



NY5070-2002

無公害食品 水產品中漁業殘留限量

1 範圍

本標準規定了無公害水產品中漁藥及通過環境污染造成的藥物殘留的最高限量。

本標準適用於水產養殖品及初級加工水產品、冷凍水產品，其他水產加工品可以參照使用。

2 規範性引用文件

下列文件中的條款通過本標準的引用而成為本標準的條款。凡是注日期的引用文件，其隨後所有的修改單（不包括勘誤的內容）或修訂版均不適用於本標準，然而，鼓勵根據本標準達成協議的各方研究是否可使用這些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本適用於本標準。

NY 5029--2001 無公害食品 豬肉

NY 5071 無公害食品 漁用藥物使用準則

SC/T 3303--1997 凍烤鰻

SN/T 0197--1993 出口肉中喹乙醇殘留量檢驗方法

SN 0206--1993 出口活鰻魚中噁啞酸殘留量檢驗方法

SN 0208--1993 出口肉中十種磺胺殘留量檢驗方法

SN 0530--1996 出口肉品中呋喃唑酮殘留量的檢驗方法
液相色譜法

3 術語和定義

下列術語和定義適用於本標準。

3.1 漁用藥物 fishery drugs

用以預防、控制和治療水產動、植物的病、蟲、害，促進養殖品種健康生長，增強機體抗病能力以及改善養殖水體品質的一切物質，簡稱“漁藥”。

3.2 漁藥殘留 residues of fishery drugs

在水產品的任何食用部分中漁藥的原型化合物或/和其代謝產物，並包括與藥物本體有關雜質的殘留。

3.3 最高殘留限量 maximum residue Limit, MRL

允許存在於水產品表面或內部(主要指肉與皮或/和性腺)的該藥(或標誌殘留物)的最高量/濃度(以鮮重計，表示為： $\mu\text{g}/\text{kg}$ 或 mg/kg)。

4 要求

4.1 漁藥使用

水產養殖中禁止使用國家、行業頒佈的禁用藥物，漁藥使用時按NY 5071的要求進行。

4.2 水產品中漁藥殘留限量要求

水產品中漁藥殘留限量要求見表1。

表1 水產品中漁藥殘留限量

藥物類別		藥物名稱		指標 (MPL) / ($\square\text{g}/\text{kg}$)
		中文	英文	
抗 生 素 類	四 環 素 類	金 黴 素	chlortetracycline	100
		土 黴 素	Oxytetracycline	100
		四 環 素	Tetracycline	100
	氯 黴 素 類	氯 黴 素	Chloramphenicol	不得檢出
磺 胺 類 及 增 效 劑	磺 胺 嘧 啶	Sulfadiazine		
	磺 胺 甲 基 嘧 啶	Sulfamerazine		
	磺 胺 二 甲 基 嘧 啶	Sulfadimidine		

	磺胺 甲噁 唑	sulfamethoxazole	100 (以總量計)
	甲氧 苄啉	Trimethoprim	50
喹諾酮類	噁喹 酸	Oxilinic acid	300
硝基呋喃 類	呋喃 唑酮	Furazolidone	不得檢出
其他	己烯 雌酚	Diethylstilbestrol	不得檢出
	喹乙 醇	Olaquinox	不得檢出

5 檢測方法

5.1 金黴素、土黴素、四環黴

金黴素測定按NY 5029--2001中附錄B規定執行，土黴素、四環素按SC/T 3303--1997中附錄A規定執行。

5.2 氯黴素

氯黴素殘留量的篩選測定方法按本標準中附錄A執行，測定按NY 5029--2001中附錄D(氣相色譜法)的規定執行。

5.3 磺胺類

磺胺類中的磺胺甲基嘧啶、磺胺二甲基嘧啶的測定按SC/T 3303的規定執行，其他磺胺類按SN/T 0208的規定執行。

5.4 噁喹酸

噁喹酸的測定按SN/T 0206的規定執行。

5.5 呋喃唑酮

呋喃唑酮的測定按SN/T 0530的規定執行。

5.6 己烯雌酚

己烯雌酚殘留量的篩選測定方法按本標準中附錄B規定執行。

5.7 喹乙醇

喹乙醇的測定按SN/T 0197的規定執行。

6 檢驗規則

6.1 檢驗項目

按相應產品標準的規定專案進行。

6.2 抽樣

6.2.1 組批規則

同一水產養殖場內，在品種、養殖時間、養殖方式基本相同的養殖水產品為一批(同一養殖池，或多個養殖池)；水產加工品按批號抽樣，在原料及生產條件基本相同下同一天或同一班組生產的產品為一批。

6.2.2 抽樣方法

6.2.2.1 養殖水產品

隨機從各養殖池抽取有代表性的樣品，取樣量見表2。

表2 取樣量

生物數量/ (尾、只)	取樣量/ (尾、只)
500以內	2
500 ~ 1 000	4
1 001 ~ 5 000	10
5 001 ~ 10 000	20
≥10 001	30

6.2.2.2 水產加工品

每批抽取樣本以箱為單位，100箱以內取3箱，以後每增加100箱(包括不足100箱)則抽1箱。

按所取樣本從每箱內各抽取樣品不少於3件，每批取樣量不少於10件。

6.3 取樣的樣品的處理

採集的樣品應分成兩等份，其中一份作為留樣。從樣本中取有代表性的樣品，裝入適當容器，並保證每份樣品都能滿足分析的要求；樣品的處理按規定的方法進行，通過細切、絞肉機絞碎、縮分，使其混合均勻；魚、蝦、

貝、藻等各類樣品量不少於200 g。各類樣品的處理方法如下：

- a) 魚類：先將魚體表面雜質洗淨，去掉鱗、內臟，取肉（包括脊背和腹部）肉和皮一起絞碎，特殊要求除外。
- b) 龜鱉類：去頭、放出血液，取其肌肉包括裙邊，絞碎後進行測定。
- c) 蝦類：洗淨後，去頭、殼，取其肌肉進行測定。
- d) 貝類：鮮的、冷凍的牡蠣、蛤蜊等要把肉和體液調製均勻後進行分析測定。
- e) 蟹：取肉和性腺進行測定。
- f) 混勻的樣品，如不及時分析，應置於清潔、密閉的玻璃容器，冰凍保存。

6.4 判定規則

按不同產品的要求所檢的漁藥殘留各指標均應符合本標準的要求，各項指標中的極限值採用修約值比較法。超過限量標準規定時，允許加倍抽樣將此項指標複驗一次，按複驗結果判定本批產品是否合格。經複檢後所檢指標仍不合格的產品則判為不合格品。

附 錄 A

(規範性附錄)

氯黴素殘留的酶聯免疫測定法

A.1 適用範圍

本方法適用於測定水產品肌肉組織中氯黴素的殘留量。

A.2 原理

利用抗體抗原反應。微孔板包被有針對兔免疫球蛋白（IgG）（氯黴素抗體）的羊抗體，加入氯黴素抗體、氯黴素標記物、標準和樣品溶液。游離氯黴素與氯黴素酶標記物競爭氯黴素抗體，同時氯黴素抗體與羊抗體連接。沒有連接的酶標記物在洗滌步驟中被洗去。將酶基質（過氧化尿素）和發色劑（四甲基聯苯胺）加入到孔中並孵育；結合的酶標記物將無色的發色劑轉化成藍色的產物。加入反應停止液後使顏色由藍變為黃，在450 nm處測量，吸光度與樣品的氯黴素濃度成反比。

A.3 檢測限

篩選方法的檢測下限為 $1\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

A.4 儀器

- A.4.1 離心機。
- A.4.2 微孔酶標儀 (450 nm) 。
- A.4.3 旋轉蒸發儀。
- A.4.4 混合器。
- A.4.5 移液器。
- A.4.6 50 μL 、100 μL 、450 μL 微量加液器等。

A.5 藥品和試劑

除非另有說明，在分析中僅使用確認為分析純的試劑和蒸餾水或去離子水或相當純度的水。

- A.5.1 乙酸乙酯。
- A.5.2 乙腈。
- A.5.3 正己烷。
- A.5.4 磷酸鹽緩衝液 (PBS) (pH7.2) : 0.55 g磷酸二氫鈉 ($\text{NaH}_2\text{PO}_4\cdot\text{H}_2\text{O}$) ， 2.85 g磷酸氫二鈉 ($\text{Na}_2\text{HPO}_4\cdot 2\text{H}_2\text{O}$) ， 9 g氯化鈉 (NaCl) 加入蒸餾水至1 000 mL 。

A.6 標準溶液

分別取標準濃縮液50 μL 用450 μL 緩衝液1 (試劑盒提供) 稀釋並混均勻，製成0、50 ng/L、50 ng/L、450 ng/L、1 350 ng/L、4 050 ng/L的標準溶液。

A.7 樣品提取和純化

- A.7.1 取5.0 g粉碎的魚肉樣品 (樣品先去脂肪組織) ，與20 mL乙腈水溶液 (86+16) 混合10 min,15 $^{\circ}\text{C}$ 離心10 min (4 000r/min) 。
- A.7.2 取3 mL上清液與3 mL蒸餾水混合，加入4.5 mL乙酸乙酯混合10 min，15 $^{\circ}\text{C}$ 離心10 min (4 000r/min) 。
- A.7.3 將乙酸乙酯層轉移至另一瓶中繼續乾燥，用1.5 mL緩衝液1溶液乾燥的殘留物，加入1.5 mL正己烷混合。

A.7.4 完全除去正己烷層（上層），取50 μ L水箱進行分析。

A.8 樣品測定程式

A.8.1 將足夠標準和樣品所用數量的孔條插入微孔架，記錄下標準和樣品的位置，每一樣品和標準做兩個平行實驗。

A.8.2 加入50 μ L稀釋了的酶標記物到微孔底部，再加入50 μ L的標準或處理好的樣品液到各自的微孔中。

A.8.3 加入50 μ L稀釋了的抗體溶液到每一個微孔底部充分混合，在室溫孵育2 h。

A.8.4 倒出孔中的液體，將微孔架倒置在吸水紙上拍打（每行拍打3次）以保證完全除去孔中的液體，然後用250 μ L蒸餾水充入孔中，再次倒掉微孔中的液體，再重複操作兩次。

A.8.5 加入50 μ L基質、50 μ L發色試劑到微孔中，充分混合並在室溫、暗處孵育30 min。

A.8.6 加入100 μ L反應停止液到微孔中，混合好，以空氣為空白，在450 nm處測量吸光度值（注意：必須在加入反應停止液後60 min內讀取吸光度值）。

A.9 結果

所獲得的標準和樣品吸光度值的平均值除以第一個標準（0標準）的吸光度值再乘以100，得到以百分比給出的吸光度值，以式（A.1）表示：

$$\dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

E ——吸光度值，%；

A ——標準或樣品的吸光度值；

A_0 ——0標準的吸光度值。

以計算的標準值繪成一個對應氯黴素濃度（ng/L）的半對數坐標系統曲線圖，校正的曲線在50 ng/L ~ 1 350 ng/L的範圍內應成為線性，相對應的每一個樣品的濃度，可以從曲線上讀出。乘出稀釋倍數即可得到樣品中氯黴素的實際濃度（ng/kg）。

附 錄 B (規 範 性 附 錄)

己 烯 雌 酚 (DES) 殘 留 的 酶 聯 免 疫 測 定 法

B.1 適 用 範 圍

本方法適用於測定水產品肌肉等可食組織中己烯雌酚的殘留量。

B.2 原 理

測定的基礎是利用抗體抗原反應。微孔板包被有針對兔IgG (DES抗體) 的羊抗體，加入DES抗、標準和樣品溶液。DES與DES抗體連接，同時DES抗體與羊抗體連接。洗滌步驟後，加入DES酶標記物，DES酶標記物與孔中未結合的DES抗體結合，然後在洗滌步驟中除去未結合的DES酶標記物。將酶基質和發色劑 (四甲基聯苯胺) 加入到孔中並孵育；結合的酶標記物將無色的發色劑轉化為藍色的產物。加入反應停止液後使顏色由藍變為黃，在450 nm處測量，吸光度與樣品的己烯雌酚濃度成反比。

B.3 檢 測 限

己烯雌酚檢測的下限為1 μ g/kg。

B.4 儀 器

- B.4.1 微孔酶標儀 (450 nm) 。
- B.4.2 離心機。
- B.4.3 37 $^{\circ}$ C恒溫箱。
- B.4.4 移液器。
- B.4.5 50 μ L，100 μ L，450 μ L微量加液器。
- B.4.6 RIDA C18柱等。

B.5 試 劑 和 標 準 溶 液

除非另有說明，在分析中僅使用確認為分析純的試劑和蒸餾水或去離子水或相當純度的水。

- B.5.1 叔丁基甲基醚。
- B.5.2 石油醚。
- B.5.3 二氯甲烷。
- B.5.4 6 mol/L磷酸。

B.5.5 乙酸鈉緩衝液等。

B.5.6 提供的DES標準液為直接使用液，濃度為 0 、 12.5×10^{-9} mol/L、 25×10^{-9} mol/L、 50×10^{-9} mol/L、 100×10^{-9} mol/L、 200×10^{-9} mol/L。

B.6 樣品處理

B.6.1 取5.0 g肌肉（除去脂肪組織），用10 mL pH為7.2的67 mmol/L磷酸緩衝液研磨後，用8 mL叔丁基甲基醚提取研磨物，強烈振盪20 min；離心10 min（4 000 r/min）；移去上清液，用8 mL叔丁基甲基醚重複提取沉澱物。

B.6.2 將兩次提取的醚相合併，並且蒸發；用1 mL甲醇（70%）溶解乾燥的殘留物；用3 mL石油醚洗滌甲醇溶液（研磨15 s，短時間離心，吸除石油醚）。

B.6.3 蒸發甲醇溶液，用1 mL二氯甲烷溶解後，再用3 mL 1 mol/L的氫氧化鈉（NaOH）溶液提取；然後300 μ L 6 mol/L磷酸中和提取液，用RIDA C18柱進行純化。

B.7 測定程式（室溫20°C ~ 24°C條件下操作）

B.7.1 將足夠標準和樣品所用數量的孔條插入微孔架，標準和樣品做兩個平行實驗，記錄下標準和樣品的位置。

B.7.2 加入20 μ L的標準和處理好的樣品到各自的微孔中，標準和樣品做兩個平行實驗。

B.7.3 加入50 μ L稀釋後的DES抗體到每一個微孔中，充分混合並在2°C ~ 8°C孵育過夜（注意：在第二早上繼續進行實驗之前，微孔板應在室溫下放置30 min以上，稀釋用緩衝液也應回到室溫，因此最好將緩衝液放在室溫下過夜）。

B.7.4 倒出孔中的液體，將微孔架倒置在吸水紙上拍打（每行拍打3次）以保證完全除去孔中的液體，用250 μ L蒸餾水充入孔中，再次倒掉微孔中液體，再重複操作兩次。

- B.7.5 加入5 μ L稀釋的酶標記物到微孔底部，室溫孵育1 h。
- B.7.6 倒出孔中的液體，將微孔架倒置在吸水紙上拍打（每次拍打3次）以保證完全除去孔中的液體，用250 μ L蒸餾水充入孔中，再次倒掉微孔中液體，再重複操作一次。
- B.7.7 加入50 μ L基質和50 μ L發色試劑到微孔中，充分混合並在室溫暗處孵育15 min。
- B.7.8 加入100 μ L反應停止液到微孔中，混合好在450 nm處測量吸光度值（可選擇 > 600nm的參比濾光片），以空氣為空白，必須在加入停止液後60 min內讀取吸光度值。

B.8 結果

所獲得的標準和樣品吸光度值的平均值除以第一個標準（0標準）的吸光度值再乘以100，得到以百分比給出的吸光度值，以式（B.1）表示：

$$\dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

E ——吸光度值，%；

A ——標準或樣品的吸光度值；

A_0 ——0標準的吸光度值。

以計算的標準值繪成一個對應DES濃度（ng/L）的半對數坐標系統曲線圖，校正的曲線在25 ng/L ~ 200 ng/L的範圍內應成為線性，相對應的每一個樣品的濃度，可以從曲線上讀出。乘以稀釋倍數即可得到樣品中DES的實際濃度（ng/kg）。