

中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.45-2003 代替 GB/T 5009.45-1996

水产品卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of fish and other aquatic products

2004-01-01 实施

前言

本标准代替 GB/T 5009.45-1996《水产品卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009, 45-1996 相比主要修改如下:

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。

本标准由上海市食品卫生监督检验所、江苏省卫生防疫站、杭州市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、青海省卫生防疫站、福建省卫生学校负责起草。

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。

水产品卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了海产品及水产品的卫生指标的分析方法。本标准适用于海产品和水产品的各项卫生指标的分析。本方法检出限组胺为 50 mg/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 2733 鲜、冻动物性水产品卫生标准

GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定

GB/T 5009.15 食品中镉的测定

GB/T 5009.17 食品中总汞及有机汞的测定

GB/T 5009.19 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定

GB/T 5009.44-2003 肉与肉制品卫生标准的分析方法

鲜鱼类

适用于黄鱼、带鱼、鲐鱼、鲳鱼、鲚鱼、墨鱼(乌贼)、青鱼、草鱼、鲢鱼、鲤鱼、鳙鱼、蓝圆鲹(池鱼)、鲱鱼、湟鱼各项卫生指标的测定。

3 感官检查

取保证感官检验的样品量(冷冻品经解冻后),在自然光线下进行感官检查。结果应符合 GB 2733的规定。

4 理化检验

4.1 挥发性盐基氮

按 GB/T 5009.44-2003 中 4.1 操作。

4.2 泵

按 GB/T 5009.17 操作。

4.3 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

4.4 组胺

4.4.1 原理

鱼体中组胺用正戊醇提取,遇偶氮试剂显橙色,与标准系列比较定量。

4.4.2 试剂

- 4.4.2.1 正戊醇。
- 4.4.2.2 三氯乙酸溶液(100 g/L)。
- 4.4.2.3 碳酸钠溶液(50 g/L)。

GB/T 5009.45-2003

- 4.4.2.4 氢氧化钠溶液(250 g/L)。
- 4.4.2.5 盐酸(1+11)。
- 4.4.2.6 组胺标准储备液:准确称取 0.276 7 g 于 100℃±5℃干燥 2 h 的磷酸组胺溶于水,移入 100 mL容量瓶中,再加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 1.0 mg 组胺。
- 4.4.2.7 磷酸组胺标准使用液:吸取 1.0 mL 组胺标准溶液,置于 50 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。 此溶液每毫升相当于 20.0 μg 组胺。
- 4.4.2.8 偶氮试剂如下:
- 4.4.2.8.1 甲液:称取 0.5 g 对硝基苯胺,加 5 mL 盐酸溶液溶解后,再加水稀释至 200 mL,置冰箱中。
- 4.4.2.8.2 乙液:亚硝酸钠溶液(5 g/L),临用现配。

吸取甲液 5 mL、乙液 40 mL 混合后立即使用。

4.4.3 分析步骤

4.4.3.1 试样处理

称取 5.00 g~10.00 g 绞碎并混和均匀的试样,置于具塞锥形瓶中,加入 15 mL~20 mL 三氯乙酸溶液(4.4.2.2),浸泡 2 h~3 h,过滤。吸取 2.0 mL 滤液,置于分液漏斗中,加氢氧化钠溶液(4.4.2.4)使呈碱性,每次加入 3 mL 正戊醇,振摇 5 min,提取三次,合并正戊醇并稀释至10.0 mL。吸取 2.0 mL 正戊醇提取液于分液漏斗中,每次加 3 mL 盐酸(1+11)振摇提取三次,合并盐酸提取液并稀释至10.0 mL,备用。

4.4.3.2 测定

吸取 2.0 mL 盐酸提取液于 10 mL 比色管中,另吸取 0、0.20、0.40、0.60、0.80、1.0 mL 组胺标准使用液(相当于 0、4.0、8.0、12、16、20 μ g 组胺),分别置于 10 mL 比色管中,加水至 1 mL,再各加 1 mL 盐酸(1+11)。试样与标准管各加 3 mL 碳酸钠溶液(50 g/L),3 mL 偶氮试剂,加水至刻度,混匀,放置 10 min后用 1 cm 比色杯以零管调节零点,于 480 nm 波长处测吸光度,绘制标准曲线比较,或与标准系列目测比较。

4.4.4 结果计算

试样中组胺的含量按式(1)进行计算。

$$X = \frac{m_1}{m_2 \times \frac{2}{V_1} \times \frac{2}{10} \times \frac{2}{10} \times 1000} \times 100$$
(1)

式中:

X——试样中组胺的含量,单位为毫克每百克(mg/100 g);

 V_1 ——加入三氯乙酸溶液(100 g/L)的体积,单位为毫升(mL);

 m_1 ——测定时试样中组胺的质量,单位为微克(μg);

 m_2 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后一位。

4.4.5 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%。

4.5 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

4.6 甲基汞

按 GB/T 5009.17 操作。

4.7 镉

按 GB/T 5009.15 操作。

其他水产品

适用于河虾和对虾、海白虾、虾姑、鹰爪虾等海虾及牡蛎(牦、海蛎子)、海蟹、花蛤、缢蛏各项卫生指标的测定。

5 感官检查

同第3章。

- 6 理化检验
- 6.1 挥发性盐基氮

按 GB/T 5009.44-2003 中 4.1 操作。

6.2 pH 值一酸度计法 适用于牡蛎(蚝、海蛎子)。

6.2.1 原理

用酸度计直接测定试样水溶液 pH 值。

6.2.2 仪器

酸度计(精度在 0.050 以上)。

6.2.3 分析步骤

称取 10.00 g 绞碎试样,加新煮沸后冷却的水至 100 mL,摇勾,浸渍 30 min 后过滤或离心,取约 50 mL滤液于 100 mL 烧杯中,用酸度计测定 pH 值。

计算结果保留二位有效数字。

6.2.4 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 0.1 pH。

6.3 汞

按 GB/T 5009.17 操作。

6.4 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19 操作。

6.5 无机砷

按 GB/T 5009.11 操作。

6.6 甲基汞

按 GB/T 5009.17 操作。

6.7 镉

按 GB/T 5009、15 操作。