



水产品中氟乐灵的测定 GB31660.3-2019

1、适用范围

适用于水产品中氟乐灵的测定。（本实验选用样品为龙利鱼）

参考标准：《GB 31660.3-2019 食品国家安全标准 水产品中氟乐灵的测定 气相色谱法》

2、溶液的配制

氟乐灵标品中间液：准确移取 0.1mL 氟乐灵标准品储备液，用正己烷定容至 10mL，浓度为 1mg/L。

氟乐灵标品使用液：准确移取 1mL 氟乐灵标准品中间液，用正己烷稀释至 10mL，浓度为 0.1mg/L。

10%二氯甲烷/正己烷：量取 10mL 二氯甲烷，90mL 正己烷，混匀。

60%二氯甲烷/正己烷：量取 60mL 二氯甲烷，40mL 正己烷，混匀。

3、提取步骤

称取 2g 样品（样品预先搅碎、混匀）于 15mL 具塞离心管中，加入 10mL 丙酮；涡旋混匀 2min，超声提取 15min，8000r/min 离心 5min；上清液转移至一 50mL 具塞离心管中，残渣中加入 5mL 丙酮重复提取一次，合并上清液；加入 10mL 水，1g 无水硫酸钠，20mL 正己烷，涡旋混匀 2min，8000r/min 离心 5min，上清液转移至 100mL 鸡心瓶中，残渣中再加入 2*20mL 正己烷萃取两次，合并上清液，40℃旋蒸至干，加入 5mL 正己烷溶解残渣，待净化。

4、净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Florisil PR，规格：1000 mg/6mL。

活化：5mL 二氯甲烷，弃去，挤干小柱；5mL 正己烷，弃去；

上样：待净化液全部上样，弃去流出液；

淋洗：10mL 正己烷，10mL 10%二氯甲烷/正己烷，弃去流出液；

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com



洗脱：10mL 60%二氯甲烷/正己烷，收集流出液于 10mL 玻璃离心管中；

40℃氮吹至干，准确加入 1mL 正己烷溶解残渣，过 0.22μm 有机系滤膜后上 GC 检测。

5、注意事项

- 1) SPE 净化过程中，淋洗液可先润洗鸡心瓶后并入 SPE 小柱。
- 2) 加标水平：2g 样中，添加 200μL 0.1mg/L 标准使用液，得到加标水平为 0.01mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 10μg/L。
- 3) 整个淋洗过程不宜过快，流速保持在 1d/s。
- 4) 为保证回收率，各步骤可适当做避光处理。

6、色谱条件

仪器型号	Panna A91
色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
进样口温度	230℃
检测器 (ECD) 温度	300℃
载气	N ₂ , 尾吹气流速: 60mL/min;
进样方式	不分流进样
载气流量	1.2/min
进样量	2μL
升温程序	70℃保持 1min, 30℃/min 升到 185℃, 保持 2.5min, 25℃/min 升到 280℃, 保持 10min;

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

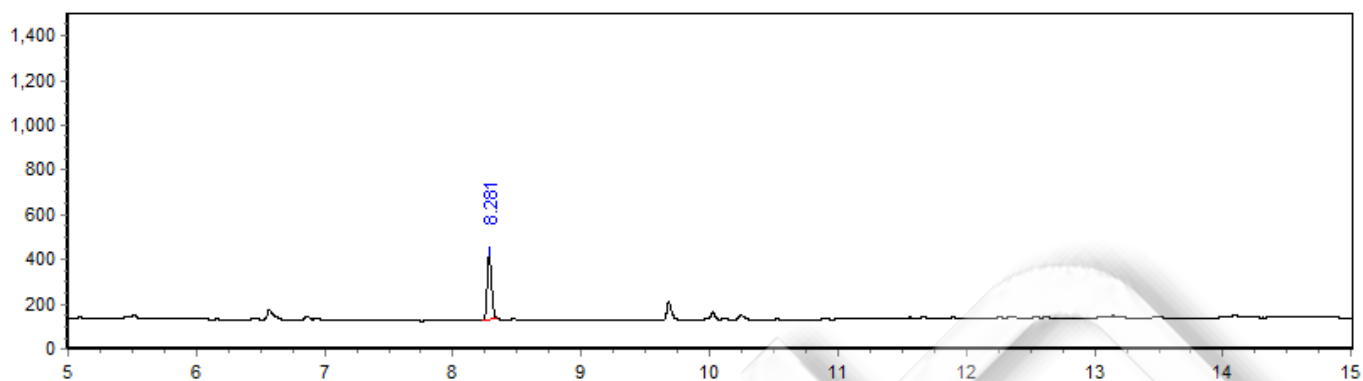


图 1.氟乐灵标准品 10 μ g/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间 /Min	峰高 /Hz	峰面积 /[Hz*s]	相对峰面积 /%	拖尾因子	塔板数
1	氟乐灵	8.281	291.14	710.17	100	1.239	265114

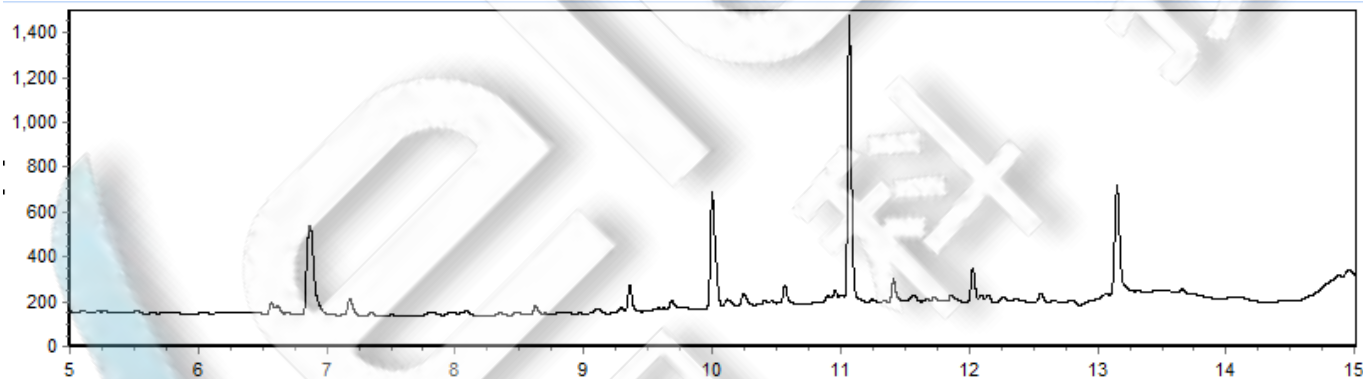


图 2.龙利鱼空白图谱

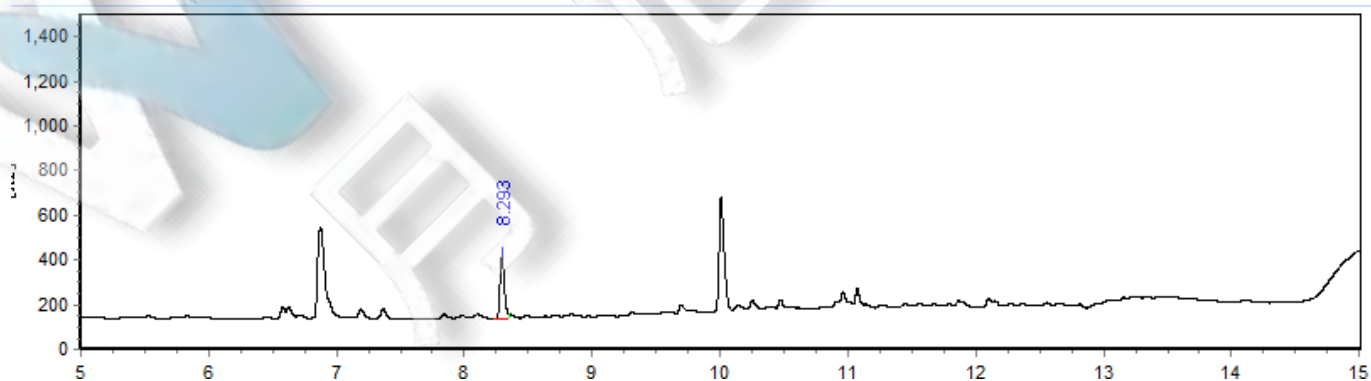


图 3.龙利鱼加标 10 μ g/kg 图谱

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：加标回收率

分类	加标水平 ng/g	回收率/%	RSD (n=2) /%
氟乐灵	10	95.27	0.92

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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30.0m×0.25mm×0.25μm
00516-20007	SPE 小柱	Florisil PR 1000mg/6mL 30pk
	氟乐灵标准品	

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:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com