

水产品中氯硝柳胺残留量的测定 GB-31656.7-2021

1、适用范围

适用于鱼、虾、蟹等水产品可食组织中氯硝柳胺残留量的检测。（本实验样品采用鳊鱼）

参考标准：《GB-31656.7-2021 食品安全国家标准 水产品中氯硝柳胺残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液（100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：准确称取标准品各适量，于 10mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，配制成浓度均为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液。-18 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存，有效期 2 个月。
- 2) 标准工作液（1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ）：准确移取 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准储备液 0.1mL，用乙腈稀释至 10mL，得到 1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作液。-18 $^{\circ}\text{C}$ 以下保存，有效期 1 个月。
- 3) 氨水使用液：取氨水 5mL、加水 5mL，混匀。
- 4) 氨化乙腈溶液：取氨水使用液 100 μL ，加乙腈至 100mL，混匀。
- 5) 70%乙腈水溶液：取乙腈 70mL，加水 30mL，混匀。
- 6) C18E 吸附剂：粒径 40 μm ~60 μm ，或相当者。

3、提取步骤

取试样 5g（准确至 $\pm 0.02\text{g}$ ），于 50mL 具塞离心管中，加氨化乙腈溶液 10mL，涡旋混合 1min，超声 10min，加无水硫酸镁 3g，涡旋混合 1min，5000r/min 离心



5min，取上清液移至 25mL 容量瓶中，残渣用氨化乙腈 10mL 重复提取一次，合并上清液，用乙腈稀释定容至刻度，混匀，备用。

4、净化

准确量取上述备用液 5mL 于 10mL 离心管中，45°C 下氮气吹干，用 70% 乙腈水溶液 1.0mL 溶解残渣，再加入 C18E 吸附剂 50mg 涡旋振荡 30s，8000r/min 离心 6min，取上清液过 0.22 μ m 有机系滤膜，供 LC-MS/MS 测定。

5、注意事项

加标水平：5.0g 样中加入 0.1mL 1 μ g/mL 混合标准工作液，因此加标水平为 20 μ g/kg，最终机度数为 20 μ g/L。

本实验标准品溶液用空白基质溶液进行配置。

6、色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate UHPLC XB-C18, 5 μ m, 2.1 \times 150mm

流动相：水：乙腈=10:90

柱温：35°C；流速：0.2mL/min；进样体积：1 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°C；

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 1

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 4500

表 1 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
氯硝柳胺	325.0	171.0*	34
		289.0	20

7、色谱图或者加标回收率结果

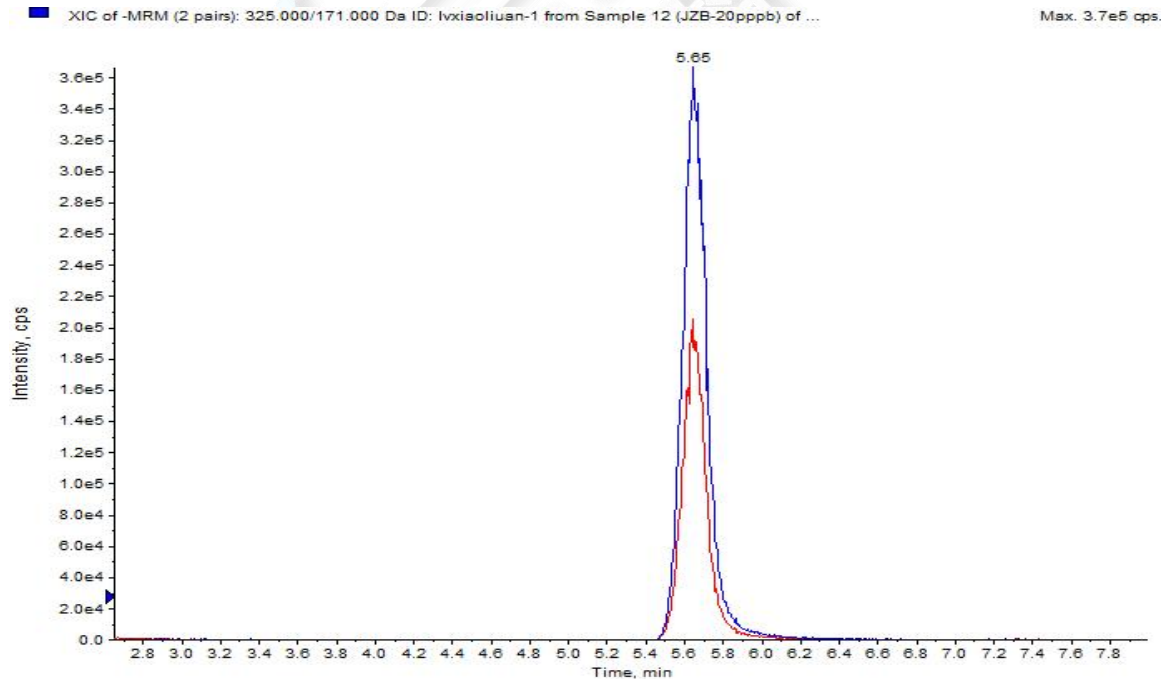


图 1. 氯硝柳胺标准品 20 μ g/L 图谱



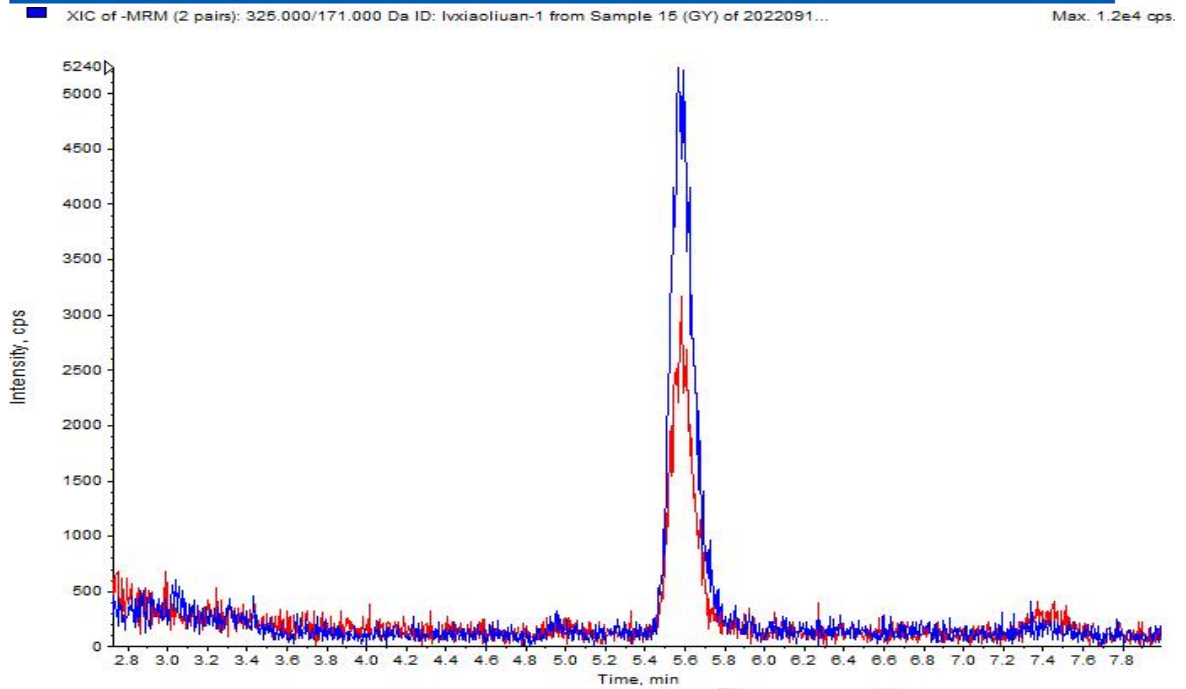


图 2. 鳊鱼样品空白图谱

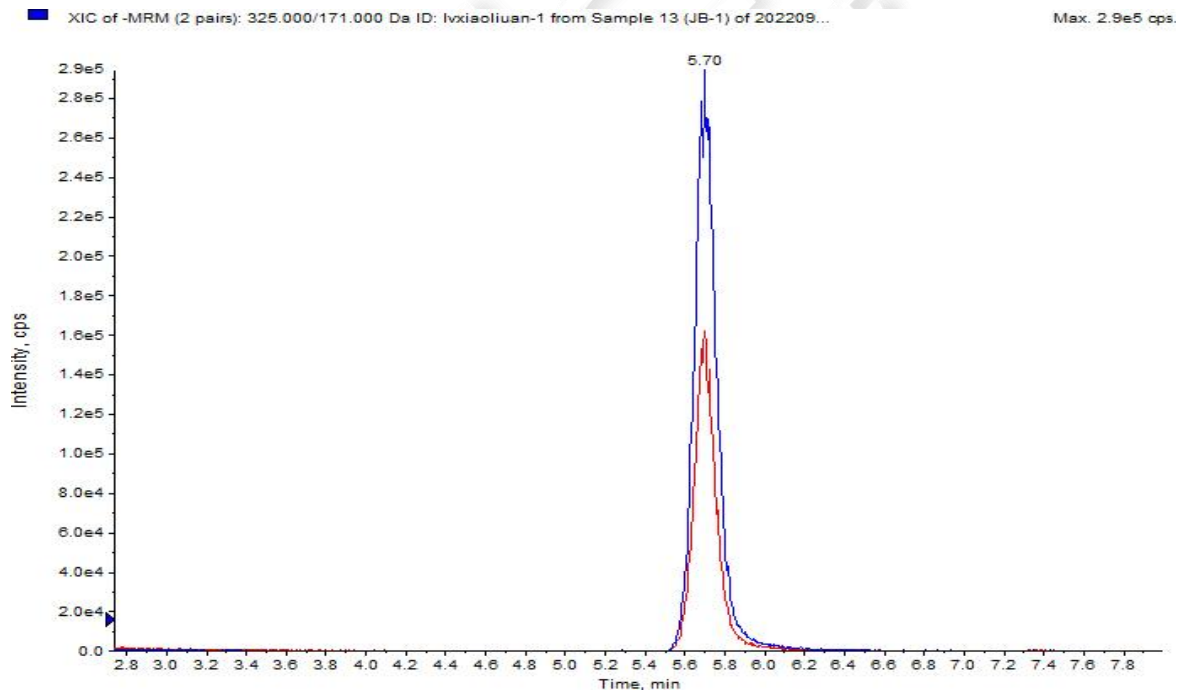


图 3. 鳊鱼样品加标 20 μ g/kg 图谱

表 2. 加标回收率表（加标水平为 20 μ g/kg）

物质	平均回收率	RSD 值
氯硝柳胺	75.24%	3.66%



8、相关产品信息

货号	名称	规格
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
00201-31014	分析柱	Ultimate XB-C18, 5 μ m, 2.1 \times 150mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk

