SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 0944—2000

出口冻虾及虾制品中吲哚检验方法 比色法

Method for the determination of indole in frozen shrimp and shrimp products for export—Colorimetric method

2000-09-15 发布　　2000-12-31 实施

中华人民共和国国家出入境检验检疫局　发布

前　言

本标准是按照GB/T 1.1—1993《标准化工作导则　第1单元：标准的起草与表述规则　第1部分：标准编写的基本规定》的要求编写的。其中测定方法等效采用美国《美国公职分析化学家协会公定分析方法》1995年第十六版35.1.33“蟹肉、牡蛎和小虾中的吲哚——比色法”，但在技术内容上稍作改变，经验证后，按规定格式要求作了编辑性修改。本标准同时制定了抽样和制样方法。

测定低限是根据国际上对虾及虾制品中吲哚含量要求和测定方法的灵敏度而制定的。

本标准由中华人民共和国国家出入境检验检疫局提出并归口。

本标准由中华人民共和国浙江出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：许顺华、倪洪生。

本标准系首次发布的行业标准。

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

出口冻虾及虾制品中吲哚检验方法 比色法

SN/T 0944—2000

Method for the determination of indole in frozen shrimp and shrimp products for export—Colorimetric method

1 范围

本标准规定了出口冻虾及虾制品中吲哚检验的抽样、制样和分光光度测定方法。

本标准适用于出口冻无头虾、冻虾仁及其制品中吲哚的检验。

出口冻蟹肉、牡蛎可参照本方法执行。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

SN/T 0376—1995 出口水产品检验抽样方法

SN/T 0378—1995 出口冷冻水产品解冻方法

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 检验批

以同一产地、同一条件下加工的同一品种、同一等级、同一规格的产品为一检验批，或以出口报验批为一检验批。

4 抽样和制样

4.1 抽样数量

按 SN/T 0376 标准抽取样品。样品总量不少于 2 kg，标明标记，及时送交实验室。

4.2 试样制备

按 SN/T 0378 方法进行解冻。样品经混匀后，随机取出 1 kg，经均质机均质，均分成两份，分别装入清洁容器内，作为试样，加封并标明标记。

5 测定方法

5.1 方法提要

样品中的吲哚随水蒸气蒸馏蒸出，用三氯甲烷萃取，加显色剂振摇，分离出酸层，以乙酸定容，用分光光度计测定，标准曲线法定量。

5.2 试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为蒸馏水。

中华人民共和国国家出入境检验检疫局 2000-09-15 批准　　2000-12-31 实施

5.2.1 无水乙醇。

5.2.2 磷酸。

5.2.3 浓盐酸。

5.2.4 消泡剂：聚醚。

5.2.5 饱和硫酸钠。

5.2.6 三氯甲烷。

5.2.7 显色剂：对二甲氨基苯甲醛。

显色剂的配制：溶解 0.4 g 对二甲氨基苯甲醛于 5 mL 乙酸中，加 92 mL 磷酸和 3 mL 盐酸混匀。由于对二甲氨基苯甲醛的纯度影响试剂空白的强度，如果试剂是黄色的，则按下述方法提纯。

溶解 100 g 对二甲氨基苯甲醛于 600 mL 盐酸(1＋6)中，加 300 mL 水，边用力搅拌边缓慢地加入 10%氢氧化钠溶液沉淀对二甲氨基苯甲醛，一出现白色沉淀，停止加氢氧化钠溶液，过滤，弃去沉淀。继续中和至对二甲氨基苯甲醛大部分沉淀。过滤，并用水洗涤沉淀至洗液不再呈酸性。将对二甲氨基苯甲醛干燥，应为白色，置于干燥器中保存。

5.2.8 乙酸：若该试剂与显色剂反应后变为桃红色，则按以下方法提纯：将 500 mL 乙酸、25 g 高锰酸钾和 20 mL 硫酸，依次加到 1 000 mL 圆底锥形烧瓶中，在全玻璃蒸馏器中蒸馏，收集馏出液应不大于 400 mL。

5.2.9 稀盐酸：(5＋95)。

5.2.10 吲哚标准液：精确称取 20 mg 吲哚，加乙醇溶解，定容至 200 mL，其浓度为 0.10 mg/mL。贮存在冰箱中，两周内使用有效。标准工作液作 1∶10 稀释。

5.3 仪器和设备

5.3.1 分光光度计。

5.3.2 蒸馏装置：使用单独的蒸汽发生器。蒸汽发生器可由 1 000 mL 锥形瓶制成。用最短的橡皮管与全玻璃蒸汽蒸馏瓶连接，蒸馏瓶容量应在 500 mL 以上，用 500 mL 锥形瓶作接受器。(没有保护层的天然或合成橡胶连接器和塞，会产生不同的蒸馏空白)。

5.3.3 均质器。

5.4 测定步骤

5.4.1 试样处理

称取试样(25～50)g(取决于所预计的吲哚量)(蟹肉、牡蛎称取 50 g 样品)，移至均质器中，加 80 mL乙醇(蟹肉、牡蛎加 80 mL 水)，均质(3 000 r/min×5 min)。转入蒸馏瓶中，用少量乙醇冲洗均质器(蟹肉、牡蛎用少量水冲洗)，加 5 滴消泡剂。

将蒸馏瓶与蒸汽发生器连接，缓慢地供汽至开始蒸馏(注意通入蒸汽不可太猛以免产生过多泡沫)。给蒸汽发生器提供足够的热量，使蒸馏瓶保持(80～90)mL 的体积，在约 45 min 内收集 450 mL 蒸馏液(蟹肉、牡蛎收集 350 mL)，用少量乙醇洗涤蒸馏瓶，并入接受瓶中。

将馏出液移至 500 mL 分液漏斗中，加入 5 mL 稀盐酸和 5 mL 饱和硫酸钠溶液，依次用 25、20 和 15 mL 三氯甲烷提取，每次用力振摇 1 min，静置分层。先将 25 mL 和 20 mL 三氯甲烷提取液合并到另一 500 mL 分液漏中，依次加入 400 mL 水、5 mL 饱和硫酸钠溶液和 5 mL 稀盐酸洗涤，保留洗涤液，通过脱脂棉花将合并的提取液滤入干燥的 125 mL 分液漏斗中。再用同一洗涤液洗涤 15 mL 三氯甲烷提取液，将三氯甲烷合并入同一 125 mL 分液漏斗中。

5.4.2 测定

加 10 mL 显色剂于合并的三氯甲烷提取液中，用力振摇 2 min，使酸层尽可能地分层。取 8 mL 酸层移至 50 mL 容量瓶中，用乙酸稀释定容，混匀，移取该溶液于分光光度计比色池中，在 560 nm 处测定吸光度 A。将 8 mL 显色剂用乙酸稀释定容至 50 mL，混匀，测定空白。

通过蒸汽蒸馏一组新制备的吲哚标准工作液，分别移取 1，2，3，4，5 mL 按 5.4 制备标准曲线。不加

吲哚标准工作液，按同样方法测定蒸馏空白。

5.5 空白试验

除不加样品外，按 5.4 测定步骤进行。

5.6 结果计算和表述

按式(1)计算样品中吲哚含量：

$$X = \frac{A}{m} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：X——试样中吲哚含量，μg/100 g；

A——从标准曲线上查得的吲哚量，μg；

m——最终测试样液所代表的样品量，g。

注：空白值应从计算结果中扣除。

6 测定低限、回收率

6.1 测定低限

本方法测定低限为 200 μg/kg。

6.2 回收率

虾仁中吲哚的添加浓度和回收率的实验数据：

添加浓度在 20 μg/100 g 时，回收率为 96.4%；

添加浓度在 60 μg/100 g 时，回收率为 95.8%；

添加浓度在 100 μg/100 g 时，回收率为 97.5%。