

出入境 检验检疫行业标准 汇编

The Standards on
Entry-Exit Inspection and Quarantine

食品、化妆品检验卷
生物毒素和有机污染物残留检测方法

国家认证认可监督管理委员会 编

 中国质检出版社
中国标准出版社



出入境检验检疫行业标准汇编

食品、化妆品检验卷

生物毒素和有机污染物残留检测方法

国家认证认可监督管理委员会 编

中国质检出版社
中国标准出版社

北 京

图书在版编目(CIP)数据

出入境检验检疫行业标准汇编. 食品、化妆品检验卷.
生物毒素和有机污染物残留检测方法/国家认证认可监
督管理委员会编. —北京:中国标准出版社,2012

ISBN 978-7-5066-6708-1

I. ①出… II. ①国… III. ①国境检疫:卫生检疫-行
业标准-汇编-中国②食品检验-国境检疫-行业标准-汇编-
中国③化妆品-国境检疫-行业标准-汇编-中国 IV. ①
R185.3-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 020272 号

中国质检出版社 出版发行
中国标准出版社

北京市朝阳区和平里西街甲 2 号(100013)

北京市西城区三里河北街 16 号(100045)

网址:www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 24 字数 652 千字

2012 年 6 月第一版 2012 年 6 月第一次印刷

*

定价 125.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68510107

《出入境检验检疫行业标准汇编》

总 编 委 会

主 任 孙大伟

副主任 王大宁 陈洪俊 史小卫

编 委 (按姓氏笔画排序)

马吉湘 马 萍 冯增健 刘仲书 孙颖杰 朱韦静

毕玉国 江 丽 汤礼军 吴 彤 张志华 张顺合

杜 飞 杨锡全 邹兴伟 陈冬东 周 超 郑自强

郑建国 桂家祥 梁 均 戴建平

《出入境检验检疫行业标准汇编 食品、化妆品检验卷》

编 委 会

主 编 郑自强 唐英章

副主编 黄志强 蒋 原 储晓刚

编 者 (按姓氏笔画排序)

王凤池 王国民 王俊苏 代汉慧 朱 坚 牟 峻

吴 斌 李卫华 李晓娟 杨 方 邹志飞 陈冬东

陈笑梅 陈 颖 岳振峰 郑文杰 康庆贺 黄晓蓉

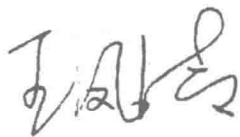
彭 涛 曾 静 温志海 鲍晓霞 戴 华

序

检验检疫标准化工作始于上世纪二十年代末,由于进出口贸易的需要,品质检验机构开始制定部分商品的品质和检测方法标准。新中国成立后,为促进和规范我国商品进出口工作,国家规定进出口商品检验部门可制定外贸标准。1992年,为配合《中华人民共和国标准化法》的实施,进出口商品检验部门将原外贸标准和专业标准调整为进出口商品检验行业标准,代号SN。1998年,原国家进出口商品检验局、动植物检疫局和卫生检疫局“三检”合并,进出口商品检验行业标准随之更名为检验检疫行业标准。2001年底,国家质量监督检验检疫总局成立,检验检疫标准化工作整体划归国家认证认可监督管理委员会管理,由此开启了检验检疫标准化工作新篇章。

时光荏苒,不知不觉中检验检疫标准化工作已经走过了八十多个年头。2003年我曾主持编写了《出入境检验检疫行业标准汇编》,八年来,检验检疫标准化工作又有了长足的发展:行业标准数量从当初的1484项发展到现在的3181项;标准的质量也稳步提升,方法标准验证要求已比肩国际权威机构,规程标准也已开始向国际通行的合格评定程序靠拢;国际地位显著提升;标准制修订各个环节管理更加科学系统;与检验检疫业务和科技工作的联动机制逐渐成熟;检验检疫标准对检验检疫业务的覆盖日趋完善,检验检疫标准体系不断健全。今天,我非常高兴地看到检验检疫标准化工作不断推进,检验检疫行业标准再次修订汇编成册,作为检验检疫行政执法的技术依据,行业标准多年来在保国安民、服务外贸、服务质检事业发展等方面发挥着越来越重要的作用,成为检验检疫业务工作不可或缺的技术支撑。

作为一个在检验检疫部门工作了几十年的老兵,我衷心希望检验检疫标准化工作能够在继承和发扬老一辈优良作风和传统的基础上,站在国家和社会的高度,开拓创新,不断进取,持之以恒,再创辉煌;也祝愿检验检疫行业标准进一步提升国际地位,更好地为检验检疫业务工作服务,在严把国门、促进外贸,推动检验检疫事业科学发展方面做出更大贡献。



2011年9月

前 言

出入境检验检疫行业标准是检验检疫系统技术执法的主要依据,自 1992 年起,检验检疫系统已发布的行业标准达 3753 项,现行有效的 3181 项。一直以来,检验检疫行业标准受到了系统内外相关部门的普遍关注和使用。为了便于检验检疫技术执法,更好地服务外贸,也便于生产部门和相关单位的人员在工作中及时掌握、查找和使用检验检疫行业标准,组织出版《出入境检验检疫行业标准汇编》丛书,它在一定程度上反映了检验检疫行业标准化事业发展的基本情况和主要成就。

《出入境检验检疫行业标准汇编》是我国检验检疫行业标准化方面的一套大型丛书,按专业分类分别立卷。本套丛书收录了截至 2011 年 7 月 1 日前发布并有效的出入境检验检疫行业标准 3181 项,其中有 36 项标准因各种原因仅收录了标准名称。本套丛书由中国标准出版社陆续出版,分卷情况如下:

- 动物检疫卷;
- 纺织检验卷;
- 化工品、矿产品及金属材料卷;
- 机电卷;
- 鉴定卷;
- 轻工检验卷;
- 食品、化妆品检验卷;
- 卫生检疫卷;
- 危险品包装检验卷;
- 植物检疫卷;
- 管理卷。

本卷为食品、化妆品检验卷,收集了截至 2011 年 7 月 1 日批准发布的食品、化妆品检验方面行业标准 1030 项。食品、化妆品检验卷分为食品检验规程分册,食品检测通用方法、感官评审和一般理化检测方法分册,农药残留检测方法分册,兽药残留检测方法分册,生物毒素和有机污染物残留检测方法分册,生物污染物检测方法分册,无机元素和放射性元素及其他检测方法分册,化妆品检验分册。

生物毒素和有机污染物残留检测方法分册内容包括:生物毒素残留量检测方法标准和有机污染物残留量检测方法标准。

本汇编可供出入境检验检疫行业管理部门、科研机构、技术部门、出口企业的技术人员,各级出入境检验检疫局、检验机构、检测机构的相关人员使用。

编 者

2011 年 9 月

目 录

生物毒素残留量检测方法标准

SN 0211—1993	出口粮谷中棕曲霉毒素 A 的检验方法	3
SN 0339—1995	出口茶叶中黄曲霉毒素 B ₁ 检验方法	8
SN 0352—1995	出口贝类麻痹性贝类毒素检验方法	11
SN 0589—1996	出口饮料中棒曲霉毒素的检验方法	18
SN 0595—1996	出口粮谷中赤霉烯酮检验方法	23
SN 0637—1997	出口油籽、坚果及坚果制品中黄曲霉毒素的检验方法液相色谱法	29
SN/T 1070—2002	进出口贝类中记忆丧失性贝类毒素检验方法	35
SN/T 1101—2002	进出口油籽及粮谷中黄曲霉毒素的检验方法	40
SN/T 1514—2005	进出口粮谷中桔青霉、黄绿青霉、岛青霉检验方法	49
SN/T 1569—2005	进出口河豚中河豚毒素检验方法 ELISA 法	59
SN/T 1571—2005	进出口粮谷中呕吐毒素检验方法 液相色谱法	67
SN/T 1572—2005	进出口粮谷、饲料中伏马毒素检验方法 液相色谱法	73
SN/T 1664—2005	牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 M ₁ 、B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 含量的测定	81
SN/T 1735—2006	进出口贝类产品中麻痹性贝类毒素检验方法 高效液相色谱法	93
SN/T 1736—2006	进出口蜂蜜中黄曲霉毒素的检验方法 高效液相色谱法	101
SN/T 1745—2006	进出口大豆、油菜籽和食用植物油中玉米赤霉烯酮的检验方法	107
SN/T 1746—2006	进出口大豆、油菜籽和食用植物油中赭曲霉毒素 A 的检验方法	115
SN/T 1771—2006	进出口粮谷中 T-2 毒素的测定 免疫亲和柱-液相色谱法	123
SN/T 1772—2006	进出口粮谷中玉米赤霉烯酮的测定 免疫亲和柱-液相色谱法	129
SN/T 1773—2006	进出口贝类中麻痹性贝类毒素检验方法 酶联免疫吸附试验法	135
SN/T 1859—2007	饮料中棒曲霉毒素和 5-羟甲基糠醛的测定方法 液相色谱-质谱法和气相色谱-质谱法	141
SN/T 1867—2007	进出口贝类中软骨藻酸的检测方法 液相色谱-串联质谱法	151
SN/T 1940—2007	进出口食品中赭曲霉毒素 A 的测定方法	157
SN/T 1958—2007	进出口食品中伏马毒素 B ₁ 残留量检测方法 酶联免疫吸附法	171
SN/T 1996—2007	贝类中腹泻性贝类毒素检验方法 酶联免疫吸附法	179
SN/T 2008—2007	进出口果汁中棒曲霉毒素的检测方法 高效液相色谱法	185
SN/T 2131.1—2008	进出口贝类中腹泻性贝类毒素检测方法 第 1 部分: 荧光磷酸酶抑制法	193
SN/T 2209—2008	进出口水产品中有毒生物胺的检测方法 高效液相色谱法	199
SN/T 2269—2009	进出口贝肉中大田软海绵酸的检测 液相色谱-串联质谱法	205
SN/T 2416—2010	进出口食品中金黄色葡萄球菌肠毒素 A 检测方法 电泳和免疫印迹法	213
SN/T 2426—2010	进出口粮谷中桔霉素含量检测方法 液相色谱法	221
SN/T 2483—2010	进出口粮谷中柄曲菌素含量检测方法 液相色谱法	227

注：本汇编收集的标准年代号用四位数字表示。

SN/T 2663—2010 贝类中失忆性贝类毒素检验方法 酶联免疫吸附法 233

SN/T 2676—2010 进出口粮谷中 T-2 毒素的检测方法 酶联免疫吸附法 239

SN/T 2678—2010 进出口淡水产品中微囊藻毒素的检测方法 酶联免疫吸附法 247

有机污染物残留量检测方法标准

SN 0201—1993 出口水产品中多氯联苯残留量检验方法 257

SN 0353—1995 出口粮谷中二硫化碳、四氯化碳、二溴乙烷残留量检验方法 262

SN/T 0548.1—2002 出口酱油中 1,3-二氯-2-丙醇和 2,3-二氯-1-丙醇的检验方法 267

SN/T 0801.22—2001 进出口动植物油脂 聚乙烯类聚合物检验方法 273

SN/T 0801.23—2002 进出口动植物油脂及油脂溶剂残留量检验方法 276

SN/T 1004—2001 出口蘑菇罐头中尿素残留量检验方法 282

SN/T 1354—2004 进出口蜂蜜中咖啡因含量检验方法 液相色谱法 285

SN/T 1547—2011 进出口食品中甲醛的测定 液相色谱法 291

SN/T 1590—2005 进出口食品中苏丹 I、II、III、IV 检测方法 299

SN/T 1945—2007 食品中反式脂肪酸含量的测定方法 毛细管气相色谱法 307

SN/T 2052—2008 进出口水产品中一氧化碳残留量的检验方法 气相色谱法 317

SN/T 2096—2008 食品中丙烯酰胺的检测方法 同位素内标法 323

SN/T 2238—2008 进出口食品中 21 种熏蒸剂残留量检测方法 顶空气相色谱法 331

SN/T 2326—2009 食品及油脂中反式脂肪酸含量的检测 傅立叶变换红外光谱法 345

SN/T 2397—2010 进出口食品中尼古丁残留量的检测方法(没有文本)

SN/T 2430—2010 进出口食品中罗丹明 B 的检测方法 351

SN/T 2440—2010 进出口蜂王浆中咖啡因含量的测定方法 液相色谱-串联质谱法 363

SN/T 2805—2011 出口液态乳中三聚氰胺快速测定 拉曼光谱法(没有文本)

**生物毒素残留量
检测方法标准**

出口粮谷中棕曲霉毒素 A 的检验方法

SN 0211—93

Method for determination of ochratoxin A
in grains for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口粮谷中棕曲霉毒素 A 检验的抽样、制样和薄层扫描测定方法。
本标准适用于出口大米、玉米、面粉和大豆中棕曲霉毒素 A 的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 4 000 袋为一检验批。
同一检验批的商品应具有相同的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

按一批总袋数的平方根抽取。

$$a = \sqrt{N} \dots\dots\dots (1)$$

式中: N ——全批袋数;
 a ——抽样袋数。

注: a 值取整数,小数部分向前进位为整数。

2.3 抽样工具

- 2.3.1 金属单管取样器:全长 55 cm(包括手柄),直径 1.5~2.5 cm,沟槽长度应超过袋对角线长度的二分之一。
- 2.3.2 取样铲:见图 1。
- 2.3.3 分样板:见图 2。
- 2.3.4 样品筒(袋):可密封。
- 2.3.5 分样布或适用铺垫物。

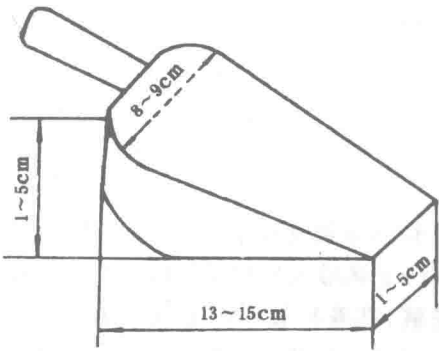


图 1 取样铲

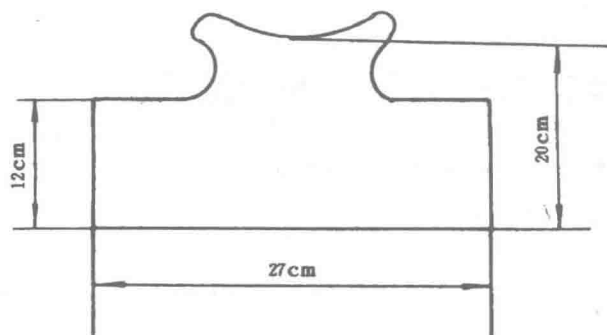


图2 分样板

2.4 抽样方法

2.4.1 袋内抽样:按 2.2 规定计算抽样袋数,在堆垛四周上、中、下各部位以曲线形走向,随机抽取。将扦槽朝下,从每袋一角依斜对角方向插入袋内,然后将扦槽旋转朝上,抽出扦样器,立即倒入盛样容器内。每袋扦取样品数量应基本一致。

2.4.2 倒包抽样:将袋口缝线全部拆开,平置于分样布或其他洁净的铺垫物上,双手紧握袋底两角提起约成 45°倾斜角,倒拖 1 m 以上,使袋内货物全部倒出后,用取样铲在各部位扦取样品约 100 g,立即倒入盛样容器内。

2.4.3 大样缩分:集中袋内或倒包所取的样品,倒于分样布上,使用分样板按四分法缩分样品不少于 4 kg,加封后,标明标记并及时送实验室。

2.5 试样制备

将样品缩分到 1 kg,全部磨碎,通过 20 目筛,混匀,均分成两份,装入洁净容器内,密封,标明标记。

2.6 试样保存

将试样于 5℃ 下避光保存。

3 测定方法

3.1 方法提要

样品中的棕曲霉毒素 A 经提取、浓缩、薄层展开后,用碳酸氢钠-乙醇溶液喷雾,再对标准点和样液点进行荧光强度的扫描定量测定。

3.2 试剂和材料

除另有规定外,试剂均系分析纯,除乙腈外均需重蒸馏。水指蒸馏水或相适应的去离子水。

3.2.1 三氯甲烷。

3.2.2 正己烷或石油醚(沸程 30~60℃)。

3.2.3 无水乙醇。

3.2.4 苯-乙腈(98+2)。

3.2.5 乙酸-苯溶液(1+99)。

3.2.6 甲醇-水(55+45)。

3.2.7 氯化钠溶液:40 g/L。称 40.0 g 氯化钠溶于 1 000 mL 水中。

3.2.8 碳酸氢钠-乙醇溶液:将 6.0 g 碳酸氢钠溶于 100 g 水中,并加入 20 mL 无水乙醇。

3.2.9 棕曲霉毒素 A 标准贮备液:准确称取棕曲霉毒素 A 标准品(准确至 0.000 1 g),配成浓度为 10 μg/mL 的乙酸-苯溶液,作为贮备液。用紫外分光光度计标定浓度(最大吸收峰的波长为 333 nm,分子量 403,摩尔消光系数 5 550),并作硅胶薄层色谱纯度鉴定,避光,于低温冰箱中保存。

3.2.10 棕曲霉毒素 A 标准工作液:用乙酸-苯溶液将 10 μg/mL 的棕曲霉毒素 A 标准贮备液精确稀释成浓度为 0.5 μg/mL 的标准工作液。避光,于低温冰箱中保存。

3.2.11 展开剂

3.2.11.1 乙醚:经无水硫酸钠脱水。

3.2.11.2 乙酸乙酯-甲苯-甲酸-甲醇溶液(25+60+10+5)。

3.2.11.3 乙酸-甲醇-苯溶液(5+5+90)。

3.2.12 重铬酸钾-硫酸洗液:100 g/L。

3.2.13 无水硫酸钠。

3.3 仪器和设备

3.3.1 薄层扫描仪:备有荧光检测器。

3.3.2 紫外光灯:100~125 W;带有波长 365 nm 滤光片。

3.3.3 硅胶 G 薄层板。

3.3.4 展开槽。

3.3.5 展开缸。

3.3.6 玻璃喷雾器。

3.3.7 微量注射器:10 μ L、20 μ L、2 μ L。

3.3.8 全玻璃浓缩器。

3.3.9 电动振荡器。

3.3.10 小型粉碎机。

3.4 测定步骤

3.4.1 提取

称取 20.0 g 粉碎过筛样品,置于 250 mL 具塞锥形瓶中,加 30 mL 正己烷或石油醚和 100 mL 甲醇水溶液,湿润瓶塞,盖紧,振摇 30 min,静置分层。以快速定性滤纸过滤于 250 mL 分液漏斗中。等下层甲醇-水溶液分清后,放出 20 mL 甲醇-水溶液于一个带刻度的 125 mL 分液漏斗中,加 25 mL 三氯甲烷,轻摇提取 2 min。静置分层后,将三氯甲烷提取液放入另一分液漏斗中,并将甲醇-水层再用 10 mL 三氯甲烷重复提取(提取过程如出现乳化现象可滴加少许甲醇促其分层)。合并三氯甲烷提取液,并在合并液中加入氯化钠水溶液(加入量视样品不同而异,面粉 75 mL,其余 50 mL 左右)。振荡放置分层后,将三氯甲烷层通过装有约 20 g 无水硫酸钠的玻璃漏斗流入全玻璃浓缩瓶中,再用数毫升三氯甲烷洗涤无水硫酸钠层,洗涤液一并收集于浓缩瓶内。在 60~70 $^{\circ}$ C 水浴中减压浓缩至干后,用苯-乙腈溶液准确定容至 0.4 mL,即为分析样液。

3.4.2 点板

于 20 cm $\times$ 20 cm 的薄板上,按图点板。将薄板自左向右 12 cm 处划一条垂线即将薄板分为左右两个区域。从薄板的左底两边各以距边缘 3 cm 为基线,在两基线的交点处滴加样液点 A。滴加量依样品中毒素含量高低而定。再于距样液点向右 10 cm 水平基线上以 1 cm 间距滴加 5 个标准点,依次滴加标准工作液 2,4,6,8,10 μ L(相当于 1,2,3,4,5 ng)。

3.4.3 双向展开

按图所示方向将薄板先以乙醚为展开剂在展开缸内做第 I 方向展开至 12 cm 垂线处取出,吹干。再以 3.2.11.2 或 3.2.11.3 展开剂作第 II 方向展开至 13 cm 处。取出薄板,吹干。

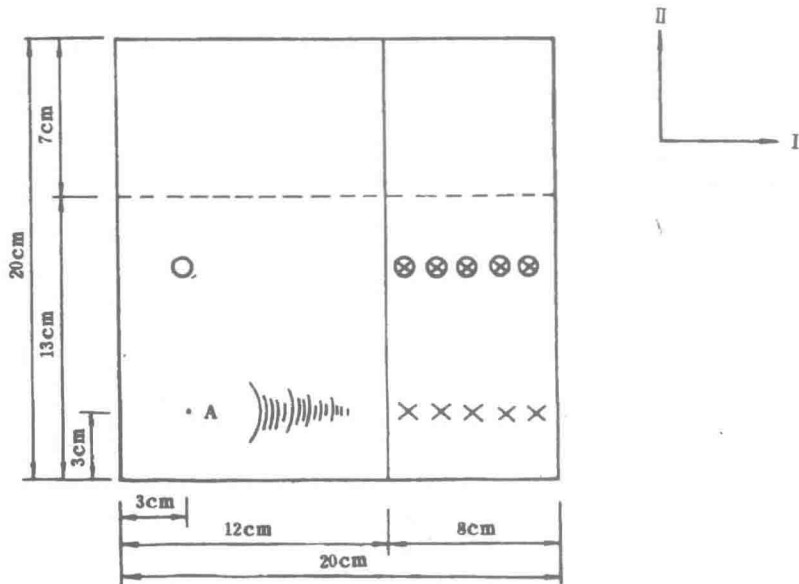


图 3 点板与双向展开示意图

——样品与标准点展开区域分界线；· A—样液点；×—标准点；
⊗—展开后标准点；○—展开后样液中棕曲霉毒素 A 荧光点

3.4.4 观察与确证

将展开薄板置于紫外光灯下(波长 365 nm),观察与标准点比移值相同的蓝绿色荧光点,用喷雾剂 3.2.8 对准各荧光点进行喷雾后吹干,观察荧光点变为蓝紫色且荧光强度明显加强时可确证为棕曲霉毒素 A。于荧光点下方作针刺标记,即可扫描定量。

3.4.5 测定

3.4.5.1 薄层扫描工作条件:

- 薄层扫描仪(带荧光检测器);
- 光源:汞灯;
- 激发波长:365 nm;
- 荧光波长:450 nm;
- 检测方式:反射;
- 狭缝:1.4×9 mm;
- 扫描方式:线性扫描。

3.4.5.2 工作曲线绘制:以标准毒素含量(ng)为横坐标,以峰面积积分值(mm²)为纵坐标,绘制工作曲线。

3.4.5.3 结果计算和表述

用样液荧光点峰面积扫描积分值从工作曲线上查出毒素含量(ng),再按式(2)计算:

$$X = \frac{c \cdot V_1}{m \cdot V_2} \dots\dots\dots (2)$$

- 式中: X——试样中棕曲霉毒素 A 含量,μg/kg;
- c——从工作曲线上查得样液点上相应的棕曲霉毒素 A 的含量,ng;
- V₁——样液最后定容体积,μL;
- V₂——样液点样体积,μL;
- m——最后提取液相当样品质量,g。

4 测定低限、回收率

4.1 测定低限

本方法测定低限为 $5\text{ }\mu\text{g/kg}$ 。

4.2 回收率

回收率的实验数据：棕曲霉毒素 A 浓度在 $5\sim 20\text{ }\mu\text{g/kg}$ 范围内，回收率为 $78.6\%\sim 104.1\%$ 。

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山东进出口商品检验局负责起草。

本标准主要起草人李寅宾、解志海、张艺兵、林涛。

出口茶叶中黄曲霉毒素 B₁ 检验方法

SN 0339—95

Method for the determination of aflatoxin B₁
in tea for export

1 主题内容与适用范围

本标准规定了出口茶叶中黄曲霉毒素 B₁ 含量检验的抽样、制样和液相色谱测定方法。
本标准适用于出口茶叶中黄曲霉毒素 B₁ 含量的检验。

2 抽样和制样

2.1 检验批

以不超过 2 000 件为一检验批。
同一检验批的商品应具有相同的特征,如包装、标记、产地、规格、等级等。

2.2 抽样数量

批量,件	最低抽样数,件
1~5	1
6~50	2
51~500	11
501~1 000	16
1 001~1 500	19
1 501~2 000	20

2.3 抽样方法

从整批产品堆垛的上下不同部位随机抽取 2.2 规定的件数,逐件开启。分别倒出全部茶叶于塑料布上,用取样铲从每件中各取出有代表性的样品约 500 g。将所取样品充分混匀,用四分法或分样器逐步缩分出 500 g,装入洁净密封的样品筒内,加封后,标明标记,及时送实验室。

2.4 试样制备

将所取回样品全部磨碎,通过 20 目筛,混匀,均分成两份试样,装入洁净容器内,密封,标明标记。

2.5 试样保存

将试样于室温下保存。

注:在抽样和制样的操作过程中,必须防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

3 测定方法

3.1 方法提要

样品用三氯甲烷提取,提取液经硅胶柱净化,净化后的提取液用三氟乙酸衍生,用配有荧光检测器的液相色谱仪测定,外标法定量。

3.2 试剂和材料