}$ 下)。1 mol C 对应于 12 g;1 mol H_2 对应于 2 g;1 mol N_2 对应于 28 g;1 mol O_2 对应于 32 g。那么,燃烧 1 g 的尿素需要 1 305 mL 的氧气。

C.2.2 天门冬氨酸[$\text{HO}_2\text{CCH}_2\text{CH}(\text{NH}_2)\text{CO}_2\text{H}$]计算实例

1 mol 天门冬氨酸对应于 133.10 g。1 000 mg 天门冬氨酸含 360.6 mg 的 C、52.6 mg 的 H、105.2 mg 的 N、480.8 mg 的 O。考虑天门冬氨酸氧含量和以下情况,完全燃烧生成二氧化碳和水所需的氧量计算为:理想气体的摩尔体积是 22.4 L(在 $T = 0\text{ }^\circ\text{C}$ 和 $p = 0.1\text{ MPa}$ 下)。1 mol C 对应于 12 g (12 000 mg);1 mol H_2 对应于 2 g;1 mol N_2 对应于 28 g;1 mol O_2 对应于 32 g。那么,燃烧 1 g 的天门冬氨酸需要 800 mL 的氧气。

附 录 D
(资料性附录)
蛋白质换算系数

常见粮食的总氮含量换算为蛋白质含量的换算系数。见表 D.1。

表 D.1 常见粮食的总氮含量换算为蛋白质含量的换算系数

样品种类	换算系数
大麦	5.7
玉米,玉米粉	6.25
燕麦	6.25
燕麦,燕麦片,燕麦粥	6.25
花生,花生粉	6.25
大米,糙米	6.25
黑麦,黑麦粉	5.7
大豆,大豆粉	6.25
小黑麦	5.7
小麦,全麦粉,小麦粉	5.7
麦麸	5.7
小麦胚芽	5.7

附 录 E
(资料性附录)
实验室间合作测定结果

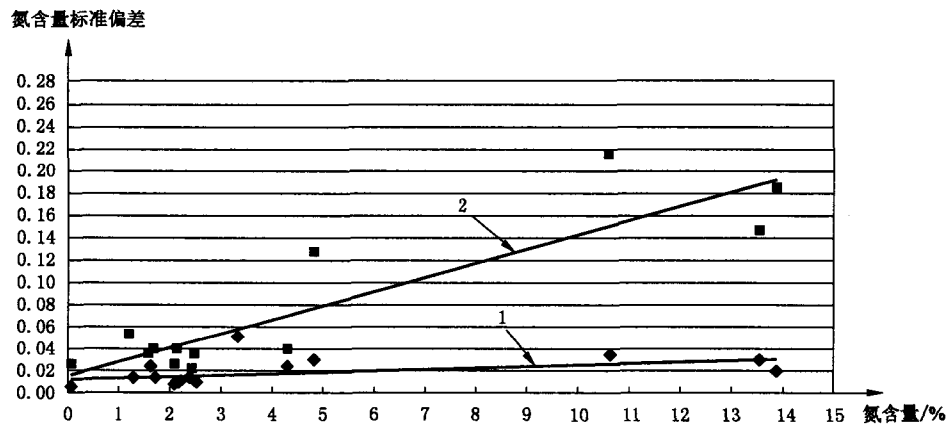
E.1 概述

本标准的重复性限值和再现性限值由 6 个国家的 17 个实验室合作,按 ISO 5725-1、ISO 5725-2 和 ISO 5725-6 标准,分别对 13 个谷物和豆类样品进行测定,并按 ISO 5725-1、ISO 5725-2 和 ISO 5725-6 标准对实验数据进行统计分析,结果的精密度数据见表 E.1~表 E.4。

E.2 氮含量精密度数据

表 E.1 实验室间氮含量的测定结果

参数	淀粉	玉米	黑麦	大麦	普通 小麦粉	普通 小麦	杜伦 麦粗粉	杜伦麦	豌豆	蚕豆	玉米 面筋	小麦 面筋	豌豆 蛋白
实验室数或测试次数 (去除异常数据后)	15	16	16	16	14	15	15	17	17	17	17	17	17
平均氮含量, $W_N/\%$	0.05	1.18	1.63	1.68	2.07	2.16	2.42	2.51	4.33	4.85	10.61	13.55	13.89
重复性标准偏差, $S_r/\%$	0.004 6	0.013 9	0.023 4	0.013 9	0.008	0.010 1	0.015 1	0.010 1	0.022 3	0.031	0.034 5	0.029 4	0.020 3
重复性变异系数, $CV(r)$ $= (S_r/W_N)/\%$	0.094	0.012	0.014	0.008	0.004	0.005	0.006	0.004	0.005	0.006	0.003	0.002	0.001
重复性限, $r (=2.8 S_r)$	0.01	0.04	0.06	0.04	0.02	0.03	0.04	0.03	0.06	0.09	0.10	0.08	0.06
再现性标准偏差, $S_R/\%$	0.027	0.053	0.037	0.039	0.024	0.040	0.022	0.034	0.040	0.126	0.215	0.146	0.184
再现性变异系数, $CV(R)$ $= (S_R/W_N)/\%$	0.543	0.045	0.023	0.023	0.011	0.019	0.009	0.014	0.009	0.026	0.020	0.011	0.013
再现性限, $R (=2.8 S_R)$	0.07	0.15	0.10	0.11	0.07	0.11	0.06	0.09	0.11	0.35	0.59	0.40	0.51



说明：
1——重复性标准偏差；
2——再现性标准偏差。

图 E.1 重复性、再现性标准偏差与氮含量之间的关系

表 E.2 氮含量精密度数据汇总

参数	范围	关联	重复性	再现性
氮含量 (%质量百分数,干基)	0.05~13.89	r :线性 R :线性	$S_r=0.001\ 3\ W_N+0.012$ 相关系数 $R^2=0.452\ 9$	$S_R=0.012\ 6W_N+0.017$ 相关系数 $R^2=0.797\ 6$

表 E.3 氮含量精密度数据的实例

氮含量/%	重复性 标准偏差 S_r	重复性限 r	再现性 标准偏差 S_R	再现性限 R	两个平均值之间的临界差	
					同一实验室 $CD(r)$	两个实验室间 $CD(R)$
0.05	0.012	0.03	0.018	0.05	0.02	0.04
0.50	0.013	0.04	0.023	0.06	0.03	0.06
2.00	0.015	0.04	0.042	0.12	0.03	0.11
3.00	0.016	0.04	0.055	0.15	0.03	0.15
4.00	0.017	0.05	0.067	0.19	0.03	0.18
5.00	0.019	0.05	0.080	0.22	0.04	0.22
6.00	0.020	0.05	0.093	0.26	0.04	0.25
7.00	0.021	0.06	0.105	0.29	0.04	0.29
8.00	0.022	0.06	0.118	0.33	0.04	0.32
9.00	0.024	0.07	0.130	0.36	0.05	0.36
10.00	0.025	0.07	0.143	0.40	0.05	0.39
11.00	0.026	0.07	0.156	0.43	0.05	0.43
12.00	0.028	0.08	0.168	0.47	0.05	0.46
13.00	0.029	0.08	0.181	0.50	0.06	0.50
13.85	0.030	0.08	0.192	0.53	0.06	0.53

E.3 蛋白质含量的精密度数据

表 E.4 实验间蛋白质含量的测试结果

参数	淀粉	玉米	黑麦	大麦	普通 小麦粉	普通 小麦	杜伦 麦粗粉	杜伦麦	豌豆	蚕豆	玉米 面筋	小麦 面筋	豌豆 蛋白
换算系数	6.25	6.25	5.7	6.25	5.7	5.7	5.7	5.7	6.25	6.25	6.25	5.7	6.25
实验室数或测试次数 (去除异常数据后)	15	16	16	16	14	15	15	17	17	17	17	17	17
平均蛋白质含量, $W_{pd}/\%$	0.31	7.38	9.29	10.50	11.80	12.31	13.79	14.31	27.06	30.31	66.31	77.24	86.81
重复性标准偏差, $S_r/\%$	0.029	0.087	0.134	0.079	0.047	0.057	0.086	0.058	0.139	0.192	0.216	0.168	0.127
重复性变异系数, $CV(r)$ $= (S_r / W_{pd}) / \%$	0.093	0.012	0.014	0.008	0.004	0.006	0.006	0.004	0.005	0.006	0.003	0.002	0.001
重复性限, $r (=2.8 S_r)$	0.08	0.24	0.37	0.22	0.13	0.16	0.24	0.16	0.39	0.53	0.60	0.47	0.35
再现性标准偏差, $S_R/\%$	0.167	0.330	0.212	0.223	0.136	0.230	0.124	0.194	0.250	0.786	1.342	0.831	1.152
再现性变异系数, $CV(R)$ $= (S_R / W_N) / \%$	0.534	0.045	0.023	0.021	0.012	0.019	0.009	0.014	0.009	0.026	0.020	0.011	0.013
再现性限, $R (=2.8 S_R)$	0.46	0.91	0.59	0.62	0.38	0.64	0.34	0.54	0.69	2.18	3.72	2.30	3.19

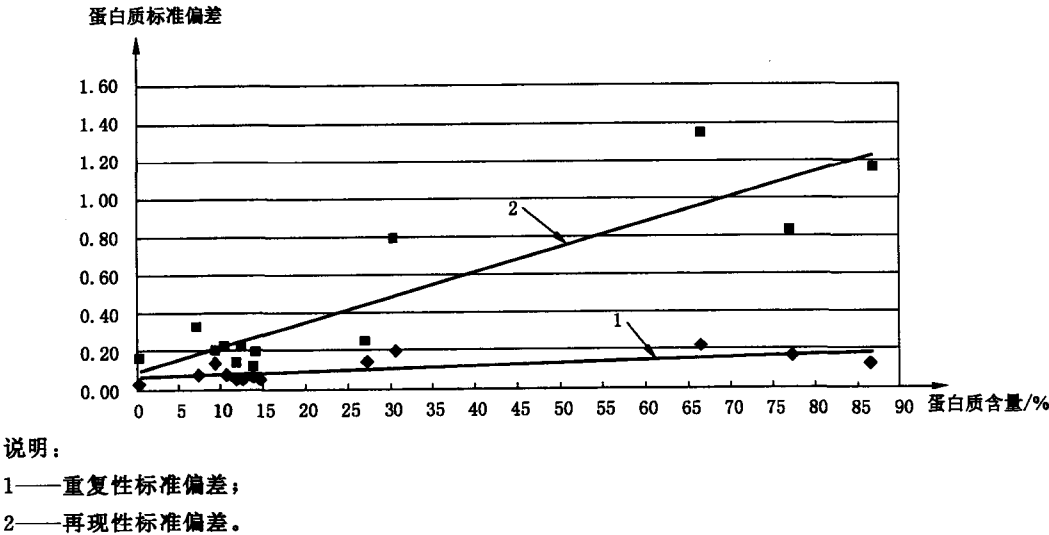


图 E.2 重复性、再现性标准偏差与蛋白质含量之间的关系

表 E.5 蛋白质含量精密度数据汇总

参数	范围	关联	重复性	再现性
氮含量 (% 质量百分数, 干基)	0.3~86.8	r : 线性 R : 线性	$S_r = 0.001\ 4W_{pd} + 0.070\ 6$ 相关系数 $R^2 = 0.458$	$S_R = 0.012\ 9W_{pd} + 0.004\ 5$ 相关系数 $R^2 = 0.801$

表 E.6 蛋白质含量精密度数据的实例

蛋白含量 %	重复性 标准偏差 S_r	重复性限 r	再现性 标准偏差 S_R	再现性限 R	两个平均值之间的临界差	
					同一实验室 $CD(r)$	两个实验室间 $CD(R)$
0.35	0.070	0.19	0.104	0.29	0.14	0.25
5.00	0.075	0.21	0.160	0.44	0.15	0.42
10.0	0.081	0.22	0.220	0.61	0.16	0.59
15.0	0.087	0.24	0.280	0.77	0.17	0.76
20.0	0.093	0.26	0.340	0.94	0.18	0.92
25.0	0.099	0.27	0.400	1.11	0.20	1.09
30.0	0.105	0.29	0.460	1.27	0.21	1.26
35.0	0.111	0.31	0.520	1.44	0.22	1.42
40.0	0.117	0.32	0.580	1.61	0.23	1.59
45.0	0.123	0.34	0.640	1.77	0.24	1.76
50.0	0.129	0.36	0.700	1.94	0.26	1.92
55.0	0.135	0.37	0.760	2.10	0.27	2.09
60.0	0.141	0.39	0.820	2.27	0.28	2.25
65.0	0.147	0.41	0.880	2.44	0.29	2.42
70.0	0.153	0.42	0.940	2.60	0.30	2.59
75.0	0.159	0.44	1.000	2.77	0.32	2.75
80.0	0.165	0.46	1.060	2.94	0.33	2.92
85.0	0.171	0.47	1.120	3.10	0.34	3.08
86.8	0.173	0.48	1.141	3.16	0.34	3.14