

GB 16869—2005

A.7 允许差

同一样品两次测定值之差,不得超过平均值的 20%。

A.8 准确度

准确度以回收率表示。

视需要将某种有机磷农药标准应用液(A.2.9.2)加入禽(畜)肉中,或鸡蛋中,或牛奶中,做回收率试验,应在 70%~110%范围内。

回收率按式(A.2)计算:

$$Y = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(A.2)$$

式中:

Y——回收率, %;

m_1 ——样品中加入标准应用液后的某种组分检出量;

m_2 ——样品中某种组分含量;

m ——加入某种组分的量。

GB 16869—2005

ICS 67.120.20
X 18



中华人民共和国国家标准

GB 16869—2005
代替 GB 16869—2000

鲜、冻禽产品

Fresh and frozen poultry product



GB 16869—2005

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-22585

定价: 12.00 元

2005-03-23 发布

2006-01-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

中华人民共和国
国家标准
鲜、冻禽产品
GB 16869—2005

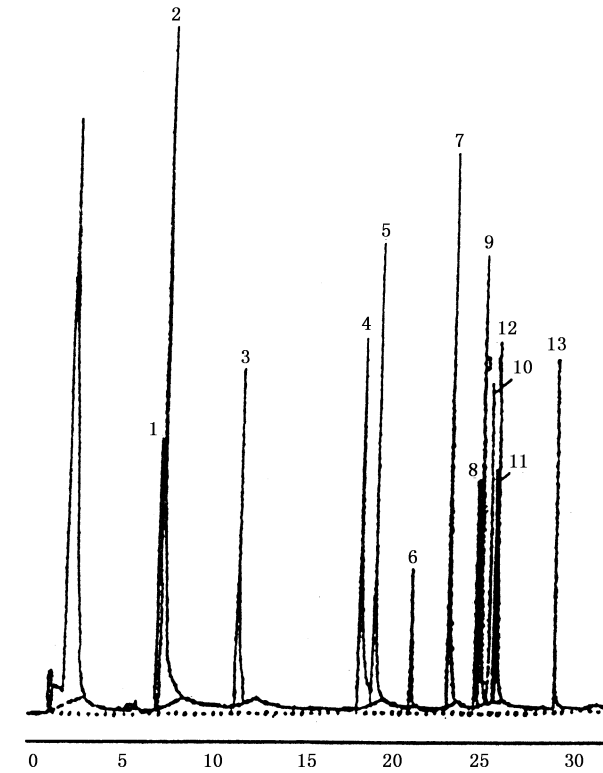
*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.bzcs.com
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
2005年6月第一版 2005年6月第一次印刷

*
书号: 155066·1-22585 定价 12.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



- 1—甲胺磷;
- 2—敌敌畏;
- 3—乙酰甲胺磷;
- 4—久效磷;
- 5—乐果;
- 6—乙拌磷;
- 7—甲基对硫磷;
- 8—杀螟硫磷;
- 9—虫螨磷;
- 10—马拉硫磷;
- 11—倍硫磷;
- 12—对硫磷;
- 13—乙硫磷。

图 A.1 13种有机磷农药色谱图

A.6 分析结果的表述

样品中某种有机磷农药残留量按式(A.1)计算:

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000} = \frac{m_1 \times V_2}{m \times V_1} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

- X——样品中某种有机磷农药残留量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m——样品质量,单位为克(g);
- m₁——试液中某种有机磷农药的含量,单位为纳克(ng);
- V₁——进样体积,单位为微升(μL);
- V₂——试液最终定容体积,单位为毫升(mL)。

A.3.3 凝胶净化柱:长30 cm,内径2.5 cm,具有活塞玻璃层析柱,柱底铺垫少许玻璃棉;将经乙酸乙酯-环己烷(1:1)洗脱剂浸泡的凝胶,以湿法装入柱中;柱床高约26 cm,胶床始终保持在洗脱剂中。

A.4 试样的制备

A.4.1 蛋与蛋制品:去壳,制成匀浆。

A.4.2 肉与肉制品:去筋、去骨后切成小块,制成肉糜。

A.4.3 乳与乳制品:混匀。

A.5 分析步骤

A.5.1 提取、分配、浓缩

A.5.1.1 蛋与蛋制品:称取试样20 g(精确至0.01 g)于100 mL具塞三角瓶中,加水5 mL(视样品水分含量加水,使总水量约20 g;通常鲜鸡蛋含水量约75%,加5 mL水即可),加40 mL丙酮,振摇30 min。加氯化钠6 g,充分摇匀,再加30 mL二氯甲烷,振摇30 min。取35 mL上清液,经无水硫酸钠滤于旋转蒸发瓶中,浓缩至约1 mL。加2 mL乙酸乙酯-环己烷(1:1)溶液再浓缩。重复此操作3次,浓缩至约1 mL。

A.5.1.2 肉与肉制品:称取试样20 g(精确至0.01 g)于100 mL具塞三角瓶中,加水6 mL(视试样水分含量加水,使总水量约20 g;通常鲜肉含水量约70%,加6 mL水即可)。以下按A.5.1.1操作。

A.5.1.3 乳与乳制品:称取试样20 g(精确至0.01 g)于100 mL具塞三角瓶中(鲜牛乳不需加水,直接用丙酮提取即可)。以下按A.5.1.1操作。

A.5.2 净化

将制备好的浓缩液(A.5.1)经凝胶净化柱,用乙酸乙酯-环己烷(1:1)溶液洗脱。收集35 mL~70 mL馏分,旋转蒸发浓缩至约1 mL。再经凝胶净化柱净化,收集35 mL~70 mL馏分,旋转蒸发浓缩至约1 mL。转入另一具有刻度的5 mL试管中,用约5 mL乙酸乙酯分数次洗涤旋转蒸发瓶,洗液移入同一试管中。用氮气吹至1 mL以下,再用乙酸乙酯定容至1 mL,留待色谱分析。

A.5.3 色谱条件

A.5.3.1 色谱柱:弹性石英毛细管柱,内径0.32 mm,长30 m;涂以SE-54,厚度为0.25 μm。

A.5.3.2 柱温:程序升温

$$60^{\circ}\text{C}/1\text{ min} \xrightarrow{40^{\circ}\text{C}/\text{min}} 110^{\circ}\text{C} \xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}} 235^{\circ}\text{C} \xrightarrow{40^{\circ}\text{C}/\text{min}} 265^{\circ}\text{C}$$

A.5.3.3 进样口温度:270℃。

A.5.3.4 检测器:火焰光度检测器(FPD—P),温度270℃。

A.5.3.5 载气:氮气,流速1 mL/min,尾吹50 mL/min。

A.5.3.6 氢气和空气流速:氢气50 mL/min,空气500 mL/min。

A.5.4 测定

分别量取1 μL混合有机磷农药标准应用液(A.2.9.2)及试样净化液(A.5.2)注入色谱仪中。以保留时间定性,试样和标准应用液的峰高或峰面积比较定量。

A.5.5 13种有机磷农药色谱图

13种有机磷农药色谱图见图A.1。

前 言

本标准的第6章为推荐性,其余为强制性。

本标准代替GB 16869—2000《鲜、冻禽产品》。

本标准与GB 16869—2000相比主要变化如下:

——不再规定甲胺磷、盐酸克伦特罗的检出限量;

——增加了面积不超过0.5 cm²的淤血忽略不计、淤血片数和硬杆毛计算方法、检验规则;

——对某些技术要求作了调整;

——冻禽产品的冻结中心温度调整为不高于-18℃;

——解冻失水率调整为不得超过6%;

——铅的限量调整为不得超过0.2 mg/kg;

——农药六六六残留限量调整为不得超过0.1 mg/kg(以全样计)、1 mg/kg(以脂肪计);

——冻禽产品的大肠菌群限量调整为不超过5×10³ MPN/100 g;

——沙门氏菌检出限量调整为“0/25 g”;

——致泻大肠埃希氏菌检出限量调整为出血性大肠埃希氏菌(O157:H7)检出限量为0/25 g;

——己烯雌酚的测定方法调整为“按SN 0672规定的方法测定”。

本标准第6章例行检验、交收检验的抽样方案和一般缺陷允许数是等同采用CAC/RM 42—1969《预包装食品的取样方案》中的检验标准I和检验标准II。

本标准的附录A为规范性附录。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会、卫生部卫生标准技术委员会食品卫生标准专业委员会共同提出。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:卫生部食品卫生监督检验所、全国食品工业标准化技术委员会秘书处、上海市卫生局卫生监督所负责起草,国内贸易局屠宰技术鉴定中心、农业部畜禽产品质检中心、中国肉类协会、中华人民共和国北京出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局参加起草。

本标准主要起草人:郝煜、韩玉莲、谷京宇、阮炳琪、蔺立男、杨晓明、刘弘、刘素英、李春风、谭国英。

本标准的附录A起草单位:中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、卫生部食品卫生监督检验所。

本标准的附录A主要起草人:陈惠京、王绪卿、杨大进、吴国华。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 2710—1996、GB 16869—1997、GB 16869—2000。