

## 水产品中丁香酚残留量的测定

GB-31656.6-2021

### 1、适用范围

适用于鱼、虾可食组织中丁香酚残留量的检测。（本实验样品采用龙利鱼）

参考标准：《GB-31656.6-2021 食品安全国家标准 水产品中丁香酚残留量的测定 气相色谱—质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：准确称取适量丁香酚标准品，用乙酸乙酯溶解，配制成浓度为 100 $\mu$ g/mL 的标准储备液。
- 2) 标准工作液：准确移取标准储备液 1mL，用乙酸乙酯稀释并定容至 10mL，得到浓度为 10 $\mu$ g/mL 的标准工作液。
- 3) 乙腈饱和正己烷：取正己烷 200mL 于 250mL 分液漏斗，加适量乙腈，剧烈振摇，待分配平衡后，弃去下层乙腈层，即得。
- 4) 甲醇溶液：取甲醇 10mL，加水至 100mL。

### 3、提取步骤

取试料约 2g（准确至 $\pm$ 0.02g），于 50mL 具塞塑料离心管中，加乙腈 10mL，涡旋 1min，超声 10min，4000r/min 离心 5min，取上清液于另一 50mL 具塞塑料离心管中，残渣用乙腈 10mL 重复提取一次，合并上清液。加乙腈饱和正己烷 10mL，脱脂，涡旋 1min，4000r/min 离心 5min，取乙腈层，按上述方法重复脱脂一次。45 $^{\circ}$ C 水浴氮吹至近干，加甲醇水溶液 10mL 使溶解，备用。



## 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® C18E，规格：300mg/3mL。

活化：3mL 甲醇、3mL 水，弃去；

上样：取备用液过柱，弃去；

淋洗：3mL 水，弃去并抽干 5min；

洗脱：3mL 甲醇洗脱，压干并收集于离心管中；

复溶：将收集液体用氮气吹至近干，用乙酸乙酯定容至 1.0mL 溶解残余物，过 0.22 $\mu$ m 滤膜，气相色谱质谱测定。

## 5、注意事项

加标水平：2.0g 样中加入 0.04mL 10 $\mu$ g/mL 标准工作液，因此加标水平为 200 $\mu$ g/kg，最终机度数为 400ng/mL。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS, 30m $\times$ 0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	280 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 70 $^{\circ}$ C, 保持 1min; 以 40 $^{\circ}$ C/min 升温至 120 $^{\circ}$ C; 再以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 170 $^{\circ}$ C, 保持 3min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样



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

恒流模式	1.0mL/min
进样量	2 $\mu$ L

## 6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70Ev
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	4.0min

## 7、色谱图或者加标回收率结果

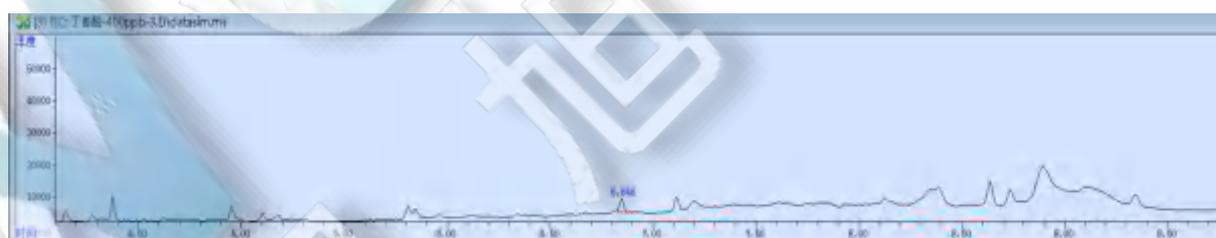


图 1. 丁香酚标准品 400ng/mL 图谱

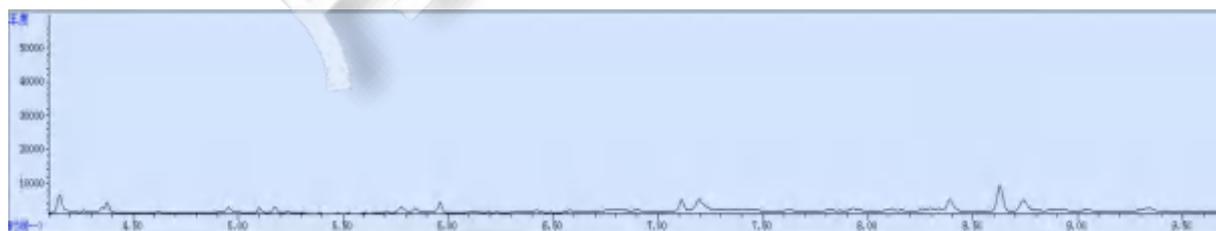


图 2. 龙利鱼样品空白图谱



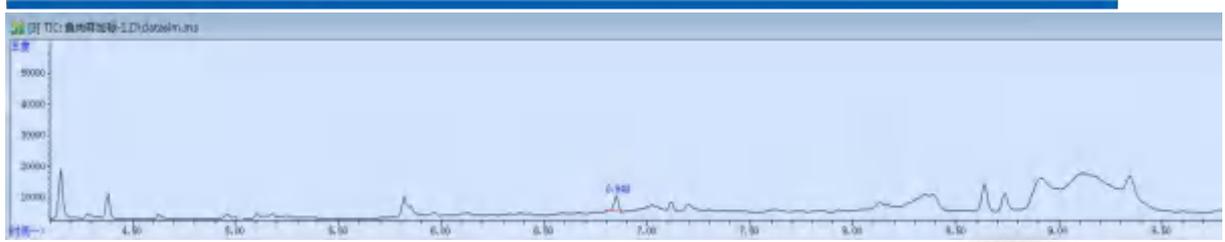


图 3. 龙利鱼样品加标 200 $\mu$ g/kg 图谱

表 2. 加标回收率表（加标水平为 200 $\mu$ g/kg）

样品名称	平均回收率	RSD 值
龙利鱼	98.7%	4.07%

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00559-11066	SPE 小柱	Welchrom® C18E,300mg/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
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30.0m $\times$ 0.25mm $\times$ 0.25 $\mu$ m

