

GB 29700—2013

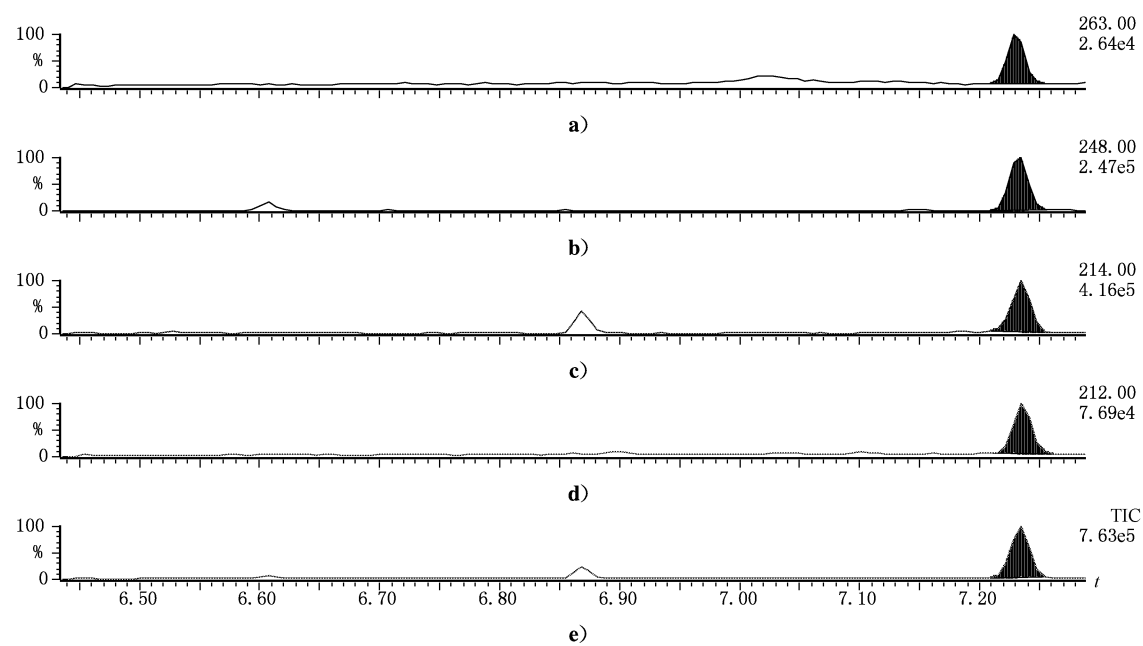


图 A.3 牛奶空白添加氯羟吡啶试样离子色谱图(10 μg/kg)

GB 29700—2013

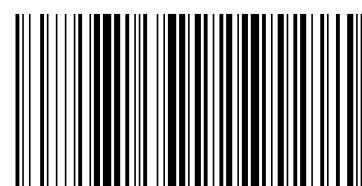


中华人民共和国国家标准

GB 29700—2013

食品安全国家标准

牛奶中氯羟吡啶残留量的测定 气相色谱-质谱法



GB 29700—2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-48368

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

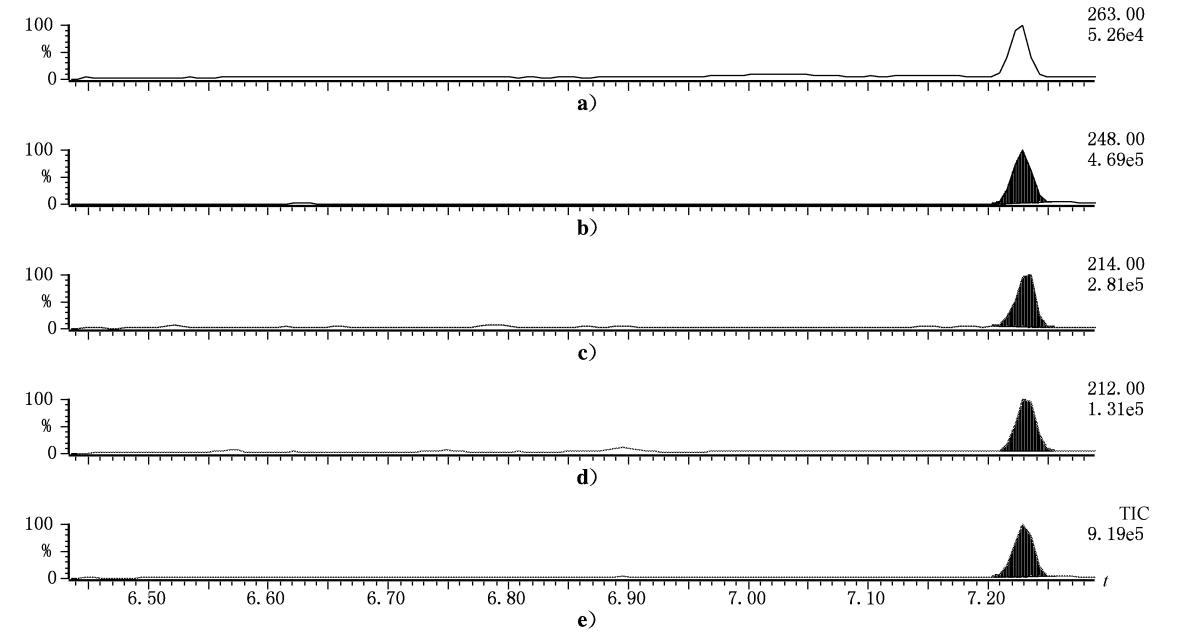


图 A.1 氯吡嘧啶标准溶液离子色谱图 (20 ng/mL)

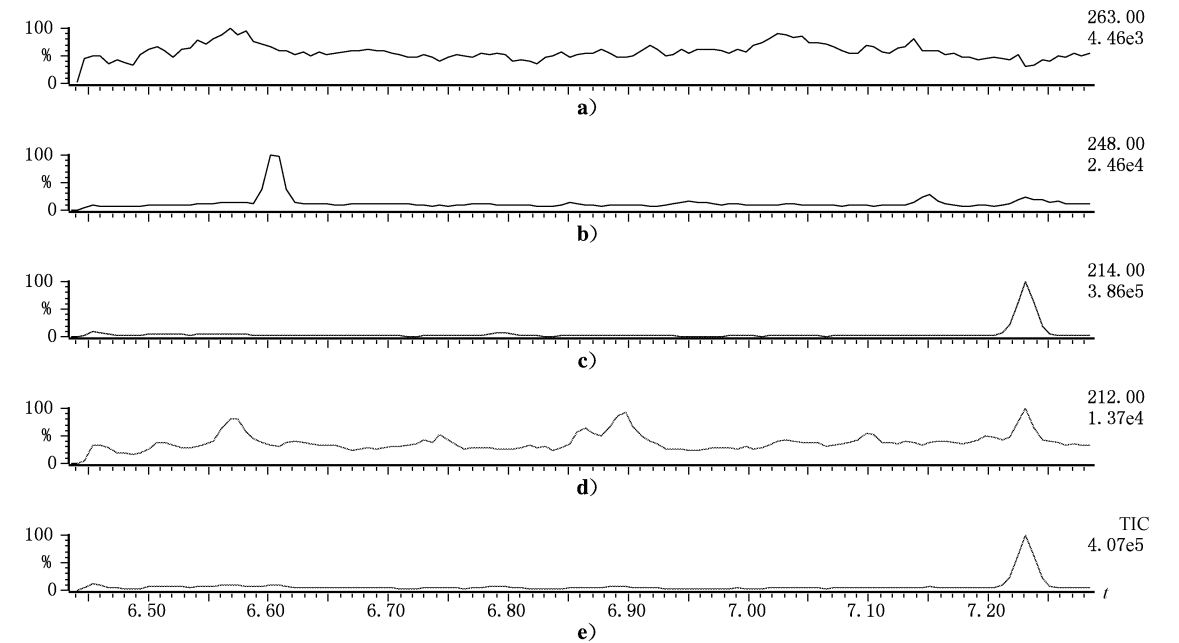


图 A.2 牛奶空白试样离子色谱图

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
牛奶中氯吡嘧啶残留量的测定
气相色谱-质谱法
GB 29700—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: 155066·1-48368 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

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

式中:

X ——供试试料中氯羟吡啶的含量,单位为微克每千克($\mu\text{g}/\text{kg}$);

A ——试样溶液中氯羟吡啶的峰面积;

c_s ——空白基质标准工作液中氯羟吡啶的质量浓度,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);

A_s ——空白基质标准工作液中氯羟吡啶的峰面积;

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 $2 \mu\text{g}/\text{kg}$,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 $60\% \sim 110\%$ 。

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

牛奶中氯羟吡啶残留量的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了牛奶中氯羟吡啶残留量检测的制样和气相色谱-质谱的测定方法。

本标准适用于牛奶中氯羟吡啶残留量的检测。

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:精明称取氯羟吡啶对照品适量,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。