

2009年制定



中国国家标准汇编

416

GB 23382~23428

(2009 年制定)

中国标准出版社 编



中国标准出版社

北 京

图书在版编目 (CIP) 数据

中国国家标准汇编: 2009 年制定. 416: GB 23382~
23428/中国标准出版社编. —北京: 中国标准出版社,
2010

ISBN 978-7-5066-6021-1

I. ①中… II. ①中… III. ①国家标准-汇编-中国-2009
IV. ①T-652.1

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2010) 第 166533 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 38 字数 1 110 千字

2010 年 9 月第一版 2010 年 9 月第一次印刷

*

定价 220.00 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

ISBN 978-7-5066-6021-1



9 787506 660211 >

出版说明

1. 《中国国家标准汇编》是一部大型综合性国家标准全集。自 1983 年起,按国家标准顺序号以精装本、平装本两种装帧形式陆续分册汇编出版。它在一定程度上反映了我国建国以来标准化事业发展的基本情况和主要成就,是各级标准化管理机构,工矿企事业单位,农林牧副渔系统,科研、设计、教学等部门必不可少的工具书。

2. 《中国国家标准汇编》收入我国每年正式发布的全部国家标准,分为“制定”卷和“修订”卷两种编辑版本。

“制定”卷收入上一年度我国发布的、新制定的国家标准,顺延前年度标准编号分成若干分册,封面和书脊上注明“20××年制定”字样及分册号,分册号一直连续。各分册中的标准是按照标准编号顺序连续排列的,如有标准顺序号缺号的,除特殊情况注明外,暂为空号。

“修订”卷收入上一年度我国发布的、修订的国家标准,视篇幅分设若干分册,但与“制定”卷分册号无关联,仅在封面和书脊上注明“20××年修订-1,-2,-3,……”字样。“修订”卷各分册中的标准,仍按标准编号顺序排列(但不连续);如有遗漏的,均在当年最后一分册中补齐。需提请读者注意的是,个别非顺延前年度标准编号的新制定的国家标准没有收入在“制定”卷中,而是收入在“修订”卷中。

读者配套购买《中国国家标准汇编》“制定”卷和“修订”卷则可收齐上一年度我国制定和修订的全部国家标准。

3. 由于读者需求的变化,自 1996 年起,《中国国家标准汇编》仅出版精装本。

4. 2009 年我国制修订国家标准共 3158 项。本分册为“2009 年制定”卷第 416 分册,收入国家标准 GB 23382~23428 的最新版本。

中国标准出版社

2010 年 8 月

目 录

GB/T 23382—2009	食品中丙酸钠、丙酸钙的测定 高效液相色谱法	1
GB/T 23383—2009	食品中双乙酸钠的测定 高效液相色谱法	7
GB/T 23384—2009	产品及零部件可回收利用标识	13
GB/T 23385—2009	饲料中氨苄青霉素的测定 高效液相色谱法	23
GB/T 23386—2009	饲料添加剂 维生素 A 棕榈酸酯粉	29
GB/T 23387—2009	饲草营养品质评定 GI 法	37
GB/T 23388—2009	水产饲料安全性评价 残留和蓄积试验规程	45
GB/T 23389—2009	水产饲料安全性评价 繁殖试验规程	53
GB/T 23390—2009	水产配合饲料环境安全性评价规程	59
GB/T 23391.1—2009	玉米大、小斑病和玉米螟防治技术规范 第 1 部分:玉米大斑病	67
GB/T 23391.2—2009	玉米大、小斑病和玉米螟防治技术规范 第 2 部分:玉米小斑病	75
GB/T 23391.3—2009	玉米大、小斑病和玉米螟防治技术规范 第 3 部分:玉米螟	81
GB/T 23392.1—2009	十字花科蔬菜病虫害测报技术规范 第 1 部分:霜霉病	93
GB/T 23392.2—2009	十字花科蔬菜病虫害测报技术规范 第 2 部分:软腐病	99
GB/T 23392.3—2009	十字花科蔬菜病虫害测报技术规范 第 3 部分:小菜蛾	105
GB/T 23392.4—2009	十字花科蔬菜病虫害测报技术规范 第 4 部分:甜菜夜蛾	115
GB/T 23393—2009	设施园艺工程术语	127
GB 23394—2009	自给闭路式压缩氧气呼吸器	145
GB/T 23395—2009	地理标志产品 卢氏黑木耳	165
GB/T 23396—2009	地理标志产品 卢氏鸡	175
GB/T 23397—2009	地理标志产品 汝瓷	185
GB/T 23398—2009	地理标志产品 哈密瓜	197
GB/T 23399—2009	地理标志产品 江油附子	207
GB/T 23400—2009	地理标志产品 涪城麦冬	217
GB/T 23401—2009	地理标志产品 延川红枣	229
GB/T 23402—2009	地理标志产品 增城丝苗米	235
GB/T 23403—2009	地理标志产品 钧瓷	243
GB/T 23404—2009	地理标志产品 红河灯盏花	257
GB/T 23405—2009	蜂产品中环己烷氨基磺酸钠的测定 液相色谱-质谱/质谱法	267
GB/T 23406—2009	肠衣中硝基咪唑类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	275
GB/T 23407—2009	蜂王浆中硝基咪唑类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	285
GB/T 23408—2009	蜂蜜中大环内酯类药物残留量测定 液相色谱-质谱/质谱法	295
GB/T 23409—2009	蜂王浆中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	305
GB/T 23410—2009	蜂蜜中硝基咪唑类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	313

GB/T 23411—2009	蜂王浆中 17 种喹诺酮类药物残留量的测定	液相色谱-质谱/质谱法	323
GB/T 23412—2009	蜂蜜中 19 种喹诺酮类药物残留量的测定方法	液相色谱-质谱/质谱法	335
GB/T 23413—2009	纳米材料晶粒尺寸及微观应变的测定	X 射线衍射线宽化法	346
GB/T 23414—2009	微束分析 扫描电子显微术 术语		356
GB/T 23415—2009	隔离检疫圃分级		387
GB/T 23416.1—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 1 部分:总则	395
GB/T 23416.2—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 2 部分:茄果类	407
GB/T 23416.3—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 3 部分:瓜类	417
GB/T 23416.4—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 4 部分:甘蓝类	427
GB/T 23416.5—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 5 部分:白菜类	435
GB/T 23416.6—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 6 部分:绿叶菜类	443
GB/T 23416.7—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 7 部分:豆类	451
GB/T 23416.8—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 8 部分:根菜类	459
GB/T 23416.9—2009	蔬菜病虫害安全防治技术规范	第 9 部分:葱蒜类	467
GB/T 23417—2009	自行式飞机除冰防冰车功能要求		475
GB/T 23418—2009	航空货运及地面设备 术语		481
GB/T 23419—2009	四轮驱动飞机牵引车设计性能要求		501
GB/T 23420—2009	宽体飞机下舱集装箱、集装板装载机功能要求		511
GB/T 23421—2009	飞机装载设备基本要求		517
GB/T 23422—2009	大型飞机用自行式客梯功能要求		529
GB/T 23423—2009	宽体飞机主舱集装箱、集装板装载机功能要求		541
GB/T 23424—2009	超限货物在航空集装器上的捆绑固定		547
GB/T 23425—2009	造船 货船栏杆		567
GB/T 23426—2009	船舶与海上技术 钢质小型风雨密舱口盖		575
GB/T 23427—2009	造船与海上结构物 受拉伸负荷的眼板和叉头组件 主要尺寸		583
GB/T 23428—2009	船舶和海上技术 艏向控制装置		589



中华人民共和国国家标准

GB/T 23382—2009

食品中丙酸钠、丙酸钙的测定 高效液相色谱法

Determination of sodium propionate and calcium propionate in foods—
High performance liquid chromatography method

2009-04-08 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国标准化研究院提出并归口。

本标准由国家农副加工产品及白酒质量监督检验中心(山西省食品质量监督检验中心)负责起草。

本标准主要起草人:梁宝爱、刘军、张素娟、冯晓斌、武向勇、赵娅鸿、孙丽萍、胡晓江、刘宪萍。

食品中丙酸钠、丙酸钙的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品中丙酸钠、丙酸钙高效液相色谱的测定方法。

本标准适用于豆类制品、生湿面制品、面包、糕点、醋、酱油等食品中丙酸钠、丙酸钙的含量测定。

本标准的方法检出限:0.03 g/kg,方法定量限:0.10 g/kg。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

样品中丙酸钠(钙)酸化后转化为丙酸,经超声波水浴提取或水蒸气蒸馏,收集后调 pH 值,经高效液相色谱测定,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有规定外,试剂均为分析纯。

4.1 色谱用水应符合 GB/T 6682—2008 规定的一级水,其他用水符合 GB/T 6682—2008 规定的三级水。

4.2 磷酸。

4.3 磷酸氢二铵。

4.4 硅油。

4.5 磷酸溶液(1 mol/L):在 50 mL 中加入 53.5 mL 磷酸,混匀后,加水定容至 1 000 mL。

4.6 磷酸氢二铵溶液(1.5 g/L):称取磷酸氢二铵 1.5 g,加水溶解定容至 1 000 mL。

4.7 丙酸钠(钙)或丙酸标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.8 标准储备液(10 mg/mL):准确称取丙酸钠 1.30 g 或丙酸钙 1.26 g 或丙酸 1 g(精确至 0.000 1 g)用水定容至 100 mL,配制成丙酸含量为 10 mg/mL 的标准储备液。于 4℃ 冰箱内贮存,有效期 3 个月。

4.9 微孔滤膜:0.45 μm ,水相。

4.10 pH 试纸。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱(HPLC)仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 天平:感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

5.3 超声波水浴。

5.4 离心机:转速不低于 4 000 r/min。

5.5 组织捣碎机。

- 5.6 具塞塑料离心管:50 mL。
- 5.7 水蒸气蒸馏装置:500 mL。
- 5.8 pH 计。

6 分析步骤

6.1 样品制备

固体样品经组织捣碎机捣碎混匀后备用;液体样品摇匀后备用。

6.2 试样处理

6.2.1 蒸馏法:准确称取 25 g(精确至 0.01 g)试样(6.1),置于 500 mL 蒸馏瓶中,加入 100 mL 水,再用 50 mL 水冲洗容器,转移到蒸馏瓶中,加 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)20 mL,2 滴~3 滴硅油,进行水蒸气蒸馏,将 250 mL 容量瓶置于冰浴中作为吸收液装置,待蒸馏至约 240 mL 时取出,在室温下放置 30 min,用 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)调 pH 值至 3 左右,加水定容至刻度,摇匀,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后,待液相色谱测定。

6.2.2 直接浸提法(适用于面包、糕点):准确称取 5 g(精确至 0.01 g)试样(6.1)至 100 mL 烧杯中,加水 20 mL,加入 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)0.5 mL,混匀,经超声浸提 10 min 后,用 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)调 pH 值至 3 左右,转移试样至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。将试样全部转移至 50 mL 具塞塑料离心管中,以不低于 4 000 r/min 离心 10 min,取上清液,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后,待液相色谱测定。

6.3 测定

6.3.1 高效液相色谱条件

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,4.6 mm $\times$ 250 mm,5 μ m 或等效色谱柱。
- b) 流动相:1.5 g/L 磷酸氢二铵溶液(4.6),用 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)调 pH 值至 2.7~3.5(使用时配制);经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤。
- c) 流速:1.0 mL/min。
- d) 柱温:25 $^{\circ}$ C。
- e) 进样量:20 μ L。
- f) 波长:214 nm。
- g) 色谱柱清洗参考条件:实验结束后,用 10%甲醇清洗 1 h,再用 100%甲醇清洗 1 h。

6.3.2 标准曲线绘制

6.3.2.1 蒸馏法:准确吸取标准储备液(4.8)0.5、1.0、2.5、5.0、7.5、10.0、12.5 mL 置于 500 mL 蒸馏瓶中,其他操作同 6.2.1 样品前处理,其丙酸标准溶液的最终浓度分别为 0.02、0.04、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/mL,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤,浓度由低到高进样,以浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3.2.2 直接浸提法:准确吸取 5.0 mL 标准储备液(4.8)于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,配制浓度为 1.0 mg/mL 标准工作液。再准确吸取标准工作液 0.25、0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 至 10 mL 容量瓶中,分别加入 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)0.2 mL,用水定容至 10 mL,混匀。其丙酸标准溶液的最终浓度分别为 0.025、0.05、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/mL,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤,浓度由低到高进样,以浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

在上述色谱条件下,根据保留时间定性,外标峰面积法定量。高效液相色谱图参见图 A.1。

6.3.3 定量测定

待测样液中丙酸响应值应在标准曲线线性范围内,超出浓度线性范围则应稀释后再进样分析。

6.4 结果计算

样品中丙酸钠(钙)含量(以丙酸计)按式(1)进行计算。

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中丙酸钠(钙)含量(以丙酸计),单位为克每千克(g/kg);如以丙酸钠计乘以 1.296 7,以丙酸钙计乘以 1.256 9;

c ——由标准曲线得出的样液中丙酸的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——样液最后定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品质量,单位为克(g);

f ——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

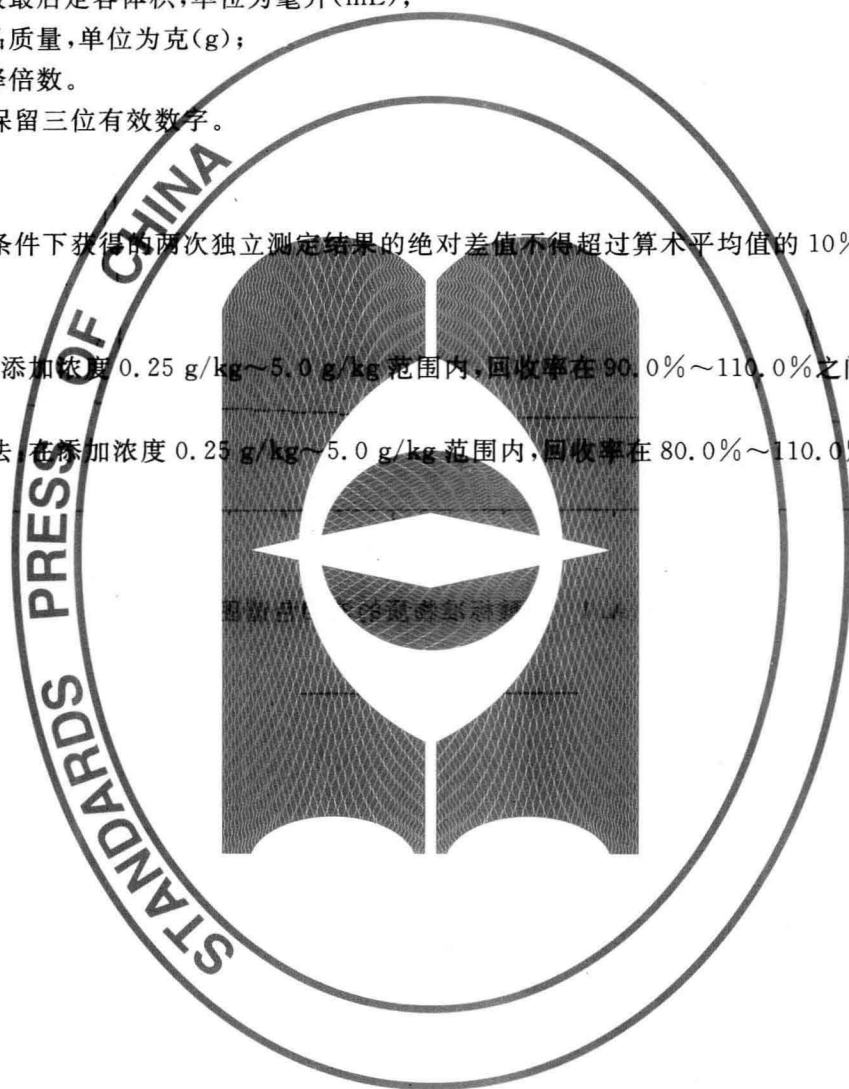
7 允许差

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%。

8 回收率

蒸馏法:在添加浓度 0.25 g/kg~5.0 g/kg 范围内,回收率在 90.0%~110.0%之间,相对标准偏差小于 5%。

直接浸提法:在添加浓度 0.25 g/kg~5.0 g/kg 范围内,回收率在 80.0%~110.0%之间,相对标准偏差小于 5%。



附录 A
(资料性附录)
丙酸标准物质的液相色谱图

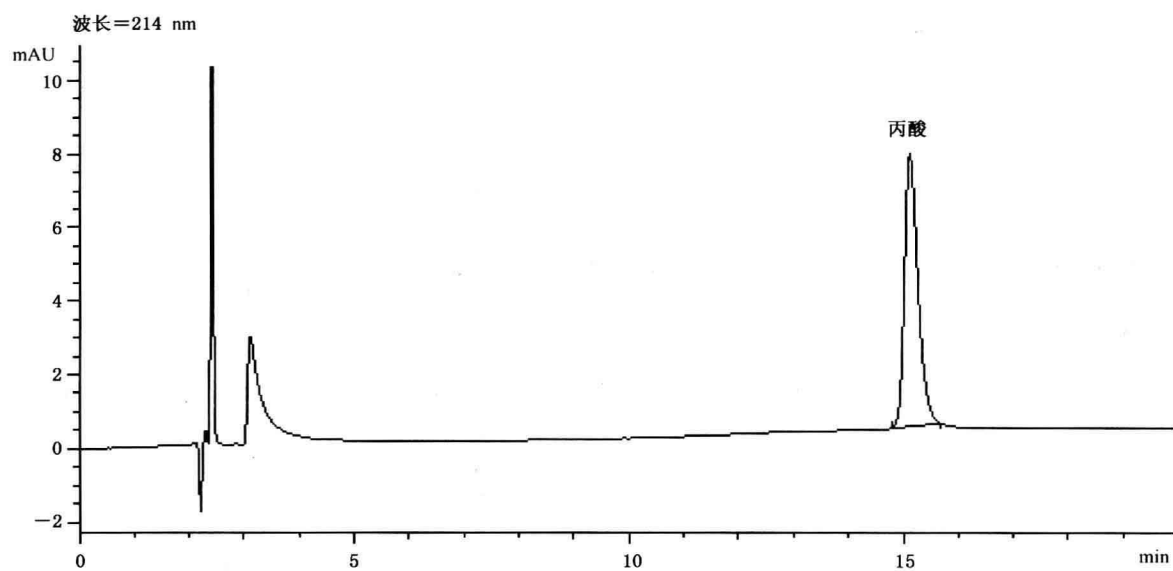


图 A.1 丙酸标准物质的液相色谱图



中华人民共和国国家标准

GB/T 23383—2009

食品中双乙酸钠的测定 高效液相色谱法

Determination of sodium hydrogen diacetate in foods—
High performance liquid chromatography method

2009-04-08 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国标准化研究院提出并归口。

本标准由国家农副加工产品及白酒质量监督检验中心(山西省食品质量监督检验中心)负责起草。

本标准主要起草人:梁宝爱、冯晓斌、王正喜、张素娟、武强、武向勇、孙丽萍、赵娅鸿、赵海霞。

食品中双乙酸钠的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品中双乙酸钠的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于豆干类、豆干再制品、糕点、预制肉制品、熟肉制品、调味品、复合调味料、油炸小食品(仅限油炸薯片)等食品中双乙酸钠的测定;不适用于食醋的测定。

本标准的方法检出限为0.015 g/kg,方法定量限为0.05 g/kg。

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 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法 (ISO 3696:1987,MOD)

3 原理

样品中双乙酸钠酸化后转化为乙酸,经超声波水浴提取或水蒸气蒸馏,收集后调pH值,经高效液相色谱测定,外标法定量。

4 试剂与材料

除另有规定外,试剂均为分析纯。

4.1 色谱用水应符合GB/T 6682—2008规定的一级水,其他用水符合GB/T 6682—2008规定的三级水。

4.2 磷酸。

4.3 磷酸氢二铵。

4.4 硅油。

4.5 磷酸溶液(1 mol/L):在500 mL水中加入53.5 mL磷酸,混匀后加水定容至1 000 mL。

4.6 磷酸氢二铵溶液(1.5 g/L):称取磷酸氢二铵1.5 g,加水溶解定容至1 000 mL。

4.7 双乙酸钠标准品:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.8 双乙酸钠标准储备液:准确称取双乙酸钠标准品1 g(精确至0.000 1 g),用水定容至100 mL,配制成含量为10 mg/mL的标准储备液。于4℃冰箱内保存,有效期3个月。

4.9 微孔滤膜:0.45 μm ,水相。

4.10 pH试纸。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱(HPLC)仪:配有紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 天平:感量0.000 1 g和0.01 g。

5.3 离心机:转速不低于4 000 r/min。

5.4 超声波水浴。

- 5.5 组织捣碎机。
- 5.6 具塞塑料离心管:50 mL。
- 5.7 水蒸气蒸馏装置:500 mL。
- 5.8 pH 计。

6 分析步骤

6.1 样品制备

固体样品经组织捣碎机捣碎混匀后备用;液体样品摇匀后备用。

6.2 试样处理

6.2.1 蒸馏法:准确称取 25 g(精确至 0.01 g)试样(6.1),置于 500 mL 蒸馏瓶中,加入 100 mL 水,再用 50 mL 水冲洗容器,转移到蒸馏瓶中,加 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)20 mL,2 滴~3 滴硅油,进行水蒸气蒸馏,将 250 mL 容量瓶置于冰浴中作为吸收液装置,待蒸馏约 240 mL 时取出,在室温下放置 30 min,用 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)调 pH 值至 3 左右,加水定容,摇匀,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后,待液相色谱测定。

6.2.2 直接浸提法(适用于面包、糕点):准确称取 5 g(精确至 0.01 g)试样(6.1)至 100 mL 烧杯中,加水 20 mL,加入 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)0.5 mL,混匀,经超声浸提 10 min 后,用 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)调 pH 值至 3 左右,转移试样至 50 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,摇匀。将试样全部转移至 50 mL 具塞塑料离心管中,以不低于 4 000 r/min 离心 10 min,取上清液,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后,待液相色谱测定。

6.3 测定

6.3.1 高效液相色谱条件

- a) 色谱柱: C_{18} 柱,4.6 mm $\times$ 250 mm,5 μ m 或等效色谱柱。
- b) 流动相:1.5 g/L 磷酸氢二铵溶液(4.6),用 1 mol/L 磷酸溶液(4.5)调 pH 值至 2.7~3.5(使用时配制);经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤。
- c) 流速:1.0 mL/min。
- d) 柱温:25 $^{\circ}$ C。
- e) 进样量:20 μ L。
- f) 波长:214 nm。
- g) 色谱柱清洗参考条件:实验结束后,用 10%甲醇清洗 1 h,再用 100%甲醇清洗 1 h。

6.3.2 标准曲线绘制

6.3.2.1 蒸馏法:准确吸取双乙酸钠标准储备液(4.8)1.0、2.5、5.0、7.5、10.0、12.5 mL 置于 500 mL 蒸馏瓶中,其他操作同 6.2.1 样品前处理,其双乙酸钠标准溶液最终浓度分别为 0.04、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/mL,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后,浓度由低到高进样,以浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

6.3.2.2 直接浸提法:准确吸取 5.0 mL 标准储备液(4.8)于 50 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,配制浓度为 1.0 mg/mL 标准工作液。再准确吸取标准工作液 0.5、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 mL 至 10 mL 容量瓶中,分别加入 1 mol/L 磷酸溶液 0.2 mL,用水定容至 10 mL,摇匀。其双乙酸钠标准溶液最终浓度分别为 0.05、0.1、0.2、0.3、0.4、0.5 mg/mL,经 0.45 μ m 微孔滤膜过滤后,浓度由低到高进样,以浓度为横坐标,以峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

在上述色谱条件下,根据保留时间定性,外标峰面积法定量。高效液相色谱图参见图 A.1。

6.3.3 定量测定

待测样液中双乙酸钠响应值应在标准曲线线性范围内,超出浓度线性范围则应稀释后再进样分析。

6.4 结果计算

样品中双乙酸钠含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{c \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000} \times f \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- X——样品中双乙酸钠含量,单位为克每千克(g/kg);
- c——由标准曲线求出样液中乙酸的浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);
- V——样液最后定容体积,单位为毫升(mL);
- m——样品质量,单位为克(g);
- f——稀释倍数。

计算结果保留三位有效数字。

7 允许差

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%。

8 回收率

蒸馏法:在添加浓度 0.5 g/kg~5.0 g/kg 范围内,回收率在 90.0%~110.0%之间,相对标准偏差小于 5%。

直接浸提法:在添加浓度 0.5 g/kg~5.0 g/kg 范围内,回收率在 80.0%~110.0%之间,相对标准偏差小于 5%。