



# 中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

## 食品安全国家标准 理化检验 总则

(征求意见稿)

食品安全国家标准 征求意见稿

××××-××-××发布

××××-××-××实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会  
国家市场监督管理总局

发布

# 食品安全国家标准

## 理化检验 总则

### 1 范围

本标准规定了食品安全国家标准理化检验的基本原则和要求。  
本标准适用于食品安全国家标准理化检验。

### 2 术语和定义

#### 2.1 方法确认

提供客观证据证实特定分析方法满足规定要求的试验活动。

#### 2.2 方法验证

提供客观有效证据证实分析方法性能参数满足方法预期用途的试验活动。

#### 2.3 标准物质

附有由权威机构签发的证书，提供使用有效程序获得的具有不确定度和溯源性的一个或多个特性值并具有足够均匀性和稳定性的物质。

注1：本定义中，“不确定度”既包含了“测量不确定度”，也包含了“标称特性值（例如同一性和序列）的不确定度”。“溯源性”既包含“量值的计量溯源性”，也包含“标称特性值的追溯性”。

注2：“标准物质”的特定量值要求附有测量不确定度的计量溯源性。

注3：“标准物质”包含具有实际样品特性的基体标准物质。

注4：高纯化学品不是标准物质，但在无标准物质可用时，可临时作为标准物质使用。

#### 2.4 样品

取自同一批且能提供该批信息的一个或一组产品。

#### 2.5 试样

经制备可用于一次或数次检验的样品。

#### 2.6 样品缩分

指按规定方法，对实验室样品的量进行缩减的过程。

### 3 理化检验一般要求

#### 3.1 检验人员

3.1.1 应具有相应的理化检验相关专业教育或培训经历，具备相应的能力，能够理解并正确实施检验。

3.1.2 应掌握实验室化学安全操作知识，并在检验过程中遵守相关安全措施的规定，确保自身安全。

3.1.3 有颜色视觉障碍的人员不能从事涉及辨色的检验。

## 3.2 环境与设施

3.2.1 实验室工作面积和总体布局应能满足检验工作的需要。

3.2.2 实验区域应与办公区域物理隔离，样品前处理区域宜与大型仪器区进行物理隔离。

3.2.3 实验室温度、湿度、洁净度、照度、噪声、振动等应符合工作要求，不影响检验结果的准确性。

3.2.4 样品前处理区域应在显著位置设置喷淋和洗眼器等应急设施，并配备必要的急救药箱。

## 3.3 常用操作

### 3.3.1 称取

用天平进行的称量操作时，其准确度要求用数值的有效数位表示，具体称量数值变化范围应满足数值取舍的规定。如“称取 20g”指称量范围为 19.5g-20.5g；“称取 20.0g”指称量范围为 19.95g-20.05g；“称取 20.00g”指称量范围为 19.995g-20.005g；“称取 20g（精确至 0.01g）”表示称量范围为 19.50g-20.50g；“称取 20g（精确至 0.0001g）”表示称量范围为 19.5000g-20.5000g。

### 3.3.2 恒重

在标准规定的条件下进行恒重操作时，连续两次干燥或灼烧后称定的质量差异不超过标准规定的范围，如重量分析时，恒重要求前后两次称重之差小于 0.5mg（试样量 $\leq$ 10g）或者两次称重平均值的 0.05%（试样量 $>$ 10g）。

### 3.3.3 量取

用量筒或量杯定量取液体物质的操作。

### 3.3.4 吸取

用单标线吸量管、分度吸量管、移液器等取液体物质的操作。采用移液器吸取液体时，应关注其溯源性是否符合要求以及其适用的溶剂种类。

### 3.3.5 定容

在用容量瓶将物质溶解或稀释到一定浓度的溶液时，将容量瓶中的溶液加至刻度线的操作。

### 3.3.6 滴定

通过两种溶液的定量反应来确定某种溶质的含量。注意事项：

- a) 读数时滴定管应竖直放置；
- b) 注入或放出溶液时，应静置 1~2 分钟后再读数；
- c) 无色或浅色溶液读弯月面最低点，视线应与弯月面水平相切；
- d) 深色溶液应读取液面上缘最高点；
- e) 读取时要估读一位。

## 4 检验方法要求

### 4.1 检验方法选择

4.1.1 应根据检验方法的适用范围、性能指标以及相关规范要求选择适宜的方法。

4.1.2 当同一适用范围存在两个或两个以上检验方法符合要求时，实验室可根据实际情况选择使用。

### 4.2 检验方法确认

- 4.2.1 实验室在使用检验方法前，应根据预期用途对其使用的检验方法进行确认。
- 4.2.2 当检验方法适用的所有样品基质的操作步骤相同时，应至少对一种代表性样品基质进行确认；当检验方法适用于不同样品基质且操作步骤不同时，应对不同样品基质进行分别确认；当检验方法存在可选操作步骤时，应对拟使用的操作步骤进行确认。
- 4.2.3 定性方法原则上应确认方法的检出限和特异性。
- 4.2.4 定量方法原则上应确认方法的检出限、定量限、特异性、正确度和重复性精密密度。
- 4.2.5 实验室确认后的检验方法的性能指标不应低于标准方法的规定。
- 4.2.6 当检验结果以 2 个或 2 个以上测定目标物之和计时，对于有限量的物质，所有测定目标物的定量限之和不应超过最大残留限量、最大使用量或最大迁移量等；当标准明确其他目标物以其中某一种目标物计时，其他目标物应根据标准规定的方式进行折算后进行加和。

### 4.3 检验方法验证

按照《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》等标准执行。

## 5 试剂和材料要求

### 5.1 试剂

- 5.1.1 试验用水和试剂应符合标准方法要求。
- 5.1.2 对检验结果有决定性影响的关键试剂宜进行技术验收。
- 5.1.3 试剂储存容器一般使用硬质玻璃材质试剂瓶，强碱液和无机元素溶液宜采用聚乙烯试剂瓶存放，需避光试剂贮存于棕色或黑色试剂瓶中。
- 5.1.4 迁移试验所用植物油应进行技术验收，保证其脂肪酸（以甲酯计）符合 GB 5009.156 标准要求。

### 5.2 标准物质和标准溶液

- 5.2.1 标准物质的选择应符合标准方法中对标准物质纯度或等级的要求。标准物质宜选用具有标准物质证书的产品，证书应包含计量溯源性、定值和不确定度等信息。
- 5.2.2 仅当测定目标无标准物质时，方可选用具有明确纯度信息的高纯度化学品。
- 5.2.3 标准溶液的配制和稀释应做记录以确保其溯源性，记录应明确标准物质的质量或体积、溶剂、定容或稀释体积、储存条件和有效期，必要时按实际纯度折算。
- 5.2.4 标准中间溶液和标准工作溶液的配制应遵循逐级稀释的原则，单级稀释不宜超过 100 倍。

### 5.3 材料

- 5.3.1 实验材料的性能应满足标准方法的规定。
- 5.3.2 对检验结果有影响的关键材料，使用前宜进行技术验收。
- 5.3.3 实验材料应按照标准方法规定要求进行处理和性能检查。

## 6 仪器设备要求

- 6.1 仪器设备在使用前需确认其性能参数满足标准方法的技术要求。
- 6.2 仪器设备应置于适宜的环境条件下，并定期进行清洁、维护和保养，以确保工作性能和操作安全。

- 6.3 影响结果准确性的量器、控温仪器设备、检测仪器设备等均应满足量值溯源管理要求。
- 6.4 试验中所使用的玻璃量器，如滴定管、单标线吸量管、分度吸量管、容量瓶等所量取体积的准确度应符合国家标准对该体积玻璃量器的准确度要求。
- 6.5 量器和器皿应彻底清洗干净后才能使用，常用洗涤液的配制和使用方法见附录 B。

## 7 样品和试样要求

### 7.1 采样和运输要求

- 7.1.1 采样应遵循随机性、代表性的原则。
- 7.1.2 采样应关注产品的生产日期、保质期、批号/批次等。
- 7.1.3 采样量应能满足检验要求。
- 7.1.4 采样器具应采用惰性材质，不对样品带来污染。
- 7.1.5 采样和运输过程中应避免环境温湿度对样品和检测目标物带来不利影响，并避免样品变质、失水、破损和交叉污染。
- 7.1.6 检验方法对采样和运输有特殊要求的，从其规定。

### 7.2 样品缩分和试样制备要求

#### 7.2.1 基本要求

样品的缩分和制备应保证样品的代表性，并避免交叉污染、样品变质、测定目标物变化等。

#### 7.2.2 样品缩分

除全部样品用于制备试样的情况外，宜按如下原则进行样品缩分：

- a) 液体、半流体、半固体样品：均质样品摇匀或搅匀后分取，非均质样品采取多点取样混合；
- b) 粒状样品以及粉状样品：混匀后采用四分法进行缩分或多点取样混合；
- c) 个体较小数量较多且难以混匀的固体样品：多点随机抽取；
- d) 个体较大数量较少的固体食品样品：对称或等量切分。

#### 7.2.3 试样制备

根据检验要求，取缩分或不缩分样品的相应部位/部分制成试样：

- a) 固体、半固体样品：粉碎或匀浆至均质；
- b) 液体、半流体样品：均质样品称样前再次混匀，非均质样品需匀浆至均质；
- c) 食品接触材料样品按照《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则》（GB 31604.1）和《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则》（GB 5009.156）的规定制备。

### 7.3 试样储存要求

- 7.3.1 试样应放入清洁、惰性材质的密封容器内，试样容器可根据试样和测定目标性质采用广口玻璃瓶、聚乙烯瓶或袋等；
- 7.3.2 试样应在适宜的环境中保存，避免试样变质、污染，并在规定的期限内进行检验；
- 7.3.3 试样应有清晰的唯一性标识。

### 7.4 其他要求

相关食品安全国家标准有特殊规定的，从其规定。

## 8 检验要求

### 8.1 基本要求

应按照标准方法中规定的分析步骤进行检测，对试验中不安全因素（中毒、爆炸、腐蚀、烧伤等）应有防护措施。

### 8.2 试样前处理

#### 8.2.1 取样

称取、量取或移取试样时，样品质量或体积精度应满足标准方法规定要求。因试样中测定目标物浓度过高或过低需调整样品量时，调整后应不降低方法的性能指标，并进行技术验证。

#### 8.2.2 加标

对于内标法或添加回收样品，应在取试样后加入提取液之前进行加标操作。对于测定目标物在提取前无需水解的试样，加标后宜静置 30 分钟以上再进行提取操作；对于测定目标物在提取前需进行水解操作的试样，加标后宜在适宜条件下静置一段时间后再进行提取操作。

#### 8.2.3 蒸馏

对于沸点较高或热不稳定的目标物，宜采用减压蒸馏或水蒸汽蒸馏；进行蒸馏前，应先检查系统的气密性，防止蒸馏过程中目标物的损失；蒸馏烧瓶中所盛放液体不能超过其容积的 2/3，也不宜少于 1/3；加热温度应稍高于目标物的沸点；冷凝系统和接收系统应与蒸馏速度相适应；蒸馏完毕，应先停止加热，再停止冷凝系统工作。

#### 8.2.4 水解

当测定目标物在试样中全部或部分以结合态或络合态存在时，需要采用水解步骤将测定目标物游离出来，再进行提取或净化操作。常用的水解剂包括酸、碱和酶制剂等。

水解操作应注意不同种类试样对水解剂的消耗量可能存在差异，水解剂的用量应适当过量，并充分考虑试样基质的影响，严格控制水解条件，确保水解完全。

#### 8.2.5 炭化

试样需进行炭化处理时，可在电炉或电热板上进行炭化。炭化过程中应防止着明火，以免细灰粒被气流带出致损失。含脂肪的食品样品宜加盖并留适当缝隙炭化，直到无烟为止。

#### 8.2.6 灰化

对于需要灰化的试样，一般应首先将试样炭化。

将炭化后试样先在马弗炉中 200℃~250℃ 温度下灰化数小时后，通常再在 450℃ 下灰化 12h~24h，或按照待检验元素要求的温度灰化 12h~24h，直到灰分呈白色或灰白色疏松颗粒或粉末状为止，必要时可延长灰化时间。

灰化过程中应严格控制温度（可用石英温度计或校验合格的自动温度控制器控制），以免造成待测元素损失或样品烧结。

大米等难灰化的试样，可在灰化最后阶段取出冷却后加入适量的硝酸、过氧化氢或亚硝酸钠等助灰化剂加快灰化速度，在电炉或电热板上蒸干后，再继续在马弗炉中灰化，但要注意助灰化剂对测量结果的影响，必要时需进行校正。

#### 8.2.7 消解

进行消解操作时应按照标准方法的规定严格控制消解试剂用量、消解温度和消解时间，确保消解完全。消解操作应注意不同种类试样的消解条件可能存在差异，性质差异较大的试样不宜同批次消解。

#### 8.2.8 提取

除内标法外，宜提取 2-3 次以保证提取效率，提取溶剂的体积宜大于等于样品的体积。

进行提取操作时，应避免乳化等带来测定目标非预期的损失。

#### 8.2.9 净化

进行液液萃取净化操作时，应避免乳化等带来测定目标物非预期的变化。

采用商品化固相萃取柱、基质分散材料等进行净化操作时，净化材料应与标准方法中规定的净化材料一致或等效，必要时上样前进行活化处理。

#### 8.2.10 衍生化

衍生化操作应注意不同种类试样对衍生试剂的消耗量可能存在差异，衍生试剂的用量应适当过量，衍生化反应时间应足够，并充分考虑试样基质的影响。

#### 8.2.11 浓缩

浓缩操作应防止过干、温度过高、时间过长等对测定目标物稳定性的不利影响。

对于多个试样溶液同时浓缩的操作，应注意避免交叉污染。

对于减压浓缩操作，应小心控制压力，避免暴沸。

对于挥发性较强的测定目标物可添加保留剂以减少其在浓缩过程中的损失。

#### 8.2.12 复溶

复溶浓缩残渣时，宜选择与标准工作溶液相同组成的复溶液，以保持测量系统的一致性。

### 8.3 试样溶液的测定

8.3.1 进行检验前，应按照标准方法的规定，调整仪器状态，使其性能符合检验要求。

8.3.2 试样溶液的测定条件应与标准溶液一致，并按照标准方法的规定进行定性判定和定量测定。

8.3.3 当采用单点定量方法时，试样溶液中测定目标物的浓度应与标准溶液的浓度相近；当采用标准曲线法定量时，试样溶液中测定目标物的浓度应在线性范围内。

8.3.4 试样溶液浓度过高或过低（超出标准曲线线性范围）且标准方法无明确规定时，可通过稀释或浓缩重新定量，必要时应先做技术验证。

8.3.5 当方法存在显著基质效应且无法采用净化手段或内标法定量等消除基质效应影响时，可采用基质匹配标准曲线或基质加标标准曲线定量。选择基质匹配标准曲线和基质加标标准曲线定量时，应对基质的空白本底值进行评估，并避免空白基质与试样基质不一致造成的定量偏差。

8.3.6 对于内标法的标准曲线、基质匹配标准曲线、基质加标标准曲线，在样品测试浓度超出标准曲线线性范围后，不可直接稀释进样测定，需根据样品中的测定目标浓度重新制作标准曲线，或重新取样检验。

8.3.7 测定过程中，应对检验设备的稳定性进行必要的监控。

#### 8.4 空白试验

8.4.1 空白试验是指除不加试样外，采用完全相同的分析步骤、试剂和用量（滴定法中标准滴定液的用量除外），进行同批次操作。

8.4.2 空白试验结果主要用于扣除系统本底，以及监测检测系统是否有污染物。

#### 8.5 质量控制要求

8.5.1 样品检验时，应同时采用适宜的质量控制方法监控结果的有效性。

8.5.2 每一检验批至少选择一种质量控制方法。

8.5.3 当质量控制结果不符合预期要求时，该检验批检验结果无效。

## 9 检验结果的表述

- 9.1 测定值的运算和有效数字应符合数值修约规则。
- 9.2 检验结果保留小数点后的位数或有效位数，应满足食品安全国家标准的相关规定。
- 9.3 样品测定值的单位应使用法定计量单位，量和单位的表示见附录 C 表 C.1。
- 9.4 如果分析结果小于方法的检出限，用“未检出”或小于检出限表述分析结果，当用“未检出”表述分析结果时应注明检出限值；分析结果大于等于检出限但无定量限时，用实际检出值表述分析结果；分析结果大于等于检出限（或无检出限）但小于定量限时，用小于定量限表述分析结果；分析结果大于等于定量限时，用实际检出值表述分析结果；当无检出限和定量限时，用实际检出值表述分析结果。
- 9.5 当检验结果以两个或两个以上目标物之和计时，对于有限量的物质，小于定量限目标物的检验结果不计入；当所有目标物的检验结果均小于定量限时，加和检验结果以小于最大的定量限表述；当标准明确其他目标物以其中某一种目标物计时，加和时其他目标物应根据分子量进行折算。

## 10 检验原始记录要求

实验室应记录检验过程中的关键数据以及检验方法、设备、环境等信息，电子记录和纸质记录同等有效。记录的具体内容包括但不限于：

- a) 所采用的检验方法，当存在多个可选方法或可选步骤时，应明确记录所选择的方法和步骤；
- b) 实验过程产生的参与检测结果计算的所有数据；
- c) 与检测结果量值溯源密切相关的仪器设备信息；
- d) 检验方法中有明确要求或特殊要求的环境条件；
- e) 质控结果和其符合性判定结论。



## 附录 A

## 常用酸碱浓度表

(资料性附录)

常用酸碱浓度表(市售商品)见表 A.1。

表 A.1 常用酸碱浓度表(市售商品)

试剂名称	分子量	含量(质量分数) %	相对密度	浓度 mol/L
冰乙酸	60.05	99.5	1.05	17 (CH <sub>3</sub> COOH)
乙酸	60.05	36	1.04	6.3 (CH <sub>3</sub> COOH)
甲酸	46.02	90	1.20	23 (HCOOH)
盐酸	36.5	36~38	1.18 (约)	12 (HCl)
硝酸	63.02	65~68	1.4 (约)	16 (HNO <sub>3</sub> )
高氯酸	100.5	70	1.67	12 (HClO <sub>4</sub> )
磷酸	98.0	85	1.70	15 (H <sub>3</sub> PO <sub>4</sub> )
硫酸	98.1	96~98	1.84 (约)	18 (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )
氨水	17.0	25~28	0.88 (约)	15 (NH <sub>3</sub> ·H <sub>2</sub> O)

食品安全国家标准公开征求意见稿

## 附录 B

## 常用洗涤液的配制和使用方法

## (资料性附录)

- B.1 重铬酸钾-硫酸溶液 (100 g/L)：称取 100 g 重铬酸钾 (化学纯) 于 1000 mL 烧杯中，加入 100 mL 水，稍微加热，使其溶解。把烧杯放于水盆中冷却后，慢慢加入硫酸 (化学纯)，边加边用玻璃棒搅动，防止硫酸溅出，开始有沉淀析出，硫酸加到一定量时沉淀可溶解，加硫酸至溶液总体积为 1000 mL。该洗涤液具有强氧化性，但其氧化作用比较慢，直接接触器皿数分钟至数小时才有作用，待洗涤物取出后用自来水充分冲洗 7~10 次，最后用纯水淋洗 3 次。
- B.2 肥皂洗涤液、碱洗涤液、合成洗涤剂洗涤液：配制一定浓度，主要用于油脂和有机物的洗涤。
- B.3 氢氧化钾-乙醇洗涤液 (100 g/L)：取 100g 氢氧化钾用 50 mL 水溶解后，加乙醇至 1 L。该洗涤液适用洗涤油垢、树脂等。
- B.4 酸性草酸或酸性羟胺洗涤液：称取 10 g 草酸或 1g 盐酸羟胺，溶于 10 mL 盐酸溶液 (1+4) 中。该洗涤液可洗涤氧化性物质。对沾污在器皿上的氧化剂，酸性草酸洗涤液作用较慢，酸性羟胺洗涤液作用快且易洗净。
- B.5 硝酸洗涤液：常用体积比为 (1+9) 或 (1+4)，主要用于浸泡清洗测定金属离子时所使用的器皿。一般浸泡过夜，取出用自来水冲洗，再用去离子水冲洗。
- B.6 洗瓶机专用洗涤剂：需包含多重清洁机制，如溶解能力、增溶作用、润湿和乳化作用、水解作用、氧化作用等，并应具有良好的材料兼容性、低泡沫、易漂洗性和环保性。
- B.7 洗涤后的器皿应防止二次污染。

## 附录 C

## 常用的量、单位及其符号

(资料性附录)

常用的量、单位及其符号见表 C.1。

表 C.1 常用的量、单位及其符号

序号	量的名称	量的符号	单位名称及符号
1	因变量	$X$	依检测目标而不同
2	质量	$m$	千克 (kg)、克 (g)、毫克 (mg)、微克 ( $\mu\text{g}$ )、纳克 (ng)
3	物质的量	$n$	摩尔 (mol)、毫摩尔 (mmol)、微摩尔 ( $\mu\text{mol}$ )
4	体积	$V$	升 (L)、毫升 (mL)、微升 ( $\mu\text{L}$ )、纳升 (nL)
5	质量分数	$w$	克/100克 (g/100g)、克/千克 (g/kg)、毫克/千克 (mg/kg)、微克/千克 ( $\mu\text{g/kg}$ )
6	质量浓度	$\rho$	克/升 (g/L)、毫克/升 (mg/L)、微克/升 ( $\mu\text{g/L}$ )
7	摩尔浓度	$c$	摩尔/升 (mol/L)、毫摩尔/升 (mmol/L)、微摩尔/升 ( $\mu\text{mol/L}$ )
8	长度	$l$	米 (m)、分米 (dm)、厘米 (cm)、毫米 (mm)
9	宽度	$b$	米 (m)、分米 (dm)、厘米 (cm)、毫米 (mm)
10	高度	$h$	米 (m)、分米 (dm)、厘米 (cm)、毫米 (mm)
11	厚度	$\delta$	米 (m)、分米 (dm)、厘米 (cm)、毫米 (mm)
12	面积	$A$	平方米 ( $\text{m}^2$ )、平方分米 ( $\text{dm}^2$ )、平方厘米 ( $\text{cm}^2$ )、平方毫米 ( $\text{mm}^2$ )
13	时间	$t$	日 (d)、时 (h)、分 (min)、秒 (s)
14	相对密度	$d$	无量纲
15	能量	$E$	千焦 (kJ)、焦 (耳) (J)
16	压力, 压强	$P$	大气压 (atm)、托 (Torr, torr)、毫米汞柱 (mmHg)、帕斯卡 (Pa)
17	温度	$T$	摄氏度 ( $^{\circ}\text{C}$ )、开 (尔文) (K)
18	相对分子质量	$M_r$	无量纲
19	频率	$f$	赫兹 (Hz)
20	波长	$\lambda$	纳米 (nm)