

*Handbook for
inspecting and testing quality and safety of agro-foods
Tea volume*

农产品质量安全检测手册

茶叶卷

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 编



 中国标准出版社

农产品质量安全检测手册

茶 叶 卷

Handbook for inspecting and
testing quality and safety of agro-foods

Tea volume

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 编

中国标准出版社
北 京

图书在版编目(CIP)数据

农产品质量安全检测手册. 茶叶卷/中国农业科学院
农业质量标准与检测技术研究所编. —北京: 中国标准
出版社, 2008

ISBN 978-7-5066-4739-7

I. 农… II. 中… III. ①农产品-质量管理: 安全管理-
手册②茶叶-质量管理: 安全管理-手册 IV. F307.5-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2007)第 189144 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 16.75 字数 503 千字

2008 年 1 月第一版 2008 年 1 月第一次印刷

*

定价 45.00 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

《农产品质量安全检测手册》

编 委 会

主 任 钱永忠 王 敏

编 委 (按姓氏笔画为序)

王步军 王富华 刘 肃 朱智伟

汤晓艳 吴 伟 宋丹阳 张 辉

李培武 杨伟华 杨曙明 周云龙

赵 静 聂继云 董洪岩 鲁成银

翟毓秀

《农产品质量安全检测手册 茶叶卷》

编写人员

主 编 鲁成银

副主编 于良子

编写人员 (按姓氏笔画为序)

于良子 刘 栩 汪庆华 陈红平

陈利燕 周苏娟 金寿珍 蒋 迎

鲁成银

出版说明

“民以食为天，食以安为先”，农产品质量安全已成为社会广泛关注的焦点和热点问题。农产品质量安全检验检测体系是农产品质量安全体系的主要技术支撑，在提高农产品质量与安全水平方面发挥着关键和核心作用。它作为科学、技术和实践经验的结晶，为人们对农产品质量安全实施全面、科学、公正的监测、鉴定、评价提供了技术支持和依据。

近几年，随着科技进步和国民经济快速发展，农产品质量安全检测技术发生了重大变化，传统的手工或化学分析检验检测方法已逐渐被快速、操作简便的仪器分析方法所取代，检测技术覆盖范围也由单一的质量指标的检测发展到质量与安全指标的检测。适应新的形势，编写一套具有中国国情和特色的农产品质量安全检测丛书，是满足我国农产品质量监管和农产品贸易的需要。

正是基于这种认识，我们根据多年农产品质量安全检测与评价工作的经验积累，组织编写了《农产品质量安全检测手册》。此次出版包含了谷物及制品卷、油料及制品卷、茶叶卷、果蔬及制品卷、饲料及饲料添加剂卷等五卷，内容涉及谷物、油料、茶叶、果蔬、饲料等产品及制品的常规质量、无机元素、农药残留、食品添加剂、微生物、兽药残留等检验检测。同时，结合农产品的生产、加工、保存、运输等环节，编入了农产品种子检测方法、功能性成分检测方法等。

《农产品质量安全检测手册》的编者都是我国农产品质量安全检测领域的专家。全书编写注重检验检测方法的系统

性、多元性、先进性、时效性和代表性，涉及的检测方法适合农产品质量控制、收购等现场快速检测和国家、部门、科研院所和高等院校专业性实验室精确测定。

《农产品质量安全检测手册》的出版，将对提高我国全民的农产品安全意识，以及农产品质量安全水平起到推动作用，对促进社会主义新农村建设和构建社会主义和谐社会有着重大的现实意义。

中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所

2007年9月

前 言

茶叶是我国具有资源优势和在国际市场上有着较强竞争力的传统出口农产品。我国是茶叶生产大国，也是茶叶出口和消费大国，在世界茶叶生产和消费中具有重要地位。近年来，随着人民生活水平的提高和经济贸易全球一体化趋势，我国茶叶生产、出口和消费快速发展，茶叶质量安全问题已成为政府重视、社会关注和人民关心的热点问题。

检测技术与方法是检验和评价茶叶产品质量安全的重要手段。多年来，国内外茶叶科学工作者研究建立了适合不同条件、水平及不同要求的茶叶质量安全检测技术，对推进茶叶产品质量安全水平的提高起到了重要作用。推广、普及、完善茶叶质量安全检测技术，对提高我国茶叶产品国际市场竞争能力，实现农业增效和农民增收，保障我国茶产业持续稳定发展具有重要的意义。

在多年从事茶叶质量安全检验检测工作的基础上，我们对国内外茶叶质量安全检验检测技术与方法进行了收集、筛选与整理，组织编写了《农产品质量安全检测手册 茶叶卷》。书中涉及的内容主要包括茶叶质量安全检验检测一般要求以及茶叶常规质量检测、无机成分、微生物和茶叶中农药残留检测等检验检测方法，同时编入了满足不同条件实验室、不同要求的茶叶质量安全检验检测的方法。本书力求满足科学性、系统性和实用性的要求。

本书在中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所统筹与指导下，由农业部茶叶质量监督检验测试中心组织编写。作者均为长期从事茶叶质量安全检测与研究的技术专

家，他们了解国内外相关研究进展。献给读者的此书，既是作者们长期对茶叶检测与研究辛勤劳动的结晶，也反映了我国茶叶检测技术近期研究进展与成果，可供从事茶叶质量安全检验检测的国家、行业、部门、院校、企业实验室的分析工作者和茶叶生产、加工、流通等技术人员参考。

本书的编写得到农业部、科技部和中国农业科学院等各级领导和专家们的大力支持和帮助，在此谨向所有关心和支持茶叶质量安全检验检测工作的领导和专家致以衷心的感谢！

由于水平有限，时间仓促，所以疏漏和错误之处在所难免，恳请广大读者给予批评指正。

编 者

2007年10月

目 录

第一章 总 论

第一节 茶叶检测实验室的一般要求	1
一、实验室环境	1
二、水	1
三、化学试剂	3
四、常用器皿	7
五、仪器设备	10
第二节 检测过程质量保证	10
一、检测结果数据处理	10
二、标准溶液与标准物质	17
三、检测方法的评价与选择原则	19
第三节 样品的采集、制备与保存	22
一、茶叶取样	23
二、固态速溶茶取样	25
三、磨碎试样的制备及其干物质含量的测定 重量法	26
四、已知干物质含量磨碎样品的制备	28
五、标准样品制备的技术条件	29
六、样品保存	31

第二章 常规检测

第一节 感官检测	33
一、净含量的测定 重量法	33
二、粉末和碎茶含量的测定 重量法	34
三、感官审评通用法	37
四、感官审评方法	39
五、进出口茶叶品质感官审评方法	43
六、出口乌龙茶品质感官审评评分方法	45

第二节 水分的测定	48
一、仲裁法 重量法	48
二、快速法 重量法	50
三、固态速溶茶水分的测定 重量法	51
第三节 灰分的测定	53
一、总灰分的测定 重量法	53
二、固态速溶茶总灰分的测定 重量法	55
三、水溶性灰分的测定 重量法	56
四、酸不溶性灰分的测定 重量法	59
五、水溶性灰分碱度的测定 滴定法	61
第四节 水浸出物的测定	64
一、重量法	64
二、减量法	66
第五节 茶多酚总量的测定	68
一、高锰酸钾滴定法(改进 Lowenthal 法)	68
二、酒石酸铁比色法	70
三、福林酚试剂 比色法	72
四、食品添加剂茶多酚中茶多酚总量的测定 比色法	75
第六节 儿茶素的测定	76
一、茶叶中儿茶素的测定 液相色谱法	76
二、固态速溶茶儿茶素含量的测定 液相色谱法	79
第七节 含氮量和蛋白质的测定	82
一、凯氏定氮法	82
二、微量凯氏定氮法	85
第八节 含氮化合物的测定	87
一、咖啡碱的测定 紫外分光光度法	87
二、咖啡碱的测定 液相色谱法	90
三、游离氨基酸的测定 分光光度法	92
第九节 碳水化合物的测定	94
一、可溶性碳水化合物 蒽酮比色法	94
二、总糖和还原糖的分析 重量法(铜量法)	96
三、高锰酸钾滴定法 铜量法	99
四、单糖、双糖、淀粉的测定 系统分析法	101
五、还原糖的测定 铜碘量法	104
六、粗纤维测定 重量法	107

第十节 色素、维生素和种苗等的测定	109
一、叶绿素总量测定 丙酮比色法	109
二、叶绿素组成分析 丙酮比色法	111
三、叶绿素组成分析 乙醚比色法	113
四、茶黄素、茶红素、茶褐素的测定 系统分析法	115
五、维生素 C 的测定 2,6-二氯靛酚滴定法	118
六、袋泡茶滤纸和吊线的荧光增白剂测定 紫外灯法	120
七、外来物质的测定 重量法	120
八、种子和苗木的测定 测量法	121

第三章 无机成分和微生物的测定

第一节 铅的测定	124
一、火焰原子吸收光谱法	124
二、石墨炉原子光谱法	125
三、氢化物原子荧光光谱法	127
四、二硫脲比色法	128
五、单扫描极谱法	130
六、等离子发射光谱法(ICP 法)	132
第二节 铜的测定	133
一、原子吸收光谱法	133
二、二乙基二硫代氨基甲酸钠法	135
第三节 锌的测定	136
一、原子吸收光谱法	136
二、二硫脲比色法	138
第四节 镉的测定	140
一、石墨炉原子吸收光谱法	140
二、火焰原子吸收光谱法	141
三、比色法	143
四、原子荧光法	144
第五节 汞的测定	145
一、原子荧光光谱分析法	145
二、冷原子吸收光谱法	147
三、二硫脲比色法	148
第六节 氟、铁、镁、锰的测定	150
一、扩散 氟试剂比色法	150
二、灰化蒸馏 氟试剂比色法	152

三、氟离子选择电极法	154
四、原子吸收法	155
第七节 铬的测定	157
一、石墨炉原子吸收法	157
二、示波极谱法	158
第八节 总砷的测定	160
一、氢化物还原荧光光度法	160
二、银盐法	162
三、砷斑法	164
四、硼氢化物还原比色法	165
第九节 硒的测定	167
一、氢化物原子荧光光谱法	167
二、荧光法	169
第十节 锡的测定	170
一、氢化物原子荧光光谱法	170
二、苯芴酮比色法	172
第十一节 微生物的测定	173
一、霉菌和酵母菌的测定 计数法	173
二、菌落总数的测定 计数法	175
三、大肠菌群的测定 发酵法	176

第四章 农药残留检测

第一节 萃取方法	181
一、液-液萃取	181
二、超临界萃取	181
三、固相萃取	181
四、微波萃取	182
第二节 有机磷类农药多种残留的测定	183
一、敌敌畏的测定 气相色谱法	183
二、久效磷的测定 气相色谱法	184
三、甲拌磷的测定 气相色谱法	186
四、巴胺磷的测定 气相色谱法	188
五、乙嘧硫磷的测定 气相色谱法	189
六、甲基嘧啶硫磷的测定 气相色谱法	191
七、甲基对硫磷的测定 气相色谱法	192
八、水胺硫磷的测定 气相色谱法	194

九、氧化喹硫磷的测定 气相色谱法	196
十、克线磷的测定 气相色谱法	197
十一、乙硫磷的测定 气相色谱法	199
十二、喹硫磷的测定 气相色谱法	201
十三、对硫磷的测定 气相色谱法	202
十四、苯硫磷等 62 种农药的测定 气质联用法	204
十五、有机磷农药及氨基甲酸酯农药残留量的测定 酶抑制法	206
十六、甲胺磷和乙酰甲胺磷农药残留量的测定 气相色谱法	208
十七、二嗪啉的测定 气相色谱法	209
十八、稻瘟净的测定 气相色谱法	211
十九、稻丰散的测定 气相色谱法	213
二十、乐果的测定 气相色谱法	214
第三节 有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留的测定	216
一、六六六、滴滴涕农药残留量的测定 气相色谱法	216
二、三氯杀螨醇农药残留量的测定 气相色谱法	218
三、茶叶中三氯杀螨醇农药残留量的测定 液相色谱法	220
四、茶叶中多菌灵农药残留量的测定 分光光度法	222
五、茶叶中百菌清农药残留量的测定 气相色谱法	223
六、硫丹、八氯二丙醚农药残留量的测定 气相色谱法	225
七、多氯联苯的测定 气质联用法	227
八、拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定 气相色谱法	229
九、氯氰菊酯、氰戊菊酯和溴氰菊酯残留量的测定 气相色谱法	231
十、二氯苯醚菊酯残留量的测定 气相色谱法	232
十一、氟氯氰菊酯和氟氰戊菊酯残留量的测定 气相色谱法	234
十二、拟除虫菊酯类农药多种残留的测定 气相色谱双柱检测方法	236
十三、有机氯、有机磷、拟除虫菊酯类农药等多种残留的测定 气质联用法	238

第一章 总 论

第一节 茶叶检测实验室的一般要求

一、实验室环境

实验室环境是指实验室内的温度、湿度、气压、空气中悬浮颗粒的含量,以及污染气体成分等参数的总括。其中有些参数影响仪器的性能,从而对测定结果产生影响;有些参数则改变了试验条件,直接影响被测样品的分析结果;有时这两种影响兼而有之。例如温度过高,可能会使电子仪器和光学仪器性能变差,甚至不能正常工作,还会促使样品变质,称量不准确等。如果相对湿度低于40%,静电作用变得明显起来,对仪器和样品都可能产生影响。如空气中的悬浮粒产生静电荷,处理样品或贮存样品的塑料器皿极易吸附带电微粒,引起样品污染。

食品卫生理化检验标准方法大部分是属于痕量分析。试验环境、器皿和容器、水和试剂的玷污,将是分析中的主要污染源和误差来源。Gretzinger(1982年)指出,盛有1 mol/L盐酸10 mL的20 mL小烧杯,在实验室放置6 h,玷污的铁达1 mg/kg~3 mg/kg,其中雨天比晴天明显玷污少。放在洁净的工作台内未能观察到铁浓度的增加。表明了实验室环境对玷污的影响。

实验室悬浮颗粒的含量受很多因素的影响,实验室外界空气中的灰尘、烟雾都可以通过各种通道进入实验室;化学反应、化学溅出物和被腐蚀的设备也会形成微粒;刮风、下雨、降雪均影响空气中的微粒含量;室内吸烟严重污染空气,玷污样品;室内墙、地面、天花板构成材料及其表面光滑程度也会影响室内空气中悬浮颗粒的成分和含量。通常测量微量元素的房间应避免使用含微量元素的材料构成墙、地面或天花板,最好使用惰性材料。例如,可在墙和天花板表面涂上含聚氨酯的无色漆,在地上铺乙烯材质的地板革等。

分析人员的汗液、唾液、头屑、表皮、毛发等都是污染的来源,尤其是女性使用的化妆品含有多种微量元素;人员活动也是污染的来源。

因此对痕量分析,要采取防尘措施,尤其对超痕量分析工作更应采用净化实验室、超净柜或局部防尘的措施。美国国家标准局(NBS)分析化学中心曾系统地比较过100级超净室、超净柜与普通实验室通风柜中微粒的玷污情况,发现采取净化措施后铅的浓度减少到原来的千分之一,铁减少到原来的两千分之一,铜、镉减少到原来的十分之一。

二、水

1. 实验室用水的级别和规格

分析实验室用水共分为三个级别:一级水、二级水、三级水。

一级水用于有严格要求的分析试验,包括对颗粒有要求的试验。如高效液相分析分析用水。一级水可用二级水经石英设备蒸馏或离子交换混合处理后,再经0.2 μm微孔滤膜过滤制备。

二级水用于无机痕量分析等试验,如原子吸收光谱分析用水。二级水可用多次蒸馏或离子交换等方法制备。

三级水用于一般分析试验。三级水可用蒸馏或离子交换等方法制备。

实验室用水的规格见表1-1。

表 1-1 实验室用水规格

名 称		一级	二级	三级
pH 范围(25 ℃)		—	—	5.0~7.5
电导率(25 ℃)/(mS/m)	≤	0.01	0.1	0.5
可氧化物质[以(O)计]/(mg/L)	<	—	0.08	0.4
吸光度(254 nm, 1 cm 光程)	≤	0.001	0.01	—
蒸发残渣(105+2)℃/(mg/L)	≤	—	1.0	2.0
可溶性硅[以(SiO ₂)计]/(mg/L)	<	0.01	0.02	—

注 1:由于在一级水、二级水的纯度下,难以测定其真实的 pH,因此,对一级水、二级水的 pH 范围不做测定。
注 2:一级水、二级水的电导率需用新的水“在线”测定。
注 3:由于在一级水的纯度下,难以测定可氧化物质和蒸发残渣,因此对其限量不做规定。可用其他条件和制备方法来保证一级水的质量。

2. 实验室用水的贮存

各级用水均使用密闭的、专用聚乙烯容器。三级水也可以使用密闭的、专用玻璃容器。

新容器使用前须用 20% 盐酸溶液浸泡 2 d~3 d,再用待测水反复冲洗,并注满待测水浸泡 6 h 以上,然后进行检验,检验合格后方可使用。

各级用水在贮存期间,其玷污的主要来源是容器内可溶成分的溶解、空气中二氧化碳和其他杂质。因此,一级水不可贮存,使用前即时制备。二级水、三级水可适当储备,分别贮存在预先经同级水清洗过的相应容器中。

各级用水在运输过程中应避免玷污。

3. 实验室用水的制备

(1) 一次蒸馏水

一次蒸馏水是指用金属蒸馏器、全玻璃蒸馏器或石英蒸馏器等,一次蒸馏所获得的纯水。一次蒸馏水的质量因蒸馏器的材料不同而异,并与贮存器的材料有关。

① 金属蒸馏器:通常用纯钢、黄铜或青铜制造,所有接触蒸馏液的表面均厚镀纯锡。所得蒸馏水含 Zn、Fe、Mn、Cu、Ni、Pb 等金属杂质,其电导率仅为 3.0 mS/m~1.0 mS/m。此水只适用于清洗一般容器,配制定性分析试液和确认不产生干扰的定量分析。当进行重金属分析测定时,特别要注意空白值。

② 全玻璃蒸馏器:蒸馏器用高硼硅酸盐玻璃制作,所得蒸馏水电导率为 1.0 mS/m~0.5 mS/m,但有硅、硼等干扰,Zn、Cu、Pb 等金属杂质含量比金属蒸馏器低,适用于配制多数定量分析试液。

③ 石英蒸馏器:所得蒸馏水电导率为 0.5 mS/m~0.3 mS/m,不含 Si、B,金属杂质极少。适用于配制对低含量金属或非金属分析试液。但是石英蒸馏器价格昂贵,易碎,操作要小心。

④ 亚沸蒸馏器:用很小的热源功率,使水在沸点以下缓慢蒸发的方法叫亚沸蒸馏。所得蒸馏水几乎不含金属杂质,适用于所有试验。但速度很慢,收效甚低(1 d 约 1 L)。

(2) 去离子水

将蒸馏水缓慢通过离子交换树脂床,可获得去离子高纯水。用新离子交换床处理蒸馏水可得电导率 0.006 mS/m 的去离子水,接近理论纯水(0.005 mS/m)。

去离子水一旦接触空气,其电阻率迅速下降,若将水贮存在普通软质玻璃瓶中,其电阻率将随贮存时间的延长而继续下降。

去离子水由于含金属杂质极少,特别适合配制分析痕量金属的试液。但由于水与树脂接触,使水中存在微量树脂浸出物而不适合配制有机分析的试液。一些电化学仪器的电极表面,常被树脂有机物所

污染,也不能用去离子水。

分析质量考核中规定,水电导率在 0.05 mS/m 以上的用来配制试剂以及标准溶液;水电导率在 0.2 mS/m~0.05 mS/m 的用来洗刷仪器,用去离子水可达此效果。

(3) 特殊要求的蒸馏水

① 无氨水:普通蒸馏水通过阳离子交换树脂即可除氨,或加入硫酸使 pH 小于 2.0,使水中各种形态的氨或胺全部变成不挥发的盐类,蒸馏即可获得。

② 无二氧化碳水:将蒸馏水煮沸 15 min,密闭条件冷至室温即可获得。

③ 无有机氯水:市售蒸馏水中均含微量有机氯,用重蒸方法很难去除,可用 1% 石油醚(或用正己烷、苯、环己烷等)萃取两次,经萃取分离后的水不含有机氯。

三、化学试剂

1. 常用试剂的规格

化学试剂的门类很多,世界各国对化学试剂的分类和分级的标准不尽一致。国际标准化组织(ISO)近年来已陆续建立了很多种化学试剂的国际标准。我国化学药品的等级是按杂质含量的多少来划分的。如表 1-2 所示。

表 1-2 我国化学药品等级的划分

等级	名称	英文名称	符号	适用范围	标签标志
一级试剂	优级纯	guaranteed reagent	GR	纯度很高,适用于精密分析工作和科学研究工作	绿色
二级试剂	分析纯	analytical reagent	AR	纯度仅次于一级试剂,适用于一般定性定量分析工作和科学研究工作	红色
三级试剂	化学纯	chemically pure	CP	纯度较二级试剂差些,适用于一般定性分析工作	蓝色
四级试剂	试验试剂 医用生物试剂 化学试剂	laboratorial reagent biological reagent chemical reagent	LR BR CR	纯度较低,适用作试验辅助试剂及一般化学制备	棕色或其他颜色 黄色或其他颜色

此外,还有基准试剂,光谱纯试剂,色谱纯试剂等。在普通化学试验中配制试剂常用市售浓酸、浓碱溶液的浓度见表 1-3。

表 1-3 常用市售浓酸、浓碱溶液的浓度

化学物质	HCl	HNO ₃	H ₂ SO ₄	H ₃ PO ₄	HClO ₄	NH ₃ ·H ₂ O
浓度/(mol/L)	12	16	18	18	12	15

试剂的配制应该根据节约的原则,按试验的要求,分别选用不同规格的试剂。不要认为试剂越纯越好,超越具体条件而盲目追求高纯度会造成浪费。当然也不能随意降低规格而影响测定结果的准确度。

2. 试剂的保管

试剂如果保管不当,会变质失效,不仅造成浪费,甚至还会引起事故。