



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.117—2003
代替 GB/T 14932.2—1994

食用豆粕卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of
edible soybean meal

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 14932.2—1994《食用豆粕卫生标准的分析方法》。

本标准按 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。

本标准起草单位：上海市食品卫生监督检验所、吉林省食品卫生监督检验所、上海市南市区卫生防疫站。

本标准主要起草人：沈文、成凯泰、沈静薇、刘桂新、金秀华。

原标准于 1994 年首次发布，本次为第一次修订。

食用豆粕卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了食用豆粕卫生标准的分析方法。

本标准适用于大豆经溶剂萃取食用豆油后,以其作为食品工业原料的豆粕各项卫生指标的分析。

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。凡是注明日期的引用文件,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 5009.3 食品中水分的测定
- GB/T 5009.4 食品中灰分的测定
- GB/T 5009.5 食品中蛋白质的测定
- GB/T 5009.11 食品中总砷及无机砷的测定
- GB/T 5009.12 食品中铅的测定
- GB/T 5009.37 食用植物油卫生标准的分析方法

3 感官检查

应为黄色或棕黄色片粒状,具有豆粕固有的色泽和气味,无霉变、虫迹、无杂质、油污等。

4 理化检验

- 4.1 水分的测定按 GB/T 5009.3 规定的方法执行。
- 4.2 灰分的测定按 GB/T 5009.4 规定的方法执行。
- 4.3 粗蛋白质的测定按 GB/T 5009.5 规定的方法执行。
- 4.4 总砷的测定按 GB/T 5009.11 规定的方法执行。
- 4.5 铅的测定按 GB/T 5009.12 规定的方法执行。

5 脲酶活性

5.1 pH 增值法

5.1.1 原理

豆粕中的脲酶可以使尿素分解产生氨,使体系中 pH 值增大。用 pH 计或酸碱指示剂测定其 pH 变化,以判断脲酶活性。

5.1.2 试剂

- 5.1.2.1 尿素(GB 696),分析纯。
- 5.1.2.2 0.05 mol/L 磷酸氢二钾溶液:称取 5.070 6 g 磷酸氢二钾($K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$),加新煮沸过的蒸馏水溶解,冷却后转移至 500 mL 容量瓶,定容至刻度。
- 5.1.2.3 0.05 mol/L 磷酸二氢钾溶液:称取 3.40 g 磷酸二氢钾(KH_2PO_4),加入新煮沸的蒸馏水溶解,冷却后转移至 500 mL 容量瓶中,定容至刻度。
- 5.1.2.4 磷酸缓冲液(pH7.0):取 61.1 mL 磷酸氢二钾溶液 38.9 mL 磷酸二氢钾溶液混合。此溶液可保存三个月。

5.1.3 仪器

5.1.3.1 pH计:灵敏度应达到0.02pH单位。并带有与其配套使用的甘汞电极和玻璃电极。

5.1.3.2 恒温水浴箱:温度30℃±5℃。

5.1.4 分析步骤

称取经粉碎(约40目,且试样粉碎过程中应避免发热)的试样10.0g。置于带塞的锥形烧瓶中,加水100.0mL,振荡30min,过滤样液备用(宜当天测定)。吸取2.0mL试样液,置于带塞比色管中。加pH缓冲液8mL,加0.2g尿素。摇匀1min,放置在30℃±5℃水浴中保温30min,同时作样液空白,即2.0mL样液,加8.0mL缓冲液。在水浴中同时保温。管内内容物经冷却后,测定pH值。

5.1.5 结果计算

按式(1)计算:

$$X = pH_1 - pH_0 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——脲酶活性指数;

pH₁——样液对尿素分解后pH值;

pH₀——样液空白管pH值。

5.2 简易判定法

5.2.1 原理同5.1.1。

5.2.2 试剂

5.2.2.1 尿素(GB 696):分析纯。

5.2.2.2 酚红指示剂:称取0.1g酚红,加1.43mL 0.1mol/L氢氧化钠溶液,在研钵中研磨以促溶解,然后转移至250mL容量瓶中,加水至刻度,摇匀备用。

5.2.3 分析步骤

取0.2g粉末试样(避免粉碎时发热),置于25mL比色管中加0.02g尿素,加酚红指示剂2滴,再加水20mL,充分摇匀15s,记录粉红色出现时间,并根据时间判断脲酶活性,颜色出现时间应少于15min。

颜色出现时间	脲酶活性
1 min	极强
1 min~5 min	强
5 min~15 min	稍有
15 min	无

同时作空白对照试验。

试样空白(不加尿素)及试剂空白(不加试样),只有上述空白正常时,即酚红指示剂不改变颜色,试验结果才是可靠的。

6 溶剂残留

6.1 原理

同GB/T 5009.37。

6.2 试剂

同GB/T 5009.37。

6.3 仪器

同GB/T 5009.37。

6.4 分析步骤

6.4.1 标准曲线制作

取输液瓶,以1 μL微量进样器沿壁注入0.5 μL六号溶剂,迅速塞上橡胶反口塞,铝盖封口后,在80℃±2℃烘箱中,加热2 h,取出冷却至室温,用100 μL微量进样器,按20,40,60,80,100 μL取顶空气分别注入色谱仪,以其色谱峰高为纵轴,以对应的试样溶剂含量为横轴,制作标准曲线,在完全按本法制作标准曲线时呈以下对应关系(见表1):

表 1

标准顶空气进样量/μL	20	40	60	80	100
对应的试样中溶剂含量(X)/(mg/kg)	35	70	105	140	175

6.4.2 其中X由式(2)计算得出:

$$X = \frac{DV_1}{V} \times V_2 \times 1000 \dots\dots\dots(2)$$

$$\frac{m}{V} \times V_3$$

式中:

X——试样溶剂残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);

V₁——6号溶剂取用量,单位为微升(μL);

D——6号溶剂的相对密度,0.7 mg/μL;

V₂——标准顶空气进样量,单位为微升(μL);

V₃——试样顶空气进样量,单位为微升(μL);

V——输液瓶容积,单位为毫升(mL);

m——试样质量,单位为克(g)。

6.4.3 试样测定

取100 mL输液瓶,将两张直径稍小于瓶底内径的圆形滤纸,置于瓶内,向滤纸上加注0.5 mL水,使滤纸附贴于瓶底,称取2.00 g豆粕,置于瓶内滤纸上,立即塞好橡皮反口塞,铝盖封口,然后在80℃±2℃烘箱内加热2 h,试样瓶经加热气化后,冷却至室温,用微量进样器取100 μL顶空气,进行色谱分析,由所得试样色谱峰高,从标准曲线上可直接查得试样中溶剂含量(mg/kg)。

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%。