



中华人民共和国国家标准

食品卫生检验方法 理化部分(三)

图书在版编目(CIP)数据

食品卫生检验方法. 理化部分. 3/中国标准出版社编.
—北京:中国标准出版社,2012
ISBN 978-7-5066-6914-6

I. ①食… II. ①中… III. ①食品卫生-食品检验-
检验方法 IV. ①R155.5

中国版本图书馆 CIP 数据核字(2012)第 190827 号

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食品卫生检验方法
理化部分(三)

*

中国标准出版社出版发行
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 33.75 字数 1 026 千字
2012 年 9 月第一版 2012 年 9 月第一次印刷

*

定价 240.00 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

目 录

GB/T 5009.159—2003	食品中还原型抗坏血酸的测定	1
GB/T 5009.160—2003	水果中单甲脒残留量的测定	7
GB/T 5009.161—2003	动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定	14
GB/T 5009.162—2008	动物性食品中有机氯农药和拟除虫菊酯农药多组分残留量的测定	21
GB/T 5009.163—2003	动物性食品中氨基甲酸酯类农药多组分残留高效液相色谱测定	39
GB/T 5009.164—2003	大米中丁草胺残留量的测定	46
GB/T 5009.165—2003	粮食中 2,4-滴丁酯残留量的测定	52
GB/T 5009.166—2003	食品包装用树脂及其制品的预试验	57
GB/T 5009.167—2003	饮用天然矿泉水中氟、氯、溴离子和硝酸根、硫酸根含量的反相高效液相色谱法测定	69
GB/T 5009.168—2003	食品中二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定	74
GB/T 5009.169—2003	食品中牛磺酸的测定	80
GB/T 5009.170—2003	保健食品中褪黑素含量的测定	87
GB/T 5009.171—2003	保健食品中超氧化物歧化酶(SOD)活性的测定	94
GB/T 5009.172—2003	大豆、花生、豆油、花生油中氟乐灵残留量的测定	102
GB/T 5009.173—2003	梨果类、柑桔类水果中噻螨酮残留量的测定	108
GB/T 5009.174—2003	花生、大豆中异丙甲草胺残留量的测定	113
GB/T 5009.175—2003	粮食和蔬菜中 2,4-滴残留量的测定	117
GB/T 5009.176—2003	茶叶、水果、食用植物油中三氯杀螨醇残留量的测定	124
GB/T 5009.177—2003	大米中敌稗残留量的测定	130
GB/T 5009.178—2003	食品包装材料中甲醛的测定	136
GB/T 5009.179—2003	火腿中三甲胺氮的测定	141
GB/T 5009.180—2003	稻谷、花生仁中恶草酮残留量的测定	145
GB/T 5009.181—2003	猪油中丙二醛的测定	151
GB/T 5009.182—2003	面制食品中铝的测定	155
GB/T 5009.183—2003	植物蛋白饮料中脲酶的定性测定	159
GB/T 5009.184—2003	粮食、蔬菜中噻嗪酮残留量的测定	163
GB/T 5009.185—2003	苹果和山楂制品中展青霉素的测定	167
GB/T 5009.186—2003	乳酸菌饮料中脲酶的定性测定	171
GB/T 5009.188—2003	蔬菜、水果中甲基托布津、多菌灵的测定	175
GB/T 5009.189—2003	银耳中米酵菌酸的测定	180
GB/T 5009.190—2006	食品中指示性多氯联苯含量的测定	186
GB/T 5009.191—2006	食品中氯丙醇含量的测定	218
GB/T 5009.192—2003	动物性食品中克伦特罗残留量的测定	237
GB/T 5009.193—2003	保健食品中脱氢表雄甾酮(DHEA)的测定	250
GB/T 5009.194—2003	保健食品中免疫球蛋白 IgG 的测定	255
GB/T 5009.195—2003	保健食品中吡啶甲酸铬含量的测定	261
GB/T 5009.196—2003	保健食品中肌醇的测定	267

GB/T 5009.197—2003	保健食品中盐酸硫胺素、盐酸吡哆醇、烟酸、烟酰胺和咖啡因的测定	273
GB/T 5009.198—2003	贝类 记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸的测定	281
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	287
GB/T 5009.200—2003	小麦中野燕枯残留量的测定	293
GB/T 5009.201—2003	梨中烯唑醇残留量的测定	299
GB/T 5009.202—2003	食用植物油煎炸过程中的极性组分(PC)的测定	305
GB/T 5009.203—2003	植物纤维类食品容器卫生标准中蒸发残渣的分析方法	311
GB/T 5009.204—2005	食品中丙烯酰胺含量的测定方法 气相色谱-质谱(GC-MS)法	315
GB/T 5009.205—2007	食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定	322
GB/T 5009.206—2007	鲜河豚鱼中河豚毒素的测定	381
GB/T 5009.207—2008	糙米中 50 种有机磷农药残留量的测定	387
GB/T 5009.208—2008	食品中生物胺含量的测定	405
GB/T 5009.209—2008	谷物中玉米赤霉烯酮的测定	411
GB/T 5009.210—2008	食品中泛酸的测定	417
GB/T 5009.211—2008	食品中叶酸的测定	427
GB/T 5009.212—2008	贝类中腹泻性贝类毒素的测定	439
GB/T 5009.213—2008	贝类中麻痹性贝类毒素的测定	445
GB/T 5009.215—2008	食品中有机锡含量的测定	455
GB/T 5009.218—2008	水果和蔬菜中多种农药残留量的测定	465
GB/T 5009.219—2008	粮谷中矮壮素残留量的测定	511
GB/T 5009.220—2008	粮谷中敌菌灵残留量的测定	517
GB/T 5009.221—2008	粮谷中敌草快残留量的测定	525
GB/T 5009.222—2008	红曲类产品中桔青霉素的测定	531



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.159—2003

食品中还原型抗坏血酸的测定

Determination of reductive-form ascorbic acid in foods

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

前 言

本标准附录 A 是资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：河北省唐山市卫生防疫站，参加起草单位：河北省卫生防疫站、天津市食品卫生监督检验所、吉林省卫生防疫站。

本标准主要起草人：张文德、李信荣、韩会新、王荫国、李青。

引 言

现行国家标准 GB/T 12392—1990《蔬菜、水果及其制品中总抗坏血酸的测定方法(荧光法和 2,4-二硝基苯胂法)》测定的是氧化脱氢型抗坏血酸,不能测定其主要成分还原型抗坏血酸,而且局限于果蔬类试样,操作非常繁琐;对营养强化食品、蛋白食品等试样的测定更不适应。为此研制了测定食品中抗坏血酸的标准检验方法。该法具有灵敏度高、准确度高、操作简便、快速、应用范围广等特点。适用于各类食品中抗坏血酸的测定。

食品中还原型抗坏血酸的测定

1 范围

本标准规定了食品中抗坏血酸的分光光度法。

本标准适用于各类食品中还原型抗坏血酸的测定。

本标准不适用于脱氢型抗坏血酸的测定。

2 原理

在乙酸溶液中,抗坏血酸与固蓝盐 B 反应生成黄色的单酰肼-2-羟基丁酰内酯衍生物。在最大吸收波长 420 nm 处测定吸光度,与标准系列比较定量。

3 试剂

3.1 乙酸溶液(2 mol/L):吸取 11.6 mL 冰乙酸,加水稀释至 100 mL。

3.2 乙酸溶液(0.5 mol/L):吸取 2.9 mL 冰乙酸,加水稀释至 100 mL。

3.3 乙二胺四乙酸二钠溶液(0.25 mol/L):称取 9.3 g 乙二胺四乙酸二钠 $[\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_8\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$ 于水中,加热使之溶解后,放冷,并稀释至 100 mL。

3.4 蛋白沉淀剂

3.4.1 乙酸锌溶液(220 g/L):称取 22.0 g 乙酸锌 $[\text{Zn}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}]$,加 3 mL 冰乙酸溶于水,并稀释至 100 mL。

3.4.2 亚铁氰化钾溶液(106 g/L):称取 10.6 g 亚铁氰化钾 $[\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$,加水溶解至 100 mL。

3.5 显色剂:固蓝盐 B(Fast Blue Salt B)溶液(2 g/L):准确称取 0.2 g 固蓝盐 B,加水溶解于 100 mL 棕色容量瓶中,并稀释至刻度(该溶液在室温下贮存可稳定 3 d 以上)。

3.6 抗坏血酸标准储备溶液(2.0 g/L):精密称取 0.200 0 g 抗坏血酸,加 20 mL 乙酸溶液(2 mol/L)溶解后移入 100 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 2.0 mg 抗坏血酸(10℃下冰箱内贮存在 2 d 内稳定)。

3.7 抗坏血酸标准使用溶液(0.1 g/L):用移液管精密吸取 5.0 mL 抗坏血酸标准储备溶液(2.0 g/L)于 100 mL 棕色容量瓶内,加 5 mL 乙酸溶液(2 mol/L),用水稀释至刻度,混匀。此溶液每毫升相当于 100 μg 抗坏血酸(临用时配制)。

4 仪器

4.1 分光光度计。

4.2 捣碎机。

4.3 离心沉淀机。

4.4 10 mL 具塞玻璃比色管。

5 分析步骤

5.1 试样溶液的制备

5.1.1 非蛋白性食品

5.1.1.1 液体试样:抗坏血酸含量在 0.2 g/L 以下的试样,混匀后可直接取样测定;抗坏血酸含量在

0.2 g/L 以上的试样,用水适量稀释后测定。

5.1.1.2 水溶性固体试样:准确称取 1.0 g~5.0 g,精确至 0.001 g(含 0.2 g/kg 以下抗坏血酸)放入乳钵中,加 5 mL 乙酸溶液(2 mol/L)研磨溶解后,移入 100 mL 棕色容量瓶内,加水稀释至刻度。

5.1.1.3 蔬菜、水果:称取鲜样可食部分 20.0 g~50.0 g 于捣碎机内,加同倍量的乙酸溶液(2 mol/L)捣成匀浆。称取 10.0 g~20.0 g 匀浆(含 0.2 g/kg 以下抗坏血酸)于 100 mL 棕色容量瓶内,加 5 mL 乙酸溶液(2 mol/L),用水稀释至刻度,混匀。滤纸过滤,滤液备用。不易过滤的试样可用离心机离心后,上清液供测定。

5.1.2 蛋白性食品(奶粉、豆粉、乳饮料、强化食品等):固体试样混匀后精密称取 5.0 g~10.0 g,精确至 0.001 g;液体试样用移液管精密吸取 5.0 mL~10.0 mL 于 100 mL 棕色容量瓶内。加 10 mL 乙酸溶液(2 mol/L)、乙酸锌溶液(220 g/L)和亚铁氰化钾溶液(106 g/L)各 7.5 mL,加水至刻度,混匀。将全部溶液移入离心管内,以 3 000 r/min 离心 10 min,上清液供测定。同时取与处理试样相同量的乙酸溶液、乙酸锌溶液和亚铁氰化钾溶液,按同一方法做试剂空白试验。

5.2 标准曲线的绘制

精密吸取 0,0.1,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0,1.5,2.0 mL 抗坏血酸标准使用溶液(相当于抗坏血酸 0,10.0,20.0,40.0,60.0,80.0,100.0,150.0,200.0 μg),分别置于 10 mL 比色管中。各加 0.3 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(0.25 mol/L)、0.5 mL 乙酸溶液(0.5 mol/L)、1.25 mL 固蓝盐 B 溶液(2 g/L),加水稀释至刻度,混匀。室温(20℃~25℃)下放置 20 min 后,移入 1 cm 比色皿内,以零管为参比,于波长 420 nm 处测量吸光度,以标准各点吸光度绘制标准曲线。

5.3 试样测定

5.3.1 非蛋白性试样的测定:精密吸取按 5.1.1 制备的试样溶液 0.5 mL~5.0 mL(约相当于抗坏血酸 200 μg 以下)于 10 mL 比色管内。以下按 5.2 自“加 0.3 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(0.25 mol/L)……”起依法操作。试样吸光度从标准曲线上查出抗坏血酸含量。

5.3.2 蛋白性试样的测定:精密吸取按 5.1.2 制备的试样溶液(约相当于抗坏血酸 200 μg 以下)和等量试剂空白溶液(0.5 mL~5.0 mL),各于 10 mL 比色管内。各加 1.5 mL 乙二胺四乙酸二钠溶液(0.25 mol/L)、1.0 mL 乙酸溶液(0.5 mol/L)、1.25 mL 固蓝盐 B 溶液(2 g/L),加水稀释至刻度,混匀。室温(20℃~25℃)下放置 3 min 后,移入 1 cm 比色皿内,以试剂空白管为参比,于波长 420 nm 处测量吸光度。试样吸光度从标准曲线上查出抗坏血酸含量。

6 结果计算

按下式计算。

$$X = \frac{c}{m \times \frac{V_1}{V_2} \times 1\,000} \times 100$$

式中:

X——试样中抗坏血酸的含量,单位为毫克每百克(毫克每百毫升)[mg/100 g(mg/100 mL)];

c——试样测定液中抗坏血酸的含量,单位为微克(μg);

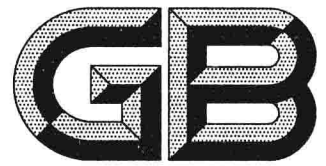
m——试样质量(体积),单位为克(毫升)[g(mL)];

V₂——试样处理液总体积,单位为毫升(mL);

V₁——测定时所取溶液体积,单位为毫升(mL)。

7 精密度

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%。



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.160—2003

水果中单甲脒残留量的测定

Determination of semiamitraz residues in 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

前 言

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位：卫生部食品卫生监督检验所、北京市卫生防疫站、北京服装学院。

本标准主要起草人：张莹、魏开坤、孙淳、李立平。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。



引 言

单甲脒(monoamitraz),化学名称 *N*-(2,4-二甲基苯基)-*N'*-甲基甲脒,属于甲脒类杀螨杀虫剂。该药已在我国柑橘和苹果上获得登记。我国规定单甲脒在柑橘、苹果中的残留量限量为 0.5 mg/kg。本标准提供检测水果中单甲脒残留的方法。

水果中单甲脒残留量的测定

1 范围

本标准规定了单甲脒在水果中的残留量测定方法。

本标准适用于水果中单甲脒残留量的测定。

本方法检出限为 0.025 mg/kg, 线性范围 0.2 $\mu\text{g/mL}$ ~1 000 $\mu\text{g/mL}$ 。

2 原理

样品中的单甲脒经盐酸提取、二氯甲烷萃取净化后, 用具有紫外检测器的高效液相色谱仪测定, 根据色谱峰的保留时间定性, 外标法峰高定量。

3 试剂

3.1 二氯甲烷: 二次重蒸。

3.2 甲醇(优级纯): 用溶剂抽滤装置, 经 0.5 μm 有机系滤膜过滤。

3.3 蒸馏水(双蒸): 用溶剂抽滤装置, 经 0.45 μm 水系滤膜过滤。

3.4 乙酸铵。

3.5 0.2 mol/L 盐酸。

3.6 1.0 mol/L 氢氧化钠溶液。

3.7 无水硫酸钠: 用前 130 $^{\circ}\text{C}$ 烘 5 h, 去水。

3.8 单甲脒(semiamitraz)标准品: 纯度>98%。

4 仪器

4.1 高效液相色谱仪, 配有紫外检测器。

4.2 溶剂抽滤装置。

4.3 超声波清洗仪。

4.4 无油真空泵。

4.5 低速离心机: 1 000 r/min~4 000 r/min。

4.6 K-D 浓缩器。

4.7 10 mL 具塞刻度离心管。

4.8 尖头吸管: 口径 1 mm。

4.9 100 mL 分液漏斗。

5 分析步骤

5.1 样品处理

5.1.1 提取

桔子去皮, 苹果擦去表面泥沙, 用匀浆机将果肉打成匀浆, 准确称取 4 g 水果匀浆(精确至 0.001 g)于 10 mL 具塞刻度离心管内, 加入 0.2 mol/L 的盐酸, 定容至 10 mL。将该具塞刻度离心管置于超声波清洗仪中, 超声提取 10 min。用尖头吸管准确吸取上清液 5 mL 于 100 mL 分液漏斗中, 加入

1.0 mol/L的氢氧化钠溶液,调节 pH 值为 12~13。

5.1.2 净化

于上述 100 mL 分液漏斗中加入 10 mL、10 mL、10 mL 二氯甲烷,振荡 3 min,静止分层。收集下层有机相,合并所有的萃取液,并使之通过装有无水硫酸钠的漏斗脱水,置于 K-D 浓缩器的鸡心瓶中,加入 1 mL 甲醇,于 K-D 浓缩器上浓缩至 1 mL。供液相色谱分析。

5.2 测定

5.2.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱:3.5×100 mm ODS 柱(5 μm);
- 流动相+甲醇+乙酸铵溶液(0.01 mol/L)=75+25;
- 流速:1 mL/min;
- 紫外检测波长:λ=254 nm。

5.2.2 绘制标准曲线

用精密天平精确称取单甲脒标准品 50 mg(精确至 0.1 mg),甲醇溶解,准确定容至 50 mL,得到浓度为 1 000 μg/mL 的单甲脒标准品储备液。取此储备液依次稀释,配制浓度分别为 0.2、1.0、5.0、10、50、100 μg/mL 的标样溶液。取标准品溶液各 20 μL,依照浓度由低到高注入高效液相色谱分析。结果依峰高-浓度关系绘制标准曲线图。

5.2.3 色谱分析

取 20 μL 试样溶液,过微孔滤膜,注入高效液相色谱仪,记录色谱峰的保留时间和峰高,用保留时间定性;根据峰高,外标法定量。

5.2.4 色谱图

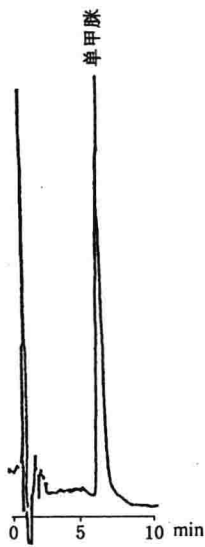


图 1 单甲脒标样溶液的 HPLC 图

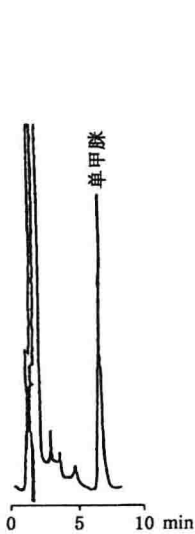


图 2 苹果加标试样的 HPLC 图

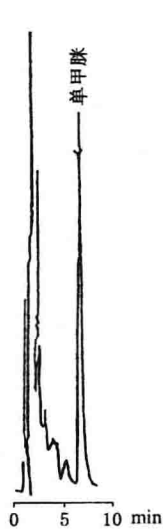


图 3 柑橘加标试样的 HPLC 图

6 结果计算

按下式计算：

$$X = \frac{2A \cdot V_1}{V_2 \cdot m}$$

式中：

X ——试样中单甲脒的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

A ——被测定试样溶液中单甲脒的量，单位为纳克(ng)；

V_1 ——试样溶液定容体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——试样体积，单位为微升(μ L)；

m ——试样质量，单位为克(g)。

