

图 A.3 猪肝脏组织空白添加氨本砷试样特征离子质量色谱图(0.5  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )

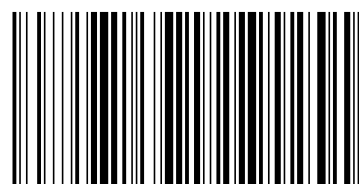


# 中华人民共和国国家标准

GB 29706—2013

## 食品安全国家标准

### 动物性食品中氨苯砷残留量的测定 液相色谱-串联质谱法



GB 29706—2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-48362

定价: 14.00 元

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部 发布  
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会

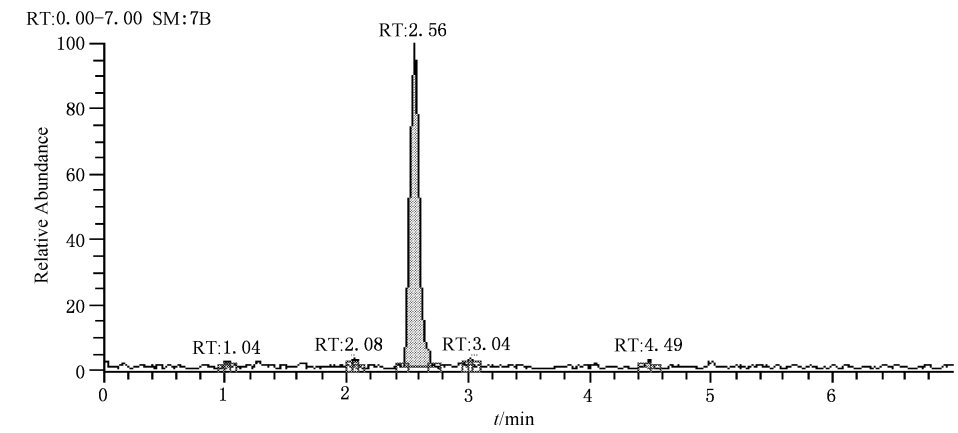
附录 A  
色谱图

图 A.1 亚砷酸标准溶液特征离子质量色谱图(0.5 µg/L)

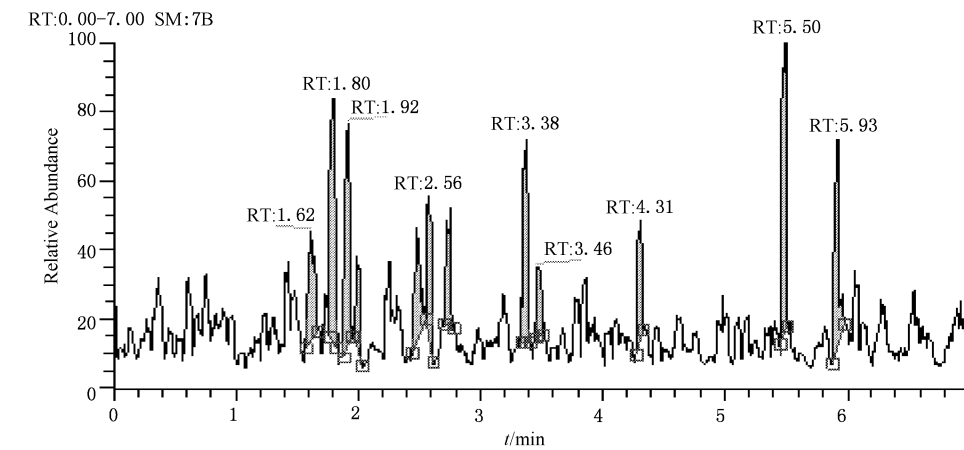


图 A.2 猪肝组织空白试样特征离子质量色谱图

中华人民共和国  
国家标准  
食品安全国家标准  
动物性食品中氨基砷残留量的测定  
液相色谱-串联质谱法  
GB 29706—2013

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 0.5 字数 14 千字

2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-48362 定价 14.00 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)68510107

样溶液中特征离子质量色谱图见附录 A。

### 7.5 空白试验

除不加试料外,采用完全相同的步骤进行平行操作。

## 8 结果计算与表述

试料中氨本砷的残留量( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )按式(1)计算:

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——供试试料中氨本砷残留量,单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$A$ ——试样溶液中氨本砷的峰面积;

$c_s$ ——标准工作液中氨本砷的浓度,单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$V$ ——溶解残余物所用流动相的体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );

$A_s$ ——标准工作液中氨本砷的峰面积;

$m$ ——供试试料质量,单位为克( $\text{g}$ )。

注:计算结果需扣除空白值,测定结果用平行测定的算术平均值表示,保留三位有效数字。

## 9 检测方法灵敏度、准确度和精密度

### 9.1 灵敏度

本方法的检测限为  $0.1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ,定量限为  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 9.2 准确度

本方法在  $0.5 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 2 \mu\text{g}/\text{kg}$  添加浓度水平上的回收率为  $60\% \sim 120\%$ 。

### 9.3 精密度

本方法批内相对标准偏差 $\leq 30\%$ ,批间相对标准偏差 $\leq 30\%$ 。

## 食品安全国家标准

### 动物性食品中氨苯砷残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

#### 1 范围

本标准规定了动物性食品中氨苯砷残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。本标准适用于猪和牛的肌肉及肝组织中氨苯砷残留量的检测。

#### 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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

#### 3 原理

试料中残留的氨苯砷,用乙腈萃取,正己烷除脂,MCX 柱净化,液相色谱-串联质谱测定,外标法定量。

#### 4 试剂和材料

以下所用的试剂,除特别注明外均为分析纯试剂,水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 氨苯砷标准品:含量 $\geq 98\%$ 。

4.2 乙腈:色谱纯。

4.3 正己烷。

4.4 浓氨水。

4.5 盐酸。

4.6 MCX 固相萃取柱:  $60 \text{ mg}/3 \text{ mL}$ ,或相当者。

4.7  $1 \text{ mol}/\text{L}$  盐酸溶液:取浓盐酸  $8.4 \text{ mL}$ ,用水溶解并稀释至  $100 \text{ mL}$ 。

4.8  $0.1 \text{ mol}/\text{L}$  盐酸溶液:取浓盐酸  $0.84 \text{ mL}$ ,用水溶解并稀释至  $100 \text{ mL}$ 。

4.9  $5 \text{ mmol}/\text{L}$  乙酸铵溶液:取乙酸铵  $0.385 \text{ g}$ ,用水溶解并稀释至  $1000 \text{ mL}$ ,滤膜过滤。

4.10  $5\%$  氨化乙腈:取浓氨水  $5 \text{ mL}$ ,用乙腈溶解并稀释至  $100 \text{ mL}$ 。

4.11  $1 \text{ mg}/\text{mL}$  氨苯砷标准贮备液:精密称取氨苯砷  $10 \text{ mg}$ ,于  $10 \text{ mL}$  量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为  $1 \text{ mg}/\text{mL}$  的氨苯砷标准贮备液。 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  避光保存,有效期 6 个月。

4.12  $10 \mu\text{g}/\text{mL}$  氨苯砷标准工作液:精密量取  $1 \text{ mg}/\text{mL}$  氨苯砷标准贮备液  $0.1 \text{ mL}$ ,于  $10 \text{ mL}$  量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配制成浓度为  $10 \mu\text{g}/\text{mL}$  的氨苯砷标准工作液。 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  避光保存,有效期 6 个月。

4.13  $100 \text{ ng}/\text{mL}$  氨苯砷标准工作液:精密量取  $10 \mu\text{g}/\text{mL}$  氨苯砷标准工作液  $0.1 \text{ mL}$ ,于  $10 \text{ mL}$  量瓶中,用甲醇稀释至刻度,配制成浓度为  $100 \text{ ng}/\text{mL}$  的氨苯砷标准工作液。 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  避光保存,有效期