



中华人民共和国国家标准

GB 29690—2013

GB 29690—2013

食品安全国家标准

动物性食品中尼卡巴嗪残留标志物 残留量的测定 液相色谱-串联质谱法

中华人民共和国
国家标准
食品安全国家标准
动物性食品中尼卡巴嗪残留标志物
残留量的测定 液相色谱-串联质谱法
GB 29690—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 0.75 字数 18 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48351 定价 16.00 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

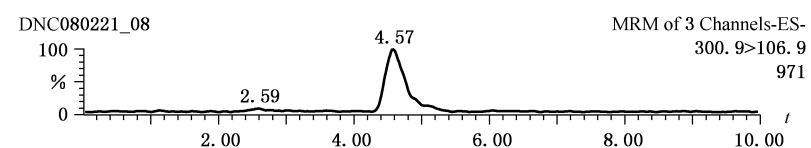


GB 29690-2013

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



d)

说明:

- 1—DNC 特征离子质量色谱图(300.9>106.9);
 2—DNC 特征离子质量色谱图(300.9>136.9);
 3—DNC-D₈ 特征离子质量色谱图(309.0>141.0);
 4—空白组织总离子流色谱图(TIC)。

图 A.3 (续)

食品安全国家标准

动物性食品中尼卡巴嗪残留标志物 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尼卡巴嗪残留标志物 4,4-二硝基苯缩脲残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。

本标准适用于鸡的肌肉组织和鸡蛋中尼卡巴嗪残留标志物 4,4'-二硝基均二苯脲残留量的检测。

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 4,4-二硝基苯缩脲,用乙腈提取,正己烷除脂,75%甲醇水溶液萃取,液相色谱-串联质谱法测定,内标法定量。

4 试剂和材料

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

- 4.1 4,4'-二硝基均二苯脲对照品:含量≥98.0%。
 4.2 4,4'-二硝基均二苯脲-D₈ 对照品:含量≥98.0%。
 4.3 乙腈:色谱纯。
 4.4 甲醇:色谱纯。
 4.5 无水硫酸钠。
 4.6 正己烷。
 4.7 乙酸铵。
 4.8 二甲基甲酰胺。
 4.9 0.1 mol/L 乙酸铵溶液:取乙酸铵 1.93 g,用水溶解并稀释至 250 mL。
 4.10 75%甲醇水溶液:取甲醇 75 mL,用水溶解并稀释至 100 mL。
 4.11 75%甲醇水溶液饱和的正己烷:取 75%甲醇水溶液 100 mL,加正己烷 100 mL,摇匀,静置分层,取上层液。
 4.12 1 mg/mL 4,4'-二硝基均二苯脲标准贮备液:精密称取 4,4'-二硝基均二苯脲对照品 10 mg,于 10 mL 量瓶内,用二甲基甲酰胺溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 1 mg/mL 的 4,4'-二硝基均二苯脲标准贮备液。2℃~8℃保存,有效期 3 个月。

4.13 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 4,4'-二硝基均二苯胺标准工作液:精密量取 1 mg/mL 4,4'-二硝基均二苯胺标准贮备液 1.0 mL,于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 4,4'-二硝基均二苯胺标准工作液。-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。

4.14 1 mg/mL 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 标准贮备液:精密称取 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 对照品 10 mg,于 10 mL 量瓶内,用二甲基甲酰胺溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 1 mg/mL 的 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 标准贮备液。2 $^{\circ}\text{C}$ ~8 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。

4.15 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 标准工作液:精密量取 1 mg/mL 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 标准贮备液 1.0 mL,于 100 mL 量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,配制成浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 标准工作液。-18 $^{\circ}\text{C}$ 保存,有效期 3 个月。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱-串联质谱仪:带电喷雾离子源。

5.2 分析天平:感量 0.000 01 g。

5.3 天平:感量 0.01 g。

5.4 涡旋振荡器。

5.5 离心机。

5.6 氮吹仪。

5.7 离心管:50 mL。

5.8 滤膜:0.2 μm 。

6 试料的制备与保存

6.1 试料的制备

6.1.1 鸡蛋

取适量新鲜或冷藏的空白或供试鸡蛋,去壳,并使均质。

——取均质后的供试样品,作为供试试料。

——取均质后的空白样品,作为空白试料。

——取均质后的空白样品,添加适宜浓度的标准工作液,作为空白添加试料。

6.1.2 鸡肌肉

取适量新鲜或冷冻的空白或供试组织,绞碎,并使均质。

——取均质后的供试样品,作为供试试料。

——取均质后的空白样品,作为空白试料。

——取均质后的空白样品,添加适宜浓度的标准工作液,作为空白添加试料。

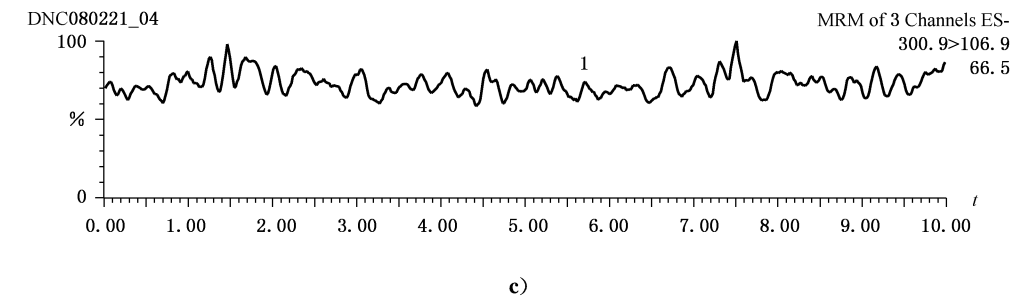
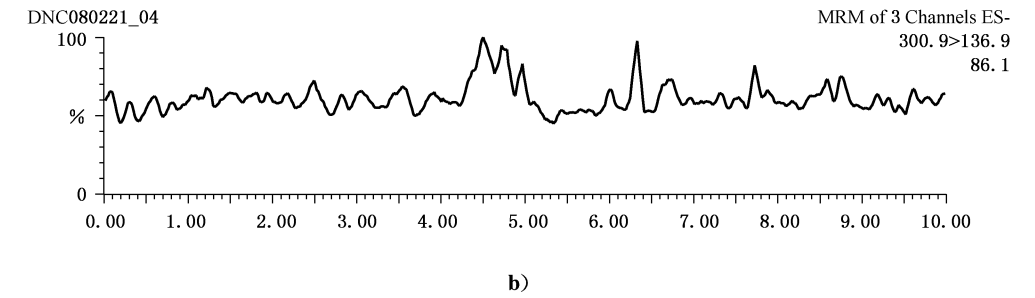
6.2 试料的保存

-20 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存。

7 测定步骤

7.1 提取与净化

称取试料 2 g \pm 0.02 g,于 50 mL 离心管中,添加 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 4,4'-二硝基均二苯胺- D_8 标准工作液适



说明:

1——DNC 特征离子质量色谱图(300.9>106.9);

2——DNC 特征离子质量色谱图(300.9>136.9);

3——DNC- D_8 特征离子质量色谱图(309.0>141.0);

4——空白组织总离子流色谱图(TIC)。

图 A.2 (续)

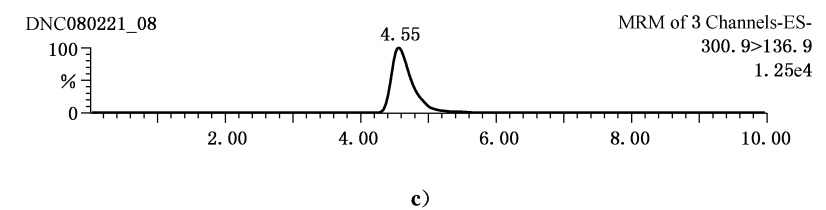
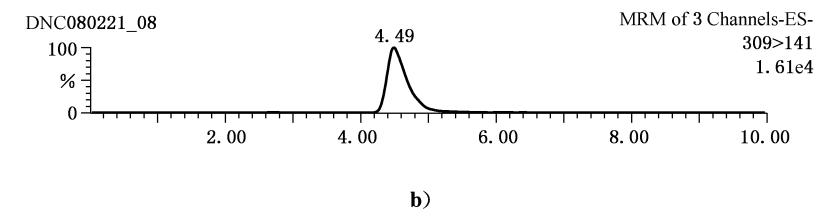
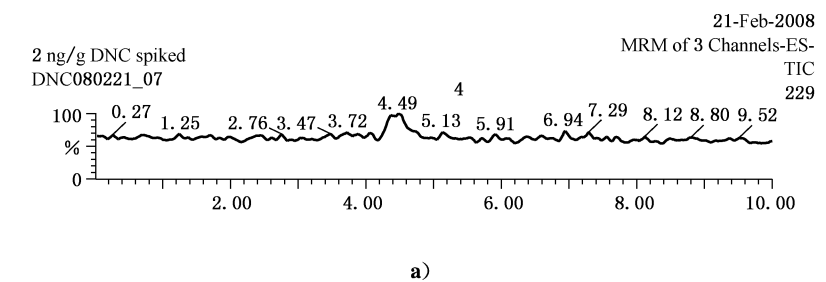


图 A.3 鸡空白肌肉组织添加 4,4'-二硝基均二苯胺及内标物试样特征离子质量色谱图(2 ng/g)