

图 A.3 鸡肌肉组织空白添加氯羟吡啶试样离子色谱图(10 μg/kg)



# 中华人民共和国国家标准

GB 29699—2013

## 食品安全国家标准

### 鸡肌肉组织中氯羟吡啶残留量的测定 气相色谱-质谱法



GB 29699—2013

版权专有 侵权必究

\*

书号:155066·1-48369

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

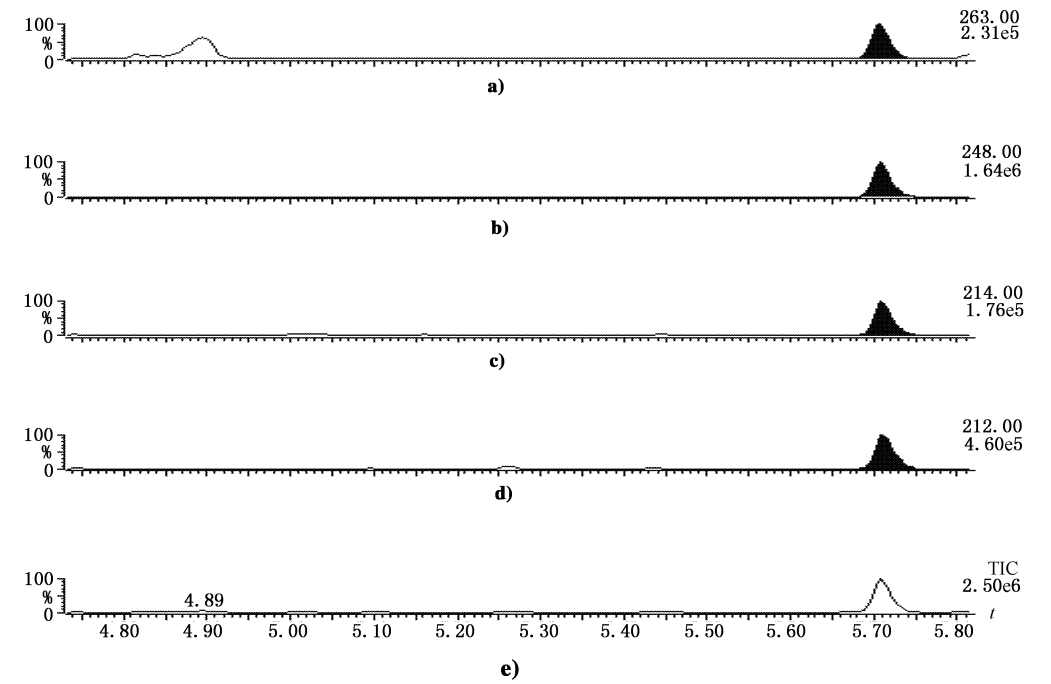


图 A.1 氯羟吡啶标准溶液离子色谱图(10 ng/mL)

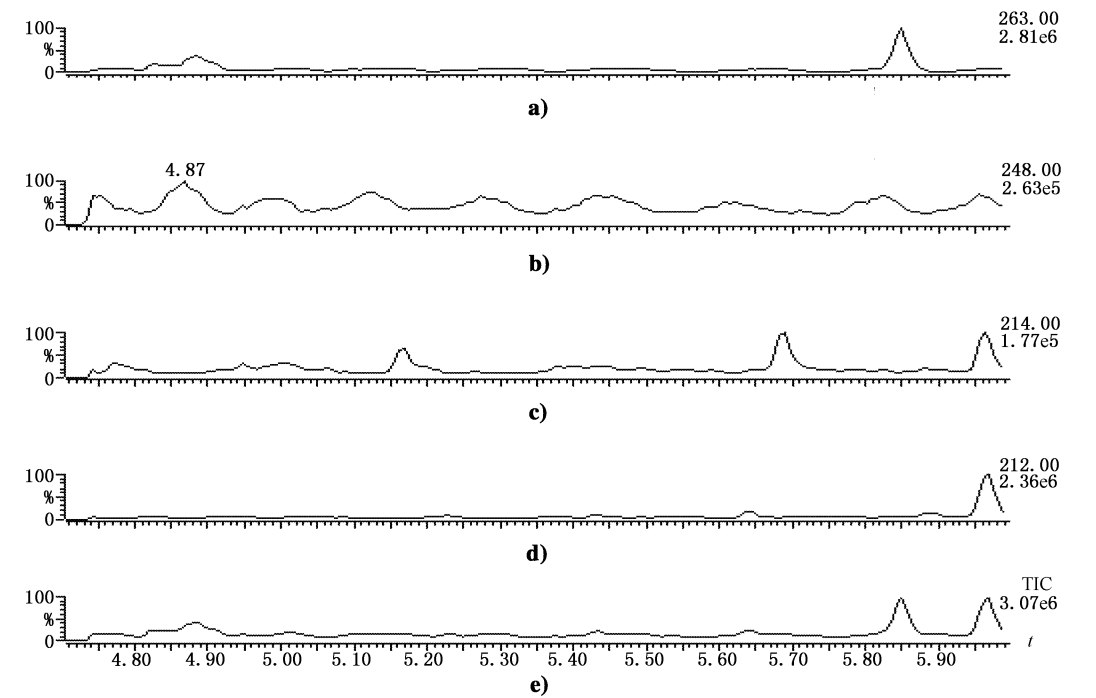


图 A.2 鸡肌肉组织空白试样离子色谱图

中华人民共和国  
国家标准  
食品安全国家标准  
鸡肌肉组织中氯羟吡啶残留量的测定  
气相色谱-质谱法  
GB 29699—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: 155066·1-48369 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

式中：

$X$  —— 试样中氯羟吡啶的浓度，单位为微克每千克( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )；

$A$  —— 试样中氯羟吡啶的峰面积；

$A_s$  —— 标准溶液中氯羟吡啶的峰面积；

$c_s$  —— 标准溶液中氯羟吡啶的浓度，单位为微克每升( $\mu\text{g}/\text{L}$ )；

$V$  —— 最终试样体积，单位为毫升(mL)；

$m$  —— 供试试料质量，单位为克(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  $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为  $5 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

### 9.2 准确度

本方法在  $5 \mu\text{g}/\text{kg} \sim 100 \mu\text{g}/\text{kg}$  添加浓度水平上的回收率为  $60\% \sim 120\%$ 。

### 9.3 精密度

本方法的批内相对标准偏差  $\leq 20\%$ ，批间相对标准偏差  $\leq 20\%$ 。

## 食品安全国家标准

### 鸡肌肉组织中氯羟吡啶残留量的测定 气相色谱-质谱法

## 1 范围

本标准规定了鸡肌肉组织中氯羟吡啶残留量检测的制样和气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于鸡肌肉组织中氯羟吡啶残留量的测定。

## 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

试样中残留的氯羟吡啶，用乙腈提取，碱性氧化铝柱净化， $N,O$ -双三甲基硅基三氟乙酰胺与三甲基氯硅烷衍生，气相色谱-质谱测定，外标法定量。

## 4 试剂与材料

以下所用试剂，除特殊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 氯羟吡啶对照品：含量  $\geq 99\%$ 。

4.2 无水硫酸钠：使用前在马弗炉内  $500 \text{ }^\circ\text{C}$  煅烧 5 h，冷却后，过 100 目筛，备用。

4.3 碱性氧化铝：使用前在马弗炉内  $300 \text{ }^\circ\text{C}$  煅烧 3 h，冷却后按每 100 g 加水 5 mL，混匀，干燥器中过夜，备用。

4.4  $N,O$ -双三甲基硅基三氟乙酰胺。

4.5 三甲基氯硅烷。

4.6 乙腈。

4.7 甲苯：色谱纯。

4.8 氦气：纯度  $\geq 99.999\%$ 。

4.9 衍生剂：取  $N,O$ -双三甲基硅基三氟乙酰胺 99 mL，加三甲基氯硅烷 1 mL，混匀。

4.10 氧化铝层析柱：氧化铝柱用  $30 \text{ mm} \times 15 \text{ mm}$  具塞玻璃层析柱，下配  $G_3$  砂芯板，先装入适量的乙腈，然后装填 1 cm 高的无水硫酸钠，中间装 4 cm 高的碱性氧化铝，顶端再装 1 cm 高的硫酸钠，轻轻敲实填匀，备用。

4.11  $100 \mu\text{g}/\text{mL}$  氯羟吡啶标准贮备液：精密称取氯羟吡啶对照品 10 mg，于 100 mL 量瓶中，用甲醇溶解并稀释至刻度，配制成浓度为  $100 \mu\text{g}/\text{mL}$  的氯羟吡啶标准贮备液。  $-20 \text{ }^\circ\text{C}$  以下保存，有效期 6 个月。

4.12  $1 \mu\text{g}/\text{mL}$  氯羟吡啶标准工作液：精密量取  $100 \mu\text{g}/\text{mL}$  氯羟吡啶标准贮备液 1.0 mL，于 100 mL