

水产品中四聚乙醛残留量的测定 GB-31656.10-2021

1、适用范围

适用于鱼和虾可食性组织中四聚乙醛残留量的检测。（本实验样品采用鳕鱼）

参考标准：《GB-31656.10-2021 食品安全国家标准 水产品中四聚乙醛残留量的测定 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 100 μ g/mL 的标准储备液。-18 $^{\circ}$ C 以下保存，有效期 6 个月。
- 2) 标准中间液：准确移取标准储备液各 0.5mL，分别于 10mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，得到 5 μ g/mL 的标准中间液。2 $^{\circ}$ C~8 $^{\circ}$ C 避光保存，有效期 1 个月。
- 3) 四聚乙醛标准工作液：准确移取四聚乙醛标准中间液 1mL，于 5mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，得到 1 μ g/mL 的四聚乙醛标准工作液。现用现配。
- 4) 四聚乙醛-D₁₆标准工作液：准确移取四聚乙醛-D₁₆标准中间液 0.5mL，于 10mL 容量瓶中，加乙腈溶解并稀释至刻度，得到 0.25 μ g/mL 的四聚乙醛-D₁₆标准工作液。现用现配。
- 5) 0.1%甲酸溶液：取甲酸 1mL，加水稀释至 1000mL，混匀。
- 6) 50%乙腈溶液：取乙腈 50mL，加水 50mL，摇匀。



3、提取步骤

取试料 5g（准确至 $\pm 0.05\text{g}$ ），于 50mL 离心管中，加四聚乙醛- D_{16} 标准工作液（ $0.25\mu\text{g/mL}$ ） $100\mu\text{L}$ ，再依次加入水 2mL 和乙腈 10mL，以 10000r/min 速度均质 1min 后加入氯化钠 2g，加盖涡旋混合 1min 后以 5000r/min 的速度离心 2min，收集上清液，备用。

4、净化步骤

取备用液 2mL，转入装有无水硫酸镁 0.3g、C18E 0.1g、PSA 0.1g 的离心管，涡旋混匀 1min，5000r/min 离心 2min，吸取上清液 0.5mL 用 0.1% 甲酸溶液稀释至 1.0mL 混匀，过 $0.22\mu\text{m}$ 滤膜，供液相色谱-串联质谱测定。

5、注意事项

加标水平：5.0g 样中加入 20/100/200 μL $1\mu\text{g/mL}$ 标准工作液，因此加标水平为 4/20/40 $\mu\text{g/kg}$ ，最终机度数为 1/5/10 ng/mL 。

6、色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate UHPLC XB-C18, $1.8\mu\text{m}$, $2.1\times 50\text{mm}$

流动相：A: 0.1% 甲酸溶液；B: 乙腈

柱温： 30°C ；流速： 0.3mL/min ；进样体积： $2\mu\text{L}$

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	90	10
0.5	70	30
1.5	5	95
3.5	5	95
3.6	90	10
5.0	90	10

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
四聚乙醛	194.2	62.2*	10
		106.2	7
四聚乙醛-D ₁₆	210.3	66.1	10

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



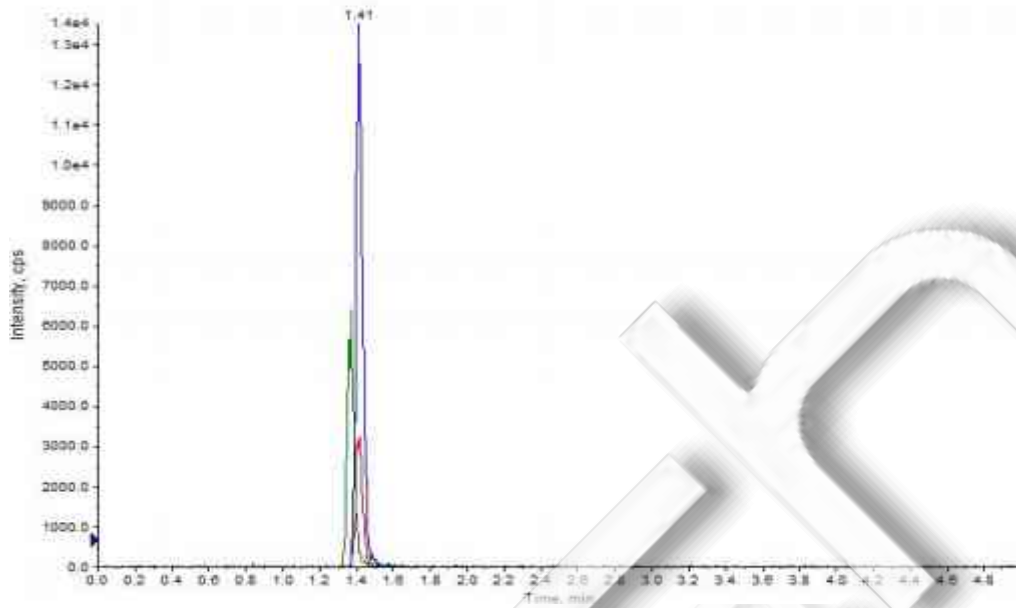


图 1. 四聚乙醛标准品 5ng/mL 图谱

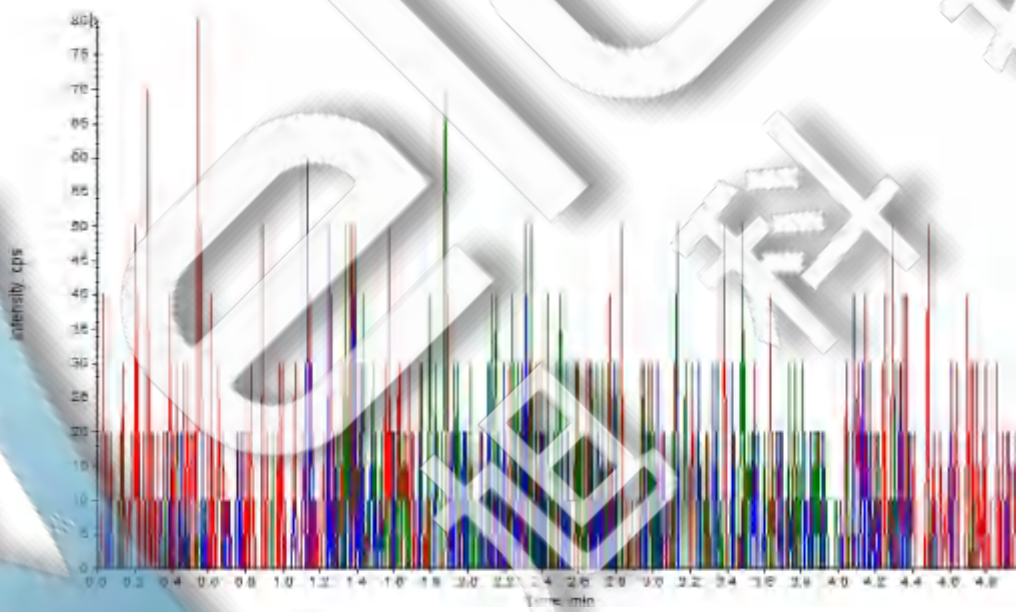


图 2. 鳊鱼样品空白图谱



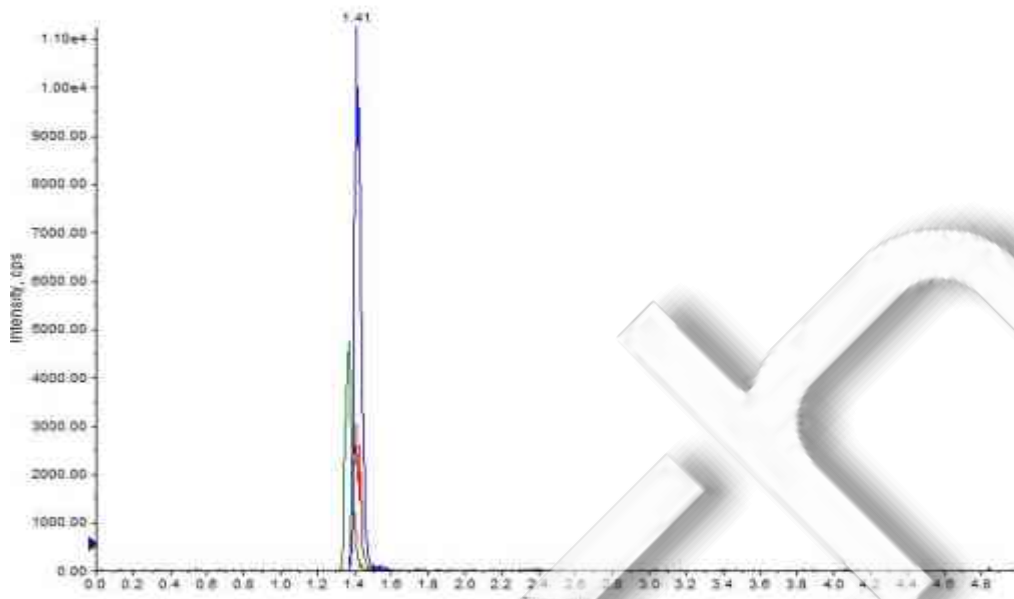


图 3. 鳕鱼样品加标 20 μ g/kg 图谱

表 3. 加标回收率表

峰号	物质	加标水平 (4 μ g/kg)		加标水平 (20 μ g/kg)		加标水平 (40 μ g/kg)	
		平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值	平均回收率	RSD 值
1	四聚乙醛	106.19%	7.95%	108.11%	0.11%	108.79%	2.33%

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



00201-11010	UHPLC 色谱柱	Ultimate UHPLC XB-C18, 1.8 μ m, 2.1 \times 50mm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22 μ m,100pk

