

ICS 点击此处添加 ICS 号
点击此处添加中国标准文献分类号

GB

中华人民共和国国家标准

GB 23200.81—2016

代替SN 0594—1996

食品安全国家标准
肉及肉制品中西玛津残留量的检测方法

National food safety standards—

Determination of simazine residue in meat and meat products

2016-12-18 发布

2017-06-18 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
中华人民共和国农业部
国家食品药品监督管理总局

发布

前 言

本标准代替SN/T 0594-1996 《出口肉及肉制品中西玛津残留量检验方法》。

本标准与SN/T 0594-1996相比，主要变化如下：

- 标准文本格式修改为食品安全国家标准文本格式；
- 标准名称和范围中“出口肉及肉制品”改为“肉及肉制品”；
- 标准范围中增加“其它食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 0594-1996。

食品安全国家标准

肉及肉制品中西玛津残留量的检测方法

1 范围

本标准规定了肉及肉制品中西玛津残留量的气相色谱检测方法。
本标准适用于牛肉中西玛津残留量的检验，其它食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 2763 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样经二氯甲烷-甲醇混合溶液提取，提取液经弗罗里硅土柱净化，用配有氮磷检测器的气相色谱仪测定，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，所有试剂均为分析纯，水为符合GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 无水硫酸钠 (Na_2SO_4)：经 650 °C 灼烧 4 h，置干燥器中备用。

4.1.2 弗罗里硅土：层析用，100-200 目，在 650 °C 灼烧 4 h，用前于 130 °C 烘 5 h，冷却后贮于密闭容器中，备用。

4.2 溶液配制

4.2.1 丙酮-石油醚混合溶液 (15+85)：取150 mL丙酮，加入850 mL石油醚，摇匀备用。

4.2.2 二氯甲烷-甲醇混合溶液 (9+1)：取900 mL二氯甲烷，加入100 mL甲醇，摇匀备用。

4.3 标准品

4.3.1 西玛津标准品：纯度 $\geq 98\%$ 。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 西玛津标准溶液：准确称取适量的西玛津标准品，用丙酮配制成100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准储备液，根据需要再用丙酮稀释成适用浓度的标准工作溶液。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪，配氮磷检测器。

5.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.0001 g。

5.3 旋转蒸发器。

5.4 弗罗里硅土柱：玻璃柱，40 cm \times 1.5 cm（内径），自上而下依次填装 2 cm 高无水硫酸钠，10 g 弗洛里硅土，2 cm 高无水硫酸钠。使用前用丙酮-石油醚混合液（15+85）预淋洗。

5.5 超声波水浴。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

从所取全部样品中取出有代表性样品约1 kg，样品取样部位按GB 2763附录A执行，经均质机绞碎，混匀，均分成两份，分别装入洁净容器内作为试样。密封并标明标记。

6.2 试样保存

试样于-18 °C 以下冷冻保存。

在抽样及制样的操作过程中，应防止样品受到污染或发生残留物含量的变化。

7 分析步骤

7.1 提取

称取试样约30 g（精确至0.01 g）。加30 g无水硫酸钠，研磨成粉状，转入锥形瓶中。加入100 mL二氯甲烷-甲醇（9+1）混合液，超声振荡20 min。用布式漏斗抽滤，保留滤液。残渣再用100 mL二氯甲烷-甲醇（9+1）混合液，如上述操作。合并滤液于旋转蒸发器的蒸发瓶中。于50 °C水浴中减压蒸至近干。

7.2 净化

用20 mL丙酮-石油醚（15+85）分三次将上述残渣溶解，溶液注入弗罗里硅土柱中净化。用100 mL丙酮-石油醚（15+85）洗脱，控制流速每秒2-3滴，流出液接收于旋转蒸发液的蒸发瓶中。于60 °C水浴中减压蒸至近干。用丙酮定容至5.0 mL，供GC测定。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱参考条件

- a) 色谱柱：HP-1.5 m×0.53 mm (i. d)，膜厚2.65 μm。
- b) 色谱柱温度：155 °C。
- c) 进样口温度：240 °C。
- d) 检测器温度：250 °C。
- e) 载气：氮气，纯度大于等于99.99%，40 mL/min。
- f) 氢气：2 mL/min。
- g) 空气：140 mL/min
- h) 进样量：2 μL。
- i) 进样方式：无分流进样。

7.3.2 色谱测定

根据样液中西玛津的含量情况，选定峰面积相近的标准工作溶液，标准工作溶液和样液中西玛津的响应值均应在仪器检测线性范围内。标准工作溶液和样液等体积参插进样测定。在上述色谱条件下，西玛津色谱峰保留时间为2.2 min。西玛津标准品色谱图见附录A中图A1。

7.4 空白实验

除不加试样外，均按上述测定步骤进行。

8 结果计算和表述

数据处理按下式（1）计算：

$$X = \frac{h \times C \times V}{h_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X —— 试样中西玛津的残留量，单位为毫克每千克，mg/kg；

h —— 样液中西玛津的峰高，mm；

V —— 样液最终定容体积，单位为毫升，mL；

h_s —— 标准工作液中西玛津的峰高，mm；

C —— 标准工作液中西玛津的浓度，单位为微克每毫升，μg/mL；

m —— 最终样液所代表的试样量，单位为克，g。

注：计算结果须扣除空白值，测定结果用平行测定的算术平均值表示，保留两位有效数字。

9 精密度

9.1 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录B的要求。

9.2 在再现性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值与其算术平均值的比值（百分率），应符合附录C的要求。

10 定量限和回收率

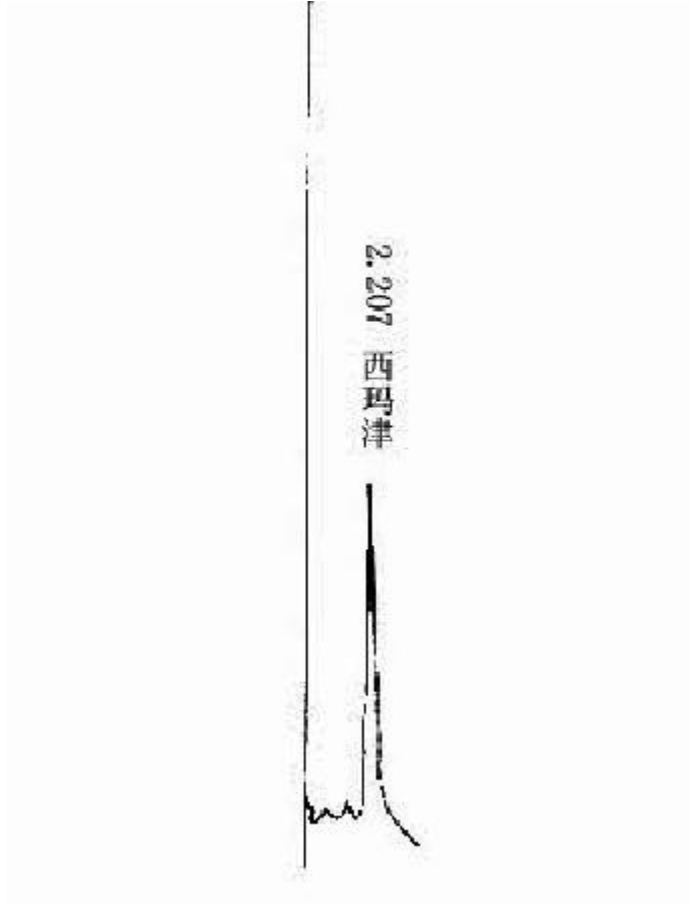
10.1 定量限

本方法西玛津的定量限为 0.02 mg/kg。

10.2 回收率

当添加水平为0.02 mg/kg、0.05 mg/kg、0.1 mg/kg时，西玛津的添加回收率为89.6-91.4%。

附录 A
(资料性附录)
标准品色谱图



图A1 西玛津标准品色谱图

附 录 B
(规范性附录)
实验室内重复性要求

表 B.1 实验室内重复性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	36
$> 0.001 \leq 0.01$	32
$> 0.01 \leq 0.1$	22
$> 0.1 \leq 1$	18
> 1	14

附 录 C
(规范性附录)
实验室间再现性要求

表 C.1 实验室间再现性要求

被测组分含量 mg/kg	精密度 %
≤ 0.001	54
$> 0.001 \leq 0.01$	46
$> 0.01 \leq 0.1$	34
$> 0.1 \leq 1$	25
> 1	19