

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

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

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。

鲜、冻禽产品

1 范围

本标准规定了鲜、冻禽产品的技术要求、检验方法、检验规则和标签、标志、包装、贮存的要求。

本标准适用于健康活禽经屠宰、加工、包装的鲜禽产品或冻禽产品，也适用于未经包装的鲜禽产品或冻禽产品。

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 191 包装储运图示标志
- GB/T 4789.2—2003 食品卫生微生物学检验 菌落总数测定
- GB/T 4789.3—2003 食品卫生微生物学检验 大肠菌群测定
- GB/T 4789.4—2003 食品卫生微生物学检验 沙门氏菌检验
- GB/T 5009.11—2003 食品中总砷及无机砷的测定方法
- GB/T 5009.12—2003 食品中铅的测定方法
- GB/T 5009.17—2003 食品中总汞及有机汞的测定方法
- GB/T 5009.19—2003 食品中六六六、滴滴涕残留量的测定
- GB/T 5009.44—2003 肉与肉制品卫生标准的分析方法
- GB/T 6388 运输包装收发货标志
- GB 7718 预包装食品标签通则
- GB/T 14931.1—1994 畜禽肉中土霉素、四环素、金霉素残留量测定方法(高效液相色谱法)
- SN 0208—1993 出口肉中十种磺胺残留量检验方法
- SN/T 0212.3—1993 出口禽肉中二氯二甲吡啶酚残留量检验方法 丙酰化-气相色谱法
- SN 0672—1997 出口肉及肉制品中己烯雌酚残留量检验方法 放射免疫法
- SN/T 0973—2000 进出口肉及肉制品中肠出血性大肠杆菌 O157 : H7 检验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

鲜禽产品 fresh poultry product

将活禽屠宰、加工后，经预冷处理的冰鲜产品；包括净膛后的整只禽、整只禽的分割部位(禽肉、禽翅、禽腿等)、禽的副产品[禽头、禽脖、禽内脏、禽脚(爪)等]。

3.2

冻禽产品 frozen poultry product

将活禽屠宰、加工后，经冻结处理的产品；包括净膛后的整只禽、整只禽的分割部位(禽肉、禽翅、禽腿等)、禽的副产品[禽头、禽脖、禽内脏、禽脚(爪)等]。

3.3

异物 impurity

正常视力可见的杂物或污染物,如禽的黄色表皮、禽粪、胆汁、其他异物(塑料、金属、残留饲料等)。

4 技术要求

4.1 原料

屠宰前的活禽应来自非疫区,并经检疫、检验合格。

4.2 加工

屠宰后的禽体应经检疫、检验合格后,再进行加工。

4.2.1 整修

应修除或割除禽体各部位的外伤、血点、血污、羽毛根等。

4.2.2 分割

分割禽体时应先预冷后分割;从放血到包装、入冷库的时间不得超过 2 h。

4.3 冻结

需冻结的产品,其中心温度应在 12 h 内达到-18℃,或-18℃以下。

4.4 感官性状

应符合表 1 的规定。

表 1

项 目	鲜 禽 产 品	冻禽产品(解冻后)
组织状态	肌肉富有弹性,指压后凹陷部位立即恢复原状	肌肉指压后凹陷部位恢复较慢,不易完全恢复原状
色 泽	表皮和肌肉切面有光泽,具有禽类品种应有的色泽	
气 味	具有禽类品种应有的气味,无异味	
加热后肉汤	透明澄清,脂肪团聚于液面,具有禽类品种应有的滋味	
淤血[以淤血面积(S)计]/cm ² S>1 0.5<S≤1 S≤0.5	不得检出 片数不得超过抽样量的 2% 忽略不计	
硬杆毛(长度超过 12 mm 的羽毛,或直径超过 2 mm 的羽毛根)/(根/10 kg) ≤	1	
异 物	不得检出	
注:淤血面积指单一整禽,或单一分割禽的一片淤血面积。		

4.5 理化指标

鲜禽产品和冻禽产品应符合表 2 的规定。

表 2

项 目	指 标
冻禽产品解冻失水率/(%) ≤	6
挥发性盐基氮/(mg/100 g) ≤	15
汞(Hg)/(mg/kg) ≤	0.05

表 2(续)

项 目			指 标
铅(Pb)/(mg/kg)			≤ 0.2
砷(As)/(mg/kg)			≤ 0.5
六六六/(mg/kg)	脂肪含量低于 10%时,以全样计	≤	0.1
	脂肪含量不低于 10%时,以脂肪计	≤	1
滴滴涕/(mg/kg)	脂肪含量低于 10%时,以全样计	≤	0.2
	脂肪含量不低于 10%时,以脂肪计	≤	2
敌敌畏/(mg/kg)			≤ 0.05
四环素/(mg/kg)	肌肉	≤	0.25
	肝	≤	0.3
	肾	≤	0.6
金霉素/(mg/kg)			≤ 1
土霉素/(mg/kg)	肌肉	<	0.1
	肝	≤	0.3
	肾	≤	0.6
磺胺二甲嘧啶/(mg/kg)			≤ 0.1
二氯二甲吡啶酚(克球酚)/(mg/kg)			≤ 0.01
己烯雌酚			不得检出

4.6 微生物指标

应符合表 3 的规定。

表 3

项 目	指 标	
	鲜禽产品	冻禽产品
菌落总数/(cfu/g) ≤	1×10 ⁶	5×10 ⁵
大肠菌群/(MPN/100 g) ≤	1×10 ⁴	5×10 ³
沙门氏菌	0/25 g ^a	
出血性大肠埃希氏菌(O157:H7)	0/25 g ^a	
^a 取样个数为 5。		

5 检验方法

5.1 感官性状

冻禽产品应解冻后鉴别。

5.1.1 组织状态、色泽、气味

将抽取微生物检验试样后的全部样品,置于自然光或相当于自然光的感官评定室。用触觉鉴别法鉴别组织状态;视觉鉴别法鉴别色泽;嗅觉鉴别法鉴别气味。

5.1.2 加热后肉汤

将试样(6.5.4)切碎,称取 20 g,置于 200 mL 烧杯中,加水 100 mL,盖上表面皿,加热至 50℃~

60℃。取下表面皿,用嗅觉鉴别法鉴别气味。煮沸后鉴别肉汤性状、脂肪凝聚状况。降至室温后品尝肉汤滋味。

5.1.3 淤血

鉴别组织状态、色泽、气味后,用适当方法测量淤血面积。

一个基本箱中 $0.5\text{ cm}^2 < S \leq 1\text{ cm}^2$ 的淤血片数占同一基本箱中产品总数的比例,按式(1)计算:

$$X = \frac{A_1}{A} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X——一个基本箱中 $0.5\text{ cm}^2 < S \leq 1\text{ cm}^2$ 的淤血片数占同一基本箱中产品总数(整禽以只计,禽肉以块计,禽腿或禽翅以个计,下同)的比例,%;

A——一个基本箱中产品总数;

A₁——一个基本箱中 $0.5\text{ cm}^2 < S \leq 1\text{ cm}^2$ 的淤血片数。

5.1.4 硬杆毛

与鉴别组织状态、色泽、气味同时进行。用精度为 0.05 mm 的游标卡尺测量,一个基本箱中每 10 kg 硬杆毛数量按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{A_2}{m} \times 10 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X₁——一个基本箱中每 10 kg 硬杆毛数量;

A₂——一个基本箱中硬杆毛实际数量;

m——一个基本箱的实际质量,单位为千克(kg)。

5.1.5 异物

用视觉鉴别法,与鉴别组织状态、色泽、气味同时进行。

5.2 解冻失水率

5.2.1 仪器和工具

电子秤:感量 1 g;

温度计:—10℃~50℃,分度值 0.5℃;

搪瓷盘、铁丝网。

5.2.2 测定步骤

将铁丝网置于搪瓷盘内,使铁丝网与搪瓷盘底部的距离大于 2 cm。从抽取的试样(6.5.2)中取 1 000 g~2 000 g,用电子秤称量后置于铁丝网上。在试样上覆盖塑料膜,使试样在 15℃~25℃自然解冻。待试样中心温度达到 2℃~3℃时去掉塑料膜,用电子秤称量。再将试样置于铁丝网上放置 30 min,称量。重复放置30 min的操作,直至连续两次称量差不超过 2.0 g。

5.2.3 测定结果的表述

试样解冻失水率按式(3)计算:

$$X_2 = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

X₂——试样解冻失水率,%;

m——试样解冻前的质量,单位为克(g);

m₁——试样解冻后的质量,单位为克(g)。

计算结果保留至整数。

5.3 挥发性盐基氮

按 GB/T 5009.44—2003 中 4.1 规定的方法测定。

5.4 汞

按 GB/T 5009.17—2003 规定的方法测定。

5.5 砷

按 GB/T 5009.11—2003 规定的方法测定。

5.6 铅

按 GB/T 5009.12—2003 规定的方法测定。

5.7 六六六、滴滴涕

按 GB/T 5009.19—2003 规定的方法测定。

5.8 敌敌畏

按附录 A 规定的方法测定。

5.9 四环素、金霉素、土霉素

按 GB/T 14931.1—1994 规定的方法测定。

5.10 磺胺二甲嘧啶

按 SN 0208—1993 规定的方法测定。

5.11 二氯二甲吡啶酚(克球酚)

按 SN/T 0212.3—1993 规定的方法测定。

5.12 己烯雌酚

按 SN 0672—1997 规定的方法测定。

5.13 菌落总数

按 GB/T 4789.2—2003 规定的方法检验。

5.14 大肠菌群

按 GB/T 4789.3—2003 规定的方法检验。

5.15 沙门氏菌

按 GB/T 4789.4—2003 规定的方法检验。

5.16 出血性大肠埃希氏菌 O157:H7

按 SN/T 0973—2000 规定的方法检验。

5.17 产品中心温度

5.17.1 温度计

—20℃～50℃的非汞柱玻璃温度计或其他温度测量仪。

5.17.2 测定步骤

用直径略大于温度计直径的钻头,钻至肌肉深层中心。拔出钻头,立即将非汞柱玻璃温度计(或其他温度测量仪)插入肌肉深层,待读数稳定后读取温度计所示温度。

6 检验规则

6.1 检验分类

6.1.1 例行检验

6.1.1.1 有下列情况之一时,应进行例行检验:

- a) 一次提交检验的孤立批产品;
- b) 活禽产地变动;
- c) 新建厂首次加工;
- d) 连续加工 6 个月,或停产后恢复加工;
- e) 交收检验结果与上次例行检验结果有较大差异;
- f) 质量监督机构或卫生监督机构提出要求。

6.1.1.2 例行检验项目包括表 1、表 2、表 3 规定的项目。

6.1.2 交收检验

6.1.2.1 所有产品出厂时应进行交收检验。

6.1.2.2 交收检验项目包括表 1 规定的项目、冻禽产品解冻失水率、挥发性盐基氮、菌落总数和大肠菌群。

6.2 组批

6.2.1 连续批

同加工条件、同部位(整禽、禽肉、禽翅、禽腿、禽头、禽脚、禽内脏)、同包装、一次交货的产品为一批。批量以基本包装箱(以下简称基本箱)计。

6.2.2 孤立批

同部位(整禽、禽肉、禽翅、禽腿、禽头、禽脚、禽内脏)、同包装、一次提交检验的产品为一批。批量以基本箱计。

6.3 抽样

6.3.1 例行检验抽样

根据组批量大小,按表 4 规定的样品量,随机抽取样品。

表 4

批量(基本箱)	样品量(基本箱)	一般缺陷允许数(基本箱)
600 或 600 以下	13	2
601~2 000	21	3
2 001~7 200	29	4
7 201~15 000	48	6
15 001~24 000	84	9
24 001~42 000	126	13
42 000 以上	200	19

6.3.2 交收检验抽样

根据组批量大小,按表 5 规定的样品量,随机抽取样品。

表 5

批量(基本箱)	样品量(基本箱)	一般缺陷允许数(基本箱)
600 或 600 以下	6	1
601~2 000	13	2
2 001~7 200	21	3
7 201~15 000	29	4
15 001~24 000	48	6
24 001~42 000	84	9
42 000 以上	126	13

6.4 试样抽取程序和检验程序

鲜禽产品和冻禽产品试样抽取程序和检验程序见图 1。

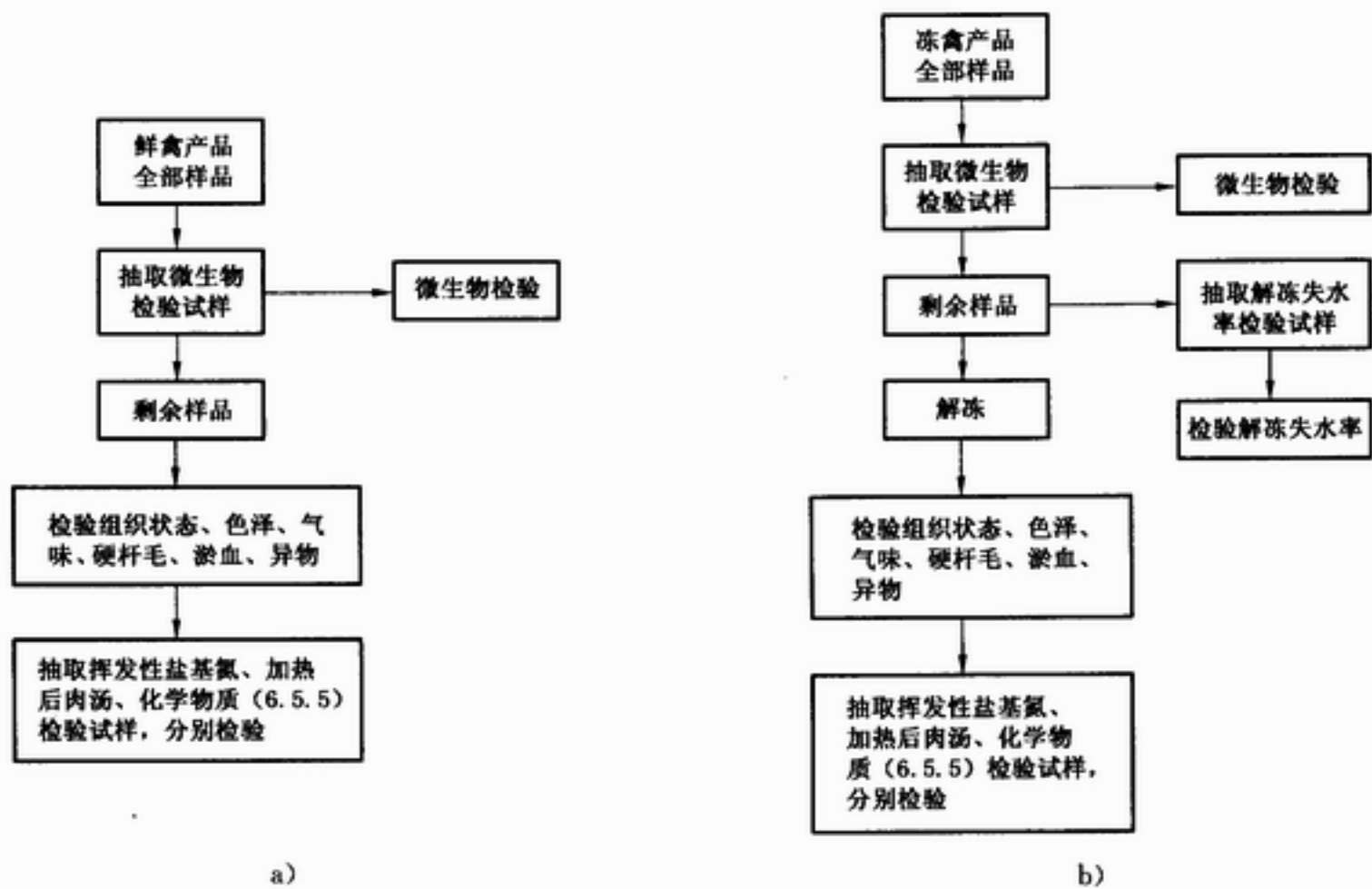


图 1 鲜禽产品和冻禽产品试样抽取程序和检验程序

6.5 试样抽取方法

以下试样不应带有淤血、硬杆毛或异物。

6.5.1 微生物检验试样

从抽取的全部样品中随机选取(3~5)个基本箱,按无菌操作从每个基本箱中取试样约 100 g,混合。
注:在混合样品中取 5 份(每份 25 g)作为沙门氏菌检验试样;同样在混合样品中取 5 份(每份 25 g)作为大肠埃希氏菌检验试样。

6.5.2 解冻失水率检验试样

从抽取的冻禽产品样品全体随机选取(3~5)个基本箱,各取约 500 g,混合后置于保温容器内。

6.5.3 挥发性盐基氮检验试样

从抽取的样品全体随机选取 3 个基本箱,各取不带脂肪、禽骨的样品约 100 g,混合。

6.5.4 加热后肉汤检验试样

从抽取的整禽、禽肉、禽翅或禽腿全部样品中,随机选取 3 个基本箱,各取禽肉 100 g,混合。

6.5.5 化学物质(表 2 中汞、己烯雌酚等 12 种)检验试样

从抽取的样品全体随机选取 3 个基本箱,各取可食部分约 200 g,混合。

6.6 判定规则与复验

6.6.1 缺陷分类

- 6.6.1.1 一般缺陷:指淤血、硬杆毛不符合本标准。
- 6.6.1.2 严重缺陷:指组织状态、色泽、气味、加热后肉汤和表 2、表 3 所列项目不符合本标准,有正常视力可见异物。

6.6.2 各项检验结果的判定

6.6.2.1 淤血、硬杆毛检验结果的判定:淤血、硬杆毛检验结果以一个基本箱为判定单位。

示例 1:
样品全体为 6 个基本箱,按顺序编号。
检验结果:1 号基本箱淤血和 3 号基本箱硬杆毛不符合本标准。
判定:2 个基本箱有一般缺陷。

示例 2:

样品全体为 13 个基本箱,按顺序编号。

检验结果:1 号~13 号基本箱硬杆毛不符合本标准,8 号基本箱淤血不符合本标准。

判 定:13 个基本箱有一般缺陷。

6.6.2.2 组织状态、色泽、气味、加热后肉汤和表 2、表 3 所列项目检验结果的判定:检验结果有任何一项不符合本标准,判定抽取样品的全体有严重缺陷。

6.6.3 例行检验判定与复验

6.6.3.1 例行检验项目(6.1.1.2)全部符合本标准,判定整批产品合格。

6.6.3.2 例行检验结果有一项严重缺陷(6.6.1.2)不符合本标准,判定整批产品不合格,不应复验。

6.6.3.3 例行检验结果的一般缺陷(6.6.1.1)未超过表 4 规定的一般缺陷允许数,判定整批产品合格;超过表 4 规定的一般缺陷允许数,可按表 4 重新抽样复验,依复验结果和表 4(一般缺陷允许数)判定整批产品合格或不合格。

6.6.4 交收检验判定与复验

6.6.4.1 交收检验项目(6.1.2.2)全部符合本标准,判定整批产品合格。

6.6.4.2 交收检验结果有一项严重缺陷(6.6.1.2)不符合本标准,判定整批产品不合格,不应复验。

6.6.4.3 交收检验结果的一般缺陷(6.6.1.1)未超过表 5 规定的一般缺陷允许数,判定整批产品合格;超过表 5 规定的一般缺陷允许数,可按表 4 重新抽样复验,依复验结果和表 4(一般缺陷允许数)判定整批产品合格或不合格。

7 标签、标志、包装、贮存

7.1 标签、标志

7.1.1 标签

直接销售给消费者的标签应符合 GB 7718 的规定。

7.1.2 运输包装标志

运输包装的图示和收发货标志应符合 GB/T 191 和 GB/T 6388 的规定。

7.2 包装

鲜禽产品或冻禽产品都应有包装。使用全新的、符合相应卫生标准的包装材料。

7.3 贮存

冻禽产品应贮存在-18℃以下的冷冻库,库温一昼夜升降幅度不得超过 1℃。

附录 A

(规范性附录)

动物性食品中有机磷农药多组分残留量的测定

本附录适用于畜禽肉、乳与乳制品、蛋与蛋制品中有机磷农药多组分(甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、久效磷、乐果、乙拌磷、甲基对硫磷、杀螟硫磷、虫螨磷、马拉硫磷、倍硫磷、对硫磷、乙硫磷)残留量的测定。

最低检出限量($\mu\text{g}/\text{kg}$)分别为:甲胺磷 5.7、敌敌畏 3.5、乙酰甲胺磷 10.0、久效磷 12.0、乐果 2.6、乙拌磷 1.2、甲基对硫磷 2.6、杀螟硫磷 2.9、虫螨磷 2.5、马拉硫磷 2.8、倍硫磷 2.1、对硫磷 2.6、乙硫磷 1.7。

A.1 方法提要

样品经提取、净化、浓缩、定容、分离(毛细管柱气相色谱分离),用火焰光度检测器检测,以保留时间定性,外标法定量。

出峰顺序:甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、久效磷、乐果、乙拌磷、甲基对硫磷、杀螟硫磷、虫螨磷、马拉硫磷、倍硫磷、对硫磷、乙硫磷。

A.2 试剂

本试验方法所用试剂,除另有规定外,均为分析纯试剂;实验用水应符合 GB/T 6682 中二级水的规定。

A.2.1 丙酮:重蒸馏。

A.2.2 二氯甲烷:重蒸馏。

A.2.3 乙酸乙酯:重蒸馏。

A.2.4 环己烷:重蒸馏。

A.2.5 氯化钠。

A.2.6 无水硫酸钠。

A.2.7 凝胶:Bio-Beads S-X3(或相当于 Bio-Beads S-X3 的凝胶);200 目~400 目。

A.2.8 有机磷农药标准品:甲胺磷(methamidophos)、敌敌畏(dichlorvos)、乙酰甲胺磷(acephate)、久效磷(monocrotophos)、乐果(dimethoate)、乙拌磷(disulfaton)、甲基对硫磷(parathion-methyl)、杀螟硫磷(fenitrothion)、虫螨磷(pirimiphos methyl)、马拉硫磷(malathion)、倍硫磷(fenthion)、对硫磷(parathion)、乙硫磷(ethion)的纯度不低于 99%。

A.2.9 有机磷农药标准溶液的配制。

A.2.9.1 单体有机磷农药标准贮备液:准确称取各有机磷农药标准品 0.010 0 g,分别置于 25 mL 容量瓶中。用乙酸乙酯溶解、定容(浓度各为 400 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。

A.2.9.2 混合有机磷农药标准应用液:测定前,量取不同体积的各单体有机磷农药标准贮备液(A.2.9.1)于 10 mL 容量瓶中,用氮气吹尽溶剂,以经 A.5.1.3 和 A.5.2 提取、净化处理的鲜牛乳提取液稀释、定容。此混合标准应用液中各有机磷农药的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为:甲胺磷 16、敌敌畏 80、乙酰甲胺磷 24、久效磷 80、乐果 16、乙拌磷 24、甲基对硫磷 16、杀螟硫磷 16、虫螨磷 16、马拉硫磷 16、倍硫磷 24、对硫磷 16、乙硫磷 8。

注:如只测定敌敌畏,只需配制敌敌畏标准贮备液和应用液。

A.3 仪器

A.3.1 气相色谱仪:具有火焰光度检测器、毛细管色谱柱。

A.3.2 旋转蒸发器。

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;通常鲜鸡蛋含水分约 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;通常鲜肉含水分约 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 A5.1.1 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℃/1 min $\xrightarrow{40^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 110℃ $\xrightarrow{5^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 235℃ $\xrightarrow{40^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 265℃

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。

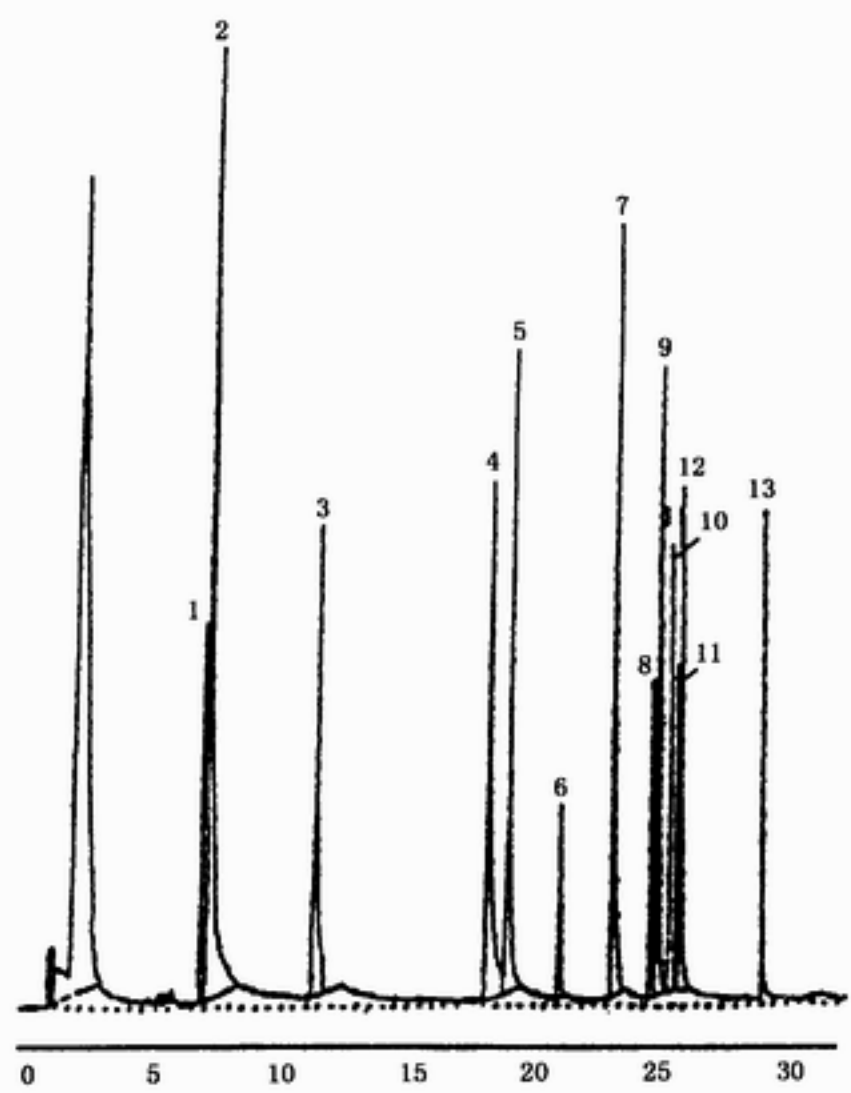
A.5.3.6 氢气和空气流速:氢气 50 mL/min,空气 500 mL/min。

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。



- 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：

$$X = \frac{m_1 \times V_2 \times 1\,000}{m \times V_1 \times 1\,000} = \frac{m_1 \times V_2}{m \times V_1}$$

.....(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.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:

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

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。
