

水产品中安眠酮残留量的测定 GB-31656.5-2021

1、适用范围

适用于鱼、虾可食组织中安眠酮残留量的检测。（本实验样品采用鲢鱼）

参考标准：《GB-31656.5-2021 食品安全国家标准 水产品中安眠酮残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准中间液（100ng/mL）：精密量取安眠酮标准液适量，用甲醇稀释配制成浓度为 100ng/mL 的标准中间液。-18°C以下避光保存，有效期 3 个月。
- 2) 内标工作液（200ng/mL）：精密量取安眠酮-D7 标准液适量，用甲醇稀释配制成浓度为 200ng/mL 的内标工作液。-18°C以下避光保存，有效期 3 个月。
- 3) 50%乙醚-正己烷混合溶液：取乙醚 50mL，正己烷 50mL，混匀。
- 4) 50%甲醇溶液：取甲醇 50mL，加水稀释至 100mL，混匀。
- 5) 0.1%甲酸溶液：取甲酸 0.1mL，加水稀释至 100mL，混匀。

3、提取步骤

取试样 5g（准确至±0.05g），于 50mL 离心管中，加内标工作液 50 μ L、水 3mL，涡旋混合 30s，加正己烷 15mL，振荡提取 3min，超声 5min，4500r/min 离心 7min，取正己烷层至 25mL 容量瓶，残渣再加正己烷 8mL，重复提取一次，合并正己烷液，并用正己烷稀释定容至刻度，混匀，备用。



4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Silica，规格：500mg/3mL。

活化：5mL 丙酮、5mL 正己烷，弃去；

上样：精密量取备用液 10mL 过柱，速度约为每秒 1 滴，弃去；

淋洗：5mL 正己烷，弃去流出液，抽干；

洗脱：8mL 50%乙醚-正己烷混合溶液洗脱，收集洗脱液；

复溶：将洗脱液于 40°C 水浴中氮气吹干，残余物中加入 50% 甲醇溶液 1mL，涡旋混匀，过 0.22 μ m 滤膜，供液相色谱-串联质谱仪测定。

5、注意事项

加标水平：5.0g 样中加入 0.025/0.125/0.25mL 100ng/mL 标准中间液，因此加标水平为 0.5/2.5/5 μ g/kg，最终机度数为 1/5/10ng/mL。

6、色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate XB-C18, 5 μ m, 2.1 \times 100mm

流动相：0.1%甲酸溶液：甲醇=10:90

柱温：25°C；流速：0.3mL/min；进样体积：2 μ L

6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源（ESI）；



扫描方式：正离子扫描；

检测方式：多反应监测（MRM）模式；

离子喷雾电压：5500 V；离子源温度：500℃；

气帘气（CUR）10 psi；雾化气（GS1）55 psi；辅助气（GS2）50 psi。

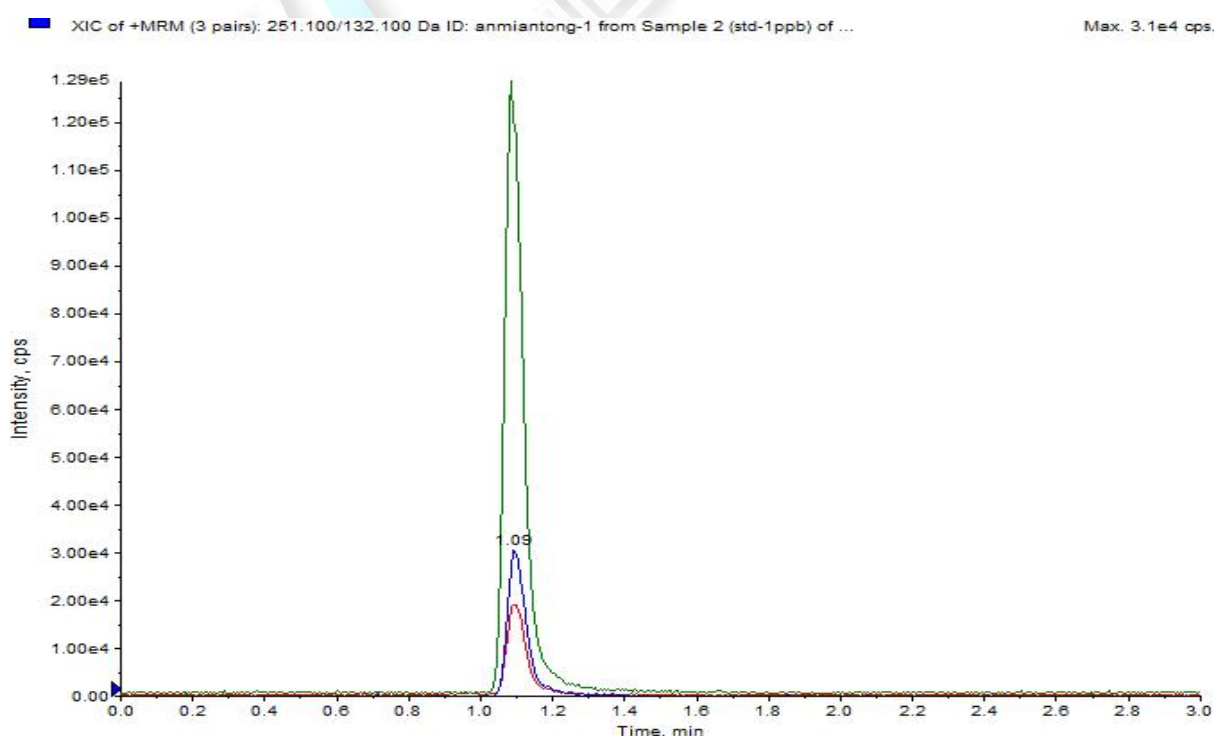
其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 2 多反应监测模式（MRM）参数

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能 CE/V
安眠酮	251.1	132.1*	35
		91.2	55
安眠酮-D7	258.1	139.1	36

7、色谱图或者加标回收率结果



声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:上海市松江区明南路85号启迪漕河泾（中山）科技园·紫荆园10号楼

Add:浙江省金华市婺城区双林南街168号

Tel:400-810-6969

邮编：201600

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com



图 1. 安眠酮标准品 1ng/mL 图谱

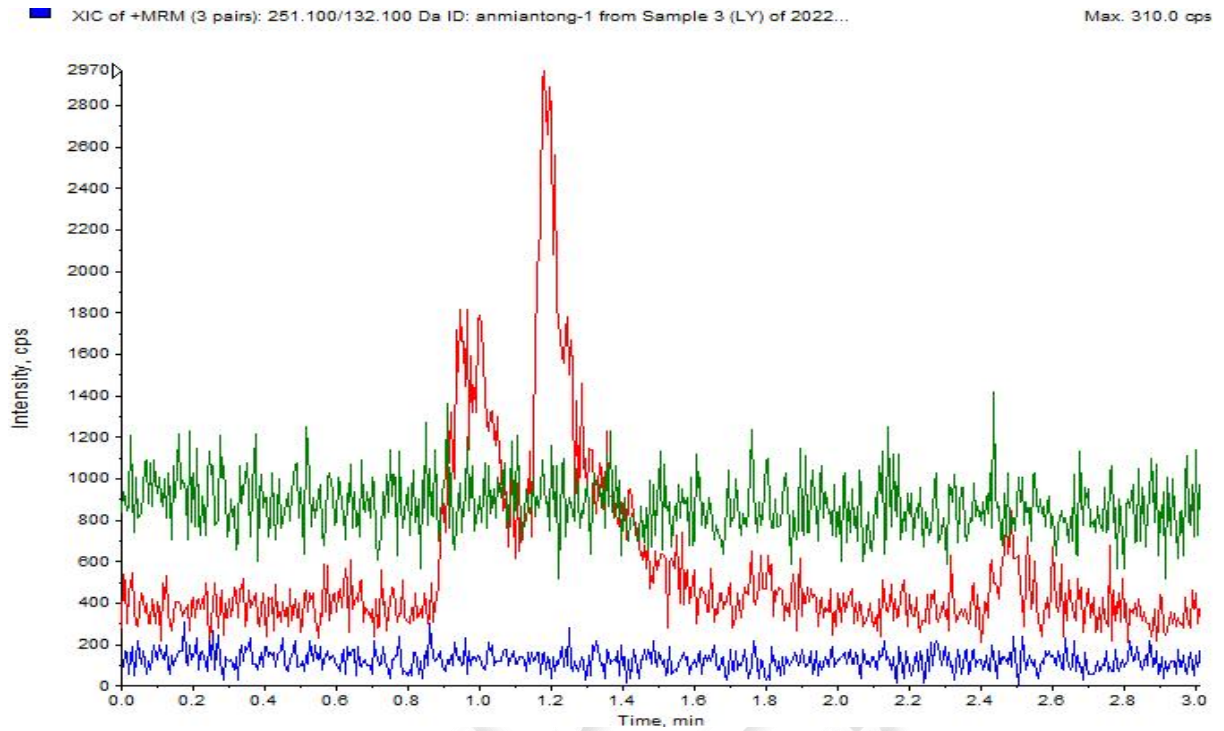


图 3. 鲢鱼样品空白图谱

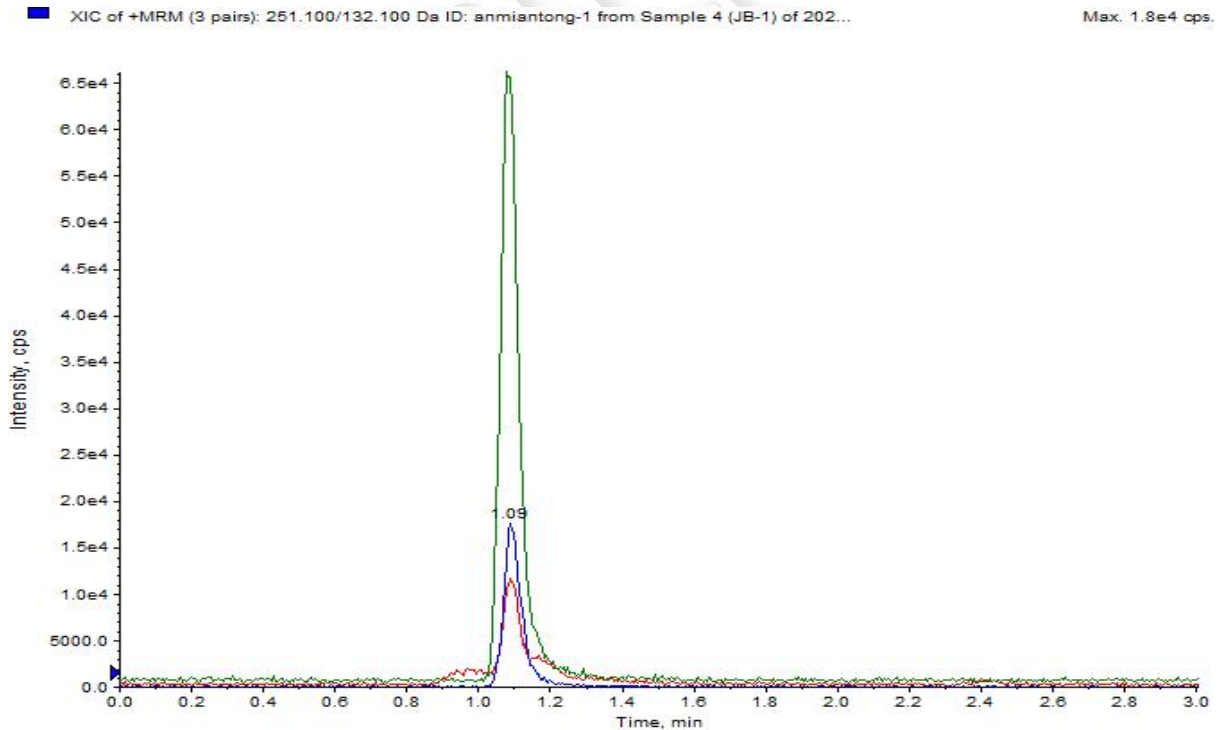


图 4. 鲢鱼样品加标 0.5 μ g/kg 图谱

表 3. 加标回收率表（内标法）



物质	加标水平 (0.5µg/kg)		加标水平 (2.5µg/kg)		加标水平 (5µg/kg)	
	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值
安眠酮	103.83%	1.13%	119.92%	1.40%	109.95%	1.63%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00500-11005	SPE 小柱	Welchrom® Silica,500mg/3mL,50pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管,平盖,锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31012	分析柱	Ultimate XB-C18, 5µm, 2.1×100mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22µm,100pk

