

ICS 67.180
分类号: X34
备案号: 18941-2006

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2469—2006
代替 QB/T 2469—2000

甜菜颗粒粕

Pelleting dried beet pulp

2006-09-14 发布

2007-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准是对 QB/T 2469—2000《甜菜颗粒粕》标准的修订。

本标准在 QB/T 2469—2000《甜菜颗粒粕》的基础上增加了重金属铅、镉、汞三项指标的技术要求及检测方法。

本标准由中国轻工联合会提出。

本标准由全国甜菜糖业标准化中心归口。

本标准起草单位：全国甜菜糖业标准化中心。

本标准主要起草人：胡立杰、王 坤、赫晓军。

本标准自实施之日起，代替原国家轻工业局发布的轻工行业标准QB/T 2469—2000《甜菜颗粒粕》。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 9085—1988、QB/T 3707—1999、QB/T 2469—2000。

甜菜颗粒粕

1 范围

本标准规定了甜菜颗粒粕的要求、试验方法、检验规则及标志、包装、运输、贮存。
本标准适用于以甜菜为原料生产的颗粒粕。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 13080—1991 饲料中铅的测定方法

GB/T 13081—1991 饲料中汞的测定方法

GB/T 13082—1991 饲料中镉的测定方法

国家质量监督检验检疫总局令第75号 定量包装商品计量监督规定

3 要求

颗粒粕按要求的規定分为优级、一级共二个等级。

3.1 外观和感官要求

3.1.1 颜色

具有甜菜颗粒粕固有的颜色，无焦糊状。

3.1.2 气味

无霉味及其他异味。

3.1.3 夹杂物

无金属及其他异物。

3.1.4 外观

直径6mm~10mm、长15mm~35mm 表面光滑的圆柱形颗粒不少于80%（对商品颗粒粕以质量计）。

3.2 理化、卫生要求

颗粒粕理化、卫生指标见表1。

表 1

项 目	指 标	
	优 级	一 级
总糖分/ (%) ≤	8.0	
干燥失重/ (%) ≤	14.0	
灰分/ (%) ≤	6.0	
浸水膨胀时间/min ≤	60	
砷含量/ (mg/kg) ≤	2.0	4.0
铅含量/ (mg/kg) ≤	3.0	5.0
镉含量/ (mg/kg) ≤	0.5	
汞含量/ (mg/kg) ≤	0.1	

4 试验方法

4.1 分析样品的制备

取部分分析样品，用植物样品粉碎机粉碎并全部通过 18 目筛网，装入广口玻璃瓶中供测定干燥失重、灰分和总糖分用，另取部分样品粉碎并全部通过 40 目筛网，装入广口玻璃瓶中供测定砷用。

4.2 外观和感官检查

4.2.1 颜色、气味、夹杂物

用目视法观察其颜色及夹杂物，鼻闻气味。

4.2.2 外观

称取分析样品 100.0g，取表面光滑的，并用卡尺测出符合直径 6mm~10mm、长 15mm~35mm 颗粒粕后称重，计算其占总质量的百分数。

4.3 理化指标的测定

4.3.1 干燥失重的测定

4.3.1.1 方法提要

采用常压烘箱干燥技术，烘干后，在统一的条件下冷却。本法主要是测定样品的“表面”水分。

4.3.1.2 仪器、设备

- a) 玻璃称量皿：直径 60mm，高 30mm；
- b) 干燥箱：最高温度 300℃，控制器灵敏度±1℃
- c) 干燥器：盛有硅胶。

4.3.1.3 步骤

a) 测定：用洁净、已恒重的玻璃称量皿称取经制备好的样品 5.00g，放入预先升温至 (140±2)℃ 的恒温干燥箱中，称量皿上面 (2.5±0.5) cm 处的温度要保持在 (140±2)℃，干燥 40min 取出放入干燥器中，冷却至室温，称重。

b) 计算及结果表示：颗粒粕样品的干燥失重按式 (1) 计算，以百分数表示，计算结果取 1 位小数。

$$\text{干燥失重 (\%)} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- m ——带盖玻璃称量皿质量，单位为克 (g)；
- m_1 ——带盖玻璃称量皿及样品质量，单位为克 (g)；

m_2 ——带盖玻璃称量皿及样品干燥质量，单位为克（g）。

c) 允许误差：两次平行测定结果之差不大于 0.12%。

4.3.2 总糖分的测定

4.3.2.1 方法提要

本法是将样品首先加酸加热，其中蔗糖水解转化成还原糖，然后基于碱性铜盐溶液中金属盐类的还原作用，用碘滴定法定量米勒溶液与糖液作用生成的氧化亚铜，确定样品中的总还原糖分。总还原糖分的百分含量即是总糖分的百分含量。

4.3.2.2 仪器、设备

- 锥形瓶：300mL；
- 滴定管：50mL，分度值 0.1mL；
- 两孔或四孔恒温水浴。

4.3.2.3 试剂

a) 米勒溶液：称取硫酸铜（ $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）35.0g，酒石酸钾钠 173.0g 及无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）68.0g，溶于 900mL 蒸馏水中，如有必要可将其微微加热。待完全溶解后，冷却至室温，稀释至 1000mL。加入少量活性炭或硅藻土过滤，贮存于棕色试剂瓶中。

b) 5mol/L 醋酸溶液：量取 99.5%冰醋酸 294mL，用蒸馏水稀释至 1000mL。

c) 0.01615mol/L 碘液：称取碘化钾（无碘）约 20g。先溶于数毫升水中，另称取纯碘 4.099g 溶于碘化钾溶液，将溶液全部移入 1000mL 容量瓶中并加水至标线，贮存于具有玻璃塞密封的棕色瓶内。

d) 硫代硫酸钠储备液：取硫代硫酸钠（ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ）20g 及无水碳酸钠（ Na_2CO_3 ）0.1g（或 1mol/L 氢氧化钠溶液 1mL），用经煮沸灭菌的蒸馏水溶解，稀释至 500mL，保存于棕色试剂瓶中，放置 8d~14d 后过滤备用。

e) 0.0323mol/L 硫代硫酸钠应用液：吸取硫代硫酸钠储备液 100mL，移入容量瓶中，用经煮沸灭菌的蒸馏水稀释至 500mL，该试剂用重铬酸钾标准溶液标定，并校正其浓度。

f) 淀粉指示剂：称取可溶性淀粉 1.0g，加水 10mL，搅拌下注入 100mL 沸水中，再煮沸 2min，静置，取上层清液使用，溶液于使用前制备。

4.3.2.4 步骤

a) 制备浸渍液：称取粉碎后通过 18 目筛网的颗粒粕样品 20.00g，置于 500mL 容量瓶中，加煮沸的蒸馏水约 400mL 于室温下浸渍 1h，浸渍过程要不时摇动容量瓶，浸渍完毕后，冷却至室温，加水至标线，并用移液管补加蒸馏水 10mL，混均过滤。

b) 加酸转化：用移液管吸取上述滤液 100mL，置于 200mL 容量瓶中，再加入 1mol/L 盐酸溶液 15mL，混均后置于沸水中转化 30min。然后立即冷却至室温，加 1mol/L 氢氧化钠溶液 15mL，进行中和，加蒸馏水至标线。

c) 样品测定：用移液管吸取转化溶液 20mL 置于三角瓶中，补加蒸馏水 100mL，加米勒溶液 10mL，摇均，且将一小烧杯倒盖于瓶口上，将三角瓶置于沸水浴内加热 10min。然后冷却至室温（不要摇动）。加 5mol/L 醋酸溶液 5mL 酸化，在不断摇动下，准确加入过量的碘，视还原的铜量而加入 20mL~40mL，将溶液充分摇均，当沉淀物完全溶解后，以硫代硫酸钠应用液滴定过量的碘，滴定至溶液呈黄绿色时，加淀粉指示剂 2mL~3mL，继续滴定至蓝色褪尽为止。

d) 计算及结果表示：颗粒粕样品的总糖分按式（2）计算，以百分数表示，计算结果取 1 位小数。

$$\text{总糖分}(\%) = \frac{(A - B) \times 0.001}{\frac{20}{500} \times \frac{100}{200} \times 20} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

A——空白耗用硫代硫酸钠溶液体积，单位为毫升（mL）；

B——样品滴定耗用硫代硫酸钠溶液体积，单位为毫升 (mL)；

0.001——0.01615mol/L 碘液 1mL 相当于还原糖的量，单位为克 (g)。

e) 允许误差：±10%。

4.3.3 浸水膨胀时间的测定

4.3.3.1 方法提要

本法是用 40℃ 水浸泡样品，观察在此温度下样品全部膨胀所需要的时间。

4.3.3.2 步骤

称取颗粒粕样品 20.0g 置于 300mL 的烧杯中，加 40℃ 的水 250mL，并维持此温度，观察样品全部膨胀时所需的时间 (min)。

4.3.4 灰分的测定

4.3.4.1 方法提要

本法是在高温条件下，灼烧已炭化好的样品，烧好后，在统一条件下冷却。

4.3.4.2 试剂

硫酸，分析纯，相对密度 1.84。

4.3.4.3 仪器、设备

a) 分析天平：感量 0.0001g；

b) 瓷坩埚：50mL；

c) 高温炉。

4.3.4.4 测定

用已恒重的瓷坩埚称取制备好的样品约 5.0000g。滴加硫酸 3mL~5mL，置于电炉上低温炭化，直至无烟为止。移入温度为 800℃ 的高温炉内灼烧约 2h，取出，置于干燥器内冷却至室温后称重。再灼烧约 40min，取出置于干燥器内冷却至室温后称重，直至两次称量之差不大于 0.0005g。

4.3.4.5 计算及结果表示

颗粒粕样品的灰分按式 (3) 计算，以百分数表示，计算结果取 1 位小数。

$$\text{灰分}(\%) = \frac{m_2 - m}{m_1 - m} \times 100 \dots\dots\dots (3)$$

式中：

m ——带盖瓷坩埚质量，单位为克 (g)；

*m*₁ ——带盖瓷坩埚及样品质量，单位为克 (g)；

*m*₂ ——带盖瓷坩埚及样品灼烧后质量，单位为克 (g)。

4.3.4.6 允许误差

两次平行测定结果之差不大于 0.12%。

4.4 卫生指标的测定

4.4.1 砷的测定

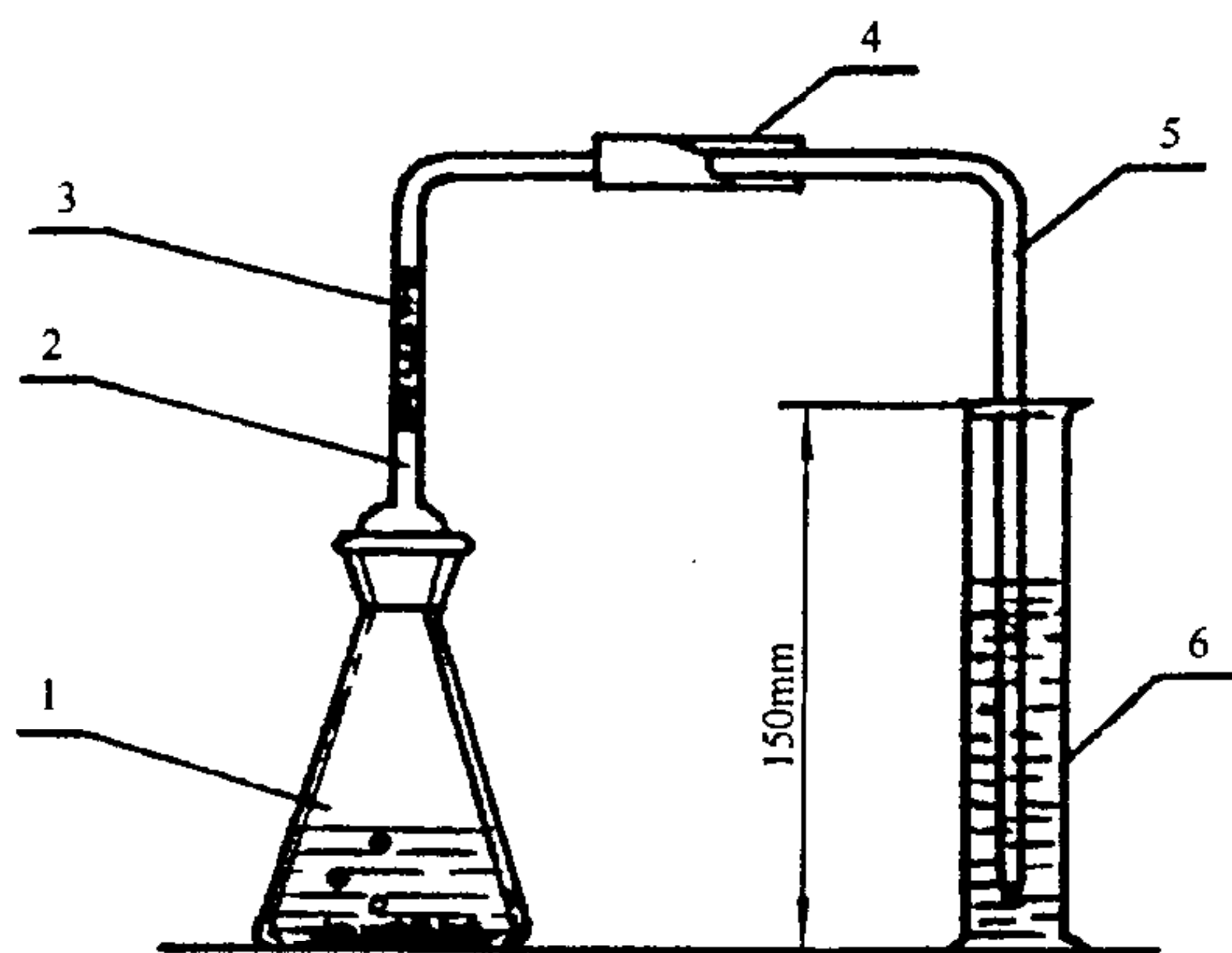
4.4.1.1 原理

在酸性条件下，用氯化亚锡将五价砷还原成三价砷，再利用锌和酸的作用，生成原子态氢，将砷还原为砷化氢。生成的砷化氢气体通过醋酸铅棉花，除去硫化氢干扰，进入含有 DDC-Ag (二乙基二硫代氨基甲酸银) 溶液中，DDC-Ag 与砷化氢生成红色络合物，其溶液颜色的深浅与砷含量成正比，可直接比色测定。

4.4.1.2 仪器、设备

a) 砷化氢发生器装置 (见图 1)；

b) 分光光度计：测定范围 0~2A，精度 0.01A。



1—100mL 带磨口定砷瓶；2—导气管；3—醋酸铅棉花；4—胶管；5—尖嘴玻璃管；6—小量筒

图 1 砷测定装置

4.4.1.3 试剂

a) 砷标准储备液：取少量的三氧化二砷，置于干洁的称量皿中，放在有浓硫酸的干燥器中，干燥 24h。准确称取 0.1320g 于 100mL 烧杯中，加 20% 氢氧化钠溶液 5mL 溶解，用少量无离子水洗入 1000mL 容量瓶中，用 1mol/L 硫酸 15mL 中和，然后再过量 10mL，用无离子水定容，摇匀，备用。此溶液每毫升含砷 100 μ g；

b) 砷标准溶液：精确吸取砷标准储备液 1mL，移入 100mL 容量瓶中，加 1mol/L 硫酸溶液 1mL，用无离子水定容，摇匀。此液每毫升含砷 1 μ g。临用前配制；

c) 醋酸铅棉花：用 10% 醋酸铅溶液浸透脱脂棉后，压出多余溶液，并使之疏松。在 100 $^{\circ}$ C 下干燥后，贮于磨口瓶中；

d) 40% 酸性氯化亚锡溶液：称取氯化亚锡 20.0g，用相对密度 1.19 浓盐酸溶解定容至 50mL；

e) 9mol/L 硫酸溶液；

f) 锌粒：符合砷测定要求。直径约 0.3cm；

g) 16.5% 碘化钾溶液：称取碘化钾 16.5g，用无离子水溶解定容至 100mL；

h) 20% 硝酸镁溶液；

i) 浓盐酸；

j) 3% 三乙醇胺氯仿溶液，量取三乙醇胺 3mL 用氯仿溶解并定容至 100mL；

k) 银盐三乙醇胺氯仿溶液：称取二乙基二硫代氨基甲酸银（简称 DDC-Ag）0.5g，加 3% 三乙醇胺氯仿溶液 100mL 溶解，放置过夜，滤液贮于棕色瓶中。

4.4.1.4 步骤

本试验全部操作在通风橱内进行。每更换一批锌粒或新配制一次银盐三乙醇胺氯仿溶液均应重新绘制标准曲线。

a) 标准曲线的绘制：分别吸取砷标准液 0, 1, 2, 3, 4, 5mL（相当于砷含量 0, 1, 2, 3, 4, 5 μ g），置于 6 只定砷瓶内，各加蒸馏水至 40mL，再加 16.5% 碘化钾溶液 3mL 及 40% 氯化亚锡盐酸溶液 10 滴，混均静置 15min。然后各加 9mol/L 硫酸溶液 10mL 及无砷锌粒 5g，立即与装有醋酸铅棉花的导气管连接好，并将弯管出口浸插在预先加有银盐三乙醇胺氯仿溶液 4mL 的量筒中，进行吸收。反应 1h 后，取下量筒，补加氯仿至 4mL，混均后，分别装入 1cm 的比色皿中。用分光光度计，在波长 520nm 下，以试剂空白作参比，测其吸光度。以砷标准含量为横坐标，测得吸光度为纵坐标绘制标准曲线。

b) 样品测定：用 50mL 洁净的瓷坩埚称取制备的颗粒粕样品约 1.0000g，加 20% 硝酸镁溶液 3mL，稍待片刻，将坩埚盖倾斜盖在坩埚上，置于电炉上低温炭化至无棕色烟为止。然后移入高温炉内，在 550℃~600℃ 下灼烧 1h~2h，直至样品呈灰白色的残渣为止。取出冷却至室温，加少许蒸馏水湿润，然后缓慢加入浓盐酸 1mL 使残渣溶解。最后用 40mL 蒸馏水全部洗入定砷瓶内，以下步骤与标准曲线测定相同。

4.4.1.5 计算及结果表示

颗粒粕样品的砷按式 (4) 计算，以 (mg/kg) 表示，计算结果取 1 位小数。

$$\text{砷} = \frac{G_1}{G} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

G_1 ——从标准曲线中查得的砷量，单位为微克 (μg)；

G ——试样质量，单位为克 (g)。

4.4.1.6 允许误差

两次平行测定结果之差不得大于 0.3mg/kg。

4.4.2 铅的测定

试样处理按如下方法操作，其他按 GB/T 13080—1991 相应各条款进行操作。

试样处理：用 50mL 洁净的瓷坩埚称取制备好的颗粒粕样品 4.000g，将坩埚盖倾斜盖在坩埚上，置于电炉上低温炭化至无烟为止。然后移入马弗炉中，在温度 500℃ 下灼烧 7h~8h，直至试样呈灰白色。冷却，加 1mol/L 盐酸 10mL，使盐类溶解，把溶液倒入 50mL 容量瓶中，用水冲洗烧杯多次，加水至刻度。用定性滤纸过滤，待用。同法做试剂空白液。

4.4.3 镉的测定

试样处理按如下方法操作，其他按 GB/T 13082—1991 相应各条款进行操作。

试样处理：用 50mL 洁净的瓷坩埚称取制备好的颗粒粕样品 5.000g，将坩埚盖倾斜盖在坩埚上，置于电炉上低温炭化至无烟为止。然后移入马弗炉中，在温度 500℃ 下灼烧 7h~8h，直至试样呈灰白色。取出冷却，加水润湿，加浓硝酸 10mL，在电热板上加热分解试样至近干，冷后加 1mol/L 盐酸溶液 10mL，将盐类加热溶解，内容物移入 50mL 容量瓶中，再以 1mol/L 盐酸溶液反复洗涤烧杯，洗液并入容量瓶中，以 1mol/L 盐酸溶液稀释至刻度，摇匀。用定性滤纸过滤，待用。同法做试剂空白液。

4.4.4 汞的测定

试样处理按如下方法操作，其他按 GB/T 13081—1991 相应各条款进行操作。

试样处理：称取 2g~3g 试样，精确到 0.001g，置于三角烧瓶中，加硝酸 25mL，硫酸 5mL，转动三角烧瓶并防止局部炭化，装上冷凝管，小火加热，待开始发泡即停止加热，发泡停止后，再加热回流 2h，如果消化液浑浊加过氧化氢约 10mL，稍稍加热。放冷后从冷凝管上端小心加水 20mL，继续加热回流 10min，放冷，用适量水冲洗冷凝管，洗液并入消化液。消化液经玻璃棉或滤纸滤于 100mL 容量瓶内，用少量水洗三角烧瓶和滤器，洗液并入容量瓶内，加水至刻度，混匀。取试样相同量的硝酸、硫酸，同法做试剂空白试验。

5 检验规则

5.1 型式检验

5.1.1 取样方法

每班 (8h) 产品为一个编号。每班按理化、卫生要求全项检验一次。在称量包装时，每 2h 取一次样品，放在带盖的容器中，连续采集 3 次，积累样品 1kg，混均后为编号样品。该样品除供编号分析之外，另取 0.5kg 放在带盖的容器中，积累 24h 后为日集合样品。

取 0.5kg 日集合样品，用双层塑料袋密封包装，或广口玻璃瓶盛装，标明产品编号、级别、生产日

期、全批包数、检验结果及检验员，于通风干燥的环境中保存，供检验用。经供、收双方认可，可作为仲裁检验留样。一次抽检或仲裁检验结果，对先后出厂的同一编号颗粒粕有效。

5.1.2 生产厂在保证产品质量稳定的前提下，每编号样品可按生产的实际情况进行项目的抽检，日集合样品检验理化、卫生要求全部项目；检验结果若有一项或一项以上不符合该级别要求的，则按实际达到级别处理，达不到一级指标的按不合格品处理。

5.1.3 有下列情况之一时，应进行技术要求全部项目的检验，检验结果作为对产品质量的全面考核。

- a) 生产开始或停机后恢复生产时；
- b) 正常生产的前期、中期、后期；
- c) 出厂检验出现不合格批时；
- d) 质量监督机构提出进行型式检验的要求时。

5.2 出厂检验

5.2.1 每次交货的甜菜颗粒粕为一个交收批，每批甜菜颗粒粕应附有生产厂的产品合格证，收货方凭合格证收货，交收双方均有权提出在现场抽检或抽样封存。日后若有质量争议，符合贮存条件保管的封存样品作为仲裁检验样品，由质量仲裁检验机构出具的检验结果为该批甜菜颗粒粕仲裁检验结果。

5.2.2 甜菜颗粒粕的每个交接批为一个检验批。

5.2.3 抽样规则

5.2.3.1 甜菜颗粒粕抽样以堆为单位，从粕堆的四个侧面及上面共五个面抽样。上面抽中心一个点；每个侧面在其中一条对角线上按如下规定均匀抽取若干点：不大于 300t 为三个点；大于 300t 每增加 100t 增加一个点，也即不大于 300t 的粕堆每堆抽 13 个点，大于 300t 的堆抽取的点数按式 (5) 计算。

$$n = 4 \times \left(\frac{m}{100} \right) + 1 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m ——样品质量，单位为吨 (t)； $m/100$ 取整数；

n ——抽样点数，取整数。

5.2.3.2 每点抽取的甜菜颗粒粕样品 100g，每堆各点抽样混匀后作为该堆样品，若每批有多少个粕堆，则各粕堆的抽样混匀后作为该批样品。

5.2.3.3 抽样器皿应干净无菌。

5.2.4 出厂检验项目为理化、卫生要求的全部项目。需增加项目时，在供、收双方的书面合同中明确，并应写明国家认可的质量检测机构为仲裁检验机构。

6 标志、包装、运输、贮存

6.1 标志

颗粒粕标签应有下列内容：

- a) 产品名称；
- b) 级别；
- c) 净含量 (kg)；
- d) 制造者的名称和地址；
- e) 采用标准编号；
- f) 生产日期 (可只标年、月)。

6.2 包装

6.2.1 包装袋

甜菜颗粒粕应用包装袋包装，包装袋应耐磨损、严密，内袋洁净且透气性较好。

6.2.2 包装计量

50kg 包装的甜菜颗粒粕净含量，单件净含量的负偏差应不大于 250g，批量平均偏差应不小于零。其他规格的包装按国家质量监督检验检疫总局令第 75 号的规定。

6.2.3 每批甜菜颗粒粕出厂时，由生产厂附产品合格证、运输与保管条件说明书各一份。

6.3 运输

运输工具和仓库应清洁、干净，严禁颗粒粕与有害、有毒、有异味和其他易污染物品混运、混贮，用船运载和仓贮时甜菜颗粒粕堆下面应有垫层，严防受潮。

6.4 贮存

甜菜颗粒粕应堆放在距离墙壁、暖气管或水泥柱 1m 以外，颗粒粕堆高度以确保安全为原则。根据先入仓先出仓的原则，依次调拨运出。仓库内保持干燥和低温。

中 华 人 民 共 和 国
轻 工 行 业 标 准
甜 菜 颗 粒 粕
QB/T 2469—2006

*

中国轻工业出版社出版发行
地址：北京东长安街6号
邮政编码：100740
发行电话：(010)65241695
网址：<http://www.chlip.com.cn>
Email：club@chlip.com.cn

轻工业标准化编辑出版委员会编辑
地址：北京西城区月坛北小街6号
邮政编码：100037
电话：(010)6049923

*

版权所有 侵权必究
书号：155019·2957