

水产品中有机磷类药物残留量的测定 GB-31656.8-2021

1、适用范围

适用于鱼、海参、蟹和虾等水产品可食部分中巴胺磷、二嗪农、敌百虫、敌敌畏、甲基吡啶磷和蝇毒磷残留量的检测。（本实验样品采用虾仁）

参考标准：《GB-31656.8-2021 食品安全国家标准 水产品中有机磷类药物残留量的测定 液相色谱—串联质谱法》

2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：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 1mg/mL 的标准储备液。-18℃以下保存，有效期 6 个月。
- 2) 混合标准中间液：准确移取 1mg/mL 的标准储备液各 0.1mL，于 10mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，得到 10 μ g/mL 的混合标准中间液。0℃~4℃ 避光保存，有效期 1 个月。
- 3) 定容液：取乙腈 150mL，加水 350mL、甲酸 0.5mL，混匀。
- 4) 1%乙酸乙腈：取乙腈 990mL，加乙酸 10mL，混匀。
- 5) 0.1%甲酸溶液：取甲酸 1mL，加水稀释至 1000mL，混匀。

3、提取步骤

取试样 5g（准确至 ± 0.02 g），加 1%乙酸乙腈 25mL、无水乙酸钠 1g，涡旋混合 2min，超声 30min，8000r/min 离心 10min，取上清液，备用。



4、净化步骤

备用液加 PSA 吸附剂 500mg，涡旋振荡 1min，8000r/min 离心 10min；取上清液 5mL，45°C 下氮气吹干，准确量取定容液 1mL 溶解残渣，加 PSA 吸附剂 200mg，涡旋 1min，5000r/min 离心 10min，取上清液过膜后，供液相色谱-串联质谱测定。实验过程需注意避免阳光直射，样品前处理完成后应及时上机检测。

5、注意事项

加标水平：5.0g 样中加入 25/50/100 μ L 10 μ g/mL 标准工作液，因此加标水平为 50/100/200 μ g/kg，最终机度数为 50/100/200 ng/mL。

6、色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μ m, 2.1 \times 100mm

流动相：A: 0.1%甲酸溶液；B: 乙腈

柱温：40°C；流速：0.25mL/min；进样体积：2 μ L

梯度洗脱程序：见表 1。

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A 相/%	B 相/%
0.0	95	5
1.0	95	5
2.0	5	95
4.0	5	95

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



4.5	95	5
5.0	95	5

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 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
巴胺磷	282.0	138.0*	20
		156.0	12
二嗪农	305.1	169.0*	22
		96.9	35
敌百虫	257.0	109.0*	18
		79.0	30
敌敌畏	221.0	109.0*	21
		79.0	33
甲基吡啶磷	325.0	183.0*	20
		138.9	32
蝇毒磷	363.0	307.0*	16
		289.0	30

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



7、色谱图或者加标回收率结果

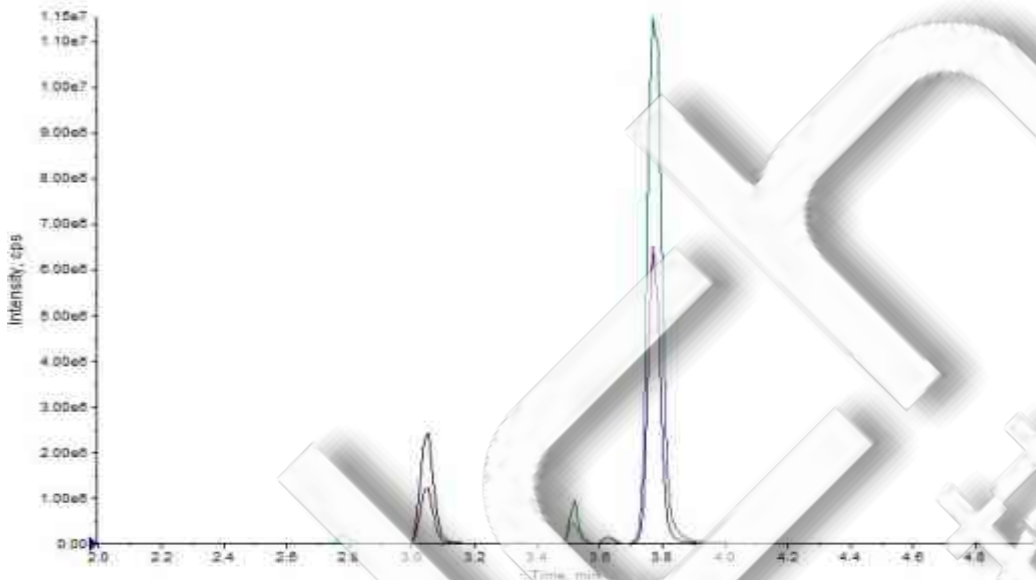


图 1. 混合对照溶液 50ng/mL 图谱

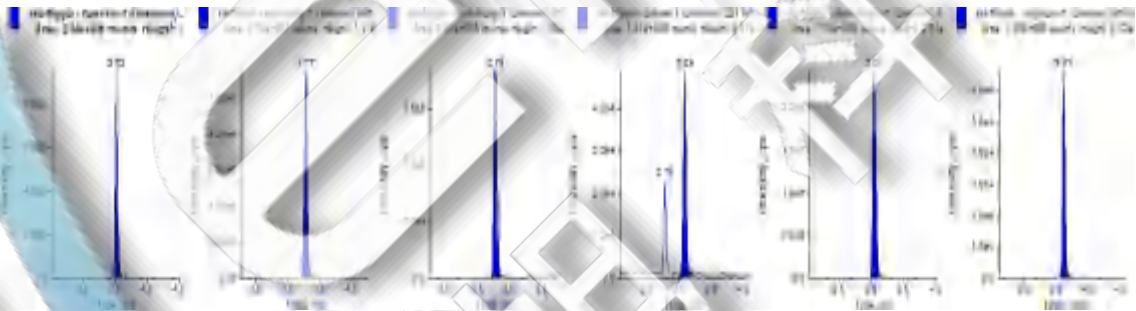


图 2. 混合对照溶液 50ng/mL 各目标物图谱



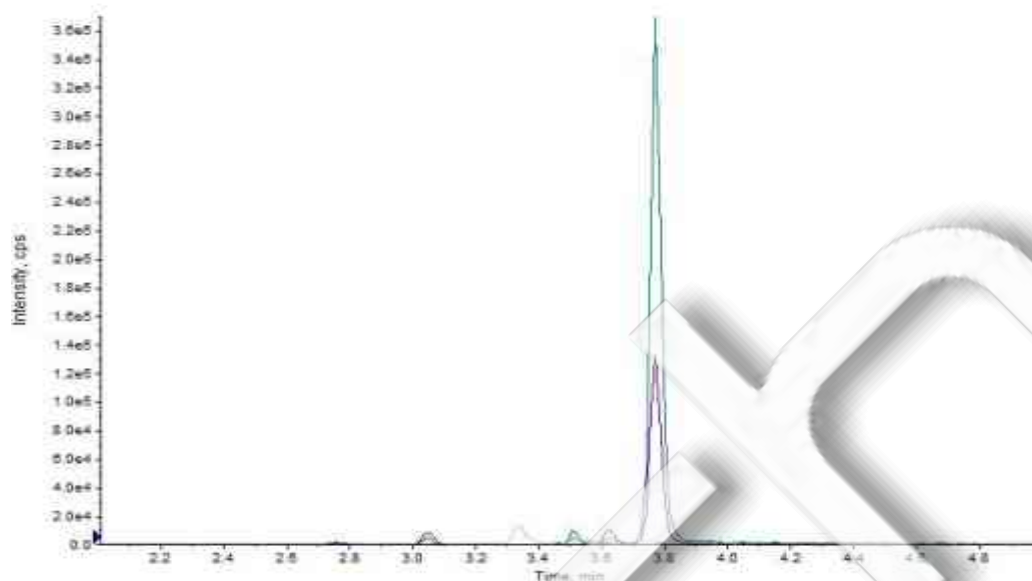


图 3. 虾仁样品空白图谱

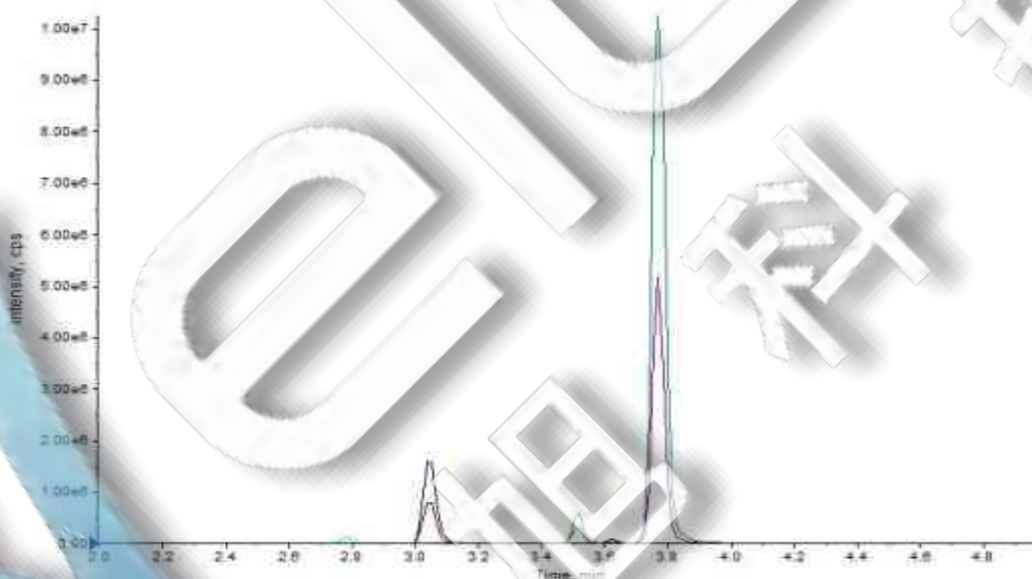


图 4. 虾仁样品加标 50µg/kg 图谱

表 3. 加标回收率表

峰号	物质	加标水平（50µg/kg）		加标水平（100µg/kg）		加标水平（200µg/kg）	
		平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值
1	巴胺磷	114.47%	4.21%	104.59%	8.29%	88.20%	1.95%
2	二嗪农	101.53%	3.76%	87.00%	3.29%	86.31%	2.84%



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

3	敌百虫	100.28%	1.95%	73.66%	2.30%	72.48%	6.48%
4	敌敌畏	111.39%	4.00%	94.20%	5.13%	84.18%	0.14%
5	甲基吡啶磷	87.57%	3.34%	75.50%	4.13%	76.00%	0.00%
6	蝇毒磷	79.12%	9.98%	68.60%	2.71%	61.27%	6.40%

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
00201-11012	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μ m, 2.1 \times 100mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk

