

水产品中地克珠利残留量的测定

液相色谱—串联质谱法 GB 31656.18—2025

1、适用范围

本文件规定了水产品中地克珠利残留量检测的制样和液相色谱-串联质谱测定方法。(本实验样品采用鳗鱼)

本文件适用于鱼、虾、蟹及鳖等水产品可食组织中地克珠利残留量的测定。其他水产品的检测可参照执行。

参考标准：《GB 31656.18—2025 食品安全国家标准 水产品中地克珠利残留量的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准中间液($10\text{ }\mu\text{g/mL}$): 吸取 $100\text{ }\mu\text{L}$ 标准储备溶液($100\text{ }\mu\text{g/mL}$), 用甲醇稀释并定容至 1 mL , 配制成 $10\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的标准中间液, -18°C 避光保存, 有效期 6 个月。
- 2) 标准工作液($1\text{ }\mu\text{g/mL}$): 吸取 $100\text{ }\mu\text{L}$ 标准中间液($10\text{ }\mu\text{g/mL}$), 用甲醇稀释并定容至 1 mL , 配制成 $1\text{ }\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液, -18°C 避光保存, 有效期 3 个月。
- 3) 甲醇水溶液: 取甲醇 80 mL 和水 80 mL , 混匀。
- 4) 5 mmol/L 乙酸铵溶液: 称取乙酸铵 0.38 g , 用水溶解并稀释至 1000 mL 。

3、提取

称取试料(2 ± 0.05) g 于 50 mL 具塞离心管中, 涡旋混合 30 s , 避光放置 10 min 。加入乙腈 10 mL , 涡旋混合 1 min , 再加入无水硫酸钠 2 g , 涡旋混合 1 min , 超声提取 10 min , 6000 r/min 离心 5 min , 将上清液转移至 100 mL 梨形瓶中。取乙腈 10 mL 加入 50 mL 离心管中重复提取 1 次, 合并提取液, 40°C 减压浓缩至干。准确加入甲醇水溶液 1 mL 定容, 涡旋混匀, 充分溶解残余物, 待净化。

4、净化

在上述待净化液中，先加入正己烷 2 mL，充分涡旋混合 1 min，6000 r/min 离心 5 min，弃去正己烷层，再加入 C18 吸附剂 50 mg，充分涡旋混合 1 min，9900 r/min 离心 5 min，取上清液过 0.22 μ m 有机相微孔滤膜后，供液相色谱-串联质谱仪测定。

5、注意事项

加标水平：2 g 样中加入 40 μ L 1 μ g/mL 对照溶液，因此加标水平为 20 μ g/kg，最终机度数为 40 ng/mL。

6、色谱条件

6.1 UPLC 条件

色谱柱：Ultimate AQ-C18，3 μ m，2.1 $\times$ 150mm

流动相：A：5 mmol/L 乙酸铵溶液，B：甲醇；

柱温：35 $^{\circ}$ C；

流速：0.3 mL/min；

进样体积：1 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/%
0.00	80	20
3.00	10	90
8.00	10	90
8.50	80	20
13.00	80	20

6.2 质谱条件

离子源：电喷雾离子源(ESI)；

扫描方式：负离子扫描；

检测方式：多反应监测(MRM)模式；

离子喷雾电压：-4500 V；

离子源温度：400 °C；

气帘气(CUR)20 psi；雾化气(GS1)20 psi；辅助气(GS2)10 psi。

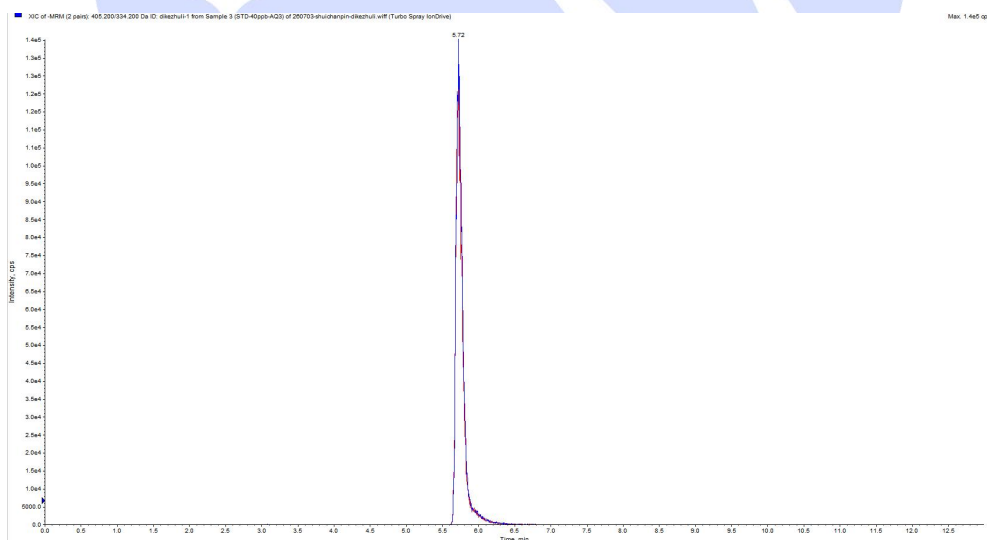
其他质谱参数见表 2

液质仪器型号：AB Sciex TRIPLE QUAD 6500

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)	去簇电压 DP/V	碰撞能 CE/V
地克珠利	405.2	334.2*	-77	-25
	407.2	336.2	-74	-26
* 为定量离子。				

7、色谱图或者加标回收率结果



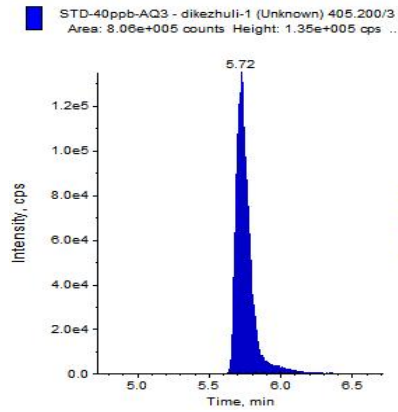


图 1. 对照溶液 40 ng/mL 图谱

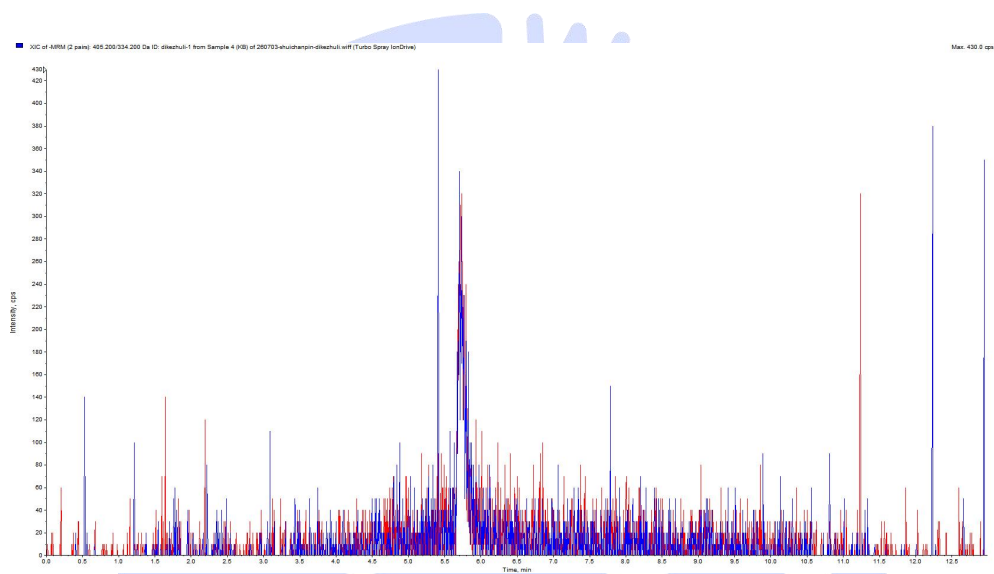


图 2 鳗鱼样品空白图谱

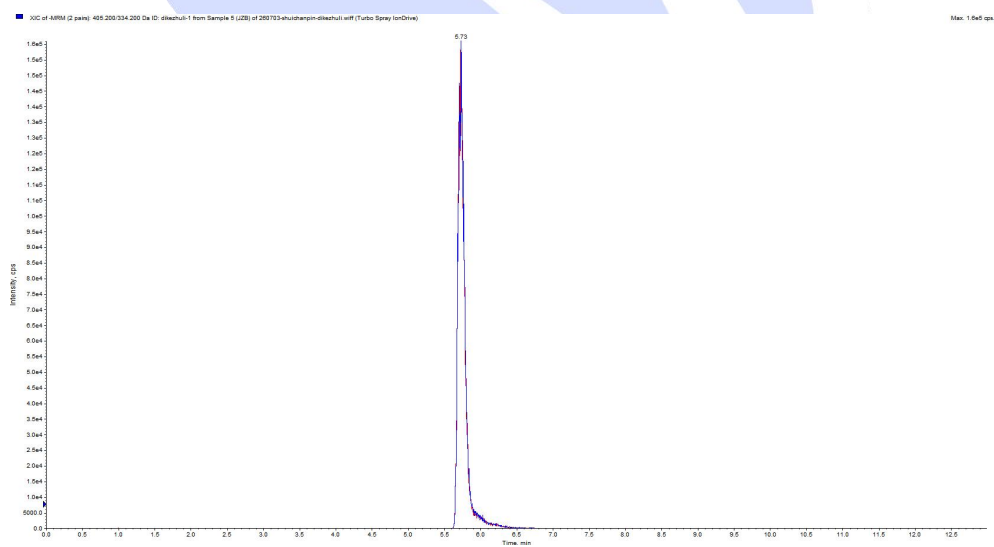


图 3 鳗鱼样品基质标 20 µg/kg 图谱

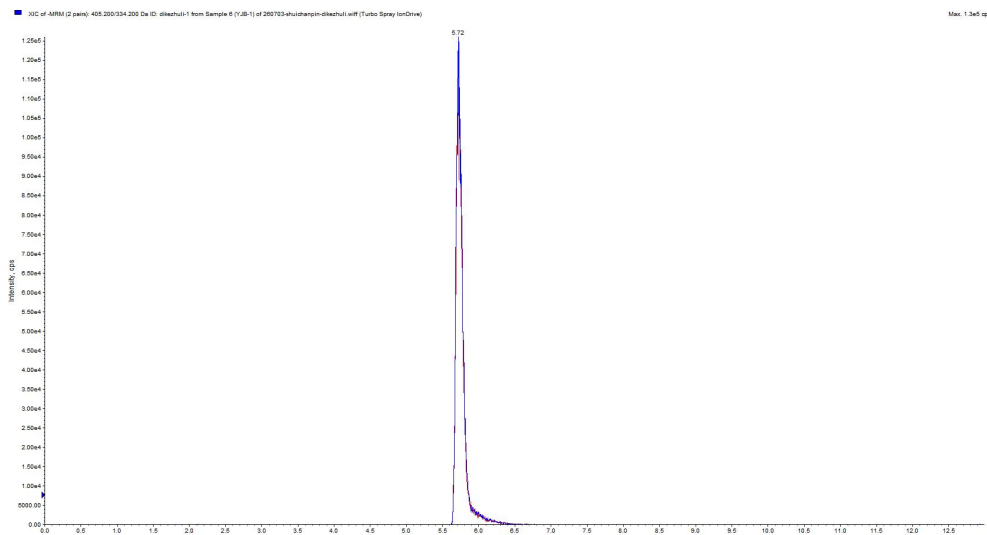


图 4 鳗鱼样品样加标 20 $\mu\text{g/kg}$ 图谱

表 3. 加标回收率表(加标水平为 20 $\mu\text{g/kg}$)

物质	平均回收率	RSD
地克珠利	79.15%	2.62%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
DP1618-1	离心管	50mL 尖底离心管，配橙色实心盖，未灭菌，25 个/包
DP1639-1	离心管	15mL 尖底离心管，配橙色实心盖，未灭菌，25 个/包
00821-39191	盖子+垫片	白色特氟龙/红色硅胶隔垫，9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm，100/pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口进样瓶 带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃，100/pk
030B-003	SPE welchrom C18E	硅胶基质，十八烷基键合，17%载碳量，封尾
00207-21014	分析柱	Ultimate AQ-C18，3 μm ，2.1 $\times$ 150mm