



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

2013-09-16 发布

2014-01-01 实施

中华人民共和国农业部
中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
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

*

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.gb168.cn

服 务 热 线 : 400-168-0010

010-68522006

2014 年 3 月 第 一 版

*

书 号 : 155066 · 1-48368

版 权 专 有 侵 权 必 究

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 °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 °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 mm \times 15 mm 具塞玻璃层析柱,下配 G₃ 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 °C 以下保存,有效期 6 个月。