



中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

粮油检验 白色粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法

Determination of insect fragments and rodent hairs in white grain flour—Acid
hydrolysis method

(AACC Method 28-41B: 1999, MOD)

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 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。

本标准由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本标准修改采用美国谷物化学师协会（AACC）的方法标准28-41B：1999《酸水解法提取昆虫碎片和啮齿目毛发——白色粉类中的轻杂》（英文版）。

本标准附录A列出了章条标号与AACC Method 28-41B：1999章条编号的对照一览表。

本标准与AACC method 28-41B：1999有关技术性差异具体如下：

- a) 增加了“前言”内容
- b) 删除了“高压釜水解粉类粮食”的操作方法。
- c) 删除了“注意事项”的内容，将相关内容放入分析步骤中。
- d) 删除了“参考文献”的内容。
- e) 增加了“精密度”的内容。
- f) 增加了“实验结果取两次测定的平均值”的内容。
- g) 采用国内的商品滤纸代替S & S no. 8滤纸。
- h) 采用国内的十二烷基硫酸钠试剂代替国外商品。
- i) 提取动物杂质时，使用三级水代替温自来水。

本标准由国家粮食和物资储备局提出。

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：河南工业大学。

本标准主要起草人：

粮油检验 白色粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法

1 范围

本标准规定了粉类粮食中动物源杂质（昆虫碎片、啮齿动物毛发和其它亲油性动物源杂质）测定的原理、试剂和材料、仪器、分析步骤和计数方法。

本标准适用于白色粉类粮食中的动物源杂质的测定。

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 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

通过水解粉类粮食，除去淀粉和蛋白等组分，并利用较轻的油相萃取水相中的动物源杂质。过滤油相，用滤纸收集动物源杂质，并在显微镜下观察。

4 试剂

本标准所用试剂除特别注明外，均为分析纯试剂，水为 GB/T 6682 规定的三级水。

4.1 正庚烷。

4.2 液体石蜡：比重 0.83~0.89。

4.3 5% HCl 溶液：取 5mL 盐酸加水定容至 100mL。

4.4 去污剂（5% 十二烷基硫酸钠溶液）：称取 5g 十二烷基硫酸钠加水溶解后定容至 100mL。

4.5 丙三醇（甘油）乙醇混合液（50+50）：取 50mL 丙三醇和 50mL 无水乙醇混合。

5 仪器和材料

5.1 梨形分液漏斗：容量 1L。

5.2 布氏漏斗和抽滤瓶

使用布氏漏斗和抽滤瓶进行负压抽滤。使用滤纸覆盖漏斗底部。为缩短过滤时间，并使固体分布均匀，可使用两层滤纸或在滤纸和漏斗底部之间放置金属网。

5.3 电炉：电炉功率为 1200W，功率可调节。

5.4 磁力搅拌器。

5.5 天平：感量 0.1g。

5.6 量筒：量程 50mL、500mL。

5.7 烧杯：体积 1L。

5.8 滤纸

快速定量滤纸，直径 70mm。为便于观察，使用铅笔将滤纸分为 8 个扇形区。

5.9 培养皿

选配，用于盛放 5.8 中描述的滤纸。

5.10 解剖针

将昆虫解剖针固定在铅笔的橡皮端来拨动和检查滤纸上收集到的微小杂质。

5.11 玻璃棒。

5.12 镊子。

5.13 塑料洗瓶。

5.14 广角立体显微镜

用于动物源杂质的初步检出和鉴定。最低配置：双目镜，目镜筒倾斜；物镜放大倍数可调节为 1×、3×、6×或 7.5×；目镜 10×；目镜间距能调节；具有透射光源和反射光源，光照强度可调节，使用冷光源发出的蓝白光进行动物源杂质的检查。

5.15 复式显微镜

用于动物源杂质种类的进一步确认。最低配置参数：双目镜，目镜筒倾斜；物镜放大倍数可调节为 5×、10×、20×；目镜 10×；目镜间距能调节；可调焦；放大 90×~125×的标准视野为 1.382mm；光源的高度和倾斜度可调整。

6 分析步骤

6.1 试样水解

称取 50g 粉类粮食，放入 1L 的烧杯（5.7）中。加入 500mL 5% HCl 溶液（4.3），搅拌成均匀的浆状物，确保烧杯内壁和底部没有干粉粘附。

加入 50mL 液体石蜡（4.2），在电炉（5.3）上逐渐加热至沸腾并保持 10min。加热过程中持续搅拌，避免底部烧糊。沸腾结束后，将烧杯（5.7）移至磁力搅拌器（5.4）上，放入磁力转子，逐步加快搅拌速度至出现涡流，继续搅拌 5min。搅拌过程中应避免液体溅出。

6.2 油水分离

将粉类粮食水解液加水定容至 650mL~700mL 后转移至分液漏斗（5.1）中。烧杯（5.7）放置一旁待用。使用玻璃棒（5.11）轻轻搅拌水解液 5~6 次后，用水淋洗玻璃棒（5.11）。将淋洗液并入水解液

中并静置 20min。缓慢排出水相至界面下 3cm 处，避免出现涡流。

用水轻轻淋洗分液漏斗（5.1）内壁后静置分层 5min。缓慢排出水相至界面下 3cm 处，弃去水相。如果分液漏斗内壁有固体残留，继续该冲洗、分液操作 1~2 次。注意：冲洗分液漏斗内壁时，不能干扰油相。

将分液漏斗（5.1）中的油相排放至水解用的烧杯（5.7）中。用洗瓶（5.13）中的去污剂（4.4）淋洗分液漏斗内壁，将淋洗液并入该烧杯（5.7）中。

6.3 二次水解

在烧杯（5.7）的油相混合液中加入 1.5 倍体积的 5% HCl 溶液（4.3），在电炉（5.3）上加热至沸腾并保持 3min~4min。

6.4 过滤收集杂质

使用布氏漏斗（5.2）过滤热的二次水解溶液。如果滤纸（5.8）上有脂肪或胶状物阻碍过滤，可加入沸水冲洗。为加速矿物油的过滤，可在溶液中加入 25mL~30mL 正庚烷（4.1）。

使用去污剂（4.4）彻底淋洗烧杯，并使用同一滤纸（5.8）过滤收集杂质。

6.5 显微观察

为避免滤纸上杂质的漂浮，在滤纸上加入足量的甘油乙醇（4.5）混合液浸润滤纸（5.8）。将浸润的滤纸（5.8）放置在培养皿（5.9）中，在显微镜下观察滤纸上的杂质。使用广角立体显微镜（5.14）放大 30×~60× 观察。对于无法判定的物质，可换用高倍的复式显微镜（5.15）观察。使用解剖针（5.10）仔细拨动滤纸上的物质，确保能检出所有的动物源杂质。

6.6 结果记录与表示

记录动物毛发的数量；记录昆虫碎片的数量；记录虫体完整的昆虫的数量；记录螨类的数量。单位：个（头）/50g 粉类粮食。

每份样品平行测试两次，以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留整数。

7 精密度

7.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者使用相同的仪器设备，按相同测试方法，对同一被测样品相互独立进行测定，获得的两次测定结果的绝对差值应不大于 3 个/50g 粉类粮食。

7.2 再现性

在不同实验室，由不同操作人员使用同一型号的不同设备，按相同测试方法，对相同的样品进行测定，获得的两个独立测定结果的绝对差值应不大于 3 个/50g 粉类粮食。

附 录 A
(规范性附录)

本标准章条编号与 AACC Method 28-41B: 1999 章条编号对照

表A. 1给出了本标准章条编号与AACC Method 28-41B: 1999章条编号对照

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	目的
2	——
3	目的
4	试剂
4.1	步骤8
4.2	试剂2
4.3	试剂1
4.4	试剂3
4.5	试剂4
5	仪器
5.1	仪器2
5.2	仪器3
5.3、5.4	仪器4
5.5、5.6	——
5.7	仪器5
5.8	仪器7
5.9	仪器6
5.10	仪器8
5.11	仪器9
5.12	——
5.13	仪器10
5.14	仪器12
5.15	步骤10
6	分析步骤
6.1	步骤1、2a
6.2	步骤3、4、5、6
6.3	步骤7
6.4	步骤8、9
6.5	步骤10
6.6	步骤11、12、13、14
7	——
7.1、7.2	——