

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0800.8—1999

进出口粮食、饲料 粗纤维含量检验方法

Cereals and feedstuffs for import and export—
Method for the determination of crude fibre content

1999-12-01 发布

2000-05-01 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》的要求编写的。

本标准在原标准 ZB X14 023—1990《出口饲料饼粕粗纤维含量测定》的基础上，采用了瑞典 tecator 仪器中用玻璃砂芯坩埚过滤的方法，经反复实验研究、改进和验证后修订的。

本标准从实施之日起，同时代替 ZB X14 023—1990。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国黑龙江出入境检验检疫局、辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：郭祥云、隋凯、戴晓武。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

进出口粮食、饲料 粗纤维含量检验方法

SN/T 0800.8—1999

代替 ZB X14 023—1990

Cereals and feedstuffs for import and export—
Method for the determination of crude fibre content

1 范围

本标准规定了进出口粮食、饲料粗纤维含量的测定方法。
本标准适用于进出口粮食、饲料粗纤维含量的测定。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN/T 0798—1999 进出口粮油、饲料检验 检验名词术语

SN/T 0799—1999 进出口粮油、饲料检验 一般规则

SN/T 0800.1—1999 进出口粮油、饲料检验 抽样和制样方法

SN/T 0800.19—1999 进出口粮食、饲料 水分及挥发物检验方法

3 定义

本标准采用 SN/T 0800.1 中的定义。

4 抽样与制样

按 SN/T 0800.1 取得(40~60)g 样品,先用(5~10)g 样品清理粉碎机,弃去粉碎物。粉碎剩余样品,通过 1.0 mm 筛孔的样品不少于 95%。收集粉碎物于磨口瓶中,混匀备用。

5 检验方法

5.1 方法原理

脱脂后的试样经标准浓度的硫酸溶液煮沸,分离并冲洗不溶的残渣。然后用标准浓度的氢氧化钠溶液煮沸残渣,再分离,冲洗,干燥,并扣除其灰分重。

5.2 试剂

5.2.1 (0.313±0.005) mol/L 氢氧化钠标准溶液:相当于 1.25%(m/m)。

5.2.2 (0.128±0.003) mol/L 硫酸标准溶液:相当于 1.25%(m/m)。

5.2.3 95%乙醇(分析纯)。

5.2.4 乙醚(分析纯)。

5.2.5 正辛醇(分析纯)。

5.3 仪器设备

- 5.3.1 分析天平:感量 0.1 mg。
 5.3.2 粉碎机:内装孔径 1.0 mm 的筛板。
 5.3.3 消化容器:口径不小于 3 cm 的 500 mL 磨口锥形瓶,配有球形冷凝管。
 5.3.4 烘箱:(0~200)℃。
 5.3.5 玻璃砂芯坩埚:G2,30 mL;瑞典产 P2 坩埚。
 5.3.6 减压过滤装置。
 5.3.7 可调电炉。
 5.3.8 高温炉:(0~1 000)℃。
 5.3.9 干燥器:内装有效干燥剂。

5.4 分析步骤

称取试样(0.30~3.00) g,约相当于含粗纤维(0.03~0.15) g。

脂肪含量超过 10% 的样品,先经脱脂。

将试样于滤纸包内置于索氏抽取器中,加入抽提瓶容量三分之二的乙醚,装上回流冷凝器,抽取(1~2) h,去除溶剂,于 80℃ 以下烘箱内干燥约 1 h(也可用测定脂肪后的残渣测定粗纤维。注意在计算结果时,应考虑脱脂的质量损失)。

5.4.1 方法一

5.4.1.1 酸处理

在装有试样的消化瓶中,加入 200 mL 预先在回流装置下煮沸的硫酸标准溶液,立即将消化瓶连接于冷凝管上并开始加热,消化瓶内容物在 1 min 内煮沸,并继续徐徐沸腾至 30 min。在消化过程中,每隔 5 min 摇动消化瓶一次,使内容物充分反应,并冲下附着在瓶壁上的残渣。消化 30 min 结束,停止加热,立即用减压过滤装置经 G2 玻璃砂芯坩埚过滤,用约 95℃ 蒸馏水洗涤直至洗涤液不再呈酸性(可用石蕊试纸试验),将坩埚内的残渣全部移入原消化瓶内。如产生大量泡沫,可加几滴正辛醇做防泡剂。

5.4.1.2 碱处理

加入 200 mL 预先在回流装置下煮沸的氢氧化钠标准溶液,操作同酸处理法,加热微沸 30 min 后,再用减压过滤装置经原 G2 玻璃砂芯坩埚过滤,并用 95℃ 蒸馏水洗涤至中性。

5.4.1.3 溶剂洗涤

在减压过滤装置上先用(20~25) mL 热乙醇[(50~60)℃]分三次洗涤残渣。再用(20~25) mL 乙醚分三次洗涤,抽净残留乙醚。

5.4.1.4 干燥与灰化

先将坩埚连同残渣在(130±2)℃的烘箱中干燥 2 h,取出,放入干燥器内冷却至室温,称重(准确至 0.5 mg);再将其置于 550℃ 的高温炉中灼烧不少于 30 min,直至含碳物完全灰化,待高温炉降至 150℃,取出坩埚,放入干燥器内冷却至室温后称重。

同一样品进行两个平行试验。

5.4.2 方法二

可采用能测得与基准方法相同结果的仪器方法。

5.5 结果计算

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

式中: F——粗纤维含量, %;

m_1 ——干燥后残渣及坩埚的质量, g;

m_2 ——灰化后残渣及坩埚的质量, g;

m ——试样的质量, g。

$$\text{干态粗纤维含量(\%)} = \frac{F}{1-M} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：F——粗纤维含量，%；

M——试样中水分及挥发物的质量百分率，%。

取两次测定结果的算术平均值，数据取小数点后两位。

5.6 允许差

若粗纤维含量低于 2% 时，平行试验结果之绝对差值不应超过 0.10%；若粗纤维含量高于 2% 时，两个结果相对偏差不应超过 5%。