

中国标准出版社第一编辑室 编

中国食品工业 标准汇编

水果、蔬菜及其制品卷 (下)

(第三版)



中国标准出版社

数码防伪

中国食品工业标准汇编

水果、蔬菜及其制品卷(下)

(第三版)

中国标准出版社第一编辑室 编

中国标准出版社

2007

图书在版编目 (CIP) 数据

中国食品工业标准汇编. 水果、蔬菜及其制品卷. 下/
中国标准出版社第一编辑室编. —3 版. —北京: 中国标准出版社, 2007

ISBN 978-7-5066-4459-4

I. 中… II. 中… III. ①食品工业-标准-汇编-中国
②水果加工-标准-汇编-中国③蔬菜加工-标准-汇
编-中国 IV. TS207.2

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2007) 第 035962 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.spc.net.cn

电话: 68523946 68517548

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 37.75 字数 1 170 千字

2007 年 4 月第三版 2007 年 4 月第一次印刷

*

定价 155.00 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) 68533533

编 者 的 话

《中国食品工业标准汇编》是我国食品标准化方面的一套大型丛书,按行业分类分别立卷,中国标准出版社陆续出版。本汇编为丛书的一卷。本卷汇编分上册和下册出版。

本卷汇编是在2003年出版的《中国食品工业标准汇编 水果、蔬菜及其制品卷(第二版)》的基础上进行修订的,保留了目前有效的标准,同时增加了2003年7月至2006年12月底发布的水果、蔬菜及其制品国家标准和行业标准。上册主要内容包括第一部分综合标准,第二部分水果及其制品标准,第三部分蔬菜及其制品标准;下册主要内容包括第四部分试验方法标准,第五部分相关标准。本册收录水果、蔬菜试验方法标准和相关标准65项。

需要说明的是,本汇编依据中国文献分类法和行业需求,将瓜果、蔬菜及其制品(B31)、果类加工与制品(X24)、蔬菜加工与制品(X26)收入其中。但是,果汁、水果和蔬菜罐头、蜜饯、酱腌菜等标准因已收入相应的标准汇编中,本汇编不再编入。

本汇编收集的标准的属性已在目录上标明(GB或GB/T),年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准和行业标准是在标准清理整顿前出版的,现尚未修订,故正文部分仍保留原样,读者在使用这些标准时,其属性以本目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中的标准的属性请读者注意查对)。

本书在编辑过程中,将涉及的标准修改通知单附于相关标准后,标准修改单的依据如下:

——GB 2760—1996《食品添加剂使用卫生标准》根据质技监函[1999]189号文修改。

本汇编可供食品生产、科研、销售单位的技术人员,各级食品监督、检验机构的人员、各管理部门的相关人员使用,也可供大专院校有关专业的师生参考。

本汇编由中国标准出版社第一编辑室选编。

编 者

2007年3月

目 录

四、试验方法标准

GB/T 5009.21—2003	粮、油、菜中甲萘威残留量的测定	3
GB/T 5009.38—2003	蔬菜、水果卫生标准的分析方法	11
GB/T 5009.86—2003	蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定(荧光法和2,4-二硝基苯肼法)	15
GB/T 5009.105—2003	黄瓜中百菌清残留量的测定	21
GB/T 5009.109—2003	柑桔中水胺硫磷残留量的测定	27
GB/T 5009.112—2003	大米和柑桔中喹硫磷残留量的测定	33
GB/T 5009.129—2003	水果中乙氧基喹残留量的测定	37
GB/T 5009.143—2003	蔬菜、水果、食用油中双甲脒残留量的测定	41
GB/T 5009.158—2003	蔬菜中维生素K ₁ 的测定	48
GB/T 5009.173—2003	梨果类、柑桔类水果中噻螨酮残留量的测定	55
GB/T 5009.175—2003	粮食和蔬菜中2,4-滴残留量的测定	61
GB/T 5009.184—2003	粮食、蔬菜中噻嗪酮残留量的测定	69
GB/T 5009.185—2003	苹果和山楂制品中展青霉素的测定	73
GB/T 5009.188—2003	蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定	77
GB/T 5009.199—2003	蔬菜中有机磷和氨基甲酸酯类农药残留量的快速检测	83
GB/T 6195—1986	水果、蔬菜维生素C含量测定法(2,6-二氯酚酚滴定法)	89
GB/T 8210—1987	出口柑桔鲜果检验方法	93
GB/T 8855—1988	新鲜水果和蔬菜的取样方法	107
GB/T 8858—1988	水果、蔬菜产品中干物质和水分含量的测定方法	111
GB/T 8862—1988*	脱水大蒜中挥发性有机硫化化合物的测定方法	114
GB/T 10467—1989	水果和蔬菜产品中挥发性酸度的测定方法	117
GB/T 10468—1989	水果和蔬菜产品pH值的测定方法	121
GB/T 10470—1989	速冻水果和蔬菜的矿物杂质测定方法	123
GB/T 10471—1989	速冻水果和蔬菜净重的测定方法	125
GB/T 12532—1990	食用菌灰分测定	126
GB/T 12533—1990	食用菌杂质测定	128
GB/T 14553—2003	粮食、水果和蔬菜中有机磷农药测定的气相色谱法	131
GB/T 15401—1994	水果、蔬菜及其制品 亚硝酸盐和硝酸盐含量的测定	144
GB/T 15402—1994	水果、蔬菜及其制品 钠、钾含量的测定	148
GB/T 15664—1995	水果、蔬菜及其制品 甲酸含量的测定 重量法	152
GB/T 15667—1995	水果、蔬菜及其制品 氯化物含量的测定	156
GB/T 15672—1995	食用菌总糖含量测定方法	159
GB/T 15673—1995	食用菌粗蛋白质含量测定方法	162
GB/T 15674—1995	食用菌粗脂肪含量测定方法	165

* 已调整为行业标准而尚未转化的国家标准。

注：本汇编收集的标准的属性已在目录上标明(GB或GB/T)，年号用四位数字表示。鉴于部分国家标准和行业标准是在标准清理整顿前出版的，现尚未修订，故正文部分仍保留原样，读者在使用这些标准时，其属性以目录上标明的为准(标准正文“引用标准”中标准的属性请读者注意查对)。

GB/T 18630—2002	蔬菜中有机磷及氨基甲酸酯农药残留量的简易检验方法 酶抑制法	169
GB/T 19648—2006	水果和蔬菜中 500 种农药及相关化学品残留量的测定 气相 色谱-质谱法	175
GB/T 20769—2006	水果和蔬菜中 405 种农药及相关化学品残留量的测定 液相 色谱-串联质谱法	245

五、相关标准

GB 2760—1996	食品添加剂使用卫生标准	319
GB 2760—1996	《食品添加剂使用卫生标准》第 1 号修改单	366
GB 2761—2005	食品中真菌毒素限量	367
GB 2762—2005	食品中污染物限量	371
GB 2763—2005	食品中农药最大残留限量	380
GB/T 5009.10—2003	植物类食品中粗纤维的测定	445
GB/T 5009.11—2003	食品中总砷及无机砷的测定	449
GB/T 5009.12—2003	食品中铅的测定	463
GB/T 5009.17—2003	食品中总汞及有机汞的测定	477
GB/T 5009.18—2003	食品中氟的测定	491
GB/T 5009.20—2003	食品中有机磷农药残留量的测定	499
GB/T 5009.144—2003	植物性食品中甲基异柳磷残留量的测定	510
GB/T 5009.145—2003	植物性食品中有机磷和氨基甲酸酯类农药多种残留的测定	516
GB/T 5009.146—2003	植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定	523
GB/T 5009.147—2003	植物性食品中除虫脲残留量的测定	531
GB 7096—2003	食用菌卫生标准	535
GB/T 12456—1990	食品中总酸的测定方法	539
GB/T 12457—1990	食品中氯化钠的测定方法	543
GB 14891.3—1997	辐照干果果脯类卫生标准	551
GB 14891.5—1997	辐照新鲜水果、蔬菜类卫生标准	554
GB 15199—1994	食品中铜限量卫生标准	557
GB 16325—2005	干果食品卫生标准	559
GB 16326—2005	坚果食品卫生标准	563
GB/T 18525.3—2001	红枣辐照杀虫工艺	567
GB/T 18525.5—2001	干香菇辐照杀虫防霉工艺	570
GB/T 18526.3—2001	脱水蔬菜辐照杀菌工艺	573
GB/T 18527.1—2001	苹果辐照保鲜工艺	576
GB/T 18527.2—2001	大蒜辐照抑制发芽工艺	579
GB/T 20014.5—2005	良好农业规范 第 5 部分:水果和蔬菜控制点与符合性规范	583
索引		596

四、试验方法标准



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.21—2003
代替 GB/T 5009.21—1996

粮、油、菜中甲萘威残留量的测定

Determination of carbaryl residues in cereals, oils and vegetables

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.21—1996《粮、油、菜中西维因残留量的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.21—1996 相比主要修改如下：

——修改了标准的中文名称，标准中文名称改为《粮、油、菜中甲萘威残留量的测定》；

——按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由浙江省粮食科学研究所负责起草。

本标准第二法由卫生部食品卫生监督检验所、中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订，本次为第二次修订。

宝顺由量留残萘甲中菜、油、粮

Determination of carbaryl residues in cereals, oils and vegetables

粮、油、菜中甲萘威残留量的测定

1 范围

本标准规定了粮食、油、油料及蔬菜中甲萘威残留量的测定方法。

本标准适用于粮食、油、油料及蔬菜中甲萘威残留量的测定。

本方法检出限：高效液相色谱法为 0.5 mg/kg；比色法为 10 μg；当取样量为 2 g 时，检出浓度为 5 mg/kg。

第一法 高效液相色谱法

2 原理

含有甲萘威的粮食经提取、弗罗里硅土净化后，浓缩，定容作为测定溶液，取一定量注入高效液相色谱仪，经分离用紫外 280 nm 检测器检测，与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 苯。

3.2 乙腈。

3.3 甲醇。

3.4 二氯甲烷。

3.5 无水硫酸钠：120℃干燥 4 h。

3.6 弗罗里硅土：120℃干燥 4 h，加入质量分数为 6% 的蒸馏水，摇匀，放置过夜后使用。

3.7 甲萘威标准溶液的配制：准确称取甲萘威标准品 (carbaryl, 99.3%)，用甲醇溶解并配制成为 10.0 mg/mL 的标准储备液，储于冰箱中，使用时用甲醇稀释成 10 μg/mL 的标准使用液。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器。

4.2 溶剂过滤器。

4.3 超声波仪。

4.4 KD 浓缩器或旋转式蒸发器。

5 分析步骤

5.1 提取

称取 20.00 g 经粉碎过 20 目筛的粮食试样于 250 mL 具塞锥形瓶中，准确加入 50 mL 苯，浸泡过夜，次日振荡提取 1 h，提取液过滤。

5.2 净化

取直径 1.5 cm 层析柱，先装脱脂棉少许。柱两头装 2 cm 高无水硫酸钠，中间装 6 g 弗罗里硅土。装好的柱先用 20 mL 二氯甲烷预淋，弃去预淋液，然后将 5 mL~10 mL 试样提取液倒入层析柱，用 70 mL 二氯甲烷少量多次淋洗，收集全部淋洗液，用 KD 浓缩器进行浓缩至近干（水浴温度 30℃），然后用甲醇溶解残余物，并定容至 5 mL。定容后经 0.45 μm 微孔滤膜过滤后，取 10 μL 滤液注入高效色谱进行分离、检测。

5.3 液相色谱测定参考条件

5.3.1 色谱柱:不锈钢柱 μ -Bondpak C₁₈ 3.9 mm×30 cm。

5.3.2 检测器:紫外检测器波长280 nm,灵敏度0.01~0.02。

5.3.3 流动相:乙腈+水(55+45)混合溶剂,流速1 mL/min。

5.3.4 温度:室温。

5.4 测定

吸取10 μ L 标准使用液及试样液注入色谱仪,以保留时间定性,用标准曲线法定量。

6 结果计算

粮食中甲萘威的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{A \times 1\,000}{m \times V_2 / V_1 \times 1\,000} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——粮食中甲萘威的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A——从标准曲线求出样液中质量,单位为微克(μ g); V_1 ——样液定容的体积,单位为毫升(mL); V_2 ——注入色谱的体积,单位为毫升(mL); m ——试样的质量,单位为克(g)。

7 其他

甲萘威的液相色谱图,见图1。

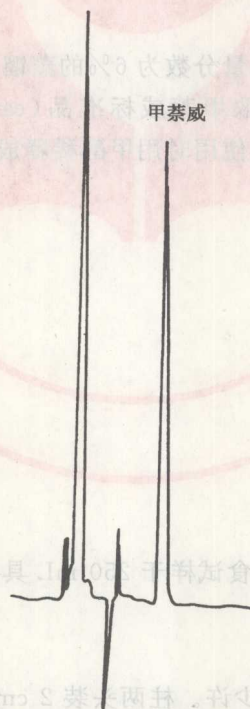


图1 甲萘威标准色谱图

第二法 比色法

8 原理

在碱性条件下,甲萘威水解成1-萘酚、二氧化碳和甲胺。在酸性条件下,1-萘酚和对硝基苯偶氮氟硼酸盐呈橙黄色,与标准系列比较定量。

9 试剂

- 9.1 二氯甲烷。
- 9.2 丙酮。
- 9.3 乙醇(95%)。
- 9.4 冰乙酸。
- 9.5 无水硫酸钠。
- 9.6 石油醚:沸程 $30^{\circ}\text{C}\sim 60^{\circ}\text{C}$ 。
- 9.7 二甲基亚砜。
- 9.8 氯化钠。
- 9.9 硅藻土。
- 9.10 一缩二乙二醇溶液:一缩二乙二醇和二氯甲烷等体积混合。
- 9.11 丙酮(10%)。
- 9.12 凝固液:称取0.5 g氯化铵,溶于400 mL水中,加1 mL磷酸(85%)。
- 9.13 氢氧化钾-乙醇溶液(56 g/L):称取5.6 g氢氧化钾,溶于10 mL水中,加95%乙醇稀释至100 mL,临用时配制。
- 9.14 氯化钠溶液(100 g/L)。
- 9.15 氢氧化钠溶液(20 g/L):称取2 g氢氧化钠,加水溶解并稀释至100 mL。
- 9.16 显色剂:称取50 mg对硝基苯偶氮氟硼酸盐,溶于50 mL冰乙酸-乙醇溶液(20%)中,临用时配制,过滤后使用。
- 9.17 甲萘威标准溶液:甲萘威结晶经无水乙醇两次重结晶纯化。熔点 $142^{\circ}\text{C}\sim 145^{\circ}\text{C}$ 。准确称取50.00 mg甲萘威精制品,加二氯甲烷溶解,移入100 mL容量瓶中,加二氯甲烷至刻度,混匀。此溶液每毫升相当甲萘威0.50 mg。
- 9.18 甲萘威标准使用液:吸取甲萘威标准溶液1.0 mL或2.0 mL,置于100 mL容量瓶中,用二氯甲烷稀释至刻度,此溶液每毫升相当于5.0 μg 或10.0 μg 甲萘威。

10 仪器

- 10.1 分光光度计。
- 10.2 抽气泵。
- 10.3 恒温水浴锅。
- 10.4 电动振荡器。
- 10.5 脂肪提取器。
- 10.6 离心机。

11 分析步骤

11.1 提取

11.1.1 粮食

试样经脱壳、磨粉,过 20 目筛并混匀。称取粮食试样 10.00 g,置 150 mL 具塞锥形瓶中,加 10 g 无水硫酸钠,混匀,加 40 mL 二氯甲烷,在振荡器上振摇 0.5 h,浸泡过夜,用滤纸过滤,弃去 2 mL~3 mL 初滤液,量取 20.0 mL 滤液,置于 50 mL 烧杯中,加 3 滴一缩二乙二醇溶液,放热水浴上挥干,如不太干,用吸耳球吹干。

11.1.2 油及油料

11.1.2.1 比较纯净的油:称取 5.00 g 混匀的试样,用 50 mL 丙酮分次溶解并洗入 100 mL 分液漏斗中。

11.1.2.2 毛油:称取 2.00 g~5.00 g 混匀的试样,用 40 mL 石油醚分次溶解并洗入 100 mL 分液漏斗中。

11.1.2.3 棉籽:试样经脱壳、磨碎、混匀。称取 10.00 g 试样装入滤纸筒中,置于 60 mL 脂肪提取器中,用 40 mL 石油醚提取 8 h,将提取液移入 100 mL 分液漏斗中。

11.1.3 蔬菜、水果

取可食部分洗净、晾干、切碎、混匀。称取 25.00 g 试样加 20 g 无水硫酸钠后,在乳钵中用力研碎,至植物组织全部研成泥状,再加 10 g 无水硫酸钠继续研磨至干粉状,移至 250 mL 具塞锥形瓶中,再用约 5 g 无水硫酸钠将乳钵研洗干净,一并移入具塞锥形瓶中,用二氯甲烷将乳钵研洗二次,每次 50 mL,洗净粘在乳钵上的残物,洗液并入具塞锥形瓶中,在振荡器上振摇 0.5 h,浸泡过夜,用滤纸过滤,弃去 2 mL~3 mL 初滤液,吸取 50.00 mL 滤液,置脂肪提取器的接收瓶内,加 3 滴一缩二乙二醇溶液,在水浴上蒸干溶剂至虹吸管内,弃去蒸出的二氯甲烷,直至蒸干,取下接收瓶,用吸耳球吹干残留溶剂。

11.2 净化

11.2.1 粮食

沿上述含提取物的烧杯壁,加入 3 mL 丙酮,使残渣完全溶解后,加 15 mL 凝固液,放置 15 min,并时时摇动。将垂熔漏斗下接抽滤器(或抽滤瓶),先铺一张滤纸,再铺一薄层约 1 g 的硅藻土作为助滤剂,用丙酮(10%)洗涤多次后备用;弃去洗涤液。将试样凝固液倾入准备好的垂熔漏斗中,放置 10 min 以上,慢速抽滤于下面的抽滤管内,抽干后,用滴管滴加约 2 mL 丙酮(10%),洗净烧杯内壁,洗液倾入垂融漏斗中,浸泡 1 min~2 min 后,再行抽干,如此重复 2 次~3 次。将滤液移至 25 mL 容量瓶中,用少量丙酮(10%)洗涤抽滤管,洗液并入容量瓶中稀释至刻度,混匀。

11.2.2 油及油料

11.2.2.1 比较纯净的油:在上述含有油样的丙酮溶液的分液漏斗中加 10 mL 水,轻轻摇匀,静置 1 h,弃去分出的油层,将丙酮提取液放入离心管中,以 2 500 r/min 离心 0.5 h,用滴管吸取上层澄清丙酮提取液,置于另一分液漏斗中,加 30 mL 二氯甲烷,振摇提取 1 min,放置 1 h,二氯甲烷层经盛有约 10 g 无水硫酸钠的漏斗滤入脂肪提取器的接收瓶中。在二氯甲烷液内加 3 滴一缩二乙二醇溶液,在水浴上将二氯甲烷蒸发至虹吸管内,弃去蒸出的二氯甲烷。分液漏斗内的水层用 10 mL 二氯甲烷振摇洗涤一次,经原无水硫酸钠漏斗滤入接收瓶中,继续蒸发至干,取下接收瓶,用吸耳球吹干残留溶剂。沿瓶壁加入 3 mL 丙酮溶解残渣,以下按 11.2.1 自“加 15 mL 凝固液……”起依法操作。

11.2.2.2 毛油:在上述含有油样的石油醚溶液的分液漏斗中,加 10 mL 二甲基亚砜,振摇 1 min,放置分层后,将二甲基亚砜分入另一分液漏斗中,石油醚层再用 10 mL 二甲基亚砜振摇一次,合并二次提取液,加 10 mL 石油醚振摇洗涤二甲基亚砜提取液一次。将二甲基亚砜层移入盛有 2 g 氯化钠和 150 mL 水的分液漏斗中,弃去石油醚层。二甲基亚砜水溶液用二氯甲烷提取四次,每次 25 mL,合并二氯甲烷提取液,用 7.5、5 mL 氢氧化钠溶液(20 g/L)振摇提取二次,以洗去植物中的天然酚类物质,弃去洗涤液。二氯甲烷层再用氯化钠溶液(100 g/L)洗涤二次,每次 15 mL,最后用 15 mL 水洗涤一次。二氯甲烷层经无水硫酸钠脱水滤入脂肪提取器的接收瓶中,以下按 11.2.2.1 自“在二氯甲烷溶液内加 3 滴一缩二乙二醇溶液……”起依法操作。

11.2.2.3 棉籽:按 11.2.2.2 毛油中的方法净化。

11.2.3 蔬菜、水果

沿上述含有提取物的接收瓶瓶壁加入 3 mL 丙酮,并转动以溶解瓶中提取物,加入 10 mL 凝固液,再转动接收瓶,使凝固液布满内壁,放置 10 min,并时时转动。以下按 11.2.1 自“将垂熔漏斗下接抽滤管(或抽滤瓶),先铺一张滤纸,再铺一薄层约 1 g 的硅藻土……”起依法操作。

12 测定

吸取 5.0 mL 甲萘威标准使用液(相当 50 μg 甲萘威),或 1.0 mL 甲萘威标准使用液(相当 1.0 μg 甲萘威,接近试样量),置于 50 mL 烧杯中,加 3 滴一缩二乙二醇溶液,在热水浴上挥干,加 3 mL 丙酮溶解,并加 15 mL 凝固液,混匀,移入 25 mL 容量瓶中,用丙酮(10%)洗涤烧杯,洗液并入容量瓶中并稀释至刻度,作为比色时的标准对照溶液。

吸取上述定容后的试样溶液和标准溶液各 5.0 mL,分别置于具塞刻度试管中,各加 2 mL 氢氧化钾-乙醇溶液(56 g/L),混匀,放置 2 min 后再各加 1 mL 显色剂,混匀。以水调整零点,用 1 cm 比色杯,于波长 475 nm 处测吸光度。

同时,另取两个试管,一管加入 5 mL 定容后的标准溶液,另一管加入 5 mL 定容后的试样溶液,用 2 mL 乙醇代替氢氧化钾-乙醇溶液,按上述方法同样操作,于波长 475 nm 处分别测吸光度,作为试剂空白和试样空白。

13 结果计算

试样中甲萘威的含量按式(2)进行计算。

$$X = \frac{A_1 - A_2}{A_3 - A_4} \times \frac{c}{m \times 5/25} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X —— 试样中甲萘威的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_1 —— 试样管的吸光度的读数;

A_2 —— 试样空白管的吸光度读数;

A_3 —— 标准溶液管的吸光度读数;

A_4 —— 试剂空白管的吸光度读数;

c —— 标准溶液中甲萘威含量,单位为微克(μg);

m —— 试样质量,单位为克(g)。

14 精密度

粮食取样 10 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。

油取样 2 g~5 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

棉籽取样 10 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

水果、蔬菜取样 25 g 时,在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 5%。



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.38—2003
代替 GB/T 5009.38—1996

蔬菜、水果卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of vegetables and fruits

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会