

食品卫生标准使用手册

理化检验方法

(第一辑)

卫生部食品卫生监督检验所

食品卫生标准使用手册

理化检验方法

(第一辑)

卫生部食品卫生监督检验所

Waters高效液相色谱

公司简介

高效液相色谱法(HPLC)是近二十年迅速发展起来的一项分离分析技术, 它是有适用范围广、分离效率高、速度快、灵敏度及专一性佳等优点。广泛适用于食品的质量控制及卫生监督中的各种不同要求。

美国Waters公司是以生产液相色谱仪著称于世的专业公司, 自60年代初为科学工作者提供了世界上第一台高效液相色谱仪至今, 不但技术上一直处于世界领先地位, 而且销售量也一直雄居世界首位。在应用方面, 从事食品分析的应用已超过30年, 积累了大量不同的食品分析的应用经验。并推出多种专用分析仪, 如糖分析仪、氨基酸分析系统、氨基甲酸酯分析仪等等。

假如您发现传统的分析方法不能满足目前的工作要求, 高效液相色谱法肯定是您考虑的理想选择。Waters公司提供给用户的不仅是高质量的仪器及化学品, 而且强大的维修及应用售后服务队伍, 会协助您解决分析应用的问题, 使您无后顾之忧。

600系列液相色谱

- 采用高精度, 多规格的600系列四元梯度泵系统, 使操作更方便, 选择更灵活。
 - PowerLine单点控制整个HPLC系统, 大屏幕显示, 功能多而操作简单。
 - 不同规格的配置, 以适应于不同领域应用
 - 微柱/分析/半制备
 - 不锈钢(600/616)/非金属(650/626)
- 专利软件技术, 确保泵的高性能
 - RPS:保证反压变化时滞后体积不变; 使梯度准确且重现性好。
 - 非圆齿轮驱动, 使液流平稳。
 - SILK:电子压力负反馈, 更好地消除泵的脉动。
- 可配用手动或717plus自动进样器, 达到不同的自动化水平。
- 可配用高灵敏度486紫外可见光检测器
 - 专利的“梯形池”技术, 有效地消除示差折光效应。
 - 微处理器控制及自动波长校正, 自动关灯。
- 可配用996新一代光电二极管矩阵检测器
 - 全新的光路设计得到最高的灵敏度, 最佳的分辨率及最宽的线性范围。
 - 专利的纯度角理论, 使您可分辨出色谱峰各点之间每一微小差别。实现了量化的纯度分析。
 - 一次进样, 得到的数据、信息最完整。
 - 先进的软件设计, 功能强大, 操作简单。
- 可配用其它任何检测器, 任何数据处理系统。



食品营养成分

▼氨基酸分析—ACCQ.TagTM全新氨基酸分析法

氨基酸是蛋白质的主要组成，是食品中主要的营养成分。测定食品中蛋白质的氨基酸组成无论对营养成分分析，还是开发新的食物资源都意义重大。Waters公司多年来致力于氨基酸分析法的开发研究。目前，又推出全新的ACCQ.TagTM氨基酸分析法。该方法具有操作简单、灵敏度高、准确度高等特点。可在一套具有紫外或荧光检测器的二元梯度液相色谱系统上进行分析。适用于饲料、食品、饮料等不同类型的样品的分析，利用该系统也可分析食品中的其它成份。

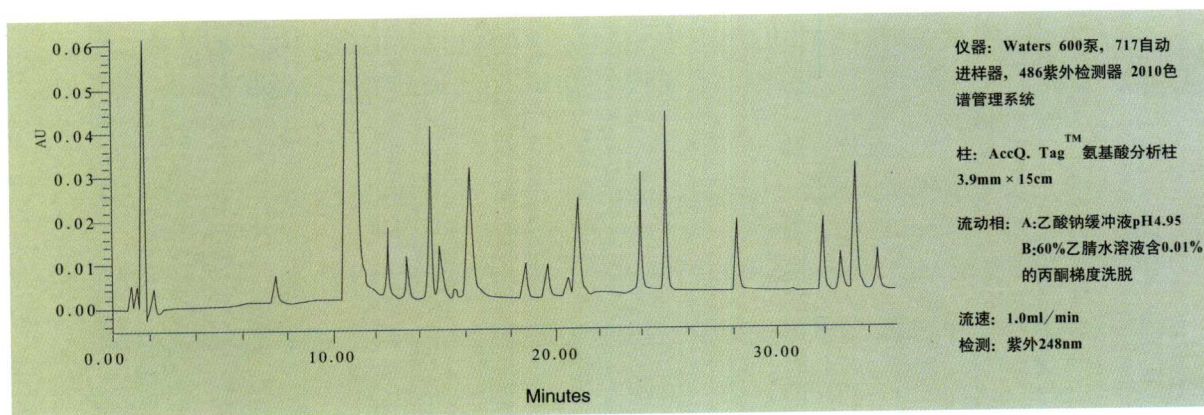


图1 ACCQ.TagTM氨基酸分析法分析玉米粉水解液中的氨基酸含量

▼碳水化合物分析

食物中的碳水化合物是人体热能的主要来源，也是人体必需的营养素之一。化学法只能测定总糖，气相色谱法虽然可以对各种糖分别测定，但样品需衍生，操作麻烦。HPLC法以操作简单、灵敏度高，可同时测定各种糖为特点是碳水化合物分析的最实用的方法。目前，国际已将HPLC法作为酒类糖份含量测定的仲裁方法。Waters公司可提供多种碳水化合物的分析方法，可分离单糖、双糖、糖醇、寡聚糖及多糖等，并推出糖分析仪可专用于碳水化合物等成份分析。

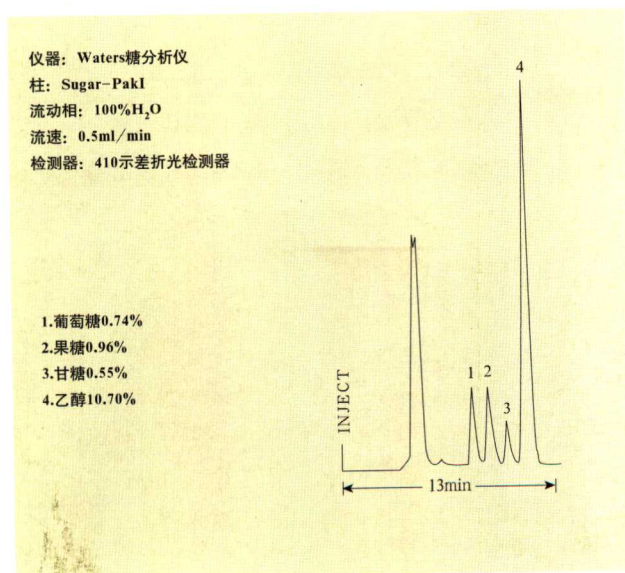


图2 红酒中糖份分析

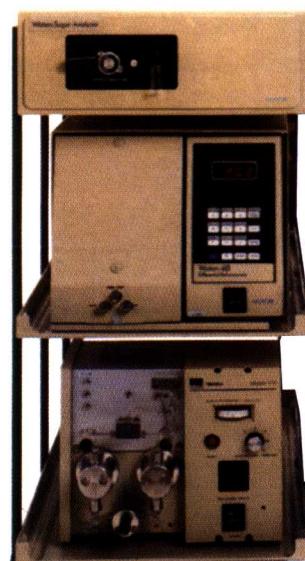


图3 Waters糖分析仪

► 维生素分析

由于人体需依赖食物提供足够的维生素,因此,测定各种食品中的维生素含量,对评价食品的营养成份十分重要。利用HPLC法测定维生素比分光光度法、气相色谱法样品处理简单、灵敏度高、重现性好,且一次能同时分析多种维生素,不论是脂溶性维生素,还是水溶性维生素都可以利用HPLC测定,并得到很好的结果。

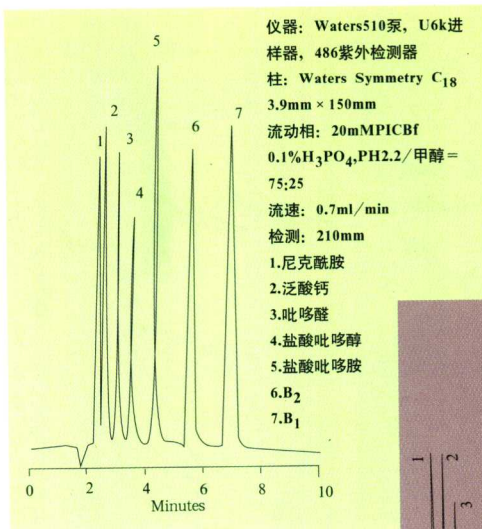


图4 水溶性维生素分析

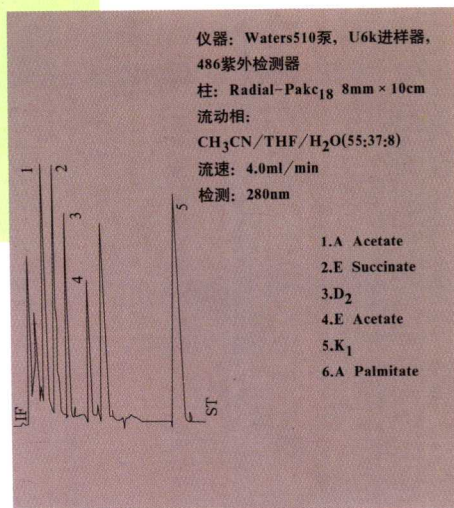
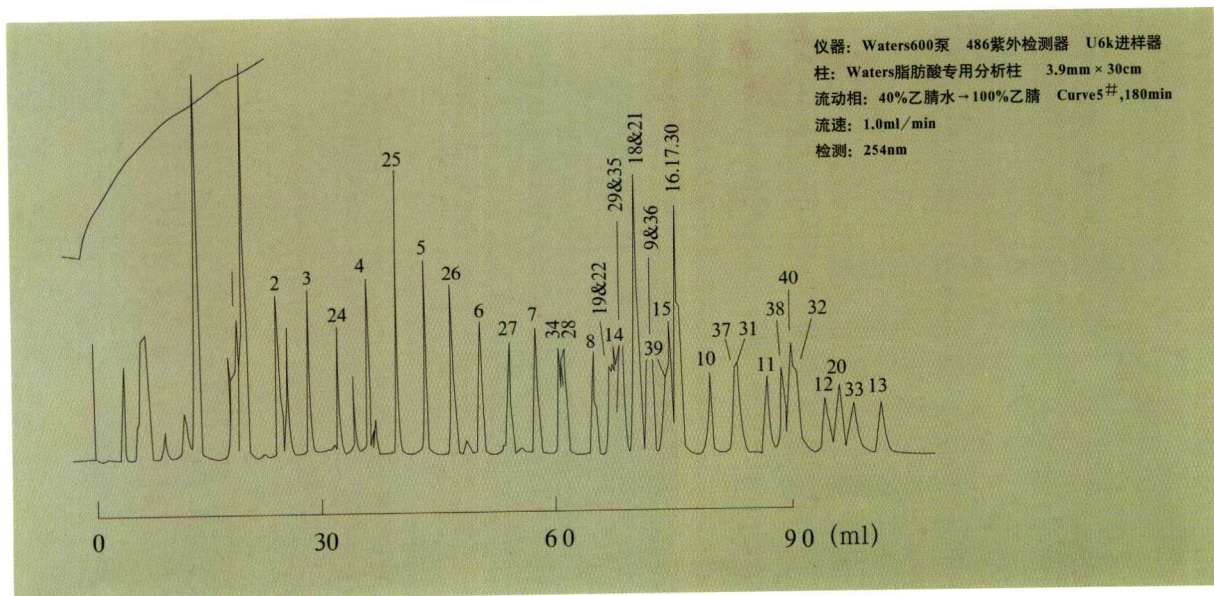


图5 脂溶性维生素分析

▼ 脂肪酸分析

脂肪是由脂肪酸和丙三醇结合而成,通过测定食品中脂肪酸的含量,可为食品加工、贮存、及合理配比等提供必要的的数据。Waters的脂肪酸专用柱为高效液相色谱法分析脂肪酸提供快速、简便、准确的工具。

图6 40种C₂—C₂₄饱和及不饱和脂肪酸的分析

食品添加剂

▼合成色素的分析

合成色素常以苯、甲苯、萘等化工产品为原料合成。由于合成色素大都有慢性毒性或致癌性，必须严格控制使用种类及含量。利用HPLC法可同时测定多种合成色素，且灵敏度高，是合成色素含量控制的可靠方法。

仪器：Waters600泵，U6k进样器，486紫外检测器
柱：μBondapak C₁₈ 3.9mm × 30cm
流动相：A:5mM氢氧化四丁胺(TBA),1%乙腈水溶液
B:5mM TBA,1%乙酸甲醇溶液
40%B→55%B Curve8^{††}
检测：313nm

- 1.靛兰
- 2.杂质
- 3.柠檬黄6
- 4.日落黄6
- 5.苋菜红2
- 6.赤藓红40
- 7.杂质
- 8.亮蓝1

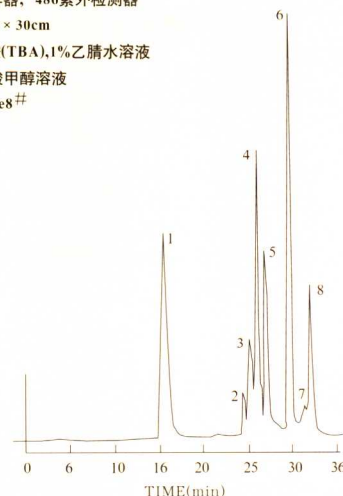


图7 合成色素混合物的分析

仪器：510泵，U6k进样器，486紫外检测器
柱：μBondapak C₁₈ 3.9mm × 150mm
流动相：20%乙酸，乙酸调pH3.0,2%异丙醇
流速：2.0ml/min
检测：254nm

- 1.糖精
- 2.咖啡因
- 3.苯甲酸钠

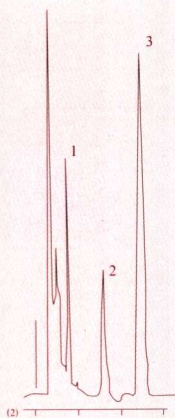


图8 饮料中添加剂的分析

▼食品分析用液相色谱系统

采用Waters M600四元梯度泵，不论对方法开发还是常规检测都具有极大的灵活性，配以高灵敏度的486紫外检测器或474荧光检测器，可满足食品检测中HPLC方法分析项目的要求，Waters PC800中文色谱工作站可提供操作简单功能性强的计算机数据处理系统。

◀防腐剂甜味剂的分析

食品中常用的防腐剂主要有苯甲酸及钠盐、山梨酸、对羟基苯甲酸酯、SO₂及亚硝酸盐等，可起到食品保鲜、防腐的作用。但过量的防腐剂会对人体造成一定危害，因此，必须严格控制。用HPLC法可同时分析食品中防腐剂及甜味剂等添加剂。



图9 Waters食品分析用液相色谱系统

食品污染物

▼黄曲霉素分析

黄曲霉素常见于发霉的食品中，是黄曲霉和寄生曲霉的代谢物，主要有B1、B2、G1、G2等。黄曲霉素毒性较强并有致癌性。美国FDA规定：人类食品中黄曲霉素的水平不能超过1.5PPb。HPLC在测定黄曲霉素中比薄层法、生物亲合法操作简单且具有特殊的选择性和更高的灵敏度。

Waters公司提供的柱后衍生测定黄曲霉素的灵敏度可达ppt级。

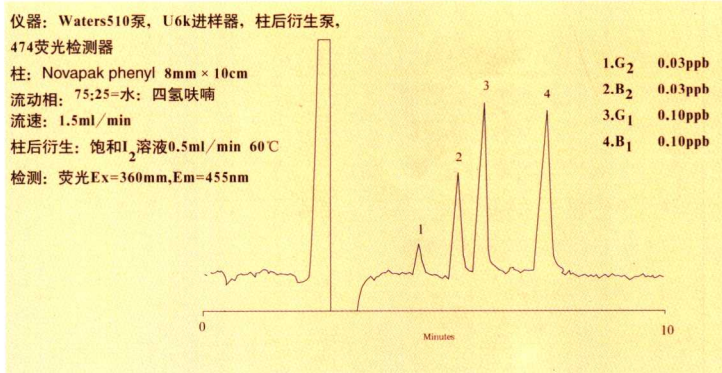


图10 花生酱中黄曲霉素的测定



图11 Waters 474荧光检测器

◀474型高灵敏度可编程双扫描荧光检测器

扫描波长范围：200nm–900nm（发射及激发双扫描）

灵敏度：拉曼光谱 水峰S/N > 200

(λ_{ex} =350nm, 16 μ l池)

波长准确度：± 2nm

波长重复性：± 0.3nm

池体积：16 μ l, 5 μ l.

可编程功能：波长(激发，发射)增益、衰减、波长、扫描、激发光谱、发射光谱、关灯。

▼抗生素的分析

添加了抗生素的饲料可促进动物的生长发育，防病治病，但也在动物性食品中造成残留，过量的残留对人类的健康带来一定的危害。许多国家对动物性食品中抗生素残留量提出允许标准，以保护人类的健康。HPLC具有抗干扰性强、检测灵敏、同时可分离多种组份的特点，是抗生素残留测定的最有前途的方法，利用二极管矩阵检测器对多种不同抗生素的检测可同时在不同波长下获得最佳灵敏度。

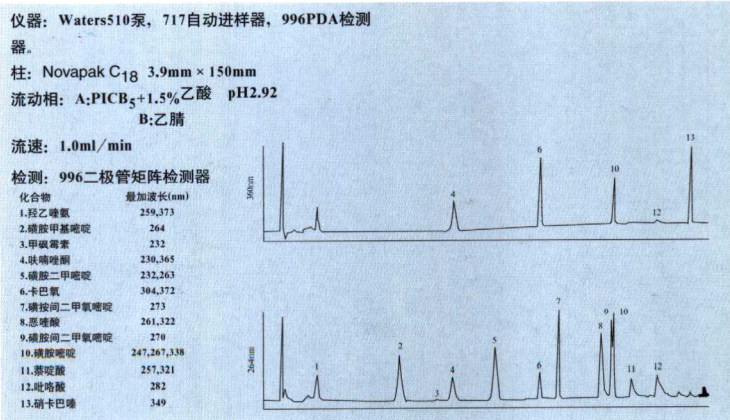


图12 鱼肉中抗生素的分析

Waters 食品分析

► 亚硝酸胺分析

二甲基亚硝酸胺(DMNA)是一类致癌性很强的化合物,在啤酒中有时发现。Waters公司开发的用Sep-pak Silica小柱净化、浓缩样品、反相色谱法分析的HPLC方法为食品中亚硝酸胺的测定提供了快速的方法。

仪器: Waters510泵, U6k进
样器, 486紫外检测器
柱: Radial-pak C₁₈
8mm × 10cm
流动相: CH₃CN:
H₂O=5:95含有2克/升的
K₂HPO₄(pH=7.9)
检测: 254nm

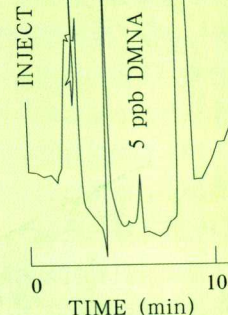


图13 啤酒样品中 DMNA的分析

◀ 农药残留分析

对农产品中农药残留的控制,是对人体健康的保障,对农药残留的定性定量分析,采用最广泛的为气相色谱和液相色谱法,液相色谱法比气相色谱法更简便,更灵敏。氨基甲酸酯类(Carbamate)农药即为其中之一例。Waters Carbamate分析系统具有柱后衍生泵, 474扫描荧光检测器, 专利的CHEX热交换器, 专用分析柱, 为高灵敏度高可靠性检测农药残留提供了保证。该系统也适用于其它类型农药残留的分析。

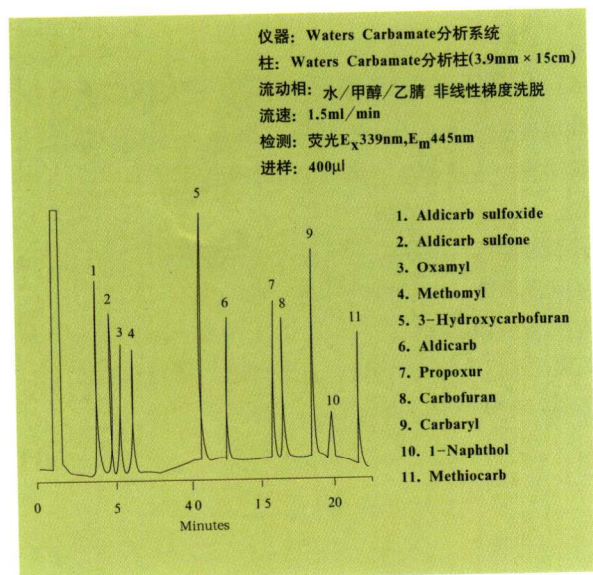


图14 25ppb Carbamate标样分析

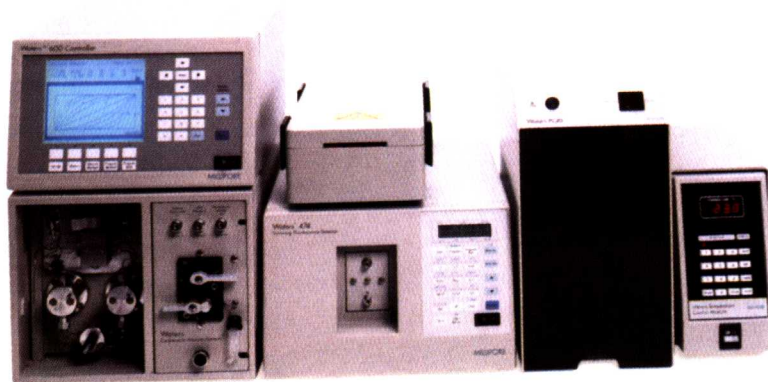


图15 Waters氨基甲酸酯分析系统

无机成份分析

► 无机离子分析

无机成份是食品的重要成份之一，从食品营养的卫生学上来讲，有些成份对人体营养生理有益，而有些则对人体有害，必须严格控制。无机成份的分析常采用化学法、原子吸收法及离子色谱法。近几年，Waters公司开发了毛细管离子分析技术(简称CIA法)，CIA法是毛细管电泳技术在离子分析中的应用。CIA法具有操作简便、分辨率高、灵敏、运行成本低等特点。不仅可测定无机阴、阳离子，而且可测定有机离子，如有机酸等。



图18 Waters毛细管离子分析仪

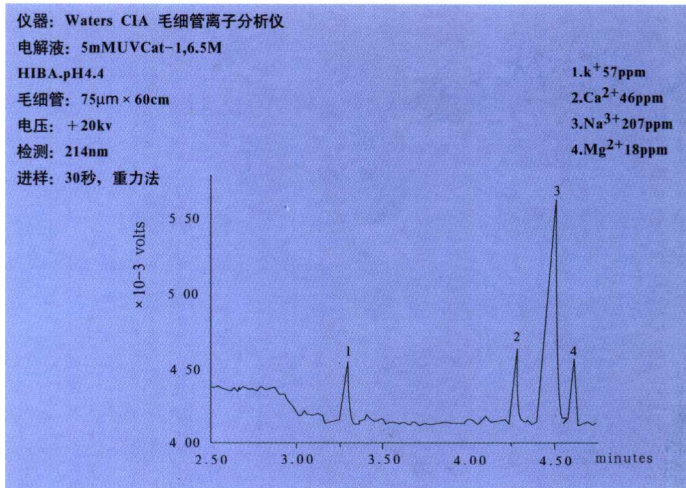


图16 运动饮料中的阳离子测定

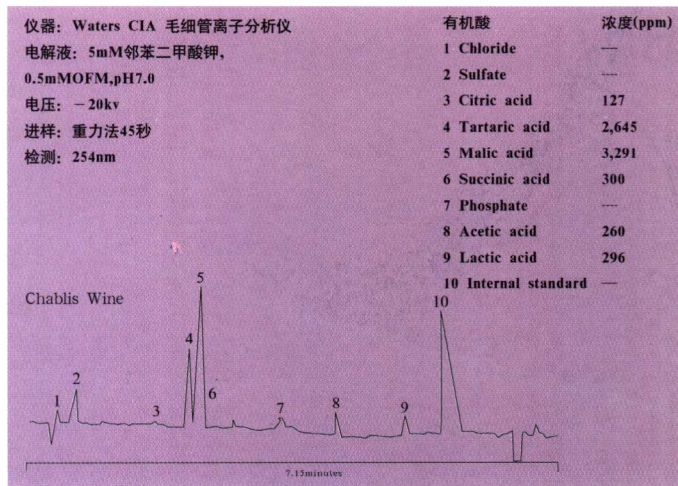


图17 酒中有机酸的分析

食品掺伪分析

► 肉制品掺伪鉴定:

对肉制品进行蛋白定量分析，只能得知蛋白含量是否符合要求。而判断掺伪问题，利用HPLC可以获取肉制品的蛋白指纹图，而根据每种肉类蛋白的特征峰，可作为掺伪鉴定提供有力数据。Waters的Delta Pak系列填料，具有300 $\text{\AA}$ 孔径，特别适用于大分子的分离。

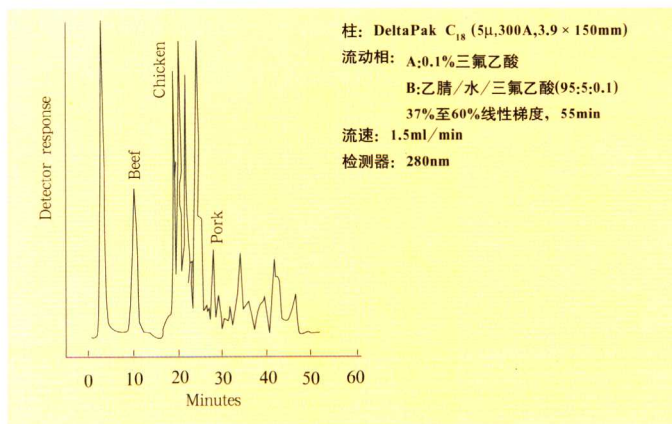


图19 肉类及其制品掺伪鉴定谱图

Alliance™ ——HPLC领域创新的方向

Waters液相色谱



Alliance HPLC具有全新概念的HPLC溶剂管理和样品管理系统，它由结合了进样技术、分离化学品、检测和结果管理等各种具有行业领先地位的技术设计而成，是完全不同于传统HPLC的新一代产品。

- 创新的设计——色谱界第一个溶剂管理与样品管理相结合的HPLC系统平台，其革命性设计，可以满足所有HPLC领域最苛刻的要求。
- 高性能——具有传统HPLC无法比拟的高性能。
- 更大的样品容量——五个24位的样品盘，为您提供更为广阔的弹性选择空间。
- 灵活的检测手段——多种检测器可供选择，为用户提供最佳解决方案。
- 低扩散的系统——优化的系统体积，使系统扩散降至最低，保证高检测灵敏度。
- 与Millennium的兼容性——配置业界最先进的系统控制与结果管理软件，使数据处理更便捷。
- 满足法规要求——充分满足现时各种法规的要求，同时也考虑了未来的要求。

HPLC:高压梯度混合

515液相色谱系统



- 采用双泵头、并联往复结构，高精度流量(0.1%RSD)泵
 - 非圆齿轮驱动，以确保输出的液流平滑
 - 提供各种选择，适应不同的需求
 - 微柱/分析/半制备
 - 普通/缓冲液/强有机溶剂
- 可单泵使用，也可多泵组成高压梯度。其梯度精密、准确，不需脱气机或氦气脱气。可选组合式或整体式配置。
- 可配用任何检测器，选用任何数据处理装置。
- 可配用手动或717plus自动进样器，达到不同的自动化水平。

沃特斯中国有限公司

香港办事处:	香港上环干诺道西21-24号海景商业大厦1804室 电话: (852)29641800 传真: (852)25496802
北京代表处:	中国北京工体北路新中西街2号新中大厦707-711室 邮政编码: 100027 电话: (86-10)65928917 传真: (86-10)65060344
上海代表处:	中国上海延安东路100号联谊大厦2709室 邮政编码: 200002 电话: (86-21)63203856 传真: (86-21)63203262
广州办事处:	中国广州市流花路中国大酒店商业大厦804室 邮政编码: 510015 电话: (86-20)86668643 传真: (86-20)86668217
沈阳办事处:	中国沈阳市沈河区市府大路262号甲沈阳新基火炬大厦2302室 邮政编码: 110013 电话: (86-24)2790260 传真: (86-24)2790261

Waters

目次

GB/T 5009.1—1996	食品卫生检验方法 理化部分 总则	(1)
GB 5009.2—85 ¹⁾	食品的比重测定方法	(19)
GB 5009.3—85 ¹⁾	食品中水分的测定方法	(23)
GB 5009.4—85 ¹⁾	食品中灰分的测定方法	(27)
GB 5009.5—85 ¹⁾	食品中蛋白质的测定方法	(28)
GB 5009.6—85 ¹⁾	食品中脂肪的测定方法	(31)
GB 5009.7—85 ¹⁾	食品中还原糖的测定方法	(34)
GB 5009.8—85 ¹⁾	食品中蔗糖的测定方法	(45)
GB 5009.9—85 ¹⁾	食品中淀粉的测定方法	(47)
GB 5009.10—85 ¹⁾	食品中粗纤维的测定方法	(51)
GB/T 5009.11—1996	食品中总砷的测定方法	(53)
GB/T 5009.12—1996	食品中铅的测定方法	(63)
GB/T 5009.13—1996	食品中铜的测定方法	(71)
GB/T 5009.14—1996	食品中锌的测定方法	(76)
GB/T 5009.15—1996	食品中镉的测定方法	(82)
GB/T 5009.16—1996	食品中锡的测定方法	(91)
GB/T 5009.17—1996	食品中总汞的测定方法	(94)
GB/T 5009.18—1996	食品中氟的测定方法	(103)
GB/T 5009.19—1996	食品中六六六、滴滴涕残留量的测定方法	(111)
GB/T 5009.20—1996	食品中有机磷农药残留量的测定方法	(117)
GB/T 5009.21—1996	粮、油、菜中西维因残留量的测定方法	(130)
GB/T 5009.22—1996	食品中黄曲霉毒素B ₁ 的测定方法	(137)
GB/T 5009.23—1996	食品中黄曲霉毒素B ₁ 、B ₂ 、G ₁ 、G ₂ 的测定方法	(150)
GB/T 5009.24—1996	食品中黄曲霉毒素M ₁ 与B ₁ 的测定方法	(157)
GB/T 5009.25—1996	食品中杂色曲霉素的测定方法	(162)
GB/T 5009.26—1996	食品中N-亚硝胺类的测定方法	(166)
GB/T 5009.27—1996	食品中苯并(a)芘的测定方法	(173)
GB/T 5009.28—1996	食品中糖精钠的测定方法	(179)
GB/T 5009.29—1996	食品中山梨酸、苯甲酸的测定方法	(187)

注:1)GB 5009.2~5009.10为1985版方法

GB/T 5009.30—1996	食品中叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定方法	(195)
GB/T 5009.32—1996	油脂中没食子酸丙酯(PG)的测定方法	(205)
GB/T 5009.33—1996	食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定方法	(207)
GB/T 5009.34—1996	食品中亚硫酸盐的测定方法	(214)
GB/T 5009.35—1996	食品中合成着色剂的测定方法	(219)
GB/T 5009.36—1996	粮食卫生标准的分析方法	(226)
GB/T 5009.37—1996	食用植物油卫生标准的分析方法	(246)
GB/T 5009.38—1996	蔬菜、水果卫生标准的分析方法	(257)
GB/T 5009.39—1996	酱油卫生标准的分析方法	(262)
GB/T 5009.40—1996	酱卫生标准的分析方法	(267)
GB/T 5009.41—1996	食醋卫生标准的分析方法	(269)
GB/T 5009.42—1996	食盐卫生标准的分析方法	(272)
GB/T 5009.43—1996	味精卫生标准的分析方法	(284)
GB/T 5009.44—1996	肉与肉制品卫生标准的分析方法	(287)
GB/T 5009.45—1996	水产品卫生标准的分析方法	(295)
GB/T 5009.46—1996	乳与乳制品卫生标准的分析方法	(306)
GB/T 5009.47—1996	蛋与蛋制品卫生标准的分析方法	(327)
GB/T 5009.48—1996	蒸馏酒及配制酒卫生标准的分析方法	(344)
GB/T 5009.49—1996	发酵酒卫生标准的分析方法	(367)
GB/T 5009.50—1996	冷饮食品卫生标准的分析方法	(369)
GB/T 5009.51—1996	非发酵性豆制品及面筋卫生标准的分析方法	(371)
GB/T 5009.52—1996	发酵性豆制品卫生标准的分析方法	(375)
GB/T 5009.53—1996	淀粉类制品卫生标准的分析方法	(377)
GB/T 5009.54—1996	酱腌菜卫生标准的分析方法	(379)
GB/T 5009.55—1996	食糖卫生标准的分析方法	(381)
GB/T 5009.56—1996	糕点卫生标准的分析方法	(386)
GB/T 5009.57—1996	茶叶卫生标准的分析方法	(388)
GB/T 5009.58—1996	食品包装用聚乙烯树脂卫生标准的分析方法	(390)
GB/T 5009.59—1996	食品包装用聚苯乙烯树脂卫生标准的分析方法	(393)
GB/T 5009.60—1996	食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯 成型品卫生标准的分析方法	(398)
GB/T 5009.61—1996	食品包装用三聚氰胺成型品卫生标准的分析方法	(402)
GB/T 5009.62—1996	陶瓷制食具容器卫生标准的分析方法	(405)
GB/T 5009.63—1996	搪瓷制食具容器卫生标准的分析方法	(410)
GB/T 5009.64—1996	食品用橡胶垫片(圈)卫生标准的分析方法	(413)
GB/T 5009.65—1996	食品用高压锅密封圈卫生标准的分析方法	(416)

GB/T 5009.66—1996	橡胶奶嘴卫生标准的分析方法	(418)
GB/T 5009.67—1996	食品包装用聚氯乙烯成型品 卫生标准的分析方法	(420)
GB/T 5009.68—1996	食品容器内壁过氯乙烯涂料 卫生标准的分析方法	(424)
GB/T 5009.69—1996	食品罐头内壁环氧酚醛涂料 卫生标准的分析方法	(427)
GB/T 5009.70—1996	食品容器内壁聚酰胺环氧树脂涂料 卫生标准的分析方法	(435)
GB/T 5009.71—1996	食品包装用聚丙烯树脂卫生标准的分析方法	(437)
GB/T 5009.72—1996	铝制食具容器卫生标准的分析方法	(438)
GB 4790—84	粮食中二溴乙烷残留量卫生标准及检验方法	(442)
GB 5409—85	牛乳检验方法	(446)
GB 5413—85	乳粉检验方法	(462)
GB 5416—85	奶油检验方法	(501)
GB 5418—85	全脂加糖炼乳检验方法	(506)
GB 5419—85	全脂无糖炼乳检验方法	(515)
GB 5421—85	硬脂干酪检验方法	(517)
GB 5423—85	粗制乳糖检验方法	(520)
GB 5425—85	工业干酪素检验方法	(524)
GB 8451—87	食品添加剂中重金属限量试验法	(527)
GB 8449—87	食品添加剂中铅的测定方法	(530)
GB 8450—87	食品添加剂中砷的测定方法	(534)
GB 9675—88	海产食品中多氯联苯的测定方法	(541)
	食用氢化、人造奶油卫生标准的分析方法	(544)
GB 3561—89	食品包装用原纸卫生标准的分析方法	(551)
GB 11332—89	食品用橡胶管卫生检验方法	(554)
GB 11672—89	食品中对羟基苯甲酸酯类的测定方法	(557)
GB 11679—89	食品容器内壁聚四氟乙烯涂料卫生标准的分析方法	(560)
GB 11681—89	不锈钢食具容器卫生标准的分析方法	(562)
GB 12388—90	食物中维生素A和维生素E的测定方法	(569)
GB 12389—90	食物中胡萝卜素的测定方法	(577)
GB 12390—90	食物中硫胺素(维生素B ₁)的测定方法	(582)
GB 12391—90	食物中核黄素的测定方法	(586)
GB 12392—90	蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定方法 (荧光法和2,4-二硝基苯肼法)	(594)

GB 12393—90	食物中磷的测定方法	(600)
GB 12394—90	食物中不溶性膳食纤维的测定方法	(605)
GB 12395—90	食物中烟酸的测定方法	(608)
GB 12396—90	食物中铁、镁、锰的测定方法	(614)
GB 12397—90	食物中钾、钠的测定方法	(620)
GB 12398—90	食物中钙的测定方法	(624)
GB 13108—91	植物性食品中稀土的测定方法	(630)
GB 13110—91	蜂蜜中四环素族抗生素残留量的测定方法	(634)
GB 13111—91	谷物和大豆中赈曲霉毒素A的测定方法	(639)
GB 13112—91	食品中环己基氨基磺酸钠的测定方法	(644)
GB 13117—91	食品容器及包装材料用不饱和聚酯树脂及其 玻璃钢制品卫生标准分析方法	(652)
GB 13118—91	食品容器及包装材料用聚碳酸酯树脂 卫生标准的分析方法	(656)
GB 13119—91	食品包装用发泡聚苯乙烯成型品 卫生标准的分析方法	(658)
GB/T 7102.2—94	食用植物油煎炸过程中的极性组分(PC)的测定方法	(662)
GB 14883.1—94	食品中放射性物质检验 总则	(666)
GB 14883.2—94	食品中放射性物质检验 氢-3的测定	(671)
GB 14883.3—94	食品中放射性物质检验 锶-89和锶-90的测定	(675)
GB 14883.4—94	食品中放射性物质检验 钷-147的测定	(689)
GB 14883.5—94	食品中放射性物质检验 钷-210的测定	(694)
GB 14883.6—94	食品中放射性物质检验 镭-226和镭-228的测定	(697)
GB 14883.7—94	食品中放射性物质检验 天然钍和铀的测定	(706)
GB 14883.8—94	食品中放射性物质检验 钷-239、钷-240的测定	(717)
GB 14883.9—94	食品中放射性物质检验 碘-131的测定	(724)
GB 14883.10—94	食品中放射性物质检验 铯-137的测定	(732)
GB 14875—94	食品中辛硫磷农药残留量的测定方法	(740)
GB 14876—94	食品中甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定方法	(743)
GB 14877—94	食品中氨基甲酸酯类农药残留量的测定方法	(746)
GB 14878—94	食品中百菌清残留量的测定方法	(751)
GB 14879—94	食品中二氯苯醚菊酯残留量的测定方法	(754)
GB/T 14929.1—94	食品中地亚农(二嗪农)残留量测定方法	(757)
GB/T 14929.2—94	花生仁、棉籽油、花生油中涕灭威残留量测定方法	(760)
GB/T 14929.3—94	柑桔中水胺硫磷残留量测定方法	(764)
GB/T 14929.4—94	食品中氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯 残留量的测定方法	(768)

GB/T 14929.5—94	谷物及其制品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定方法	(773)
GB/T 14929.6—94	大米和柑桔中喹硫磷残留量的测定方法	(781)
GB/T 14929.7—94	大米中杀虫环残留量测定方法	(785)
GB/T 14929.8—94	大米中杀虫双残留量测定方法	(789)
GB/T 14929.9—94	稻谷中三环唑残留量测定方法	(793)
GB/T 14931.1—94	畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素 残留量测定方法(高效液相色谱法)	(796)
GB/T 14932.2—94	食用豆粕卫生标准的分析方法	(798)
GB/T 14933—94	小麦中T-2毒素的酶联免疫吸附测定方法(ELISA)	(802)
GB/T 14937—94	复合食品包装袋中二氨基甲苯测定方法	(808)
GB/T 14940—94	食品中丙酸钠、丙酸钙的测定方法	(811)
GB/T 14941—94	食品中脱氢乙酸的测定方法	(813)
GB/T 14943—94	食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1-二氯乙烷的分析方法	(816)
GB/T 14962—94	食品中铬的测定方法	(819)
GB/T 14965—94	食物中氨基酸的测定方法	(824)
GB/T 14966—94	尼龙6树脂及成型品中己内酰胺卫生标准的分析方法	(832)
GB/T 14973—94	食品中粉锈宁残留量的测定方法	(835)
GB/T 15518—1995	水果中乙氧基喹残留量的检验方法	(839)
GB/T 12399—1996	食品中硒的测定	(842)
GB/T 13120—1996	食品容器及包装材料用聚酯树脂 及其成型品中锑的测定方法	(851)
GB/T 1633—1996	大豆及谷物中氟磺胺草醚残留量的测定 高效液相色谱法	(859)
GB/T 16335—1996	食品中亚胺硫磷残留量的测定方法	(865)
GB/T 16336—1996	食品中阿特拉津残留量的测定	(868)
GB/T 16338—1996	粮食中绿麦隆残留量的测定	(873)
GB/T 16339—1996	大米中禾大壮残留量的测定	(877)
GB/T 16340—1996	食品中灭幼脲残留量的测定	(881)
GB/T 16341—1996	食品中五氯硝基苯残留量的测定	(886)
GB/T 16342—1996	食品中锑的测定	(891)
GB/T 16343—1996	食品中镍的测定方法	(898)
GB/T 16344—1996	饮料中咖啡因的测定方法	(902)
GB/T 16345—1996	饮料中乙酰磺胺酸钾的测定	(909)
GB/T 16346—1996	食品中诱惑红的测定	(916)

中华人民共和国国家标准

食品卫生检验方法 理化部分 总则

GB/T 5009.1—1996

代替GB 5009.1—85

Methods of food hygienic analysis—Physical and
chemical section—General principles

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品卫生检验方法 理化部分的编写和检验基本原则和要求。

本标准适用于食品卫生检验方法 理化部分的编写和检验。

2 引用标准

GB 1.4 标准化工作导则 化学分析方法标准编写规定

GB 3102.8 物理化学和分子物理学的量和单位

3 检验方法的一般要求

3.1 称取:系指用天平进行的称量操作,其精度要求用数值的有效数位表示,如“称取20.0g……”系指称量的精密度为 $\pm 0.1\text{g}$;“称取20.00g……”系指称量的精密度为 $\pm 0.01\text{g}$ 。

3.2 准确称取:系指用精密天平进行的称量操作,其精度为 $\pm 0.0001\text{g}$ 。

3.3 恒量:系指在规定的条件下,连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过规定的范围。

3.4 量取:系指用量筒或量杯取液体物质的操作,其精度要求用数值的有效数位表示。

3.5 吸取:系指用移液管、刻度吸量管取液体物质的操作。其精度要求用数值的有效数位表示。

3.6 空白试验

空白试验系指除不加样品外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量(滴定法中标准滴定液的用量除外),进行平行操作所得的结果。用于扣除样品中试剂本底和计算检验方法的检出限。

4 检验方法的选择

4.1 标准方法如有两个以上检验方法时,可根据所具备的条件选择使用,以第一法为仲裁方法。

中华人民共和国卫生部1996-06-19批准

1996-09-01实施

4.2 标准方法中根据适用范围设几个并列方法时,要依据适用范围选择适宜的方法。

5 试剂的要求及其溶液浓度的基本表示方法

5.1 检验方法中所使用的水,未注明其他要求时,系指蒸馏水或去离子水。未指明溶液用何种溶剂配制时,均指水溶液。

5.2 检验方法中未指明具体浓度的硫酸、硝酸、盐酸、氨水时,均指市售试剂规格的浓度(见附录C)。

5.3 液体的滴:系指蒸馏水自标准滴管流下的一滴的量,在20℃时20滴相当于 1.0 mL。

5.4 配制溶液的要求

5.4.1 配制溶液时所使用的试剂和溶剂的纯度应符合分析项目的要求。

5.4.2 一般试剂用硬质玻璃瓶存放,碱液和金属溶液用聚乙烯瓶存放,需避光试剂贮于棕色瓶中。

5.5 溶液浓度表示方法。

5.5.1 标准滴定溶液浓度的表示(见附录B)。

5.5.2 几种固体试剂的混合质量份数或液体试剂的混合体积份数可表示为(1+1)、(4+2+1)等。

5.5.3 如果溶液的浓度是以质量比或体积比为基础给出,则可用下列方式分别表示为百分数:%(m/m)或%(V/V)。

5.5.4 溶液浓度以质量、容量单位表示,可表示为克每升或以其适当分倍数表示(g/L或mg/mL等)。

5.5.5 如果溶液由另一种特定溶液稀释配制,应按照下列惯例表示:

“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液以某种方式稀释,最终混合物的总体积为 V_2 ;

“稀释 $V_1 + V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液加到体积为 V_2 的溶液中(1+1),(2+5)等。

6 温度和压力的表示

6.1 一般温度以摄氏度表示,写作℃;或以开氏度表示,写作K(开氏度=摄氏度+273.15)。

6.2 压力单位为帕斯卡,符号为Pa(kPa、MPa)。

$$1\text{atm} = 760\text{mmHg}$$

$$= 101\,325\text{ Pa} = 101.325\text{kPa} = 0.101\,325\text{ MPa} (\text{atm 为标准大气压})。$$

7 仪器设备要求