SN

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

SN/T 0325—94

出口甘草检验方法

Method for the inspection of licorice roots for export

1994-12-26发布　　1995-05-01实施

中华人民共和国国家进出口商品检验局　发布

中华人民共和国进出口商品检验行业标准

出口甘草检验方法

SN/T 0325—94

Method for the inspection of licorice roots for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口条草、甘草节的抽样、制样和检验方法。

本标准适用于出口条草、甘草节的检验。

2 术语

2.1 外观

指整批甘草的色泽、长短、均匀度及洁净状况等。

2.2 气味

指整批甘草的气味。

2.3 不完善草

2.3.1 破碎草：纵裂、斜裂达全长的三分之一；横裂达直径二分之一的碾扁草。

2.3.2 虫蚀草：已被虫蛀的甘草。

2.3.3 损伤草：口面或折断面呈棕色的甘草。

2.4 杂质

指外来杂质及本身杂质。

2.4.1 非药用部分，指甘草的地上部分。

2.4.2 筛下物

指通过 80 目圆孔筛的物质(用于检验出口甘草节)。

2.4.3 无机杂质

指砂石、煤渣、砖瓦碎片、泥土团等。

2.4.4 有机杂质

指其他植物的根、茎、叶及虫的尸体等。

2.4.5 有害物质

指一切有毒、有害、有碍卫生的物质及金属块状等物。

2.5 长度

用皮尺或钢卷尺所量取的甘草长度。

2.6 口径

指用卡尺所量甘草头部以下约 1.5 cm 处的直径。

2.7 白粉草

去掉外皮的甘草。

3 抽样

3.1 包装货物堆垛抽样

中华人民共和国国家进出口商品检验局 1994-12-26 批准　　1995-05-01 实施

3.1.1 用具

3.1.1.1 分样布(也可以在洁净的地面上分样)。

3.1.1.2 塑料袋或密闭的盛样筒。

3.1.2 作批及抽样数量

3.1.2.1 检验批

检验批数量:条草——产地、口岸分别为 30 t 和 50 t;草节——产地、口岸分别为 50 t 和 200 t 作为一个检验批,超过时应另分批抽样。

3.1.2.2 抽样数量

10 包以下逐包抽样;11 包～100 包抽取 10 包;101 包以上,则按式(1)抽取:

$$A = \sqrt{N} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中:N——每一抽样批次的总件数;

A——应抽样件数。

注:A 值的小数部分按数字修约的办法进为整数。

3.1.3 抽样程序

抽样前,要在堆垛现场检查货垛及环境,对照报验单,核对标记,了解进货、备货、加工情况,检查包装是否符合有关规定。现场检查中,如果发现货物不齐、品质异常、包装不良或污染、标记不清或不符等情况,应及时通知报验单位重新整理后再进行抽样,对于部分有异常现象的货物,可单独抽样、单独检验、单独评定。抽样步骤如下:

根据货垛情况在货垛内、外、上、中、下层按规定抽样数量抽样,并至少从抽取的包件中随机抽取 10%,用倒包法取样(根据货物的品质情况,可酌情增减倒包数),将所抽各件拆开缝口缝线,各件货物全部倒于干燥洁净的水泥地面或其他平面上。碎节分别从四角及包的中间每点抽取约 100 g,每件共取约 500 g;条草每包抽取 3～5 根一并放于同一容器里。

在抽样的全部过程中,应注意检查货物的外观、气味是否正常及有无杂质等情况,如有异常,则酌情增加倒包数。如果不符合出口要求,应提请申请人全部返工整理后再抽样。抽样完毕,立即将所抽样品全部倒置在塑料布或洁净的地面上,充分混匀后缩分至约4 kg,草节立即放入盛样器中封口,条草捆把,带回检验室检验。

在加工过程中按照进度,以不少于式(1)规定数量,每隔同等时间或一定包数抽取一次等量样品,然后混匀,缩分至约4 kg。

3.2 散装堆垛抽样

3.2.1 抽样点的选择

散装堆垛面积不超过 10 m^2 者,在平面上共设五个抽样点;四角为四个抽样点(距边线约 0.5 m 处),中央为一个点(如图 1)。

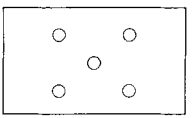


图 1

堆垛面积超过 10 m^2 者,酌增抽样点(如图 2)。

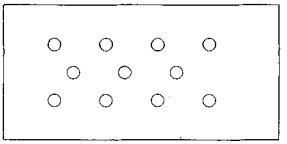


图 2

3.2.2 抽样层次的划分

散装垛高度不超过 2 m 者，分上下二层；2 m 以上 3 m 以下者，分上、中、下三层。上层在垛面以下 10～20 cm 处抽样，中层在垛高度二分之一处抽样，下层在垛底部抽样。

选定抽样点后，用手逐点抽取相等数量的样品，将所抽样品充分混匀，缩分至不少于 4 kg。将测试样品置于清洁的容器内，密封，放标签(条草扎捆)。

4 检验

检验室收到样品后，应核对报验单、抽样记录，无误后再进行检验。

4.1 气味、色泽、产地

气味、色泽、产地检验主要在抽样现场进行，但在检验室分样前还要作进一步检验。

4.1.1 气味

打开样品容器，嗅辨气味是否正常。

4.1.2 色泽

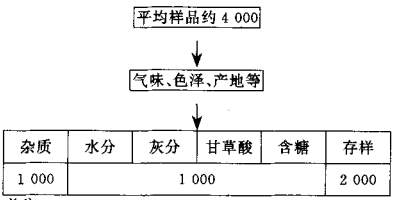
将样品平摊在检验台上，检验货样的口面、皮色是否正常。

4.1.3 产地

将样品平摊在检验台上，检验口面形状、草身形状、皮色、纹络、纤维等特征，确定甘草的产地。

4.2 试样制备

平均样品流程图：



注：图内数字均为大约数，单位：g。

将草节平均样品倒在清洁、干燥的检验台上，用分样板从样品边缘撮向中心，反复混合 4～5 次，将样品堆成厚度均匀的正方体，再将其分成四个对顶角三角形，将其中一组对顶角三角形作为存查样品，将其余的一组对顶角三角形合并，缩分各检验项目所需样品；条草亦需充分混合。将约二分之一的样品作为存样备查，剩余部分供各项检验用。

4.3 杂质

4.3.1 仪器及用具

80 目圆孔筛。

4.3.2 操作程序

按上述流程图缩分的样品约 1 000g 试样，在感量 0.1 g 天平上称重后，平摊在检验台上，剔除大型甘草，过 80 目圆孔筛，筛 1 min，检验各类杂质(2.4)，将筛上筛下各类杂质在感量 0.01 g 天平上称量。

4.3.3 结果计算和表述：

$$P = \frac{a}{W} \times 100 \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：P——杂质，%；

a——试样中杂质重量，g；

W——试样重量，g。

4.4 不完善草

将验毕杂质的全部样品，在感量 0.1 g 天平上称重后，用感官鉴定，拣出破碎草、虫蚀草及损伤草，分别称重，计算其百分含量。

4.4.1 结果计算和表述

按式(3)计算样品中不完善草含量：

$$A' = \frac{A}{W} \times 100 \quad B' = \frac{B}{W} \times 100 \quad C' = \frac{C}{W} \times 100$$

$$\text{不完善草含量}(\%) = A' + B' + C' \qquad \cdots\cdots(3)$$

式中：A——破碎草含量(条草为支数，草节不验破碎)，支；

A'——破碎草百分含量，%；

B——虫蚀草含量(条草为支数，草节为重量)，支(g)；

B'——虫蚀草百分含量，%；

C——损伤草含量(条草为支数，草节为重量)，支(g)；

C'——损伤草百分含量，%；

W——试样用量(条草为支数，草节为重量)，支(g)。

4.5 水分

4.5.1 仪器及设备

4.5.1.1 天平：0.001 g。

4.5.1.2 电热烘箱：能自动调节温度在±2 ℃范围内，附有 0～200 ℃温度计，水银球位于箱内中层隔板以上 1.5 ～2 cm 处。

4.5.1.3 铝制或玻璃制称量皿，盖、底有相同编号，封口严密。

4.5.1.4 玻璃干燥器，内装有效吸湿性能的干燥剂。

4.5.2 试样制备

按上述流程图中检验杂质后的样品，以电磨粉碎，过 1.5 mm 的圆孔筛，装于广口瓶中备用。

4.5.3 测定

将干净的称量皿的盖打开，连盖置于 130℃烘箱中烘 40 min 取出，放于干燥器内，冷至室温后称重，然后按皿底面积 0.25 g/cm² 的量取适量试样平铺于皿底，盖好盖，准确称量(准确至 0.001 g)。将已盛有样品的称量皿打开，连同皿盖置于已预热至 130℃以上的烘箱中层隔板上，距箱壁不少于 5 cm 处，待温度达到 130 ℃时起计算时间，保持在 130±2 ℃，准确烘 40 min；取出，立即盖好皿盖，置干燥器中冷却至室温后称量。根据试样烘失重量计算水分百分率。

4.5.4 结果计算和表述

按式(4)计算样品中的水分：

$$X = \frac{A - A_1}{A - C} \times 100 \qquad \cdots\cdots(4)$$

式中：X——水分，%；

A——皿＋试样烘前重量，g；

A_1——皿＋试样烘后重量，g；

C——皿重，g。

注：平行试验允许误差为 0.2%。

4.6 甘草酸

4.6.1 方法原理

将甘草试样的水溶液加热 2 h，加入乙醇，使大部分胶质等分离，加硫酸使甘草素变为甘草酸沉淀析出，以少量水洗涤后，用乙醇溶解，以分离残余胶质等，蒸干后即得甘草酸重量。

4.6.2 仪器及用具

4.6.2.1 分析天平：感量 0.000 1 g。

4.6.2.2 粗天平：感量 0.01 g。

4.6.2.3 容量瓶：250 mL。

4.6.2.4 移液管：25 mL、10mL。

4.6.2.5 离心机：3 000 r/min。

4.6.2.6 烧杯：100 mL、300 mL。

4.6.2.7 电热烘箱。

4.6.2.8 水浴锅。

4.6.2.9 离心管：100 mL。

4.6.3 试剂

4.6.3.1 硫酸：分析纯。

4.6.3.2 乙醇：分析纯。

4.6.3.3 氨水：分析纯。

4.6.4 测定

称取按 4.5.2 制备的均匀试样 10 g(准确至 0.01 g)，置 300 mL 烧杯中，加水 150 mL 搅匀，放置石棉网电炉上小心加热煮沸 2 h，并不断加水保持在 100 mL，冷却，移入 250 mL 容量瓶中，加125 mL95% 乙醇，加水定容，充分摇匀，静置 1 h 后倒入 2 个 100 mL 离心管中，离心。合并离心上清液，混匀，吸取 25 mL 上清液(相当 1 g 样品)于 100 mL 烧杯中，加 10 滴氨水用玻璃棒搅拌混匀，放入沸腾的水浴上蒸至 2～3 mL，冷却后加 10 mL1∶10 硫酸，边加硫酸边搅拌，加水 35 mL 搅匀，静置大于 2 h，用快速滤纸过滤，用水洗涤滤纸及甘草酸，洗至滤液呈中性(用 pH 试纸测试)，滤净后将滤纸慢慢打开斜放于另一个已知重量的 100 mL 烧杯中，用热乙醇将滤纸上的甘草酸溶解到烧杯中，并将滤纸冲洗至无色后取出，然后将烧杯放置水浴上蒸干后，移入 105 ℃烘箱中烘至恒重。

4.6.5 结果计算和表述：

按式(5)计算样品中的甘草酸：

$$a = \frac{B}{\frac{C}{10}} \times 100 \qquad \cdots\cdots(5)$$

式中：a——甘草酸百分含量，%；

B——甘草酸重量，g；

C——试样重量，g。

注：平行试验允许误差为 0.5%。

4.7 粗灰分

4.7.1 仪器及用具

4.7.1.1 高温炉，附温度自动控制器。

4.7.1.2 分析天平：感量 0.000 1 g。

4.7.1.3 瓷坩埚：50 mL。

4.7.1.4 玻璃干燥器：内盛有效干燥剂。

4.7.2 测定

称取上述备用混匀样品 2～3 g(准确至 0.000 1 g),置于预热灼烧冷却恒重的瓷坩埚内,于电炉上缓缓加热(注意避免燃烧)至无烟为止,移入高温炉,逐步升高温度至 500～600 ℃,使完全灰化并至恒重,按式(6)计算总灰分百分含量。

4.7.3 结果计算和表述

按式(6)计算样品中的粗灰分:

$$H = \frac{W_1}{W(1-X)} \times 100 \qquad \cdots\cdots(6)$$

式中:H ——总灰分百分含量(干态),%;

W ——试样重量,g;

W_1——总灰分重量,g;

X ——水分百分含量,%。

注:平行试验允许误差为 0.2%。

4.8 总糖(以还原糖计,铁氰化钾法)

4.8.1 原理

样品中原有的和水解所产生的转化糖具有还原性,在碱性溶液中能将铁氰化钾还原,根据铁氰化钾的浓度和被检样液滴定量,可计算含糖量。

4.8.2 仪器和设备

4.8.2.1 分析天平:感量 0.000 1g。

4.8.2.2 容量瓶:100 mL、250 mL。

4.8.2.3 移液管:5、10、50 mL。

4.8.2.4 锥形瓶:100 mL。

4.8.2.5 烘箱。

4.8.3 试剂

4.8.3.1 1%次甲基蓝指示剂:溶解 1 g 次甲基蓝于 100 mL 蒸馏水中。

4.8.3.2 5%、10%、30%氢氧化钠溶液:分析纯。

4.8.3.3 1%铁氰化钾溶液:溶解 10 g 分析纯铁氰化钾于蒸馏水中,转移至 1 000 mL 容量瓶中,并用蒸馏水稀释至标线,按下法标定其滴定度:

称取在减压(不超过 50 mmHg)下不超过 70 ℃干燥的纯蔗糖 1 g(准确至 0.002 g),用蒸馏水溶解,移入 250 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至标线,摇匀。用吸移管吸取 25 mL,移入 100 mL 容量瓶中,加入 25 mL 蒸馏水和 5 mL 浓盐酸(分析纯),将容量瓶置于 70℃水浴中,使瓶中溶液在 2～2.5 min 内热至 67～69℃,并在 69℃保持 7.5～8 min,使全部加热时间为 10 min,取出,置流水下冷却至 20 ℃,加入约 7 mL30%氢氧化钠溶液,然后用 5%氢氧化钠中和至恰呈微碱性,冷却后用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

用移液管吸取 10 mL1%铁氰化钾和 2.5 mL10%氢氧化钠,置于 100 mL 锥形瓶中,用蒸馏水稀释 1 倍(可在瓶中加数粒玻璃珠),将瓶置于石棉网电炉上加热至沸,保持 1 min,并用小火保持瓶中溶液沸腾,立即用糖液滴定至瓶中溶液近于无色时,加 1 滴次甲基蓝指示剂,继续滴定至溶液的蓝色消失为止,此为预滴定。

再取 10 mL1%铁氰化钾和 2.5 mL10%氢氧化钠溶液,置于 100 mL 锥形瓶中,用蒸馏水稀释 1 倍(瓶中加数粒玻璃珠),从滴定管中放入较上述预滴定时所耗量少 0.2～0.3 mL 的糖液,然后将瓶置于石棉网电炉上将溶液迅速煮沸,并继续沸腾 1 min,加入 1 滴次甲基蓝指示剂,立即用糖液趁沸滴定至蓝色消失为止,记下所耗糖液的毫升数(V),按式(7)计算出每 10 mL1%铁氰化钾溶液相当于转化糖的克数,即滴定度 T。

4.8.3.4 结果计算和表述

按式(7)计算样品的滴定度 T：

$$T = \frac{G \cdot V}{1\,000 \times 0.95} \qquad \cdots\cdots(7)$$

式中：T——滴定度；

G——纯蔗糖的克数，g；

V——滴定所耗糖液的毫升数；mL；

0.95——蔗糖换算为转化糖的系数。

4.8.4 试样的测定

称取上述试样 5～6 g(准确到 0.002 g)，用蒸馏水移入 250 mL 容量瓶中，加亚铁氰化钾溶液 10 mL，摇匀，再加乙酸锌10 mL，摇匀，至不再产生沉淀为止，加水至标线，摇匀，过滤。

吸取滤液 50 mL 于 100 mL 容量瓶中，以下按 4.8.3.3 标定铁氰化钾溶液浓度的方法进行转化，中和及滴定，除用试样滤液代替糖液外，其余操作均与上述相同，记下所耗样液的毫升数(V)，按式(8)计算试样中总糖含量。

4.8.5 结果计算和表述

按式(8)计算样品中含糖量：

$$\text{总糖(以转化糖计，\%)} = \frac{T \times 500}{W \cdot V} \times 100 \qquad \cdots\cdots(8)$$

式中：T ——每 10 mL1%铁氰化钾溶液相当于转化糖的克数，g；

W——试样重量，g；

V ——滴定 10 mL1%铁氰化钾溶液所耗样液的毫升数，mL。

注：平行试验结果允许误差为 0.5%。

4.9 长度

4.9.1 用具

皮尺或钢卷尺。

4.9.2 操作方法

用皮尺或钢卷尺量取草身的长度。

4.9.3 结果计算和表述

按式(9)计算样品中不足所规定长度的含量：

$$H = \frac{W_1}{W} \times 100 \qquad \cdots\cdots(9)$$

式中：H ——不足尺寸者含量百分率，%；

W_1——试样短尺量，支；

W ——试样总量，支。

4.10 直径

4.10.1 用具

卡尺(0～125 mm)。

4.10.2 操作方法

用卡尺量取草头下约 1.5 cm 处的直径。

4.10.3 结果计算和表述

按式(10)计算样品中不足所规定直径的含量：

$$A = \frac{W_1}{W} \times 100 \qquad \cdots\cdots(10)$$

式中：A——直径低于规定的含量百分率，%；

W_1——试样中直径低于规定的量，支；

W——试样总量，支。

5 检验结果小数保留位数

a. 灰分：0.01%；
b. 总糖：0.01%；
c. 长度：0.1%；
d. 口径：0.1%；
e. 水分：0.1%；
f. 杂质：0.1%；
g. 甘草酸：0.01%。

注：① 本标准中的抽样、水分、灰分、甘草酸和总糖的检验，同样适用于甘草粉。只是抽样工具改用探子或钢、铝制铲，如贸易合同要求增验细度，则按其规定筛目过筛检验。

② 仅条草检验长度和直径。

附加说明：

本标准由中华人民共和国国家进出口商品检验局提出。

本标准由中华人民共和国天津进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人朱宝义、贾全胜、陈爱华、吕新智、董际璇。