

水产品质量安全 检验手册

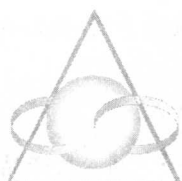
魏广东 主编



 中国标准出版社

水产品质量安全检验手册

魏广东 主编



中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

水产品质量安全检验手册/魏广东主编. —北京: 中国标准出版社, 2005

ISBN 7-5066-3693-X

I. 水… II. 魏… III. 水产品-质量检验-手册
IV. TS254.7-62

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2005) 第 014217 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.bzcbbs.com

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 787×1092 1/16 印张 46.25 字数 1 118 千字

2005 年 4 月第 1 版 2005 年 4 月第 1 次印刷

*

定价 110.00 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 写 人 员

主 编：魏广东

主要编写人员：蔡友琼 郑 斌 李宝华

吴成业 林 钦

参 编 人 员：周德庆 袁 骐 冷凯良

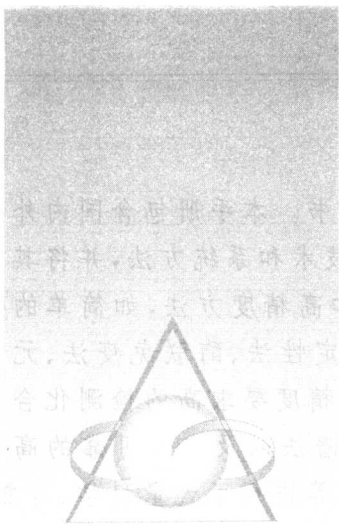
张春山 吴光红

审 校 人 员：魏丽萍 吴光红 梁先明

魏 然 王秀林 张 园

梁志莹 赵春晖 张计广

宗 超



前言

水产食品作为公认的餐桌佳品,人们不但乐于其美味,更见证了它对人们生活和健康的诸多益处。千百年来,人们将“连年有余(鱼)”作为理想的富庶生活,从中可反映出水产食品在人们生活中的地位。我国拥有广阔的海洋和内陆水产品生产条件,不断发展的渔业为我国广大渔民提供了大量的就业机会,同时也为国家创造了显著的经济效益。渔业由此成为连年不衰的,持续发展的产业。

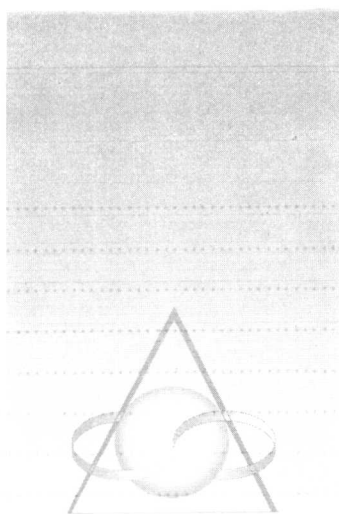
随着科学技术的不断发展和普及,世界性工业“三废”的无序排放,农、兽药的使用范围及其用量的不断增加等原因,使得水产品中的药物残留问题、生物毒素问题、重金属和微生物问题以及防腐保鲜等问题愈发突出。为了进一步提升水产品质量安全水平,保障人们食品消费的健康安全,扩大水产品出口,我国政府亦前后制定了各种政策法规、规范、技术标准,并相应采取了加大环境污染治理,实施水产品质量监控计划,严厉整治水产食品中有毒有害物质残留等措施,有效促进了我国水产品质量安全水平的不断提高。

近几年,全国各地相继建起了有关水产品质量检验的实验室,各实验室也在水产品质量检测中发挥积极作用。随着社会对水产品质量要求的不断提高,水产品检测逐渐规模化和规范化,同时对各实验室的要求也越来越高。为了使各质检机构的检验人员以及广大读者全面了解、掌握目前国内外水产品检测的先进方法以及有关规定,实现一册在手即可满足检测工作需要的愿望,由魏广东主编,蔡友琼、郑斌、李宝华、林钦、吴成业、周德庆等人共同参与

编写了《水产品质量安全检验手册》一书。本手册包含国内外全新的各类可用于水产品检测、分析的新技术和系统方法,并将其中的基础方法、通用方法、一般精度方法和高精度方法,如简单的微生物显微计数法、药物检测的试剂显色定性法、酶联免疫法、元素检测的分光光度法,需要高档仪器、操作精度要求高的检测化合物的比色法、光谱法、气相色谱法、液相色谱法以及准确可靠的高精度的气相色谱-质谱法、液相色谱-质谱法等进行了大量科学、可靠、适合各种检测要求的优化整理,对每种方法、各类检测物质、国家的管理规定等进行分析说明。为了让读者全面了解世界各地检测技术现状和趋势,还编写了实验室综合管理、食品检验技术的形成和发展趋势等内容,为水产品实验室管理者、广大检测人员、科技工作者、水产品质量安全管理人员、大专院校教学、科研等方面的广大读者提供详细、全面、全新的水产品检测新技术、原理分析、以及有关参考资料。本手册对从事其它类食品检验或研究人员亦有很好的参考价值。

本手册在编写过程中,得到了农业部水产品质量中心(上海)、农业部渔业环境及水产品质量中心(舟山)、福建省水产质检站、农业部渔业环境及水产品质量中心(天津)、农业部渔业环境及水产品质量中心(广州)、国家水产品质量中心等单位的大力支持。中国标准出版社魏丽萍、江苏省水产质检中心吴光红、中国兽医药品监察所的梁先明参与了文稿的审核,独家经营德国拜发(r-biopharm)试剂产品的北京赛恩思科技有限责任公司张春山参加了手册文稿的编录和整理,北京市水产技术推广站组织多名技术人员参与文稿的审核校对工作,本手册在编写过程中得到了多家检测中心的专家学者的支持和帮助,在此一并表示感谢。

编 者



目 录

第一章 总 论	1
第一节 实验室管理	1
一、实验室布局及室内设施要求	1
(一) 实验室位置选择	1
(二) 实验室的布置	1
(三) 实验室通风系统	2
二、实验室基本要求	2
(一) 理化实验室工作一般要求	2
(二) 微生物实验室工作一般要求	3
(三) 微生物实验室操作技术要求	3
三、仪器的管理	6
(一) 精密仪器的管理	6
(二) 玻璃仪器的管理	6
四、化学药品及危险品管理	6
(一) 化学药品的储存及管理	6
(二) 危险物品的分类及管理	6
(三) 标准物质和滴定溶液的管理	8
(四) 高压钢瓶的安全使用	8
五、安全管理	8
(一) 基本安全操作要求	8
(二) 灭火	10
(三) 化学毒物及中毒的救治	10
第二节 水产品检验的分析方法	13
一、感官检查法	13
二、物理检查法	14
三、化学分析法	14

(一) 定性分析	14
(二) 定量分析	14
四、物理化学分析法	15
(一) 比色和分光光度法	15
(二) 原子吸收分光光度计法	16
(三) 荧光分析法	17
(四) 原子荧光光谱法	18
(五) 电位分析法	18
(六) 层析法	18
(七) 气相色谱法	20
(八) 高效液相色谱法	21
第三节 样品处理	23
一、样品前处理方法	23
(一) 挥发法	23
(二) 沉淀法	23
(三) 蒸馏法	23
(四) 吸附法	23
(五) 透析法	24
(六) 提取法	24
(七) 有机质破坏法	24
(八) 离心技术的应用	25
二、样品前处理新技术	27
(一) 微波消解(microwave assisted digestion, MAD)	27
(二) 微波萃取(solid phase microextraction, SPME)	27
(三) 快速溶剂萃取技术(accelerated solvent extraction, ASE)	28
(四) 固相萃取(solid phase extraction, SPE)	28
(五) 固相微萃取技术(solid-phase microextraction, SPME)	29
(六) 凝胶渗透系统(gel permeation chromatography, GPC)	31
(七) 自动分离技术(Power-Prep™)	32
(八) 衍生化技术	32
(九) 超临界流体萃取技术(supercritical fluid extraction, SFE)	33
第四节 水产品检验规则	37
一、水产品卫生理化检验总则(GB/T 5009.1—2003)	37
二、水产品卫生微生物学检验总则(GB/T 4789.1—2003)	40
三、水产品抽样方法	42
(一) 样品的采集	42
(二) 水产品抽样方法(SC/T 3016—2004)	42

第五节 实验室检验分析基础	48
一、分析实验室用水规格和试验方法(GB 6682—1992)	48
二、标准滴定溶液的制备(GB/T 601—2002)	52
三、杂质测定用标准溶液的制备(GB/T 602—2002)	70
四、试验方法中所用试剂及制品的制备(GB/T 603—2002)	78
五、酸碱指示剂 pH 变色域测定通用方法(GB/T 604—2002)	89
第六节 数值修约(GB 8170—1987)	97
第二章 水产品理化检验基础分析方法	101
第一节 水产品品质感官分析方法(GB 10220—1988)	101
一、一般要求	101
二、检验方法	102
三、结果的分析	108
四、统计学术语	112
五、显著性表	112
第二节 水产品净含量的测定(SC/T 3017—2004)	114
第三节 水产品中水分含量的测定(GB/T 5009.3—2003)	115
一、直接干燥法	116
二、减压干燥法	117
三、蒸馏法	117
第四节 水产品中脂肪的测定(GB/T 5009.6—2003)	118
一、索氏抽提法	118
二、酸水解法	119
第五节 水产品中蛋白质含量的测定(GB/T 5009.5—2003)	120
一、方法一	120
二、方法二	122
第六节 水产品中灰分的测定	123
灼烧称重法(GB/T 5009.4—2003)	123
第七节 水产品中水分活度测定(GB/T 9695.12—1988)	124
第八节 水产品中盐分的测定(SC/T 3011—2001)	126
一、直接滴定法	126
二、电位滴定法	128

第九节 植物类水产品中粗纤维的测定(GB/T 5009. 10—2003)	129
第十节 水产品中不溶性膳食纤维的测定(GB/T 5009. 88—2003)	130
第十一节 水产品中氨基酸态氮的测定(GB/T 5009. 39—2003)	131
一、甲醛值法	131
二、比色法	132
第十二节 水产品中氨基酸的测定(GB/T 5009. 124—2003)	134
第十三节 水产品中牛磺酸的测定(GB/T 5009. 169—2003)	136
第十四节 水产品中二十碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定 (GB/T 5009. 168—2003)	138
第十五节 水产品中总酸的测定(GB/T 12456—1990)	141
一、指示剂法	141
二、电位滴定法	142
第十六节 水产品中有机酸的测定	144
液相色谱法(GB/T 5009. 157—2003)	144
第十七节 水产品中挥发性盐基氮的测定(GB/T 5009. 44—2003)	146
一、半微量定氮法	146
二、微量扩散法	147
第十八节 水产品动植物油脂中酸价和酸度测定(GB/T 5530—1998)	148
一、酸价和酸度的测定	148
(一) 指示剂滴定法	148
(二) 电位滴定法	150
二、油脂试样的制备	150
第十九节 水产品碘价的测定(GB/T 5532—1995)	152
第二十节 水产品中 pH 值的测定	153
酸度计法(GB/T 5009. 45—2003)	153
第三章 水产品中微生物的检验	154
第一节 细菌总数的检验	156
一、菌落总数的检验(GB/T 4789. 2—2003)	156

二、平板菌落的计数(SN 0168—1992)	158
第二节 大肠菌群、粪大肠菌群和大肠杆菌的检验	162
一、大肠菌群、粪大肠菌群的检验(GB/T 4789.3—2003)	162
二、大肠菌群、粪大肠菌群和大肠杆菌的检验(SN 0169—1992)	168
三、大肠菌群的快速检验(GB/T 4789.32—2003)	175
第三节 沙门氏菌的检验	178
一、沙门氏菌的检验(GB/T 4789.4—2003)	178
二、沙门氏菌属的检验(SN 0170—1992)	195
第四节 志贺氏菌的检验(GB/T 4789.5—2003)	204
第五节 致泻大肠埃希氏菌的检验(GB/T 4789.6—2003)	210
第六节 副溶血性弧菌的检验	217
一、副溶血性弧菌的检验(GB/T 4789.7—2003)	217
二、出口食品中副溶血性弧菌的检验(SN 0173—1992)	222
第七节 金黄色葡萄球菌检验	232
一、金黄色葡萄球菌检验(GB/T 4789.10—2003)	232
二、金黄色葡萄球菌检验(SN 0172—1992)	240
第八节 单核细胞增生李斯特氏菌检验	243
一、单核细胞增生李斯特氏菌检验(GB/T 4789.30—2003)	243
二、单核细胞增生李斯特氏菌检验(SN 0184—1993)	249
第九节 水产罐头食品商业无菌检验(GB/T 4789.26—2003)	256
第十节 霉菌和酵母计数(GB/T 4789.15—2003)	262
第四章 水产品中有毒物质的检验	266
第一节 概述	266
一、赤潮藻毒素的类型	266
(一) 麻痹性贝类毒素(paralytic shellfish poisoning, PSP)	266
(二) 腹泻性贝类毒素(diarrhetic shellfish poisoning, DSP)	267
(三) 记忆缺失性贝类毒素(amnesic shellfish poisoning, ASP)	267
(四) 神经性贝类毒素(neurotoxic shellfish poisoning, NSP)	267
(五) 西加鱼贝类毒素(ciguatoin, maitotoxin)	267
二、赤潮毒素检测的常规技术	267

(一) 生物法	267
(二) 酶联免疫法	268
(三) 液相色谱法	268
第二节 水产品中麻痹性贝类毒素(PSP)的测定	270
一、生物法(SC/T 3023—2004)	270
二、酶联免疫法	274
三、液相色谱法	276
第三节 腹泻性贝类毒素(DSP)的测定	279
一、生物法(SC/T 3024—2004)	279
二、酶标免疫法	281
三、液相色谱法	282
第四节 贝类记忆丧失性贝类毒素软骨藻酸的测定	
(GB/T 5009. 198—2003)	286
第五节 水产品中组胺的测定	288
一、方法一(GB/T 5009. 45—2003)	288
二、方法二 酶联免疫法	289
第五章 水产品中药物残留检验	291
第一节 水产品中己烯雌酚残留量的测定	291
一、酶联免疫法(SC/T 3020—2004)	291
二、放射免疫法(SN 0672—1997)	294
第二节 水产品中氯霉素残留量的测定	296
一、气相色谱法(SC/T 3018—2004)	296
二、酶联免疫法	299
三、酶联免疫吸附法(ELISA)	301
四、气相色谱-质谱法(GB/T 18932. 20—2003)	303
五、液相色谱-串联质谱法(GB/T 18932. 19—2003)	306
第三节 水产品中硝基呋喃类残留量的测定	308
一、呋喃唑酮残留量的测定	309
(一) 液相色谱法(SC/T 3022—2004)	309
(二) 酶联免疫法	311
二、硝基呋喃类抗生素代谢物的测定——液相色谱-串联质谱法	313
三、呋喃它酮残留量的测定——酶联免疫法	315

第四节 水产品中磺胺残留量的测定	316
一、磺胺残留量的测定——液相色谱法(SN 0208—1993)	316
二、磺胺二甲嘧啶残留量的测定——液相色谱法	319
三、磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶残留量的测定——液相色谱法 (SC/T 3303—1997)	321
四、磺胺甲氧嘧啶、磺胺喹噁啉残留量的测定——气相色谱法 (SN 0221—1993)	322
五、磺胺间二甲氧嘧啶残留量的测定——气相色谱法(SN 0498—1995)	324
六、甲氧苄胺嘧啶残留量的测定——液相色谱法	327
七、磺胺二甲基嘧啶残留量的测定——酶联免疫法	329
八、16种磺胺残留量的测定——液相色谱-串联质谱法 (GB/T 18932.17—2003)	330
第五节 水产品中土霉素、四环素、金霉素残留量的测定	336
一、土霉素、四环素、金霉素残留量的测定——液相色谱法 (SC/T 3015—2002)	336
二、土霉素残留量的测定——液相色谱法(SC/T 3303—1997)	338
三、四环素残留量的测定——酶联免疫法	339
四、土霉素、四环素、金霉素残留量的测定——液相色谱-串联质谱法 (GB/T 18932.23—2003)	341
第六节 水产品中孔雀石绿残留量的测定	345
液相色谱法(SC/T 3021—2004)	345
第七节 水产品中喹诺酮类残留量的测定	348
一、恩诺沙星、环丙沙星残留量的测定——液相色谱-荧光检测法	348
二、恩诺沙星、环丙沙星、诺氟沙星、氧氟沙星残留量的测定——液相色谱-荧光检 测法	350
第八节 水产品中噁喹酸和氟甲喹残留量的测定	352
一、噁喹酸和氟甲喹残留量的测定——液相色谱-荧光检测法	352
二、噁喹酸残留量的测定——液相色谱-紫外检测法(SN 0206—1993)	354
第九节 水产品中喹乙醇残留量的测定	356
液相色谱法(SC/T 3019—2004)	356
第十节 水产品中红霉素残留量的测定	358
杯碟法(SN 0537—1996)	358

第十一节 水产品中甲砒霉素残留量的测定	361
一、气相色谱-火焰光度检测法(SN 0199—1993)	361
二、气相色谱-电子捕获检测法	363
第十二节 水产品中链霉素残留量的测定	365
一、液相色谱法	365
二、酶联免疫法	367
第十三节 水产品中泰乐菌素残留量的测定	368
一、杯碟法(SN 0670—1997)	368
二、酶联免疫法	372
第十四节 水产品中乙胺嘧啶残留量的测定	373
液相色谱法(SN 0690—1997)	373
第十五节 水产品中六六六、滴滴涕残留量的测定	
(GB/T 5009. 19—2003)	375
一、气相色谱法	375
二、薄层色谱法	377
第十六节 水产品中有机磷农药残留量的测定	379
气相色谱法(GB/T 5009. 20—2003)	379
第六章 水产品中元素的检验	381
第一节 水产品中磷的测定(GB/T 5009. 87—2003)	381
一、分光光度法	381
二、分子吸收光谱法	383
三、水产品中磷酸盐的测定	384
第二节 水产品中铁、镁、锰的测定(GB/T 5009. 90—2003)	385
第三节 水产品中钾、钠的测定(GB/T 5009. 91—2003)	388
第四节 水产品中钙的测定(GB/T 5009. 92—2003)	389
一、原子吸收分光光度法	389
二、滴定法(EDTA 法)	391
第五节 水产品中铅的测定(GB/T 5009. 12—2003)	393
一、石墨炉原子吸收光谱法	393

二、氢化物原子荧光光谱法	396
三、火焰原子吸收光谱法	397
四、二硫脲比色法	399
五、单扫描极谱法	401
第六节 水产品中铜的测定(GB/T 5009. 13—2003)	403
一、原子吸收光谱法	403
二、二乙基二硫代氨基甲酸钠法	405
第七节 水产品中锌的测定(GB/T 5009. 14—2003)	406
一、原子吸收光谱法	407
二、二硫脲比色法	408
三、二硫脲比色法(一次提取)	410
第八节 水产品中镉的测定(GB/T 5009. 15—2003)	412
一、石墨炉原子吸收光谱法	412
二、火焰原子吸收光谱法	414
(一) 碘化钾-4-甲基戊酮-2 法	414
(二) 二硫脲-乙酸丁酯法	416
三、比色法	417
四、原子荧光法	419
第九节 水产品中氟的测定(GB/T 5009. 18—2003)	420
一、扩散-氟试剂比色法	421
二、灰化蒸馏-氟试剂比色法	423
三、氟离子选择电极法	425
第十节 水产品中硒的测定(GB/T 5009. 93—2003)	427
一、氢化物原子荧光光谱法	427
二、荧光法	429
第十一节 水产品中锡的测定(GB/T 5009. 16—2003)	430
一、氢化物原子荧光光谱法	431
二、苯芴酮比色法	432
第十二节 水产品中铬的测定(GB/T 5009. 123—2003)	434
一、原子吸收石墨炉法	435
二、示波极谱法	436

第十三节 水产品中镍的测定(GB/T 5009. 138—2003)	438
一、石墨炉原子吸收光谱法	439
二、比色法	440
第十四节 水产品中总砷及无机砷的测定(GB/T 5009. 11—2003)	442
一、总砷的测定	443
(一) 氢化物原子荧光光度法	443
(二) 银盐法	445
(三) 砷斑法	447
(四) 硼氢化物还原比色法	448
二、无机砷的测定	450
(一) 氢化物原子荧光光谱法	450
(二) 银盐法	451
第十五节 水产品中总汞及有机汞的测定(GB/T 5009. 17—2003)	453
一、总汞的测定	453
(一) 原子荧光光谱法	453
(二) 冷原子吸收光谱法	456
(三) 二硫腈比色法	460
二、甲基汞的测定	461
(一) 气相色谱法(酸提取巯基棉法)	461
(二) 冷原子吸收法(酸提取巯基棉法)	463
第七章 水产品中添加剂的检验	466
第一节 水产品中酸味调节剂的测定	467
有机酸的测定——液相色谱法(GB/T 5009. 157—2003)	467
第二节 水产品中甜味剂的测定	469
一、糖精钠的测定(GB/T 5009. 28—2003)	469
(一) 液相色谱法	469
(二) 薄层色谱法	470
(三) 离子选择电极测定方法	471
二、环己基氨基磺酸钠的测定(GB/T 5009. 97—2003)	473
(一) 气相色谱法	473
(二) 比色法	475
(三) 薄层层析法	476
三、乙酰磺胺酸钾的测定——液相色谱法(GB/T 5009. 140—2003)	478

第三节 水产品中防腐剂的测定	480
一、山梨酸、苯甲酸的测定(GB/T 5009. 29—2003)	480
(一) 气相色谱法	480
(二) 液相色谱法	481
(三) 薄层色谱法	482
二、禁用防腐剂定性试验	484
(一) 硼酸、硼砂	484
(二) 水杨酸	485
三、对羟基苯甲酸酯类的测定——气相色谱法(GB/T 5009. 31—2003)	485
四、丙酸钠、丙酸钙的测定——气相色谱法(GB/T 5009. 120—2003)	486
五、脱氢乙酸的测定——液相色谱法(GB/T 5009. 121—2003)	488
六、乙氧基喹残留量的测定——气相色谱法(GB/T 5009. 129—2003)	489
第四节 水产品中抗氧化剂的测定	491
一、叔丁基羟基茴香醚(BHA)与 2,6-二叔丁基对甲酚(BHT)的测定	491
(一) 气相色谱法(GB/T 5009. 30—2003)	491
(二) 薄层色谱法	493
(三) 比色法	495
(四) 液相色谱法	497
二、没食子酸丙酯(PG)的测定——分光光度法(GB/T 5009. 32—2003)	498
三、植酸的测定——分光光度法(GB/T 5009. 153—2003)	500
第五节 水产品中发色剂的测定	501
一、亚硝酸盐的测定(GB/T 5009. 33—2003)	501
(一) 盐酸萘乙二胺法	501
(二) 示波极谱法	502
二、硝酸盐的测定——镉柱法(GB/T 5009. 33—2003)	504
第六节 水产品中漂白剂的测定	506
一、亚硫酸盐的测定(GB/T 5009. 34—2003)	506
(一) 盐酸副玫瑰苯胺法	506
(二) 蒸馏法	508
二、二氧化硫的测定	509
(一) 快速定性方法	509
(二) 碘量法	510
(三) 离子色谱法	511