

KJ

食品快速检验方法

KJ 202104

面制品中铝残留量的快速检测 比色法

××××-××-××发布

国家市场监督管理总局 发布

面制品中铝残留量的快速检测 比色法

1 范围

本方法规定了面制品中铝残留量的快速检测方法比色法。

本方法适用于油条、油饼、麻花、馓子等油炸面制品中铝残留量的快速测定。

2 原理

样品中的铝经硝酸溶液提取后,在乙二胺-盐酸缓冲液、聚乙二醇辛基苯醚(TritonX-100)和十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)的存在下,铝离子与铬天青 S 反应生成蓝色络合物,其颜色的深浅与铝含量成正比,通过与标准管目视比色,对样品中铝含量进行快速检测。

3 试剂和材料

除另有规定外,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

3.1 试剂

3.1.1 硝酸(HNO_3)。

3.1.2 铬天青 S($\text{C}_{23}\text{H}_{13}\text{Cl}_2\text{Na}_3\text{O}_9\text{S}$)。

3.1.3 聚乙二醇辛基苯醚(TritonX-100)。

3.1.4 十六烷基三甲基溴化铵(CTMAB)($\text{C}_{19}\text{H}_{42}\text{BrN}$)。

3.1.5 乙二胺($\text{C}_2\text{H}_8\text{N}_2$)。

3.1.6 盐酸(HCl)。

3.1.7 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$)。

3.1.8 硝酸溶液(1+1):量取 50 mL 硝酸(3.1.1),加水定容至 100 mL,混匀。

3.1.9 铬天青 S 溶液(1 g/L):称取 0.100 g 铬天青 S(3.1.2),加入 50 mL 无水乙醇(3.1.7),加水定容至 100 mL,混匀。

3.1.10 3% TritonX-100 溶液:吸取 3 mL TritonX-100(3.1.3),加水定容至 100 mL,混匀。

3.1.11 CTMAB 溶液(3 g/L):称取 0.300 g CTMAB(3.1.4),加入 50 mL 无水乙醇(3.1.7),加水定容至 100 mL,混匀。

3.1.12 乙二胺-盐酸缓冲溶液:量取 20 mL 乙二胺(3.1.5)沿玻璃棒缓慢加入 40 mL 水中,待冷却后沿玻璃棒缓慢滴加 40 mL 盐酸(3.1.6),混匀。

3.1.13 混合显色剂:将铬天青 S 溶液(1 g/L)(3.1.9)、3% TritonX-100 溶液(3.1.10)、CTMAB 溶液(3 g/L)(3.1.11)和乙二胺-盐酸缓冲溶液(3.1.12)按体积比为 3 : 1 : 3 : 3 混匀,用盐酸(3.1.6)或乙二胺(3.1.5)调节 pH 至 7.00。保质期 6 个月。

3.2 标准品

十二水硫酸铝钾:纯度 $\geq 99\%$,其中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量见表 1。

表 1 十二水硫酸铝钾中文名称、英文名称、CAS 号、分子式、相对分子质量

中文名称	英文名称	CAS 号	分子式	相对分子质量
十二水硫酸铝钾	Potassium aluminium sulfate dodecahydrate	7784-24-9	$KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$	474.39

3.3 标准溶液配制

3.3.1 铝标准储备液(1 000 mg/L,以 Al 计):准确称取十二水硫酸铝钾(3.2)1.757 g(精确至 0.000 1 g),水溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液(3.1.8),加水定容至刻度,混匀。或采用经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。

3.3.2 铝标准中间液(100 mg/L):准确吸取 1 mL 铝标准储备液(1 000 mg/L)(3.3.1)于 10 mL 容量瓶中,加水定容至刻度,混匀。

3.3.3 铝标准工作液(2 mg/L):准确吸取 1 mL 铝标准中间液(100 mg/L)(3.3.2)于 50 mL 容量瓶中,加入 2 mL 硝酸溶液(3.1.8),加水定容至刻度,混匀。保质期 6 个月。

3.4 材料

铝残留量快速检测试剂盒,需在阴凉、干燥、避光条件下保存。

应包括但不限于以下材料:5 mL 离心管、50 mL 离心管、提取剂、显色剂、铝标准工作液、空白试样。

4 仪器和设备

4.1 粉碎机。

4.2 移液器:1 mL。

4.3 水浴锅或电热杯等装置。

4.4 酸度计(± 0.01 pH)。

4.5 离心机:转速 $\geq 4\ 000$ r/min。

4.6 电子天平:感量分别为 0.01 g 和 0.000 1 g。

4.7 快速水分测定仪(卤素灯加热型)。

5 环境条件

环境温度:15 °C ~ 35 °C。

6 分析步骤

6.1 试样制备

采集不少于 100 g 具有代表性的样品(带馅样品应去除馅料),充分粉碎,装于自封样品袋中,密封标记,常温保存备用。

6.2 试样称量

6.2.1 初次检测称样

小麻花、馓子称取 1.0 g 试样,油条、油饼及其他油炸面制品称取 1.5 g 试样,精确至 0.01 g,置于

50 mL 离心管中。

6.2.2 复核称样

对于初次测量结果为可疑的样品,应用快速水分测定仪测定试样水分含量后,按式(1)折算 1 g 干样品对应的称样量。称取相应质量的试样置于 50 mL 离心管中。

$$m = \frac{1}{1-x} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——1 g 干样品对应的称样量,单位为克(g),计算结果保留两位小数;

x ——试样中水分含量, %。

快速水分测定仪测定水分推荐方法:取(2±0.5)g 试样平铺于快速水分测定仪托盘上,设置烘干温度 120 °C 测量水分。待结果稳定(30 s 内水分示值整数位不变)后读取水分示值。

注: GB 2760—2014 中铝残留量规定为干样品,以 Al 计,复核称样时需要考虑水分的含量。

6.3 试样提取

向装有样品的离心管中依次加入约 40 mL 水和 2 mL 硝酸溶液(3.1.8),用水定容至 50 mL,旋紧管盖并混匀,95 °C 以上水浴 20 min,取出后再次混匀,待测。

6.4 测定步骤

吸取样品提取上清液 1 mL 到 5 mL 离心管中,加入混合显色剂(3.1.13)2 mL,加水至 5 mL 刻度,混匀后放置 3 min(如浑浊,可 4 000 r/min 离心 1 min),与标准管目视比色。

标准管制作:分别准确吸取 0 mL、0.25 mL、0.5 mL、1 mL、1.5 mL、2 mL 铝标准工作液(3.3.3)于 5 mL 离心管中,同上操作显色,作为 0 mg/kg、25 mg/kg、50 mg/kg、100 mg/kg、150 mg/kg、200 mg/kg 标准管,24 h 内有效。

注:可以采用比色卡比色,但当颜色难以判断时仍需制作标准管。

6.5 质控试验

6.5.1 每批样品应同时进行空白试验和加标质控试验。

6.5.2 空白试验:准确称取空白试样(铝本底值小于 5 mg/kg)1.00 g,按照 6.3~6.4 与样品同法操作。

6.5.3 加标质控试验:准确称取空白试样 1.00 g,置于 50 mL 离心管中,加入 0.25 mL 铝标准中间液(3.3.2),使样品中铝含量为 25 mg/kg。加标质控样品按 6.3~6.4 与样品同法操作。

7 结果判定要求

观察检测管中样液颜色,与标准管比较判读样品中铝残留量(以 Al 计)。

颜色浅于 100 mg/kg 标准管为阴性样品。

颜色深于 150 mg/kg 标准管为阳性样品。

当 100 mg/kg ≤ 初次检测结果 ≤ 150 mg/kg 时判定为可疑样品,需考虑水分的影响,按 6.2.2 称样复核检测。复核检测结果 < 100 mg/kg 时判定为阴性,复核检测结果 ≥ 100 mg/kg 时判定为阳性。

注: 25 mg/kg 仅作为本方法的底控制限,较低含量样品需考虑本底铝含量。

质控试验要求:空白试验测定结果应为阴性,加标质控试验测定结果应与加标量相符。

8 结论

当检测结果为阳性时,应对结果进行确证。

9 性能指标

9.1 性能指标计算方法按照附录 A 执行。

9.2 检测限:25 mg/kg。

9.3 灵敏度: $\geq 95\%$ 。

9.4 特异性: $\geq 85\%$ 。

9.5 假阴性率: $\leq 5\%$ 。

9.6 假阳性率: $\leq 15\%$ 。

10 其他

本方法所述试剂、试剂盒信息及操作步骤是为给方法使用者提供方便,在使用本方法时不作限定。方法使用者在使用替代试剂、试剂盒或操作步骤前,应对其进行考察,应满足本方法规定的各项性能指标。

本方法参比方法为 GB 5009.182—2017《食品安全国家标准 食品中铝的测定》第一法。

附录 A

(规范性)

定性方法性能指标计算表

定性方法各个性能指标计算见表 A.1。

表 A.1 定性方法性能指标计算表

样品情况 ^a	检测结果 ^b		总数
	阳性	阴性	
阳性	N_{11}	N_{12}	$N_{1.} = N_{11} + N_{12}$
阴性	N_{21}	N_{22}	$N_{2.} = N_{21} + N_{22}$
总数	$N_{.1} = N_{11} + N_{21}$	$N_{.2} = N_{12} + N_{22}$	$N = N_{1.} + N_{2.}$ 或 $N_{.1} + N_{.2}$
显著性差异(χ^2)	$\chi^2 = (N_{12} - N_{21} - 1)^2 / (N_{12} + N_{21})$, 自由度(df) = 1		
灵敏度($p+$)/%	$p+ = N_{11} / N_{1.} \times 100$		
特异性($p-$)/%	$p- = N_{22} / N_{2.} \times 100$		
假阴性率($pf-$)/%	$pf- = N_{12} / N_{1.} \times 100 = 100 - \text{灵敏度}$		
假阳性率($pf+$)/%	$pf+ = N_{21} / N_{2.} \times 100 = 100 - \text{特异性}$		
相对准确度 ^c /%	$(N_{11} + N_{22}) / (N_{.1} + N_{.2}) \times 100$		
注: N 为任何特定单元的结果数, 第一个下标指行, 第二个下标指列。例如, N_{11} 表示第一行, 第一列; $N_{1.}$ 表示所有的第一行; $N_{.2}$ 表示所有的第二列; N_{12} 表示第一行, 第二列。			
^a 由参比方法检验得到的结果或者样品中实际的公议值结果。			
^b 由待确认方法检验得到的结果。灵敏度的计算使用确认后的结果。			
^c 为方法的检测结果相对准确性的结果, 与一致性分析和浓度检测趋势情况综合评价。			

本方法负责起草单位: 湖北省食品质量监督检验研究院。

本方法验证单位: 中国检验检疫科学研究院、重庆市食品药品检验检测研究院、秦皇岛海关技术中心、河南省口岸食品检验检测所、湖北省产品质量监督检验研究院。

本方法主要起草人: 周陶鸿、邢仕歌、胡家勇、宋政、林津、朱影、彭青枝、范志勇。