

《粮油检验 白色粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法》国家标准编制说明

感染原粮的害虫，特别是蛀食性害虫，以及啮齿目动物的毛发在面粉加工的过程中很难被彻底清理干净，往往导致面粉成品中含有一定的昆虫碎片或啮齿动物的毛发。出于卫生和健康的考虑，面粉及其制品中的动物源杂质会大大影响其市场接受能力。在发达国家，面粉中动物源杂质的数量直接影响其销售等级。美国谷物化学师协会（AACC）推荐每 50g 面粉中昆虫的碎片数量不超过 75 个或啮齿动物的毛发不超过 1 根。如果含量高于该值，面粉禁售。美国食品和药物管理局（FDA）规定每 50 g 面粉中昆虫碎片含量不超过 75 个。加拿大卫生保护组织规定每 50 g 面粉样品中 0.2 mm 左右的昆虫碎片的含量不超过 20 个。在欧洲，一些国家也对面粉中害虫碎片的数量进行了一定的限制。在中国，判定面粉等级时（GB1355-1986），缺少面粉中动物源碎片杂质相关的限制标准和检测标准，而这将会大大影响我国面粉在国际市场上的竞争力。因此，建立灵敏、准确、快速、便于操作的动物源杂质的检测技术，对于我国面粉贸易具有很重要的意义。

本标准项目是在不破坏昆虫碎片、毛发和其它亲油性动物源杂质的前提下，通过酸水解法来减少淀粉和不亲油粉类粮食组分的含量。将粉类粮食的酸水解液与液体石蜡混合，使杂质吸附至油水混合相的油层中。利用分液漏斗分离油水混合相，得到含有杂质碎片的油相。通过滤纸过滤，收集杂质。在显微镜下识别杂质种类，并计数。

1 工作简况

1.1 任务来源及起草单位

本国家标准《粮油检验 粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法》项目来源于 2015 年国家粮油标准第一批制修订计划（计划编号 20140344-T-449）。根据 2014 年粮油行业标准制定计划的要求，由河南工业大学负责起草工作，参与单位有郑州市粮油质量监测中心和河南国家粮食质量监测中心。起草单位成立的标准起草组负责进行本标准的各项工作。

1.2 标准研制主要工作过程

(1) 根据该标准的特点, 2015 年 10 月, 查询了国内外资料, 对相关检测机构、粮库、粮食加工企业进行了调研, 并在河南工业大学召开了第一次专家研讨会, 与会专家针对标准文本草案和编制说明等提出了修改意见和建议。

(2) 2016 年 5 月, 编写了《粮油检验 粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法(草案)》, 并在河南工业大学召开了第 2 次起草小组讨论会, 标准起草单位对所拟标准草案和编制说明作编写介绍, 并对其说明进行了详细审校和充分讨论。

(3) 2016 年 10~12 月, 在 6 家单位进行了方法验证。

(4) 2016 年 12 月, 形成标准的送审讨论稿。

(5) 2017 年 10 月, 参加标准审定会, 未通过。

(6) 2018 年 1~8 月, 根据标准审定会专家的意见进行修订, 并邀请了 2 家具有标准撰写经验的单位, 郑州市粮油质量监测中心和河南国家粮食质量监测中心参与标准的撰写。

(7) 重新选定 6 家测试单位进行方法的验证。

(8) 2018 年 8 月, 再次形成标准的征求意见稿。

2 标准的编制原则和标准的主要内容

2.1 标准编制原则

本标准是根据 GB/T1.1-2009《标准化工作导则第 1 部分: 标准的结构与编写规则》的规定进行编制的。

2.2 确定标准主要内容

鉴于标准立项时, 国内缺乏面粉动物源杂质的检测方法。因此本标准以美国谷物化学师协会的 AACC 28-41B 标准为模板, 进行翻译。为了使检测方法更加简便易行, 将检测过程中使用的部分材料更换为国内相应规格的产品, 并删除了使用高压釜水解淀粉的方法。

2.2.1 测定原理

在不破坏昆虫碎片、毛发和其它亲油性动物源杂质的前提下, 通过酸水解法来减少淀粉和不亲油面粉组分的含量。将面粉的酸水解液与液体石蜡混合, 使杂质吸附至油水混合相的油层中。利用分液漏斗分离油水混合相, 得到含有杂质碎片的油相。通过滤纸过滤, 收集杂质。在显微镜下识别杂质种类, 并计数。

2.2.2 适用范围

本标准适用于白色粉类粮食中的昆虫碎片、啮齿动物毛发和其它亲油性动物源轻杂质的检测。

2.2.3 方法精密度

在本标准制定过程中，委托成都粮食储藏科学研究所质检中心等6家验证单位对含动物源杂质的七个面粉样品进行测定。验证单位验证标准所用的测定样品由我方统一制备。测试样品的制备方法：选用未感染害虫的小麦，经布勒实验磨制粉后，根据GB1355对面粉粒度的规定，使用全部通过CB30号筛的面粉作为试验用粉。将等数量的赤拟谷盗、谷蠹、玉米象、锈赤扁谷盗幼虫和成虫在60℃下烘干3h，使用研钵磨碎虫体。取通过CB42号筛的虫体碎片进行测定。取一定数量的虫体碎片添加至50g自制面粉中，获取不同虫体碎片含量的样品。为避免测试人主观臆测对实验结果的干扰，在送检样品时，将虫体碎片含量为15、60、30、75、45个/50g面粉的样品依次命名为样品一、二、三、四、五。另外，剪取一定长度的鼠毛，随机选取长度小于2mm的鼠毛与50g自制面粉混合，获得不同鼠毛含量的样品。送检样品时，将鼠毛含量为1、2个/50g面粉的样品依次命名为样品六、七。每个送检样品的重复数为12，验证单位随机选取6个进行测试。

每个实验室对每个水平的动物杂质按GB/T 6379.1规定的条件重复测定6次。按照国标方法GB/T 6379.2，根据共同试验结果计算的重复性限 r ，再现性限 R 见表1。对表1中的数据进行检查，没有显示出他们与动物杂质含量有任何依赖关系，因而可用它们的平均值。测量方法精密度可引述如下：重复性标准差： $S_r=0.71$ ， $S_R=0.71$ ，即重复性限： $r=1.98$ ， $R=1.99$ 。这些值的适当范围为15~75个动物源杂质/50g面粉。这些值是通过有6个实验室参与的一致水平试验获得的。所测动物源杂质含量的值在上述范围内，试验中未检测到歧离值。

表1 本标准的精密度测试数据

试样	动物源杂质含量 (个/50g面粉)		精密度 (个/50g面粉)	
	设定值	测定值	重复性标准差	再现性标准差
1	15	14.8	0.40	0.40
2	30	29.1	0.70	0.70
3	45	43.3	0.76	0.76
4	60	57.6	0.84	0.84
5	75	72.3	0.85	0.87

2.2.4 方法准确性

继续使用表 1 使用的原始数据,采用单尾配对 t 检验比较检测结果与设定值是否存在显著性差异。经计算, $t_d=3.40$, 查 t 分布表, $t_{(0.01, 4)}=3.75$, $t_d=3.40 < t_{(0.01, 4)}=3.75$, 说明测定值与设定值之间无显著差异 (见表 2)。

表 2 面粉中动物源碎片的配对 t-检验表

试样	动物源杂质含量 (个/50g 面粉)			均值	标准偏差	t_d	$t_{(0.01, 4)}$ (单尾)
	设定值	测定值	差值				
1	15	14.8	0.2	1.58	0.46	3.40	3.75
2	30	29.1	0.9				
3	45	43.3	1.7				
4	60	57.6	2.4				
5	75	72.3	2.7				

2.2.5 应用验证

使用空白面粉配制动物源杂质含量为 15、30、45、60、75 个/50g 面粉,选取某实验室的测定结果。从表 3 可看出,重复性测定的卡方检验 $\chi^2=5.5578 < \chi^2_{0.95}(5)=11.0705$, 满足 GB/T 4889-2008 数据的统计处理和解释正态分布均值和方差的估计与检验要求,满足本标准检测产品重复性能评价要求。

表 3 重复性验证

设定值 (个/50g 面粉)	测定 次数	测定值 (个/50g 面粉)	平均值 (个/50g 面粉)	标准 偏差	χ^2	$\chi^2_{0.95}(5)$	极差
15	1	15	14.7	0.52	1.16	11.07	1
	2	15					
	3	15					
	4	15					
	5	14					
	6	14					
30	1	28	29.3	0.82	2.90	11.07	2
	2	30					
	3	30					
	4	30					
	5	29					
	6	29					
45	1	43	43.5	0.84	3.05	11.07	2
	2	44					
	3	42					
	4	44					
	5	43					
	6	43					
60	1	56	57.3	0.13	4.64	11.07	3
	2	57					
	3	57					
	4	57					
	5	58					
	6	59					
75	1	71	72	1.17	5.95	11.07	3
	2	71					
	3	71					
	4	72					
	5	72					
	6	74					

注：标准规定：相对偏差 $\leq 10\%$ ，两次测定绝对差 ≤ 3 ，6次测定的重复性临界极差 $Cr_{95}(6)=f(6)*3/2.8=4.0*3/2.8=4.28$ ，重复性标准差 $\sigma =3/2.8=1.07$ ， $\chi^2 = (n-1) s^2/\sigma^2$ ，根据 GBT 4889-2008 数据的统计处理和解释正态分布均值和方差的估计与检验，查附录 A 表 A.4 得到 $\chi^2_{0.95}(5)=11.07$

使用空白面粉配制不同动物杂质含量的面粉，在同一水平下，从 6 个实验室中随机选取一测定值。从表 4 可看出，重复性测定的卡方检验 $\chi^2=5.5578 < \chi^2_{0.95}(5)=11.0705$ ，满足 GB/T

4889-2008 数据的统计处理和解释正态分布均值和方差的估计与检验要求，满足本标准检测产品再现性能评价要求。

表 4 再现性验证

设定值 (个/50g 面粉)	测定 次数	测定值 (个/50g 面粉)	平均值 (个/50g 面粉)	标准 偏差	χ^2	$\chi^2_{0.95}(5)$	极差
15	1	15	14.7	0.52	1.16	11.07	1
	2	15					
	3	15					
	4	15					
	5	14					
	6	14					
30	1	28	29.3	0.82	2.90	11.07	2
	2	30					
	3	30					
	4	30					
	5	29					
	6	29					
45	1	43	43.3	1.03	3.05	11.07	3
	2	44					
	3	42					
	4	43					
	5	45					
	6	43					
60	1	57	57.5	1.05	4.80	11.07	3
	2	57					
	3	56					
	4	58					
	5	59					
	6	58					
75	1	72	72	1.41	8.73	11.07	4
	2	71					
	3	72					
	4	70					
	5	73					
	6	74					

注：标准规定：再现性测定绝对差 ≤ 3 ，6家测试单位测定的再现性临界极差 $CR_{95}(6)=f(6)*3/2.8=4.0*3/2.8=4.28$ ，再现性标准差 $\sigma=3/2.8=1.07$ ， $\chi^2=(n-1)s^2/\sigma^2$ ，根据GBT 4889-2008 数据的统计处理和解释正态分布均值和方差的估计与检验，查附录A表A.4得到 $\chi^2_{0.95}(5)=11.07$

3 采用国际标准和国外先进标准的情况，以及与国际、国外同类标准水平的对比，或者与测试的国外样品、样机的有关数据对比情况

使用酸水解法检测粉类粮食中动物源杂质，在 2 小时之内就能完成一个样品的准确测定，方法要求条件低，操作简单。试验结果表明，特别适合于白色粉类粮食中动物源杂质的快速检验、准确测定的要求，易于推广应用。

4 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准、行业标准的关系

本标准颁布实施，符合国家对于食品安全监控的法律、法规要求。

5 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

6 按照标准化法的有关规定，提出强制性标准或推荐性标准的建议

建议将本标准列为推荐性国家标准。

7 废止现行有关标准的建议

无。

8 其他应予说明的事项

由于本标准修改采用自AACC Method 28-41B (Acid hydrolysis method for extracting insect fragments and rodent hairs—light filth in white flour)。该标准的副标题明确指出适用范围为白色粉类粮食。标准下达通知中的标题为“粮油检验 粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法”，而该标题的测试范围明显要大于采标的标准所规定的范围。因此，将标准标题变更为“粮油检验 白色粉类粮食动物源杂质测定 酸水解法”。

9 参考文献

[1] GB 1355-1986 小麦粉

[2] GB/T 4889-2008 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验

[3] GB/T 6379.1-2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分 总则与定义

[4] 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