



# 中华人民共和国国家标准

GB 23200.81—2016

## 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 发布  
国家食品药品监督管理总局

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 SN 0594—1996《出口肉及肉制品中西玛津残留量检验方法》。与 SN 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“其他食品可参照执行”。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- SN 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,其他食品可参照执行。

### 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( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ):经 650℃灼烧 4 h,置干燥器中备用。

4.1.2 弗罗里硅土:层析用,0.075 mm~0.150 mm,在 650℃灼烧 4 h,用前于 130℃烘 5 h,冷却后储于密闭容器中,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

西玛津标准品:纯度 $\geq 98\%$ 。

#### 4.4 标准溶液配制

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 0.000 1 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 弗罗里硅土、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 的规定执行, 经均质机绞碎, 混匀, 均分成 2 份, 分别装入洁净容器内作为试样。密封并标明标记。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。

## 6.2 试样保存

试样于  $-18^{\circ}\text{C}$  以下冷冻保存。

## 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  $50^{\circ}\text{C}$  水浴中减压蒸至近干。

## 7.2 净化

用 20 mL 丙酮—石油醚(15+85)分 3 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 滴~3 滴, 流出液接收于旋转蒸发液的蒸发瓶中。于  $60^{\circ}\text{C}$  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

- 色谱柱: HP-1,  $1.5\text{ m} \times 0.53\text{ mm}$  (内径), 膜厚  $2.65\text{ }\mu\text{m}$ ;
- 色谱柱温度:  $155^{\circ}\text{C}$ ;
- 进样口温度:  $240^{\circ}\text{C}$ ;
- 检测器温度:  $250^{\circ}\text{C}$ ;
- 载气: 氮气, 纯度  $\geq 99.99\%$ , 流速  $40\text{ mL/min}$ ;
- 氢气: 流速  $2\text{ mL/min}$ ;
- 空气: 流速  $140\text{ mL/min}$ ;
- 进样量:  $2\text{ }\mu\text{L}$ ;
- 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参见图 A.1。

## 7.4 空白实验

除不加试样外, 均按 7.1~7.3 的规定执行。

## 8 结果计算和表述

数据处理按式(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( $\text{mg/kg}$ );  
 $h$ ——样液中西玛津的峰高,单位为毫米( $\text{mm}$ );  
 $c$ ——标准工作液中西玛津的浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );  
 $V$ ——样液最终定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );  
 $h_s$ ——标准工作液中西玛津的峰高,单位为毫米( $\text{mm}$ );  
 $m$ ——最终样液所代表的试样量,单位为克( $\text{g}$ )。

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 2 位有效数字。

## 9 精密度

- 9.1 在重复性条件下获得的 2 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 2 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  $0.02 \text{ mg/kg}$ 。

### 10.2 回收率

当添加水平为  $0.02 \text{ mg/kg}$ 、 $0.05 \text{ mg/kg}$ 、 $0.1 \text{ mg/kg}$  时,西玛津的添加回收率为  $89.6\% \sim 91.4\%$ 。

附 录 A  
(资料性附录)  
标准品色谱图

西玛津标准品色谱图见图 A.1。

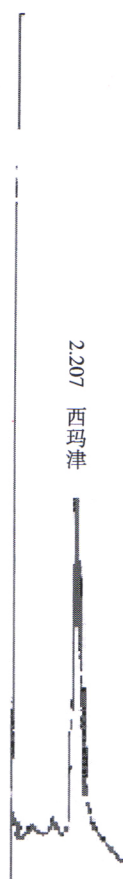


图 A.1 西玛津标准品色谱图

附 录 B  
(规范性附录)  
实验室内重复性要求

实验室内重复性要求见表 B. 1。

表 B. 1 实验室内重复性要求

| 被测组分含量(C)<br>mg/kg    | 精密度<br>% |
|-----------------------|----------|
| $C \leq 0.001$        | 36       |
| $0.001 < C \leq 0.01$ | 32       |
| $0.01 < C \leq 0.1$   | 22       |
| $0.1 < C \leq 1$      | 18       |
| $C > 1$               | 14       |

附 录 C  
(规范性附录)  
实验室间再现性要求

实验室间再现性要求见表 C.1。

表 C.1 实验室间再现性要求

| 被测组分含量(C)<br>mg/kg    | 精密度<br>% |
|-----------------------|----------|
| $C \leq 0.001$        | 54       |
| $0.001 < C \leq 0.01$ | 46       |
| $0.01 < C \leq 0.1$   | 34       |
| $0.1 < C \leq 1$      | 25       |
| $C > 1$               | 19       |

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
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  
GB 23200.81—2016

\* \* \*

中 国 农 业 出 版 社 出 版  
(北京市朝阳区麦子店街 18 号楼)  
(邮政编码: 100125 网址: [www.ccap.com.cn](http://www.ccap.com.cn))  
北 京 印 刷 一 厂 印 刷

新华书店北京发行所发行 各地新华书店经销

\* \* \*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 0.75 字数 15 千字  
2017 年 6 月第 1 版 2017 年 6 月北京第 1 次印刷  
书号: 16109·4125  
定价: 18.00 元



GB 23200.81—2016

版权专有 侵权必究  
举报电话: (010) 65005894