
中国食品土畜进出口商会团体标准

T/CFNA 6506-2022

香辛料中粗纤维含量的测定

Determination of Crude Fiber in Spice

2022-6-30 发布

2022-7-15 实施

中国食品土畜进出口商会 发布

目录

前言.....	1
1. 范围.....	2
第一法 电炉消解法.....	2
2. 原理.....	2
3. 试剂和材料.....	2
4. 仪器设备.....	2
5. 实验步骤.....	3
6. 计算.....	4
第二法 纤维消解仪消解法.....	4
7. 原理.....	4
8. 试剂和材料.....	4
9. 仪器设备.....	5
10. 检测流程.....	5
11. 计算.....	6
12. 精密度.....	7
13. 报告.....	7

前言

本标准根据 GB/T 5009.10 及 ISO 5498 方法，结合检测过程中的实际操作，针对香辛料中粗纤维含量的测定，规范细化了具体操作要求。

本标准由中国食品土畜进出口商会提出，委托商会调料分会制定。

本标准核心起草单位：山东百佳食品有限公司、山东恋味食品有限公司、韩城市宏达花椒香料有限公司、四川家和原味香料有限公司、四川丁点儿食品开发股份有限公司。

本标准主要起草单位：中华人民共和国梧州海关（南宁海关香料检测区域性中心实验室）、山东农业大学。

本标准协同起草单位：欧陆分析技术服务（青岛）有限公司、通标标准技术服务（青岛）有限公司、海乐香辛料（济南）有限公司、山东万兴调味品有限公司、山东泰山立福食品科技有限公司、山东商业职业技术学院。

本标准主要起草人：刘桂宁、崔培恩、刘继华、吴耀军、苏绍涛、刘桂宁、孙秀东、李漪、袁秉康、乔旭光、卢晓明、李宁阳、郑振佳。

本标准协同起草人：王丽华、周凯、赵康超、陈永强、毛子奇、王琦、文旭娟、邵广阔、牛亚鑫、吕国强、张明月、杜国辉、张咏梅。

本标准由中国食品土畜进出口商会及团标发起单位组织实施并解释。

本标准由中国食品土畜进出口商会 2022 年 06 月 30 日批准。

本标准自 2022 年 07 月 15 日起实施。

香辛料中粗纤维含量的测定

1. 范围

本标准适用于测定香辛料中粗纤维含量。

第一法 电炉消解法

2. 原理

试样在热硫酸作用下，除去淀粉、果胶和部分半纤维素水解，再经氢氧化钠溶液处理，除去蛋白质和部分半纤维素、木质素、脂肪；再经丙酮、乙醇和乙醚处理，除去单宁、色素、脂肪、蜡质以及部分蛋白质和糖，最后经高温灼烧扣除矿物质的剩余物为粗纤维。

3. 试剂和材料

除另有规定，所用试剂均为分析纯试剂，所用水应是蒸馏水或至少相近纯度的水（GB/T 6682 中的三级水）。

3.1 1.25%硫酸溶液

3.2 1.25%氢氧化钠溶液

3.3 乙醇

3.4 乙醚

3.5 丙酮

3.6 石油醚：沸程 30℃~60℃

3.7 滤器辅料：硅藻土（使用前，用 4mol/l 的盐酸煮沸 1h，用热水洗至中性，在 500℃±25℃ 下烧至恒重）

4. 仪器设备

4.1 分析天平（感量为 0.1mg）

4.2 消煮器

4.3 布氏漏斗

- 4.4 抽滤瓶
- 4.5 真空抽气机
- 4.6 电热式恒温箱
- 4.7 干燥器
- 4.8 高温炉
- 4.9 G2 玻璃滤坩
- 4.10 500ml 锥形瓶、电炉

5. 实验步骤

- 5.1 样品制备 将 100 克左右的调味品样品粉碎至粉末状态，全部通过 18 目筛。
- 5.2 脂肪物质的脱脂（如果脂肪物质的含量小于 1%，不需要脱脂）
 - 5.2.1 取试样 1-5g（一般 1g 左右），放入带有漏斗的滤纸中，用 90ml 石油醚脱脂。
 - 5.2.2 在通风厨内放置 30min，除去多余的石油醚。
- 5.3 酸处理
 - 5.3.1 将经过脱脂的试样（如未经脱脂，直接取试样 1-5g），移入 500mL 锥形瓶中，加入 200mL 的 1.25%硫酸，在 2min 内加热至微沸，体积恒定，保持 30min±1min，每隔 5min 摇动锥形瓶一次，使瓶壁粘附颗粒及时融入溶液中，保证充分混合。
 - 5.3.2 取下锥形瓶，用玻璃坩埚和 1.5g 硅藻土过滤，并用 95-100℃清水洗涤，少量 1.25%氢氧化钠中和，重复 3 次，至中性（蓝色石蕊试纸不变色）。分离和洗涤在 30 分钟内完成。
 - 5.3.3 用丙酮冲洗 2-3 次。
- 5.4 碱处理
 - 5.4.1 将清洗过的残余物移入 500mL 锥形瓶中，加入 150mL 的 1.25%氢氧化钠溶液，在 2min 内加热至微沸，体积恒定，保持沸腾 30min±1min，每隔 5min 摇动锥形瓶一次，使瓶壁粘附颗粒及时融入溶液中，保证充分混合。
 - 5.4.2 取下锥形瓶，用 G2 玻璃滤坩过滤，用沸水洗至中性。
 - 5.4.3 用丙酮（或乙醇）洗涤脱水，冲洗 2-3 次。

5.4.4 用乙醚（正己烷）洗涤除去不皂化脂肪物。

5.5 干燥

置于干燥箱 130℃ 至少烘 2h（一般 4h）。在干燥器中冷却至室温，并迅速称重。烘干和冷却的操作反复进行，直至两次连续称重之间的差别不超过 1mg。

5.6 灰化

干燥后，在马弗炉中以 550℃ 将干燥残留物灰化至恒定质量（一般 3h），在干燥器中冷却至室温，并称重，精确至 0.5mg。

5.7 测试过程

相同的测试样品至少要进行两次测试，同时要在相同条件下做对比测试。

6. 计算

6.1 粗纤维含量 = $(M1 - M2) / M \times 100\%$

M1: 130℃ 烘干后瓷坩埚及硅藻土的重量，g

M2: 灼烧后瓷坩埚及硅藻土的重量，g

M: 试样（未脱脂时）的质量，g

6.2 重复性

样品平行测定两次，以其算术平均值为结果。

粗纤维含量在 10% 以下，允许相对偏差 10%；粗纤维含量在 10% 以上，允许相对偏差为 5%。

第二法 纤维消解仪消解法

7. 原理

样品经过酸性和碱性条件下消解，过滤分离残渣，洗涤后干燥称重，再进行灰化，计算得到灰化损失的质量为粗纤维的含量。

8. 试剂和材料

本方法所用试剂均为分析纯。所用水为 GB/T 6682 中的三级水或以上。

8.1 0.13mol/L 硫酸溶液

在 1000mL 容量瓶中预先注入约 500mL 水，移取 7.2mL 浓硫酸，缓慢加入容量瓶中，混匀后定容。该溶液可以在常温下保存 1 个月。

8.2 0.23mol/L 氢氧化钾溶液

称取 12.88g 氢氧化钾，用水溶解后定容至 1000mL 容量瓶中。该溶液可以在常温下保存 1 个月。

8.3 丙酮。

8.4 石油醚，沸程 30~60℃。

8.5 消泡剂：如正辛醇。

8.6 助滤剂：如硅藻土。

9. 仪器设备

9.1 分析天平，精度 0.0001g。

9.2 FOSS 坩埚（或类似器皿）：具粗面烧结玻璃板，孔径为 40~100 μ m。

9.3 粗纤维消解过滤装置。

9.4 马弗炉，525 \pm 25℃。

9.5 烘箱，130 \pm 5℃。

9.6 电炉。

9.7 容量瓶，1000mL。

9.8 离心管，50mL。

9.9 量筒，250mL，50mL。

9.10 离心机

10. 检测流程

10.1 样品制备

- 10.1.1 取 100~200g 的样品均质，称取约 1g 均质后的样品，精确到 0.0001g。
- 10.1.2 如果样品脂肪含量较少，将样品置于预先已经铺上约 1g 硅藻土的 FOSS 坩埚中，将坩埚放置于粗纤维仪上。
- 10.1.3 如果样品含脂肪较高，先用石油醚进行脱脂。取 1g 均质后的样品于 50mL 离心管中，每次加入 25mL 石油醚，混匀后，离心，弃上清液；再次添加 25mL 石油醚，重复 3 次。

10.2 酸消解

对于 6.1.3 中的样品，用水将样品转移至铺好硅藻土的坩埚中，滤去水。6.1.2 中的样品直接进行酸消解。打开粗纤维仪器的冷凝水。将 150mL 硫酸溶液从粗纤维仪器上方全部注入坩埚中的样品中。纤维仪加热至沸腾，保持沸腾状态 30min。如果产生泡沫，可以加入几滴消泡剂。

10.3 第一次过滤

打开仪器上的过滤开关滤去溶液。用 50mL 热水分 5 次洗涤残渣。溶液和水全部过滤完之后，加入一定量的丙酮，以没过样品为宜，浸泡 3 分钟后抽滤排出丙酮。

10.4 碱消解

- 10.4.1 将 150mL 氢氧化钾溶液从粗纤维仪器上方全部注入样品中。加热保持沸腾状态 30min。如果产生泡沫，可以加入几滴消泡剂。在消解期间，需要打开冷凝水防止试剂挥发。

- 10.4.2 消解完毕后，关闭冷凝水循环系统。

10.5 第二次过滤

打开仪器上的过滤开关滤去溶液。用 50mL 热水分 5 次洗涤残渣。溶液和水全部过滤完之后加入一定量的丙酮，以没过样品为宜，浸泡 3 分钟后抽滤排出丙酮。

10.6 干燥

将坩埚及内容物在 $130 \pm 5^\circ\text{C}$ 下干燥至少 2 小时，恒重后，记录下质量 M1，精确到 0.0001g。

10.7 灰化

将坩埚及内容物置于马弗炉中，在 $525 \pm 25^\circ\text{C}$ 下灰化 5 小时，冷却到约 100°C 后取出，置于干燥器中冷却半小时，称重，记录下质量 M2，精确到 0.0001g。

11. 计算

香辛料和调味品中的粗纤维含量按以下公式计算：

$$X = (M_1 - M_2) \times 100 / M$$

式中，

X----- 样品中粗纤维含量， %；

M₁----- 干燥后坩埚及试样的质量， g；

M₂----- 灰化后坩埚及试样的质量， g；

M----- 试样质量， g；

取两次测定结果的算术平均值作为测定结果。

12. 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对值差不得超过其算术平均值的 10%。

13. 报告

结果保留至小数点后一位，本方法的定量限为 1.0%。