

图 A.3 猪肝组织空白添加呋喃苯烯酸钠试样离子色谱图(0.5 μg/kg)

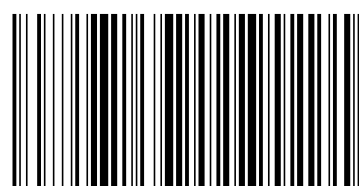


中华人民共和国国家标准

GB 29703—2013

食品安全国家标准

动物性食品中呋喃苯烯酸钠残留量的测定 液相色谱-串联质谱法



GB 29703-2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-48365

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

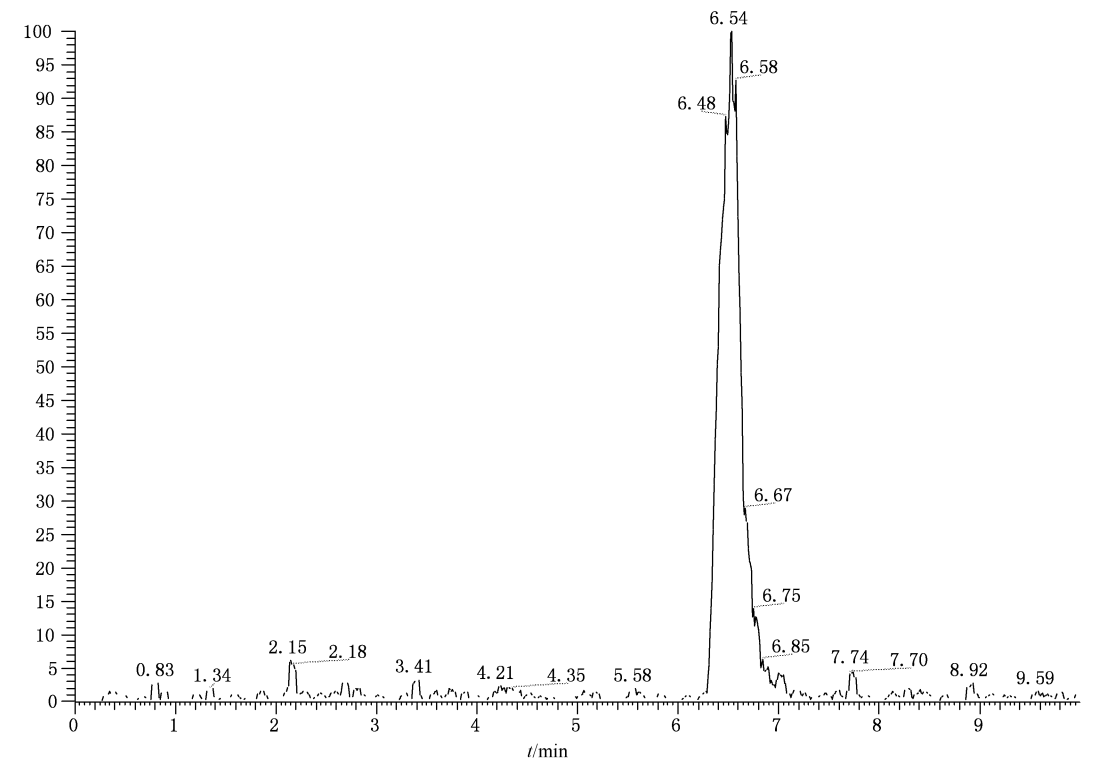


图 A.1 吡喃苯烯酸钠标准溶液离子色谱图(0.5 µg/L)

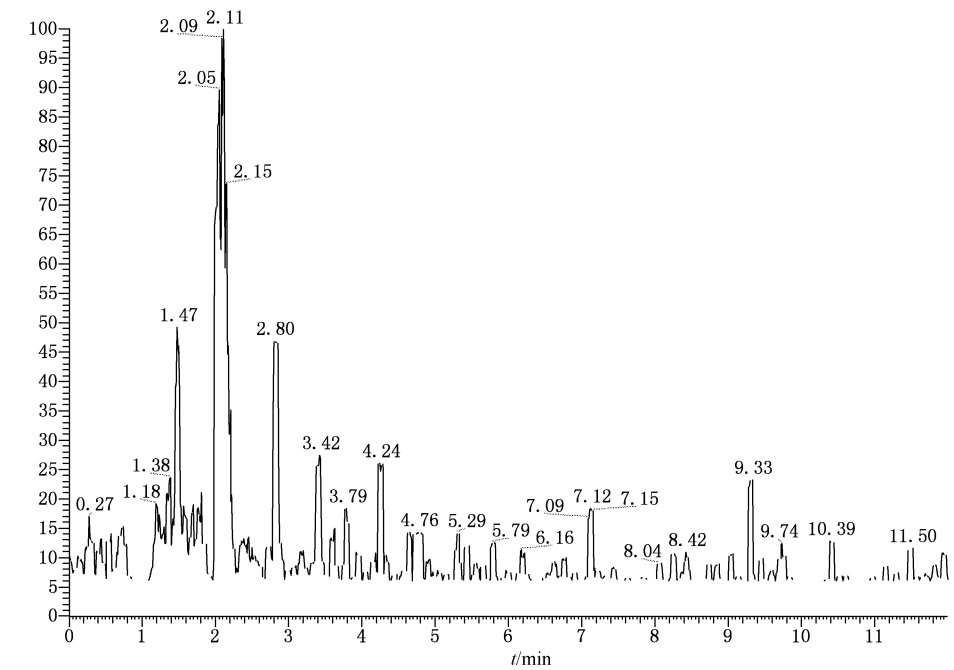


图 A.2 猪肝脏组织空白试样离子色谱图

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
动物性食品中吡喃苯烯酸钠残留量的
测定 液相色谱-串联质谱法
GB 29703—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: 155066·1-48365 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

8 结果计算与表述

由标准曲线校准:由 $A_s = ac_s + b$ 求得 a 和 b , 则

$$c = (A - b) / a \quad \dots\dots\dots(1)$$

试料中呋喃苯烯酸钠的残留量($\mu\text{g}/\text{kg}$)按式(2)计算:

$$X = \frac{A \times c_s \times V}{A_s \times m} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

A_s ——标准溶液中呋喃苯烯酸钠的峰面积;

c_s ——标准溶液中呋喃苯烯酸钠的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

A ——试样溶液中呋喃苯烯酸钠的峰面积;

X ——试料中呋喃苯烯酸钠的残留量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

V ——溶解残余物所用流动相体积,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 $0.2 \mu\text{g}/\text{kg}$,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 $\leq 20\%$,批间相对标准偏差 $\leq 25\%$ 。

食品安全国家标准

动物性食品中呋喃苯烯酸钠残留量的
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呋喃苯烯酸钠残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定法。本标准适用于猪和鸡的肌肉和肝脏组织中呋喃苯烯酸钠残留量的检测。

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

试料中残留的呋喃苯烯酸钠,用 0.5% 甲酸-乙酸乙酯提取,固相萃取柱净化,液相色谱-串联质谱 ESI 正离子模式测定,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 呋喃苯烯酸钠标准品:含量 $\geq 98.0\%$ 。

4.2 甲醇。

4.3 正己烷。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 乙酸乙酯。

4.6 甲酸。

4.7 HLB 固相萃取柱:60 mg/3 mL,或相当者。

4.8 0.5% 甲酸溶液:取甲酸 0.5 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。

4.9 0.5% 甲酸-乙酸乙酯溶液:取乙酸乙酯 200 mL,加 0.5% 甲酸溶液 10 mL,混匀,现配现用。

4.10 $1 \text{ mg}/\text{mL}$ 呋喃苯烯酸钠标准贮备液:精密称取呋喃苯烯酸钠标准品 10 mg,于 10 mL 量瓶中,用二甲亚砜溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 $1 \text{ mg}/\text{mL}$ 的呋喃苯烯酸钠标准贮备液。 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 以下保存,有效期 6 个月。

4.11 $10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 呋喃苯烯酸钠标准工作液:精密量取 $1 \text{ mg}/\text{mL}$ 呋喃苯烯酸钠标准贮备液 1.0 mL,于 100 mL 容量瓶中,用流动相溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 $10 \mu\text{g}/\text{mL}$ 的呋喃苯烯酸钠标准工作液。 $-20 \text{ }^\circ\text{C}$ 以下保存,有效期 6 个月。