Thermo Scientific
食品安全应用文集

目录

前言

民以食为天。

随着经济全球化进程的不断加快和科学技术的进步，食品安全问题并没有减小的趋势，国内外的食品安全恶性事件接连不断的发生，国内苏丹红、瘦肉精、三聚氰胺、地沟油等事件，国外毒奶粉，毒鸡蛋事件，食品安全问题成为一个全球性的大问题。它关系到人们的健康和生命的安全，关系到食品行业能否健康稳定的发展，因此食品安全受到各国政府的高度重视。我国对这个问题也越来越关注，党中央第一次把“食品安全”写进中央全会的决定，国务院多次协调关于如何进一步加强食品安全的监督管理问题，各职能部门也加大了检查监督力度，食品安全国标也不断整合与更新。法规制度的完善、食品标准的提高、食品源头治理的强化，对如何通过检测手段规避从农田到餐桌的食品安全风险，提出了更高的要求。

赛默飞一直秉承用户满意度第一、技术创新第一、产品质量第一的企业宗旨，为全球广大客户提供服务。在食品安全方面，赛默飞也不遗余力，不断为国内食品检测带来创新的产品和最全面的解决方案。

这本应用解决方案正是因此应运而生，囊括 GC、GC-MS、LC、LC-MS 等在食品安全的解决方案，包括：农药残留、食品添加剂、营养成分、塑化剂、非法添加剂等各种项目检测，将这些解决方案分享给大家，希望能对广大客户的实验带来帮助。

赛默飞世尔科技拥有知识丰富的员工、创新的产品及全面的解决方案，基于“立足标准，前瞻创新”的理念，让食品安全从这里起步！

QuEChERS 前处理结合 LC-MS/MS 用于农药多残留检测

——参考标准：GB 2763-2019 国家食品安全标准 食品中农药最大残留限量

1. 实验背景

《GB 2763-2019 食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》已于 2020 年 2 月 15 日正式实施，替代 GB 2763-2016 和 GB 2763.1-2018。

新的限量标准规定了 483 种农药在 356 种（类）食品中 7107 项残留限量。与 2016 版相比新增农药品种 50 个、残留限量 2967 项，基本涵盖了我国已登记农药品种和居民日常消费的主要农产品。对于高风险禁限用农药，2019 版标准中规定了甲胺磷等 27 种禁用农药 585 项限量、氧乐果等 16 种限用农药 311 项限量，填补了高风险的禁限用农药监管漏洞。对于进口农产品，2019 版标准规定了 77 种尚未在我国批准使用的农药的 1109 项限量，为进口农产品的质量安全提供法规依据。以上举措，使我国农产品距离实现“生产有标可依、产品有标可检、执法有标可判”的目标更近了一步。

为帮助客户应对新的挑战，根据 GB 2763-2019 中农药的化学性质将其分类，选择合适的仪器检测方法，赛默飞专门针对开发了目前市场上唯一的集 LC-MS/MS、GC-MS/MS、IC-MS/MS 三大技术平台于一体的整体解决方案。该方案采用 QuEChERS 方法最大程度地简化了样品前处理过程，在 UHPLC、GC、IC 对复杂样品强大的分离能力基础上，结合三重四极杆质谱多反应监测（SRM）模式高选择性和高灵敏度，实现了高效快速的农药多残留检测。该方案涵盖了新的限量标准中超过 85% 的农药及其代谢物，为您提供从样品到结果的全流程支持服务。未涵盖的农药品种，或是需要衍生化后再经色谱方法检测、或是需要采用比色法等非色谱的检测方法。本文介绍赛默飞基于 LC-MS/MS 平台的 GB 2763 多农残整体解决方案。

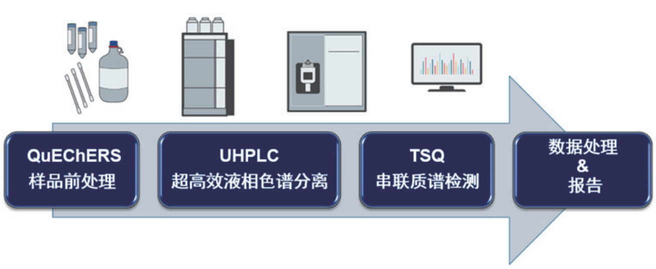


图 1. GB 2763-2019 LC-MS/MS 方案流程

2. 样品前处理

2.1 QuEChERS 操作流程

水果、蔬菜类样品：称取 10 g 已均质好的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 10 mL 乙腈，充分混匀后，加入包含 4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠的萃取包（P/N: **60105-333-B**），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后，4500 r/min 离心 5 min。吸取 1 mL 上清液到内含 150 mg 硫酸镁、25 mg PSA 的塑料离心管中（P/N: **60105-219**），涡旋混匀 1 min，4500 r/min 离心 5 min，吸取上清液过 0.2 μm PTFE 滤膜（Thermo Scientific™ Titan3™ PTFE，P/N: **42213-NP**）上机测定。

茶叶样品：称取 2 g 已粉碎的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL1% 醋酸乙腈溶液，充分混匀后，再加入包含 6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠的萃取包（P/N: **60105-335-B**），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 4500 r/min 离心 5 min。吸取 1 mL 上清液加到内含 150 mg 硫酸镁、50 mg PSA、50 mg C18 的塑料离心管中（P/N: **60105-204**），涡旋混匀 1 min。4500 r/min 离心 5 min，吸取上清液过 0.2 μm PTFE 滤膜，上机测定。

大米样品：称取 5 g 已粉碎的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL1% 醋酸乙腈溶液，充分混匀后，再加入包含 6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠的萃取包（P/N: **60105-335-B**），盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 4500 r/min 离心 5 min。吸取 1 mL 上清液加到内含 150 mg 硫酸镁、50 mg PSA 的塑料离心管中（P/N: **60105-203**），涡旋混匀 1 min。4500 r/min 离心 5 min，吸取上清液过 0.2 μm PTFE 滤膜，上机测定。

2.2. 基质匹配标准溶液的配制

取空白样品，安装样品前处理方法制备空白样品基质溶液，用此溶液配制基质匹配系列标准溶液。

3. 仪器条件

3.1. 仪器

Thermo Scientific™ Vanquish™ Flex Binary 超高效液相色谱系统
Thermo Scientific™ TSQ Quantis™ 三重四极杆质谱仪，配 HESI 源
Thermo Scientific™ TraceFinder™ 软件用于数据处理

3.2. 液相色谱方法

色谱柱：Acclaim™ RSLC 120 C18, 2.1x150mm, 2.2 μm (P/N **071399**)
柱温：40℃；进样量：2 μL；进样器温度：4℃；洗针溶液：50% 甲醇水溶液；
流动相组成：A 相为水，B 相为甲醇，A 相和 B 相均含有 2.5 mM 甲酸铵和 0.05% 甲酸。

表 1. 梯度洗脱程序

Time (min)	Flow (mL/min)	A%	B%
0.0	0.3	98	2
0.5	0.3	98	2
1.0	0.3	50	50
19.0	0.3	0	100
19.1	0.4	0	100
22.4	0.4	0	100
22.5	0.4	98	2
24.9	0.4	98	2
25	0.3	98	2

3.3 质谱方法

表 2. 离子源及质谱采集参数设置

电离模式	加热电喷雾电离（HESI）
扫描类型	timed-SRM
极性	正 / 负离子切换
喷雾电压	3500 V (+) / 3000 V (-)
鞘气压力	40 Arb
辅助气压力	8 Arb
离子传输管温度	300 ℃
雾化器温度	350 ℃
碰撞诱导解离气体压力	2 mTorr
循环时间	0.4 s
Q1 分辨率（FWHM）	0.7
Q3 分辨率（FWHM）	0.7

4. 实验谱图

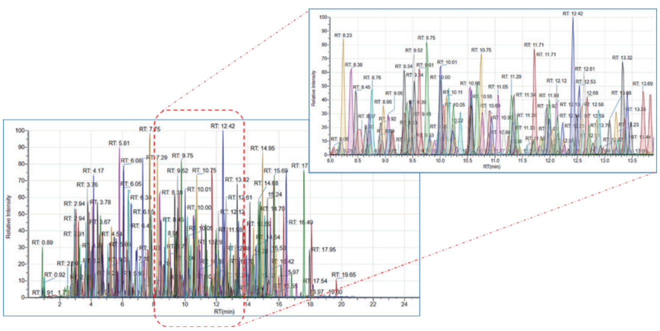


图 2. 苹果基质中 >460 种农药的 LC-MS/MS 色谱图

图 2 显示了 10 μg/kg 苹果基质加标溶液的 LC-MS/MS 色谱图（进样量为 2 μL）。约 460 余种农药在 25 min 内得到很好的分离效果，所有的化合物均保持了良好的峰形。

5. 实验数据

5.1 线性、回收率和精密度

Thermo Scientific™ TSQ 增强型双模式离散打拿极检测器，在扫描范围内提供极致的线性范围及动态范围，同时延长电子倍增器使用寿命，保证长时间有效工作！ 如图 3 所示，农药在基质样品中轻松获得优异的线性关系，即使在 1~5 μg/kg 低浓度范围，也实现了良好的拟合，保证了在整个线性范围内定量的准确性。

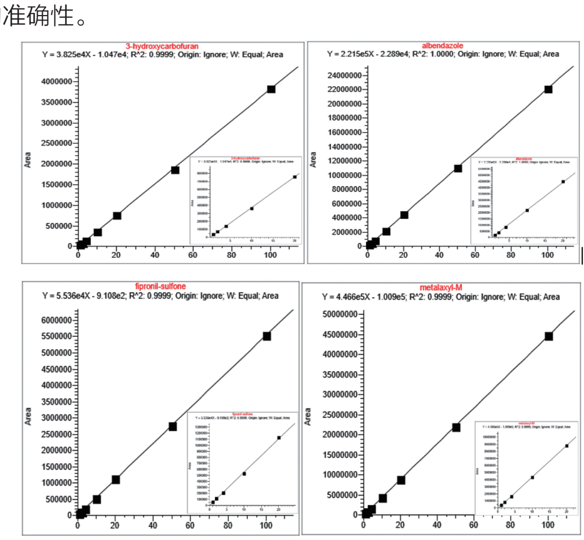


图 3. 基质标准曲线

LC-MS/MS 方法包括优化的 SRM 离子对参数、保留时间等，有效地克服基质和其他化合物的干扰，保证方法优异的回收率和重复性，灵敏度满足 GB2763 规定的农药最大残留限量 (MRL) 要求。经过在多种基质中的严格验证，该方法具有良好的可靠性和耐用性。图 4、图 5 展示了苹果基质中 1 μg/kg 的加标水平下，超过 80% 的农药品种的回收率和重现性可以满足欧盟最新的 SANTE 12682/2019 的苛刻要求；10 μg/kg 的加标水平下，超过 95% 的农药品种回收率在 70~120% 之间，RSD<20%。

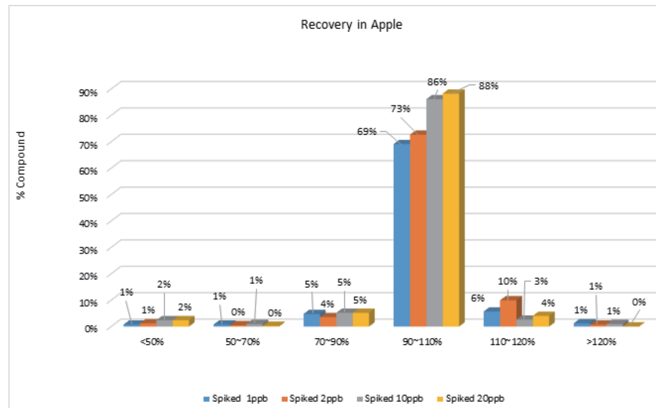


图 4. 苹果样品中加标回收率分布

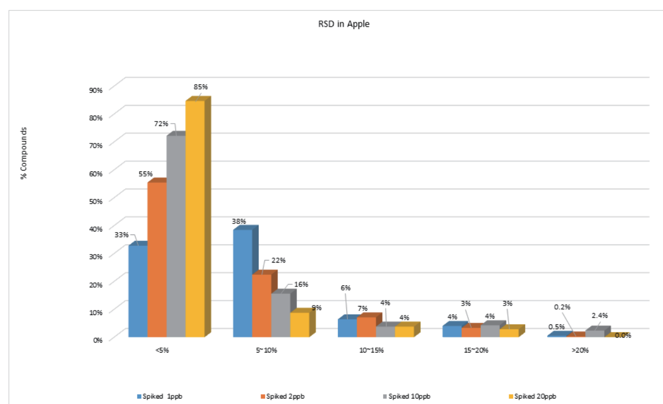


图 5. 苹果样品中加标回收 RSD 分布

6. 结论

针对新的国家标准 GB 2763-2019，赛默飞推出了市场上唯一的集 LC-MS/MS，GC-MS/MS 和 IC-MS/MS 三大技术平台的整体解决方案。本文介绍了基于 LC-MS/MS 的工作流程。本方案通过一套简单的 QuEChERS 样品前处理流程，利用 Vanquish 超高效液相色谱系统对复杂样品强大的分离能力，加上 TSQ 三重四极杆质谱无与伦比的扫描速度（600 SRM/ 秒）、灵敏度和稳定性，实现了一个前处理、一针进样正负同时分析超过 460 种农药，其中近 400 种为 GB 2763 监管的农药，只需一天便可得出分析结果，大大节省了人力、物力和成本，从而使高效快速地农药多残留检测成为可能。

应用编号：CCS-SP-212

植物源性食品中 208 种农残及代谢物的测定

——参考标准：GB 23200.113-2018 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定

1. 实验背景

中国是农药生产和使用大国，农药广泛用于农业生产中，同时农药滥用和不规范使用现象比较普遍，所以在食品中农药残留情况也是比较突出。日常检测中，农残检测的任务也相当繁重，当前我国对于农残检测的方法标准主要集中在 GC、GC-MS 等，随着气相色谱三重四极杆质谱的普及，GC-MS/MS 的检测方法以其高选择性、高灵敏度、高通量特点越来越受检测工作者的欢迎，为此农业部在 2017 年发布了《食品安全国家标准 植物源性食品中 208 种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱 - 质谱联用法》，该标准也已新增至 GB 2763-2019《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》。赛默飞应用团队基于此国标方法，开发了应对不同基质中农残前处理方式，以及配套的仪器方法和数据处理方法，以满足农残检测快速、准确、高通量的要求。

基于 QuEChERS 前处理技术，我们开发了上海青、大米、花生油、茶叶四种具有代表性的样品基质的提取净化方法，基于 TSQ 9000 的 Time-SRM 扫描方式建立了一针检测 208 种农药的仪器方法 (Instrument Method)，依托 TraceFinder 软件开发了对应的数据处理方法 (Master Method)。对样品基质进行了不同浓度的加标回收测算，经过基质标准曲线定量计算，大部分的化合物回收率在 80-120% 之间，基质标准曲线浓度在 0.01-0.2 mg/kg 范围内，所有化合物的线性相关系数均在 0.99 以上，定量限都能做到 0.01 mg/kg。

2. 样品前处理

根据不同的样品基质类型，前处理有如下四种基本配置：

序号	适用样品	提取盐包	净化包
1 	蔬菜、水果（典型样品：上海青）	4 g 硫酸镁、1 g 氯化钠、1 g 柠檬酸钠、0.5 g 柠檬酸氢二钠 (PN：**60105-333-B**)	900 mg 硫酸镁、150 mg PSA 及 15 mg GCB 的 15 mL 塑料离心管中（PN:**60105-218-B**）
2 	谷物、油料、坚果类（典型样品：大米）	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠（PN：**60105-335-B**）	1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA 及 400mg C18 的 15 mL 塑料离心管中（PN：**60105-225-B**）
3 	茶叶类（典型样品：普洱茶）	6 g 无水硫酸镁、1.5 g 醋酸钠（PN：**60105-335-B**）	1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA、400mg C18 及 400 mg GCB 的 15 mL 塑料离心管中（PN:**60105-226-B**）
4 	食用油（典型样品：上花生油）	直接乙腈（正己烷饱和）提取	1200 mg 硫酸镁、400 mg PSA 及 400mg C18 的 15 mL 塑料离心管中（PN：**60105-225-B**）

2.1 上海青（适用于蔬菜、水果和食用菌类）

称取 10 g 已均质好的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 10 mL 乙腈（3.1），充分混匀后，放入 -20℃冰箱冷冻 10 min，再加入 **60105-333-B**，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后，9000 r/min 离心 6 min。吸取 6 mL 上清液到 **60105-218-B** 中，涡旋混匀 1 min, 9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

2.2 大米（适用于谷物、油料和坚果类）

称取 5 g 已粉碎的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL1% 醋酸乙腈溶液，充分混匀后，放入 -20℃冰箱冷冻 10 min，再加入 **60105-335-B**，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 6 min。吸取 6 mL 上清液加到 **60105-225-B** 中，涡旋混匀 1 min。9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

2.3 普洱茶（适用于茶叶和香辛料类）

称取 2 g 已粉碎的试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加 10 mL 水涡旋混匀，静置 30 min。加入 10 mL1% 醋酸乙腈溶液，充分混匀后，放入 -20℃冰箱冷冻 10 min，再加入 **60105-335-B**，盖上离心管盖，剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 6 min。吸取 6 mL 上清液加到 **60105-226-B** 中，涡旋混匀 1 min。9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

2.4 花生油（适用于食用油类）

称取 2 g 试样（精确至 0.01 g）于 50 mL 塑料离心管中，加入 10 mL 正己烷饱和的乙腈（3.5），剧烈震荡 1 min 后 9000 r/min 离心 6 min。吸取乙腈层加到 **60105-226-B** 中，涡旋混匀 1 min。9000 r/min 离心 6 min，吸取 1 mL 上清液于进样瓶中，待上机测定。

样品基质溶液：

选取空白样品，用 2.1-2.4 前处理方式得到的空白基质溶液。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：TR-Pesticide II 30 m×0.25 mm×0.25 μm with 5m guard（PN：**26RD142F**）

柱温箱：40 ℃保持 1.5 min，以 25 ℃ /min 升至 90 ℃，保持 1.5 min，再以 25 ℃ /min 升至 180 ℃，保持 1.5 min，以 5 ℃ /min 升至 280 ℃，最后以 10 ℃ /min 升温到 300 ℃，保持 5 min

SSL 进样口：　温度 270 ℃
进样模式：　不分流进样
不分流时间：　1 min
载气：　恒流，1.2 mL/min

质谱条件：
传输线温度：　280 ℃
离子源温度：　300 ℃
离子源：　EI
采集方式：　Time-SRM
分辨率：　FWHM0.7Da(Q1 和 Q3)

化合物离子对信息来源于 Thermo 农残数据库 CDB 以及 AutoSRM。

4. 实验谱图

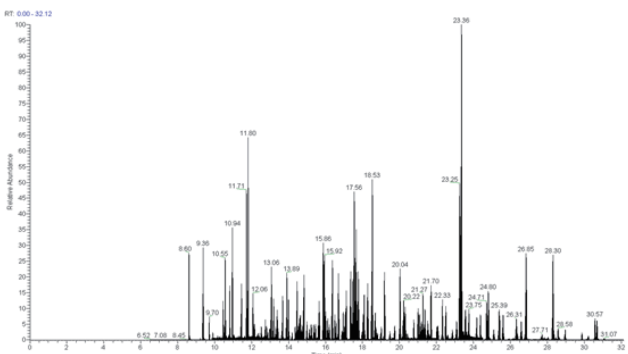


图 1 大米基质中 0.2ug/mL 农残混标 TIC 图

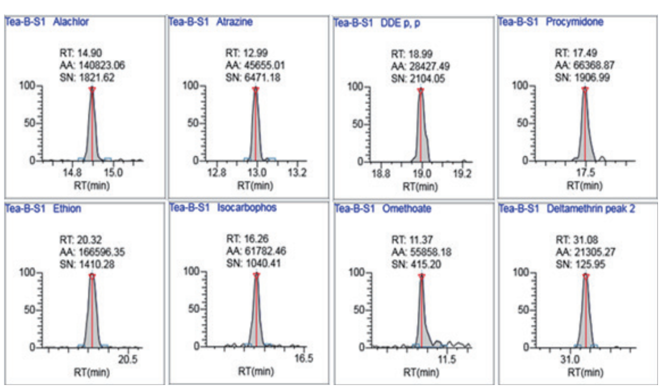


图 2 茶叶基质中 0.01ug/mL 部分农药色谱图

5. 实验数据

5.1 国标方法定量限要求

208 种农药针对不同的样品基质，定量限有所不同，总体分布要求如下：

a) 蔬菜、水果、食用菌 (0.01mg/kg)
b) 谷物、油料、坚果 (0.01-0.02mg/kg)
c) 茶叶和 香辛料 (0.01-0.05mg/kg)
d) 食用油 (0.01-0.02mg/kg)

5.2 标准曲线及检出限

以 4 种样品空白基质配制 0.010、0.020、0.050、0.100、0.200 mg/L 的混标溶液，建立标准曲线，相关系数 R2 均大于 0.99。根据国标的要求，定量限最低的要求做到 0.01 mg/kg，茶叶基质中混合农药的谱图如图 2 所示。在本实验方案中，所有化合物定量限能达到 0.01 mg/kg, 该实验方案的检出限水平远超国标方法的要求。

5.3 回收率及稳定性

根据 4 种样品基质，我们分别做了加标回收率实验，在特定的加标浓度下，大部分化合物回收率在 80-120% 之间，回收率统计见表 1。茶叶基质中 40ppb 浓度的农残，连续进样 10 针，RSD 统计情况如图 3。

表 1 4 种样品基质加标回收情况统计

序号	样品基质	加标量（ug/mL）	回收率 80-120% 化合物数量	回收率 80-120% 化合物占比
1	上海青	0.05	188	90.4%
2	大米	0.025	187	89.9%
3	花生油	0.04	190	91.4%
4	茶叶	0.04	190	91.4%

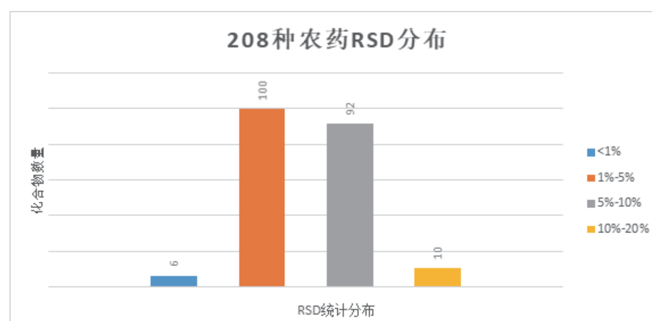


图 3 40ppb 茶叶基质中农残 RSD 统计分布（n=10）

6. 结论

本实验采用 QuEChERS 前处理方案，Thermo Fisher 全新一代三重四极杆质谱 TSQ 9000，同时配备 Pesticide II 色谱柱分离，在 Time-SRM 的扫描方式下，让仪器方法管理更加智能方便，使 208 种农药及代谢物在 36min 内一针完成分析，基于 TraceFinder 软件一站式的数据处理，一站式完成 208 种农残的全流程分析检测。该实验室方案具有前处理流程简单、快速、准确、有效，仪器操作简便，方法性能具有卓越的灵敏度和出色的稳定性的特点，完全满足新国标对于农残检测的要求。

洋葱中的多农残检测

——参考标准：NY/T 1380-2007 蔬菜、水果中 51 种农药多残留的测定 气相色谱 - 质谱法

1. 实验背景

随着社会发展进步，人们对饮食的要求逐步提高，农药残留问题越来越受到人们的关注。我国 2004-03-01 实施的农业行业标准 NY/T761-2004 应用较为广泛，2007 年出台 NYT1380-2007，均要求对蔬菜中的农残做色谱分析定量。

目前参考 NYT1380-2007 标准，选择分散固相萃取法 +GC-MS 的方法对多农残进行分析，该标准前处理选择了散装的填料，需要称量，易出现回收率不稳定等现象。

本文选择洋葱这种多挥发油的蔬菜做为被提取物，使用 Thermo Scientific™ 成品 QueChERS 提取及净化包，分析 45 种农残，净化效果好，回收率高。同时配合低流失高惰性的中等极性 TG-35MS （0.25 mm×30 m，0.25 μm）色谱柱，使得分析结果更加准确。

2. 样品前处理

15 g 样品，加入 15 mL 含 1% 醋酸的乙腈溶液，缓慢加入 Thermo Scientific™ QueChERS extraction，剧烈震摇 5 min，室温 3000 rpm 离心 5 min，取上层 11 mL。

初级净化：

上层 11 mL 溶液加入 QueChERS initial clean-up 管中，剧烈震摇 2 min，室温下 3000 rpm 离心 5 min。取上清夜 5 mL，40℃下氮气吹干 1 小时。残留重溶在 1 mL 正己烷 / 丙酮 9:1 中。

再次净化

取 1 mL 溶液，加入 QueChERS final clean-up 管，剧烈震摇 5 min，室温下 3000 rpm 离心 5 min，取上层液体进样。

使用 QueChERS 方法（货号：**60105-335-B, 60105-206, 60105-203**）

3. 色谱条件：

色谱柱：	货号：**26094-1420**
进样口：	SSL 290℃，不分流
流速：	恒流模式 1 mL/min
升温程序：	40℃（保持 1.5min），25℃ /min 到 150℃，5℃ /min 到 225℃（保持 7.5min），25℃ /min 到 290℃（保持 12min）。
检测器：	MS
进样量：	1 μL
载气：	He
仪器：	AI1310 Autosampler +TRACE 1300+ISQ

4. 实验谱图

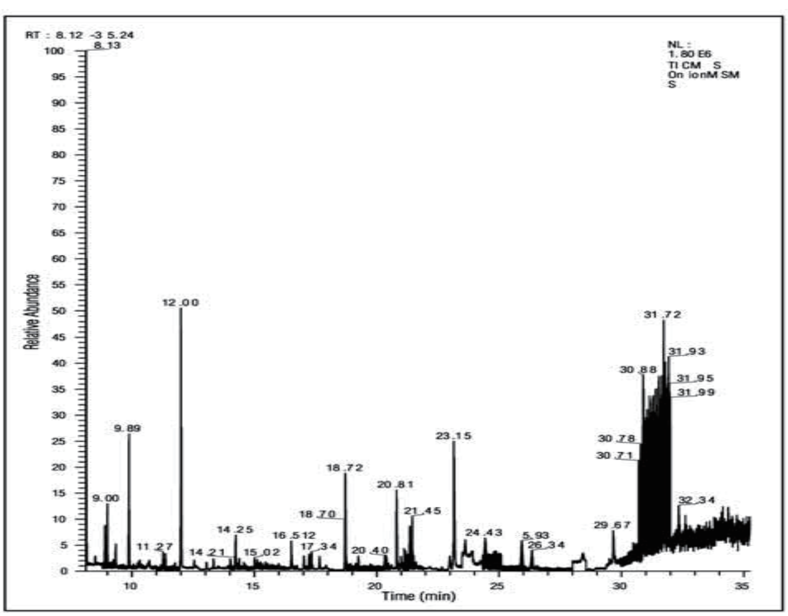


图 1. 标准品图谱

5. 实验数据

Component	Ave.Conc. (ng/g)	Std.Dev.	% Recovery	%RSD	LOD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Japan[1] MRL (ng/g)	US-EPA[2] MRL (ng/g)	EU[3] MRL (ng/g)	EU[3] LOD[3]	WHO[4] MRL (ng/g)
Dichlorvos	63	3.00	126	5	8	30	100		100		
EPTC	22	1.95	86	9	6	20	40				
Mevinphos	48	3.84	96	8	11	38	100		100		
Etridazole	34	2.46	135	7	7	25	100				
Molinate	6	0.62	123	10	2	6	20				
Trifluralin	31	1.55	126	5	4	16	50				
Cyanophos(Thionazin)	27	3.16	108	12	9	32	50				
Ethoprophos	28	1.90	111	7	5	19	20				
Di-allate	31	2.47	125	8	7	25	50		50	50	
Propazine	66	6.47	132	10	18	65	100				
Atrazine	12	1.56	116	13	5	16	20		100	100	
Diazanon	15	0.88	149	6	3	9	50	750			50
Gamma-BHC (Lindane)	12	1.40	121	12	4	14	2000	1000	10	10	
Disulfoton	15	1.81	152	12	6	18	50		20	20	
Heptachlor	5	1.21	92	26	4	12	30		10	10	
Vinclozolin	13	1.03	130	8	3	10	1000	1000	1000	50	1000
Prometryn	60	7.45	120	12	21	74	50				
Metalaxyl	22	3.04	88	14	9	30	2000	3000	500	50	2000
Metribuzin	30	2.54	120	8	7	25	500				
Triadimefon	28	2.24	111	8	6	22	500		500	100	
Thiobencarb	30	3.00	120	10	8	30	200				
Dursban (Chlorpyrifos)	15	2.07	102	13	7	21	50	300	200	50	200
Sevin (Carbaryl)	23	2.45	92	11	7	25	3000		100		
Malathion	29	4.41	114	15	12	44	8000	8000	3000		1000
Methiocarb	26	2.63	103	10	7	26	50				500
Parathion	31	2.45	124	8	7	24	300		50	50	
Heptachlor-2,3-exo-epoxide	4	1.08	79	27	3	11		30			
Cyprodinil	32	4.17	128	13	12	42	50	600			300
Cyanazine	27	3.40	108	13	10	34	50				
trans-Chlordane	3	0.84	54	31	3	8	20				
Terbufos Sulfone	14	2.20	138	16	7	22	50				
cis-Chlordane	5	0.55	99	11	2	5	20				
Endosulfan A	26	3.24	103	13	9	32	200				
Tetrachlorvinphos (Stirofos)	34	2.26	136	7	6	23	300				
p,p-DDE	29	2.74	116	9	8	27		500			
Thiabendazole	28	3.54	111	13	10	35	2000				
Dieldrin	28	2.58	114	9	7	26		50			
Chlorobenzilate	14	1.20	138	9	4	12	20		20	20	
Endrin	5	0.96	104	18	3	10	10		10	10	
Endosulfan B	31	2.37	125	8	7	24	200		50	50	
p,p-DDT	40	2.09	159	5	6	21	500				
Endosulfan Sulfate	40	7.77	79	20	22	78	200				
Bifenthrin	33	3.15	134	9	9	32	50		50	50	
Methoxychlor	7	2.12	135	31	7	21	10		10	10	
cis-Permethrin	60	5.32	120	9	15	53	3000*	100*	50*	50*	
trans-Permethrin	13	3.091	133	23	10	31					
Average			**116**	**12**	**8**	**27**					

回收率：

Component	Avg Conc	Theo Conc	%Recovery	%Difference	%RSD
Dichlorvos	241	200	107	7.12	16.64
EPTC	112	100	112	12.33	24.48
Mevinphos	193	200	96	-3.54	19.36
Etridazole	112	100	112	11.94	17.12
Molinate	120	100	120	20.00	19.34
Trifluralin	80	100	80	-19.51	19.09
Cyanophos(Thionazin)	101	100	101	1.36	21.82
Ethoprophos	114	100	114	13.87	20.90
Di-allate	111	100	111	10.67	21.27
Propazine	229	200	114	14.50	20.42
Atrazine	257	200	128	28.36	24.38
Diazanon	228	200	114	14.10	22.53
Gamma-BHC (Lindane)	223	200	111	11.39	20.86
Disulfoton	247	200	123	23.47	22.14
Heptachlor	124	100	124	24.06	22.85
Vinclozolin	233	200	116	16.31	22.60
Prometryn	193	200	96	-3.74	20.98
Metalaxyl	77	100	77	-23.22	25.68
Metribuzin	99	100	99	-1.21	22.83
Triadimefon	86	100	86	-13.68	23.48
Dursban (Chlorpyrifos)	364	300	121	21.17	22.38
Thiobencard	110	100	110	9.75	21.79
Sevin (Carbaryl)	98	100	98	-2.21	24.95
Malathion	117	100	117	17.00	25.17
Methiocarb	90	100	90	-10.14	23.42
Parathion	87	100	87	-12.96	22.42
Heptachlor-2,3-exo-epoxide	125	100	125	25.23	24.25
Cyprodinil	108	100	108	7.56	26.09
Cyanazine	94	100	94	-5.90	22.36
trans-Chlordane	104	100	104	3.98	17.04
Terbufos Sulfone	209	200	105	4.67	25.76
cis-Chlordane	109	100	109	8.94	23.67
Endosulfan A	106	100	106	5.61	23.16
Tetrachlorvinphos (Stirofos)	107	100	107	7.03	23.07
p,p-DDE	102	100	102	2.00	21.46
Thiabendazole	99	100	99	-0.62	24.37
Dieldrin	102	100	102	2.27	22.48
Chlorobenzilate	160	200	80	-19.79	27.40
Endrin	93	100	93	-7.26	25.35
Endosulfan B	94	100	94	-5.52	23.00
p,p-DDT	97	100	97	-2.74	20.85
Endosulfan Sulfate	203	200	102	1.57	28.03
Bifenthrin	105	100	105	4.57	22.49
Methoxychlor	100	100	100	0.34	24.71
cis-Permethrin	189	200	95	-5.34	20.97
trans-Permethrin	197	200	99	-1.32	19.13
Average			**104**		**22**

6. 结论

本方法中 45 种农残在洋葱中的 LOQ 在 5-78ng/g；45 种农残的提取回收率在 87 到 125% 之间。其中前处理部分使用商品化的 Quechers 提取和净化包，能有效减少杂质对目标物的干扰，有效提高方法回收率。该方法操作简单，重复性好，回收率高。45 种农残采用 TG-35MS 色谱柱，惰性好，低流失，使方法定量结果准确，减少了对离子源的污染。

应用编号：CCS-SP-053

QuEChERS 前处理结合 GC-MS/MS 检测鸡蛋中的氟虫腈及其代谢物

1. 实验背景

2017 年 8 月，受杀虫剂氟虫腈污染的“毒鸡蛋”风波在欧洲愈演愈烈，不但导致荷兰、比利时和德国的零售商下架数以百万计的鸡蛋，英国、法国也通报发现了进口自荷兰的问题鸡蛋。

氟虫腈英文通用名为 Fipronil，是一种苯并吡唑类新型高活性杀虫剂，主要用于防治蔬菜、水稻等各类别的作物害虫以及卫生害虫。同时，氟虫腈对人体也有一定的毒性作用，人如大剂量食用可致肝功能、肾功能和甲状腺功能损伤，它被世界卫生组织列为“对人类有中度毒性”的化学品，联合国粮农组织和世界卫生组织农药残留联席会议（JMPR）建立的氟虫腈人体安全摄入量（ADI）为每天每公斤体重不超过 0.0002 mg。另外，氟虫腈在外界环境中能够代谢生成毒性更高的氟虫腈砜和氟虫腈硫醚等化合物，最常见的为氟虫腈（MB-46030）、氟甲腈（MB-46513）、氟虫腈砜（MB-46136）、氟虫腈硫醚（MB-45950）。欧盟法规（EU）No.1127/2014 规定，氟虫腈不得用于人类食品产业链的畜禽养殖过程，在食品中的氟虫腈残留不能超过 0.005 mg/kg；在 GB 2763-2016《食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量》中明确了氟虫腈在谷物、蔬菜中的最大残留限量，对于其在蛋类和禽类中的最大残留限量没有做出规定。建立快速、灵敏、准确的鸡蛋中氟虫腈检测方法，有着非常必要的现实意义。

本文建立了一种运用 QueChERS 前处理结合三重四极杆气质联用仪（GC-MS/MS）分析鸡蛋中的氟虫腈及其代谢物的快速检测方法。该方法用乙腈提取，经盐包盐析，净化管净化，Trace TR-Pesticide II 气相色谱柱分离，仪器使用 TSQ 8000 Evo。结果表明，该方法中氟虫腈及其代谢物在浓度 1.0 μg/L~200 μg/L 的范围内呈现良好线性，线性相关系数（R2）均大于 0.999，检出限均为 1.0 μg/kg，三个浓度水平的样品添加（2 μg/kg、5 μg/kg，10 μg/kg），回收率范围为：85.8%~113.5%。该方法能满足鸡蛋中氟虫腈残留限量最严格的要求 0.005 mg/kg。

2. 样品前处理

称取 10 g 样品，加 10 mL 乙腈，均质机 25000 rpm 均质 0.5 min，置于 -20 ℃ 下放置 10 min；

取出样品，加入 QueChERS 法的盐包（4 g MgSO4，1 g NaCl，0.5 g 柠檬酸二钠，1 g 柠檬酸三钠，PN：**60105-333-B**），涡旋震荡 1 min；

摇床 2500 rpm，5 min；

离心，9500 rpm，5 min；

取上清液 1 mL 于 2 mL 净化管中（150 mg MgSO4，50 mg PSA，50 mg C18；PN：**60105-204**），涡旋 1 min；
离心 12000 rpm，5 min；

取上清液过滤膜，上机分析；

样品基质溶液：按照样品前处理的程序处理鸡蛋样品，得到基质溶液

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	TR-Pesticide II 30 m×0.25 mm×0.25 μm（PN：**26RD142F**）；
升温程序：	60 ℃ 保持 1.0 min，40 ℃ /min 升温到 170 ℃，再以 10 ℃ /min 升温到 260 ℃（3 min）；
进样口温度：	270 ℃，进样量：1 μL；
进样方式：	不分流进样，不分流时间：1.0 min；
载气流速：	1.2 mL/min（恒流）；
隔 垫吹扫：	恒定隔垫吹扫，吹扫流量：5.0 mL/min；

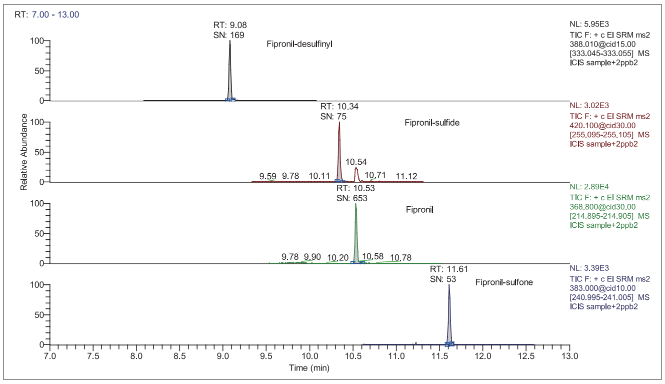
质谱条件

离子源温度：	300 ℃；
传输线温度：	280 ℃；
扫描方式：	采用 Acq μisition-Timed 方式，Time-SRM 扫描，化合物保留时间及特征离子信息如表 1 所示。

表 1 氟虫腈类化合物的保留时间及离子信息

序号	英文名	中文名	RT（min）	Q1	Q3	CE
1	Fipronil-desμlfinyl	氟甲腈	9.08	388.01 333.05 333.05	333.05 231.03 281.04	15 15 10
2	Fipronil-sμlfide	氟虫腈硫醚	10.34	420.1 351 420.1	255.1 255 351.1	30 15 10
3	Fipronil	氟虫腈	10.54	368.8 366.9 366.9	214.9 212.9 244.9	30 28 20
4	Fipronil-sμlfone	氟虫腈砜	11.6	383 335 383	241 255 255	10 10 15

4. 实验谱图



样品加标图（2.0 μg/kg）

5. 实验数据

方法的校正线性曲线和检出限

氟虫腈类化合物的线性相关系数均大于 0.999，四种化合物的检出限分别如下表 2 所示：

表 2. 氟虫腈类化合物的线性方程及相关系数、检出限

序号	英文名	中文名	线性方程	线性范围	相关系数（R^2）	检出限（μg/kg）
1	Fipronil-desulfinyl	氟甲腈	Y=3.982e3X+2.115e3	1.0 μg/L~200 μg/L	0.9995	1.0
2	Fipronil-sulfide	氟虫腈硫醚	Y=1.549e3X+1.236e3	1.0 μg/L~200 μg/L	0.9997	1.0
3	Fipronil	氟虫腈	Y=1.815e4X+7.027e3	1.0 μg/L~200 μg/L	0.9991	0.5
4	Fipronil-sulfone	氟虫腈砜	Y=1.940e3X+1.801e3	1.0 μg/L~200 μg/L	0.9996	1.0

表 3. 样品加标回收

			加标测得浓度			Recovery		
序号	Compound Name	中文名	（2 μg/kg）	（5 μg/kg）	（10 μg/kg）	（2 μg/kg）	（5μg/kg）%	（10 μg/kg）
1	Fipronil-desulfinyl	氟甲腈	1.87 1.80 1.96	4.76 4.63 4.82	10.60 9.05 9.73	93.5 90.2 98.0	95.2 92.7 96.4	106.0 90.5 97.3
2	Fipronil-sufide	氟虫腈硫醚	2.17 2.22 2.08	4.29 4.50 4.38	9.48 8.71 9.22	108.5 111.0 104.0	85.8 90.0 87.6	94.8 87.1 92.2
3	Fipronil	氟虫腈	2.24 2.27 2.18	4.89 5.12 5.06	10.60 9.32 9.96	112.0 113.5 109.0	97.8 102.4 101.2	106.0 93.2 99.6
4	Fipronil-sulfone	氟虫腈砜	1.75 1.84 1.82	4.52 5.02 4.83	11.22 9.35 10.66	87.5 92.0 91.0	90.4 100.4 96.6	112.2 93.5 106.6

回收率：

对鸡蛋样品，考察了三个加标水平（2.0 μg/kg、5.0 μg/kg、10.0 μg/kg），每个水平平行三份，加标回收率在 85.8-113.5% 之间，详见表 3：

6. 结论

本文采用 QueChERs 前处理方法，Trace TR-Pesticide II 气相色谱柱分离，结合高性能的三重四极杆气质 TSQ 8000EVO 建立了鸡蛋中氟虫腈及其代谢物的检测方法，样品只需简单的提取和净化，该前处理技术可与 LC-MS/MS 通用；仪器分析采用 Time-SRM 的采集技术，GC-MS/MS 在 16 分钟内完成数据采集。该方法灵敏度高、回收率好、准确性高、方便快捷，可以满足欧盟最严格的氟虫腈限量要求，也优于我国现有的检测方法标准的要求。

液质联用同时检测食品中的敌草快和百草枯

1. 实验背景

敌草快和百草枯是在全球范围内大量使用的季胺盐类除草剂，这两种农药是剧毒化合物，在饮用水，废水和农产品中，都需要监测其含量。美国环保署（US EPA）规定的敌草快最高污染水平为 20 μg/L，欧盟（EU）执行更严格的要求，规定饮用水中的单一农药残留小于 0.1 μg/L，总农药残留小于 0.5 μg/L。

EPA 方法 549.2 中提到用反相 / 离子交换方法结合 C8 SPE 前处理及 UV 或 PDA 检测器来分析敌草快和百草枯分析的。该方法耗费时间，同时需要大体积样品，并且具有较差的重现性。质谱检测器可显著提高分析的灵敏度，同时有较好的重现性。当使用反相色谱柱分析敌草快和百草枯的时候，流动相中通常会使用高水相及离子对试剂，而这并不适合高灵敏度的质谱检测器。而且很难做到基线分离，影响到方法的准确性。同时我们也尝试过 HILIC 的方法，可以不使用离子对试剂对敌草快和百草枯进行基线分离，然而峰形并不理想，拖尾严重。

在该方法中，我们使用敌草快百草枯分析专用柱——Acclaim Trinity Q1 进行分析。Acclaim Trinity Q1 是基于创新性的纳米聚合物硅胶杂化（NSH）颗粒技术，同时具有阴离子交换和阳离子交换作用。阳离子交换左右使其对敌草快和百草枯有很好的保留及分离能力。阴离子交换作用可消除次级相互作用，如硅胶表面残留的硅醇基。因此我们可以在不使用离子对试剂的流动相里对敌草快和百草枯实现保留和基线分离，而且峰形相对以往的方法有明显改善。

2. 样品前处理

使用流动相将 10 mg/L 的敌草快标准溶液依次稀释成 100 μg/L，500 μg/L，1000 μg/L 的线性标准溶液，将 10mg/L 的百草枯标准溶液依次稀释成 100 μg/L, 500 μg/L, 1000 μg/L 和 5000 μg/ L 的线性标准溶液。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：　Acclaim Trinity Q1
　　　　　2.1×50 mm, 3 μm（货号：**083242**）

流动相：　乙腈：100 mM 醋酸铵（PH5.0）=75:25

流速：　0.5 mL/min

检测器：　MS

柱温：　室温

进样量：　5 μL

仪器：　Ultimate 3000

质谱条件：

电喷雾电离源（ESI），正离子模式

选择反应监控（SRM）扫描模式

喷雾电压：　3000 V

离子传输管温度：　305℃

4. 实验谱图

1. 线性

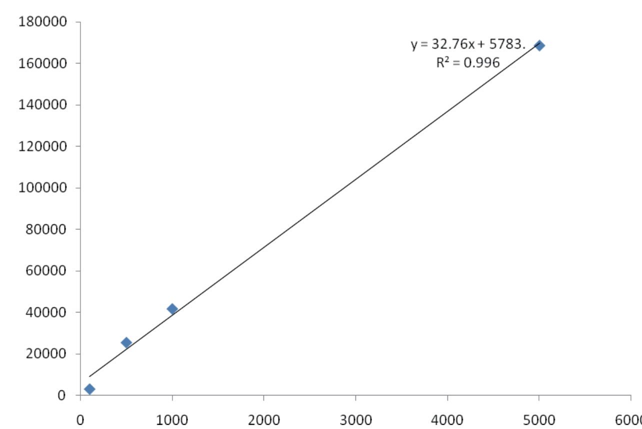


图 1. 百草枯标准曲线图

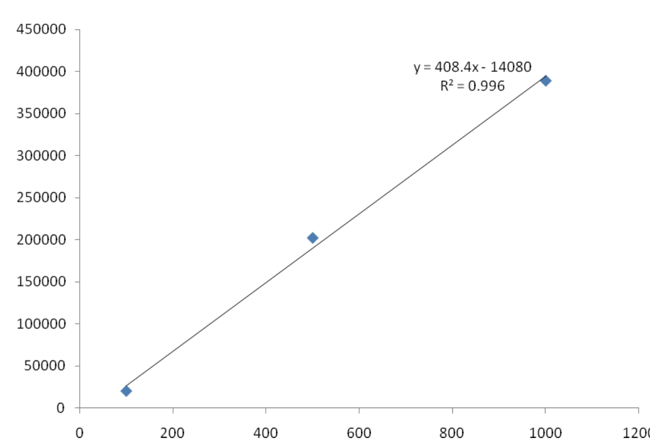


图 2. 敌草快标准曲线图

表 1. 线性数据

Peak Name	Retention Time (min)	Points	Cal.	Corr.Coeff.%
百草枯	1.37	4	y=100(32.76x+5783)	99.6
敌草快	2.17	3	y=100(408.4x-140805783)	99.6

2. 检出限

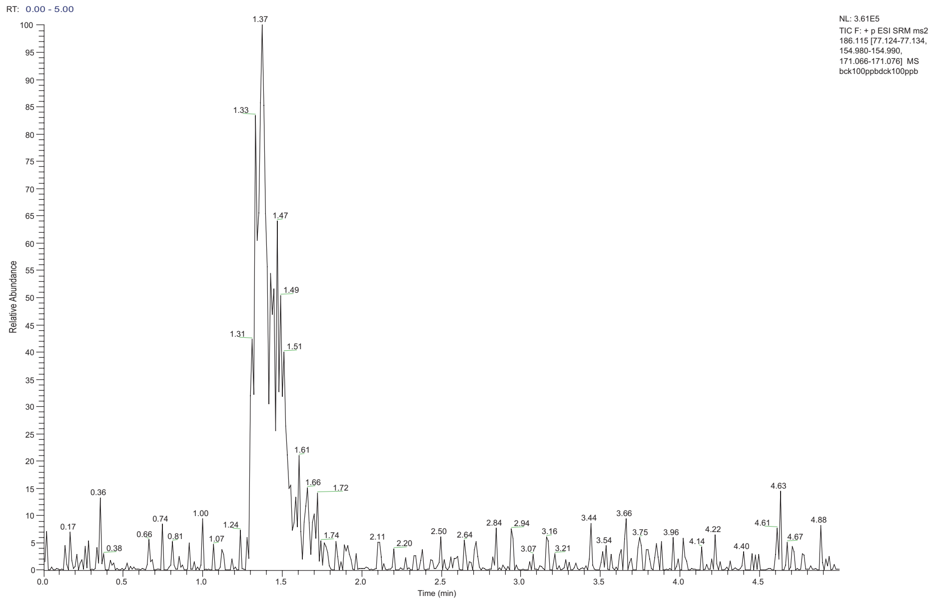


图 3. 定量限附近（100 µg/L）百草枯谱图

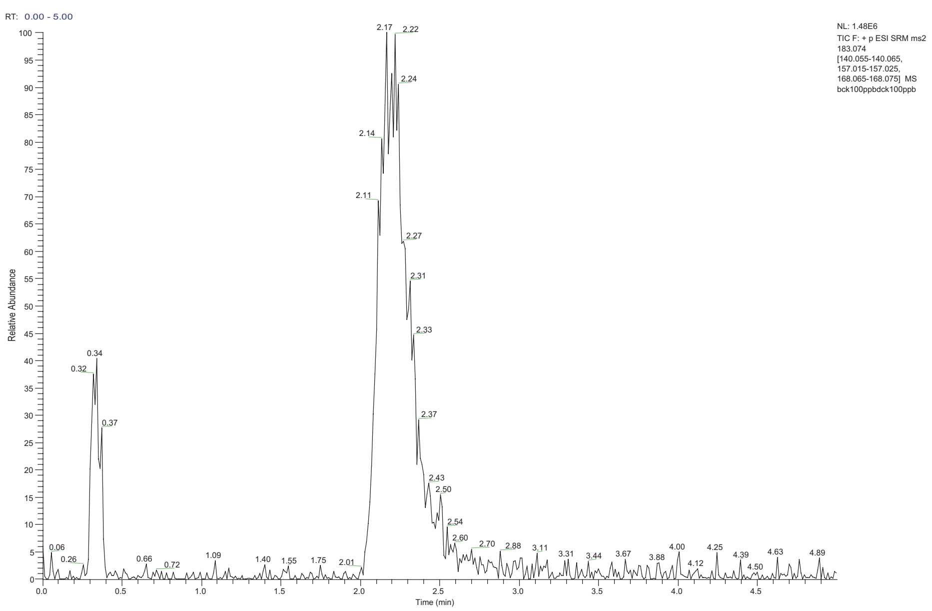


图 4. 定量限附近（100 µg/L）敌草快谱图

表 2. 检出限数据

Peak Name	Retention Time (min)	LOD (S/N=3)(µg/K)
百草枯	1.37	14.92
敌草快	2.17	10.97

5. 结论

使用 Acclaim Trinity Q1 敌草快百草枯分析专用柱可在不加离子对试剂的条件下，对两种农药进行快速分析，同时峰形对称。

饮用水中草甘膦的检测

1. 实验背景

2015 年 3 月 20 日，世界卫生组织下属机构国际癌症研究机构（IARC）发布报告称，草甘膦“很可能”对人类致癌，并将草甘膦列为 2A 类致癌物。2019 年 9 月 4 日德国内阁批准环境部长提出的“昆虫保护行动计划”，决定从 2023 年 12 月 31 日起禁止使用除草剂草甘膦。欧洲食品安全局（EFSA）和欧盟成员国已完成对除草剂草甘膦的重新评估，它们发布报告指出草甘膦不大可能对人类有致癌风险，同时还提出了一些新的加强控制食品中草甘膦残留的安全措施。

草甘膦是一种广谱的非选择性除草剂，通过茎叶吸收后传导到植物各部位的，可防除单子叶和双子叶、一年生和多年生、草本和灌木等 40 多科的植物。它主要抑制植物体内的烯醇丙酮基莽草素磷酸合成酶，从而抑制莽草素向苯丙氨酸、酪氨酸及色氨酸的转化，使蛋白质合成受到干扰，导致植物死亡。草甘膦虽被认为是一种低毒的良性除草剂，但是最近的研究引起了全球健康和环境对其使用的担忧。草甘膦在环境中很容易分解为氨甲基膦酸（AMPA），因此这两种化合物都需要精确测量保护饮用水供应。但是，两种化合物都具有极强的极性，在典型的 C18 反相色谱柱上难以保留，并可能导致非分离的共洗脱峰，而传统分析方法需要复杂的前处理和衍生化才能在反相色谱柱上有所保留。

本文建立了一种运用 Hypercarb 色谱柱结合液相质谱（LC-MS）分析饮用水中的草甘膦及其降解产物氨甲基膦酸的快速检测方法并与普通 C18 色谱柱进行了对比。Hypercarb 是以 100% 多孔石墨为固定相，通过待测物与流动相和石墨化碳之间的色散力及极性化合物与石墨化碳表面的电荷作用力两种保留机理发挥对高极性化合物出色的保留。

2. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱 : Hypercarb 2.1×50 mm,5 μm （PN：**2105-052130**）

Hypersil BDS C18 2.1×50 mm,5 μm（PN：**35005-052130**）

流动相：	A：0.1% 甲酸水溶液
	B：0.1% 甲酸水溶液 + 乙腈
梯度：	流动相 B：0-10min，5-100%
流速：	0.300 mL/min
检测器：	MS
柱温：	30℃
进样量：	2 μL
仪器：	Ultimate 3000

质谱条件：

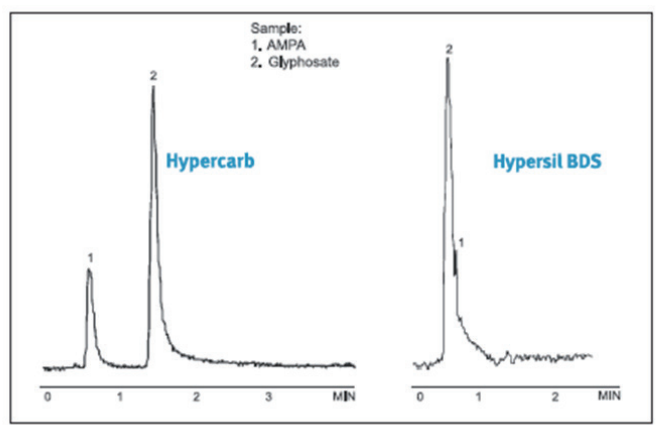
电喷雾电离源（ESI）：负离子模式

选择反应监控（SRM）：扫描模式

喷雾电压： 20V

离子传输管温度：450℃

3. 实验图谱



4. 结论

Hypercarb 色谱柱分析草甘膦及其降解产物氨甲基膦酸时不需要使用复杂的缓冲系统或离子对试剂以及更高浓度的有机改良剂就能得到很好的保留及分离，与 MS 等检测技术的兼容性也更高。

应用编号：CCS-HJ-002

动物源性食品中多兽药的残留筛查

1. 实验背景

目前常见的兽药主要有喹诺酮类、β - 受体激动剂类、磺胺类、大环内脂类、激素类、氯霉素类、头孢类、青霉素类等化合物。相关标准和文献报道的多种类兽药同时分析尚不多见，主要原因一方面是兽药及其代谢物多达几百种，化学特性差异极大，既有强极性的水溶性化合物又有完全非极性的脂溶性化合物；另外，肉类样品含有较多的蛋白质（15-25%）、脂肪（5-25%）和磷脂（1-3%），使得基质非常复杂。开发有效、快速、化合物通量高的的样品前处理方法便成为实现利用 LC-MS/MS 对多种类兽药同时筛查和确证的必要前提，亟需一套完整可靠的分析方法对肉类食品中的多种兽药残留进行筛查，以提高食品安全监管水平，保障公众健康和安全。

HyperSep Retain SPE 小柱是一款经过官能团改性、容量大、纯度高的多孔聚苯乙烯 DVB 材料，采用通过式的快速净化方法，可以清除掉肉类样品中的大部分蛋白质、脂肪及磷脂干扰物，样品前处理过程简单、方便、快速。同时可以有效地降低质谱分析中的基质效应，使实验数据更加稳定可靠，延长色谱柱寿命，减少仪器维护成本。采用 Accucore VDX 多兽残专用色谱柱，表面多孔增强核技术的运用，使其具有卓越的峰形、出色的分离速度和分离能力，特别优化后的高柱效和低拖尾，非常适用于 MS 检测。

本应用旨在解决上述具有挑战性难题，研究开发了一套专门针对动物源食品中常见兽药残留快速筛查和确证的 LC-MS/MS 方法。实验采用酸化乙腈 / 水进行提取并沉淀蛋白，使用 HyperSep Retain-PEP SPE 小柱对样品进行快速有效的净化，Accucore VDX 色谱柱对多种兽药的有效分离，结合高分辨质谱 Q-Exactive 快速筛查和确证样品中多兽药残留。实验结果表明，1.0 μg/Kg 添加浓度在基质中兽药残留检出率均在 84% 以上， 5.0 μg/Kg 添加浓度在基质中兽药残留检出率均在 92% 以上。

2. 样品前处理

样品提取

准确称取 5 g 样品至 50 mL 离心管中，先加入 3 mL 水混匀，再加入 5 mL 乙腈，涡旋 5 min，分散混匀，4 ℃ 12000 r/min 离心 5 min，上清液转移至 50 mL 离心管中，剩余部分再加入 5 mL ACN 重复提取一次，合并 2 次上清液，再加入 4g Na_2SO_4，1g NaCL，充分旋涡混合震荡，6000 r/min 离心 4 min，移取 3 mL 上清液，待净化。

SPE 操作步骤

60 mg 3 mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱（货号：**60107-203**）

活化

3 mL 甲醇，3 mL 水

上样

先取 1 mL 上清液过柱，弃去

再将 2 mL 上清液过柱，收集滤液

氮吹至近干，用纯水准确定容至 1 mL，15000 r/min 离心 5 min，取上清液质谱分析

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Accucore VDX 2.1×100 mm，2.6 μm（货号：**VDX-102130**）；

正模式流动相 A： 水（0.1% 甲酸）；

流动相 B： 乙腈（0.1% 甲酸）；

负模式流动相 A： 水（0.03% 氨水）；

流动相 B： 乙腈（0.03% 氨水）

流速： 0.3 mL/min；

进样量： 5 μL；

柱温： 30℃。

流动相洗脱梯度见表 1。

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间 /min	A	B	流速：μL/min
0.00	95	5	300
15.0	5	95	300
17.0	5	95	300
17.1	95	5	300
20.0	95	5	300

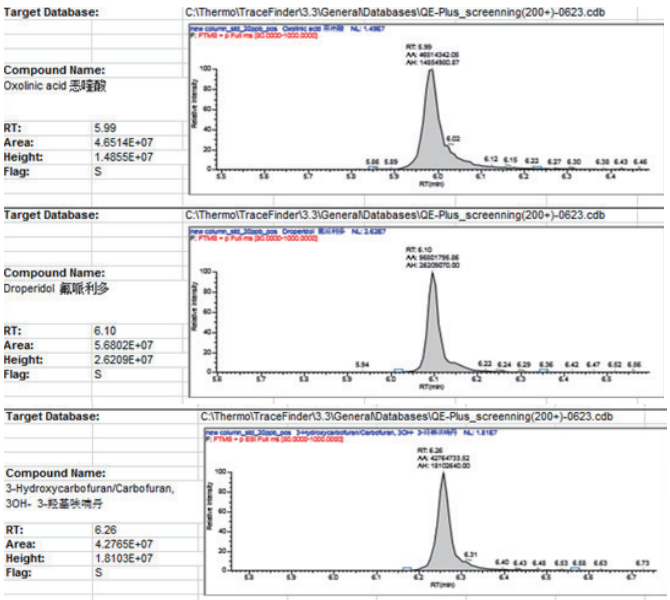
质谱条件：

离子源参数和质谱扫描参数见表 2。

表 2 质谱扫描参数

参数名称	设置
喷雾电压	3500/3000v（+/-）
雾化温度	400℃
离子传输管温度	350℃
鞘气	40
辅助气	5
反吹气	1
Full Scan Resolution	70000
Full Scan Mass Range	100~1000m/z
ddMS2 Resolution	17500
MS Isolation	2.0 m/z

4. 实验谱图



部分化合物谱图

添加浓度为 1.0 μg/Kg，基质中所有化合物的检出率 >84%；添加浓度为 5.0 μg/Kg，基质中所有化合物的检出率 >92%

回收率：

对猪肉、猪肝、鸡肉、鸭肉等基质中添加了 194 种常见兽药，加标浓度为 1.0 μg/Kg 和 5.0 μk/Kg 的回收率做了统计，回收率基本在 50-120% 之间，以下列出了部分化合物的回收率数据结果。

6. 结论

本应用针对目前多兽药残留的各种挑战，开发了一种专门针对动物源食品中常见兽药残留快速筛查和确证的 LC-MS/MS 方法，并取得了满意的效果。结果表明：添加浓度为 1.0 μg/Kg，基质中所有化合物的检出率 >84%；添加浓度为 5.0 μg/Kg，基质中所有化合物的检出率 >92%。化合物回收率在 50-150% 之间。该方法使用 HyperSep Retain-PEP SPE 小柱对样品进行快速有效的净化处理，然后由高分辨质谱 Q Exactive 分析，结合 Accucore VDX 多兽残专用色谱柱和 TraceFinder 软件从多个维度对目标物进行确证，从而实现对动物组织样品中多兽药残留的准确、快速筛查。

5. 实验数据

筛查率：

实验中对 194 中所添加兽药的检出情况进行了统计，结果表明：

英文名称	中文名称	类别	add 1ppb 测定值	add 5ppb recovery (%)	测定值	recovery (%)	英文名称	中文名称	类别	add 1ppb 测定值	add 5ppb recovery (%)	测定值	recovery (%)
17-methyltestosterone	甲基睾酮	激素类	0.68	68%	3	60%	albendazole-2-aminosulfoxide	阿苯哒唑 -2-氨基砜	苯并咪唑类	0.72	72%	4.3	86%
nandrolone	去甲睾酮	激素类	1.1	110%	3	60%	roxithromycin	罗红霉素	大环内酯类	0.54	54%	3.2	64%
nandrolone-17-propionate	丙酸诺龙	激素类	0.5	50%	3.6	72%	nafcillin	萘夫西林	青霉素类	0.5	50%	3.9	78%
labetalol	拉贝特罗	兴奋剂	0.52	52%	3.3	66%	4-epichlortetracycline hydrochloride	差向金霉素	四环素	0.62	62%	3.3	66%
penbutolol	喷布特罗	兴奋剂	0.62	62%	3.3	66%	methylprednisolone	甲基泼尼松龙	糖皮质激素	0.8	80%	3	60%
phenylethanolamine a	苯乙醇胺 a	兴奋剂	0.54	54%	3	60%	thiamphenicol	甲砜霉素	酰胺醇类	0.69	69%	4	80%
salmeterol	沙美特罗	兴奋剂	0.6	60%	3.9	78%	difurazone	硝呋烯腙	硝基呋喃类	0.65	65%	3.7	74%
terbutaline	特布他林	兴奋剂	0.5	50%	4.6	92%	dimetridazol	地美硝唑	硝基咪唑类	1	100%	5.5	110%
ciprofloxacin	环丙沙星	喹诺酮类	0.55	55%	3.6	72%	diaveridine	二甲氧苄氨嘧啶	磺胺类	0.61	61%	3.2	64%
danooxacin	达氟沙星	喹诺酮类	0.6	60%	3.3	66%	propylthiouracil	丙硫氧嘧啶	甲状腺剂	0.63	63%	3.1	62%
difloxacin	二氟沙星	喹诺酮类	0.56	56%	3.1	62%	meloxicam	美洛昔康	解热镇痛抗炎药	0.63	63%	3.7	74%
enoxacin	依诺沙星	喹诺酮类	0.64	64%	3.8	76%	halofuginone	常山酮	抗球虫药	0.5	50%	3.9	78%
enrofloxacin	恩诺沙星	喹诺酮类	0.51	51%	3	60%	praziquantel	吡喹酮	抗血吸虫病药	0.51	51%	3	60%
norfloxacin	诺氟沙星	喹诺酮类	0.6	60%	3.6	72%	2-aminoflubendazole	2- 氨基氟苯咪唑	其它	0.74	74%	4.2	84%
pefloxacin	培氟沙星	喹诺酮类	0.59	59%	3.03	61%	buquinolate	丁喹酯	其它	0.7	70%	4.64	93%
pipemidic acid	吡哌酸	喹诺酮类	0.6	60%	4	80%	nequinate	奈喹酯	其它	0.6	60%	3.9	78%
azaperol	阿扎哌醇	镇静药与抗惊厥	0.53	53%	3.1	62%	premarin	普雷马林	其它	0.82	82%	3.2	64%
azaperone	阿扎哌隆	镇静药与抗惊厥	0.55	55%	3.3	66%							

应用编号：CCS-SP-065

鸡肉中利巴韦林的检测

1. 实验背景

2013 年底央视新闻频道对于速成鸡事件的报道，让众多食品企业卷入风波中。据节目透露，山东一些养鸡场违规使用抗生素和激素来养殖肉鸡，当地一些养殖户违规喂食利巴韦林等抗病毒等药品，有些养殖户给肉鸡喂食地塞米松等激素类药品，使肉鸡能够在 40 天长到 5 斤重。违法添加的药物给广大消费者的健康造成隐患，各有关部门对违法添加药物的检测非常重视。

所有添加的药物中，以利巴韦林的检测最为复杂。利巴韦林为强极性化合物，使用水作为溶剂即可将其完全提取。但常规色谱柱无法将其保留。在分析过程中发现，利巴韦林色谱峰附近容易出现干扰物质，根据文献判断，可能为内源性的异构体。该异构体容易使结果出现假阳性。目前尚无鸡肉中利巴韦林的检测国标，给相关检测单位，尤其是政府执法部门带来了技术上的困难。赛默飞世尔科技作为服务科学的领导者，为利巴韦林分析提供从前处理到仪器检测的全方位高效、准确的方法，为广大客户提供给最佳的支持。

Hypersep Hypercarb 是 Thermo Scientific 独有的固相萃取填料，基质为具有平面结构的 100% 多孔石墨化碳（PGC），能与极性化合物产生偶极 - 偶极相互作用而使其具有强保留性质，特别适合极性化合物的纯化。本实验中，使用 HyperSep Hypercarb 进行样品的纯化，可以得到满意的回收率，在 50ppb 的加样回收试验中，回收率为 121.8%，重现性良好，方法简单。使用 HyperCarb 色谱柱，在极为简单的流动相条件下，即可实现完美分离。

2. 样品前处理

样品提取

取 2 g 鸡肉，加入 15 mL 水，涡旋混匀，超声提取 10 min，6000 rmp 离心 5 min，取 3 mL 上清液进行固相萃取。

SPE 操作步骤

200 mg 3 mL HyperCarb 固相萃取柱
（ 货号：**60106-301**）

活化

1 mL 乙腈，1 mL 甲醇

上样

3 mL 上清液，1 mL/min 流速

洗脱

500 μL20% 乙腈 - 水溶液，2 次，合并洗脱液，直接进样分析

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	Hypercarb 5 μm 2.1×100mm（货号：**35005-102130**）		
流动相 A：	水 +5 mM 乙酸铵 B: 乙腈		
梯度方法	时间	%A	%B
	0	90	10
	1	90	10
	2	40	60
	5	40	60
	6	90	10
	8	90	10
流速：	0.2 mL/min		
柱温：	25℃		
进样量：	10 μL		

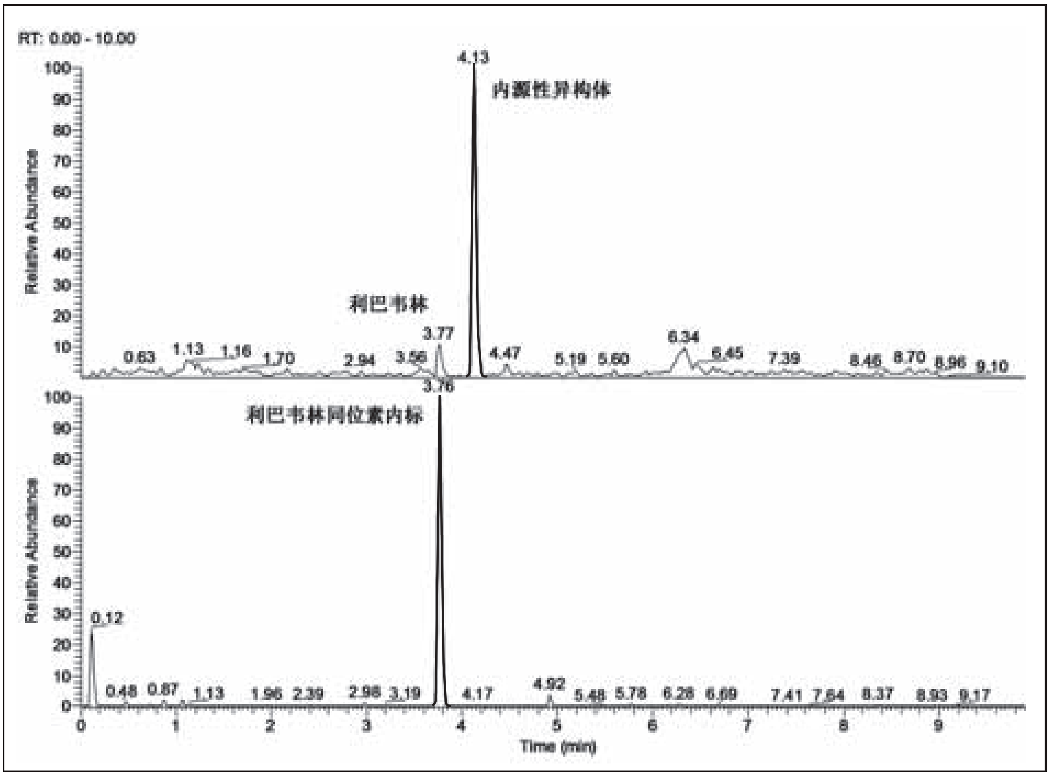
质谱条件

电喷雾电离源（HESI），正离子模式
选择反应监控（SRM）扫描模式
喷雾电压： 3700V
毛细管温度： 350℃
离子对参数见下表：

化合物	母离子	子离子	碰撞能量	透镜电压
利巴韦林	245.1	96.2	43	80
	245.1	113.2	14	80
利巴韦林同位素内标	249.9	96.9	43	64
	249.9	112.9	14	64

兽药残留

4. 实验谱图



鸡肉空白添加 1ppb 的利巴韦林和同位素的 LC-MS 图

5. 实验数据

回收率：添加 50ppb 的加样回收率为 121.8%，重现性良好。

6. 结论

本实验中，使用 HyperSep Hypercarb 进行样品的纯化，可以得到满意的回收率，在 50ppb 的加样回收试验中，回收率为 121.8%，重现性良好，方法简单。而且，使用 20% 乙腈即可将目标物洗脱，避免在后继的分析过程中产生明显的溶剂效应。在分析过程中发现，利巴韦林色谱峰附近容易出现干扰物质，根据文献判断，可能为内源性的异构体。该异构体容易使结果出现假阳性，但使用 HyperCarb 色谱柱，在极为简单的流动相条件下，即可实现完美分离。

小龙虾等水产品中硝基呋喃类药物的检测

——参考标准：农业部 783 号公告 -1-2006 水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱 – 串联质谱法

1. 实验背景

近年来，水产品硝基呋喃类药物残留超标事件屡屡发生，严重威胁着人民身体健康和我国水产品出口贸易。鉴于硝基呋喃类药物残留的严重危害，我国农业部于 2002 年 4 月发布 193 号公告，公布了《食品动物禁用兽药及其他化合物清单》，规定硝基呋喃类抗生素在所有食品动物中禁止使用，2003 年又将水产品硝基呋喃代谢物纳入残留监控计划。

目前检测水产品中的硝基呋喃类化合物，可参考的国标是农业部 783 号公告 -1-2006 水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱 – 串联质谱法。该方法将样品肌肉组织中残留的硝基呋喃类蛋白结合代谢物在酸性条件下水解，用 2- 硝基苯甲醛衍生化，然后经乙酸乙酯液液萃取净化后，LC-MS 法检测。该方法使用液液萃取提取，操作复杂耗时长，重现性差，回收率不稳定。

本文采用 HyperSep Retain PEP SPE 小柱进行样品前处理，操作简单、省时、省力，能够得到较高和稳定的回收率。Retain PEP 前处理小柱对于 4 种硝基呋喃类药物可实现 0.05 μg/kg 的 LOQ，远远高于国标方法的 0.5 μg/kg。回收率在 79-110% 之间，RSD 在 3-22% 之间。使用 Hypersil GOLD C18 色谱柱，在 LC-MS 上具有出色的峰形和分辨率。

2. 样品前处理

样品提取

2g 样品中加入 4 mL 水，0.5 mL 0.5M HCL，加入 200 μL 新鲜配制的 50mM 邻硝基甲苯的 DMSO 衍生液，涡匀 1 min，在 37℃水浴中避光衍生过夜（14-16 小时）。衍生后加入 5 mL 0.1M K_2HPO_4，用 0.4 M NaOH 调整 PH 到 7.0-7.5，混匀后取上清液。

SPE 操作步骤

60 mg 3 mL HyperSep Retain PEP 固相萃取柱
（ 货号：**60107-203**）

活化

3 mL 甲醇，3 mL 水

上样

样品，1-2 mL/min

清洗

5 mL 水，2 mL 30% 甲醇的水溶液

洗脱

5 mL 乙酸乙酯

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Thermo Scientific™ Hypersil GOLD C18，5 μm，100×2.1mm
货号：**25005-102130**

流动相： A: 0.5 mM 醋酸铵水溶液 B: 甲醇

梯度：

时间	%A	%B
0	80	20
8.5	50	50
9.5	50	50
10	80	20
15	80	20

进样量： 20 μL

流速： 250 μL/min

质谱条件

电喷雾电离源（ESI），正离子模式
选择反应监控（SRM）扫描模式
喷雾电压： 5000V
离子传输管度： 300℃

兽药残留

4. 实验谱图

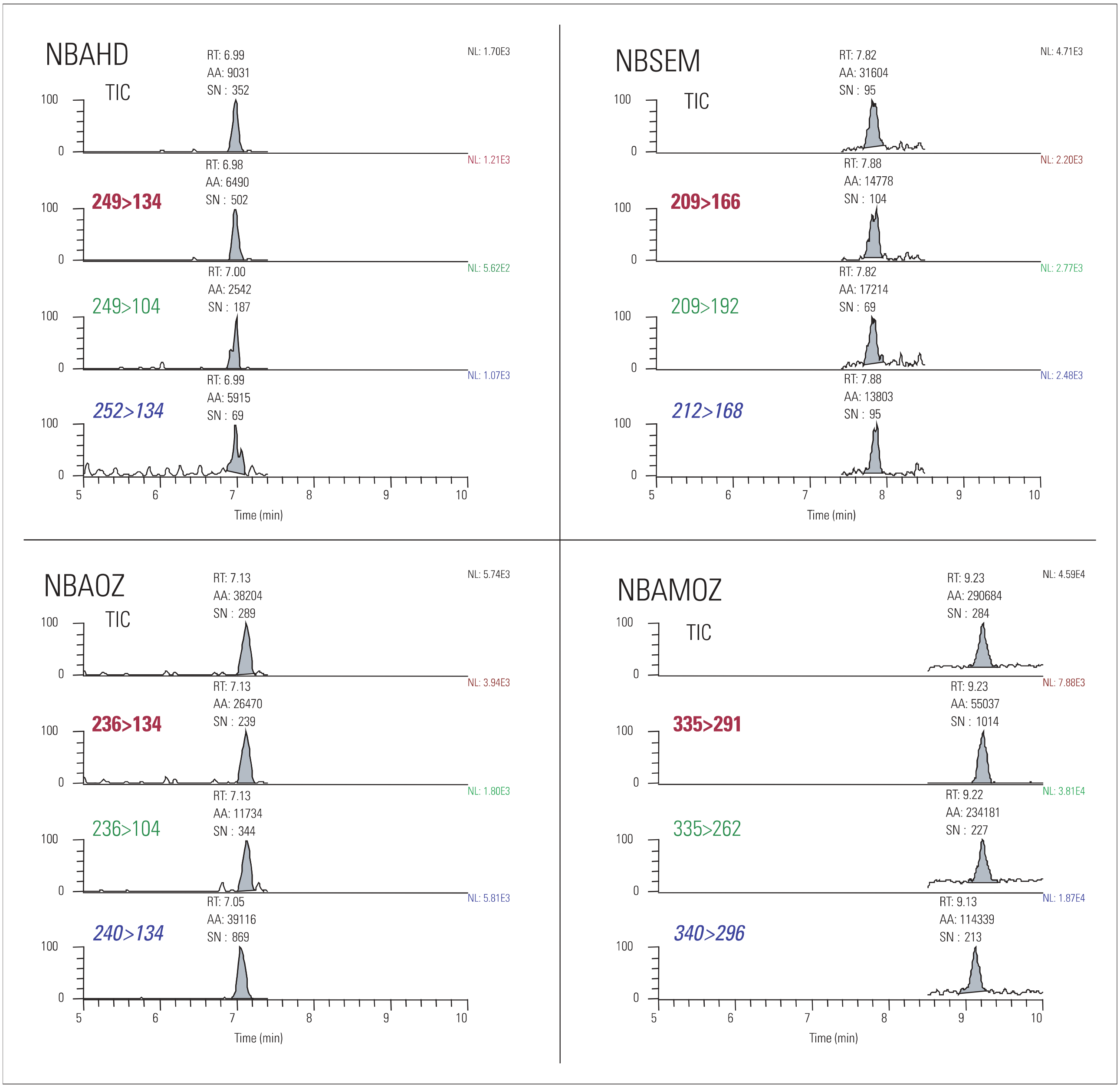


图 添加 0.05 μg/kg 4 种硝基呋喃在小龙虾中的 LC-MS 色谱图

5. 实验数据

回收率：4 种硝基呋喃类药物回收率在 79%-110%，RSD 在 3 到 22%（n=3）。

Fortification Level (ug/kg)	AHD	AOZ	SEM	AMOZ
0.05	82 ± 13%	110 ± 22%	89 ± 15%	98 ± 14%
0.5	88 ± 4%	110 ± 11%	100 ± 11%	95 ± 6%
2.5	109 ± 3%	86 ± 18%	79 ± 19%	100 ± 3%

LOQ：AHD，AOZ，SEM，AMOZ 的 LOQ 0.05 μg/kg。

6. 结论

Retain PEP 前处理小柱对于 4 种硝基呋喃类药物可实现 0.05 μg/kg 的 LOQ，回收率在 79-110% 之间，RSD 在 3-22% 之间，完全满足农业部 783 号公告 -1-2006 水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱 – 串联质谱法方法要求。

应用编号：CCS-SP-034

动物源性食品中 β - 受体激动剂类药物残留的测定

——参考标准：GB/T22286-2008 动物源性食品中多种 β - 受体激动剂残留量的测定 液相色谱串联质谱法

1. 实验背景

β - 受体激动剂，又称为 β - 兴奋剂（β – agonists）是一类人工合成药物，主要用于防治人、兽支气管哮喘和支气管痉挛，在药学上称为 β - 肾上腺素兴奋剂。β - 受体激动剂在体育比赛中可用于增强运动员、动物（如马）肌肉，提高运动成绩，国际奥委会将 β - 受体激动剂列为禁用药物。β - 受体激动剂根据苯环取代基结构分为苯胺型（如：克伦特罗，俗称：瘦肉精）、苯酚型（沙丁胺醇）、间苯二酚型（如：特布他林）。

80 年代，国内外研究表明，在饲料中添加 β - 受体激动剂具有营养再分配作用，可以明显提高瘦肉率。1992 年，西班牙首次发生物多人食用含 β - 受体激动剂的畜产品中毒事件；1997 年，香港发生进食大陆供港猪的内脏引起人中毒等事件。随着中国加入 WTO 后，国外对于中国出口的食品提出更高的要求，我国因兽药残留问题出口欧盟肉制品也屡次受阻；普通大众也需要无公害食品。因此，对 β –受体激动剂的分析研究不仅在临床药物代谢动力学上、体育运动中，而且在食品安全方面都有重要意义。目前，我国对 β - 受体激动剂的检测方法主要有 GB/T 22286-2008 动物源性食品中多种 β - 受体激动剂残留量的测定 液相色谱串联质谱法及 GB/T 21313-2007 动物源性食品中 β - 受体激动剂残留检测方法液相色谱 - 质谱 / 质谱法等。

本方法建立了 β - 受体激动剂药物药物在猪肝、猪肉、牛奶和鸡蛋等动物源性食品中的LC-MS/MS检测方法，其基本原理为：组织样品中的 β - 受体激动剂残留药物经酶解，用高氯酸调节 pH 值后，在酸性条件下沉淀蛋白，上清液用 Retain-CX 固相萃取柱净化，Hypersil Gold HPLC 色谱柱分离，高效液相色谱 - 串联质谱（LC-MS/MS）法检测。方法灵敏度、提取回收率、重现性等均满足国内外监控和检测要求。

2. 样品前处理

酶解

动物源性样品 2 g（精确到 0.01 g）于 50 mL 离心管中，加入 0.2 mol/L 乙酸胺溶液（pH5.2）10 mL 然后加入 β - 盐酸葡糖醛苷酶 / 芳基硫酸酯酶 40 μL，涡旋混匀 3 min，于 37℃下水浴避光振荡 16 h。

提取

样品酶解后放置至室温，涡旋混匀 3 min，高速离心 10 min，取出上清液，加入 1 mol/L 高氯酸溶液 1 mL，涡旋，混匀，高速离心 10 min 后，转移上清液至另一 50 mL 离心管内。SPE 操作步骤（200 mg 3 mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱（货号：**60107-304**）

活化

3 mL 甲醇，3 mL 水，3 mL 0.5mol/L 高氯酸

上样

将上清液上样至小柱中（1d/s）

清洗

3 mL 水，3 mL 甲醇，柱子抽干

洗脱

3 mL 5% 氨水甲醇溶液

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Hypersil Gold，5 µm，2.1×150mm

（货号：**25005-152130**）

流动相 A： 水（5 mM 乙酸铵） B: 甲醇

梯度洗脱程序

时间	%A	%B
0	90	10
0.5	90	10
5	10	90
10	10	90
10	90	10
12	90	10

进样量： 10 µL

流速： 250 µL/min

质谱条件

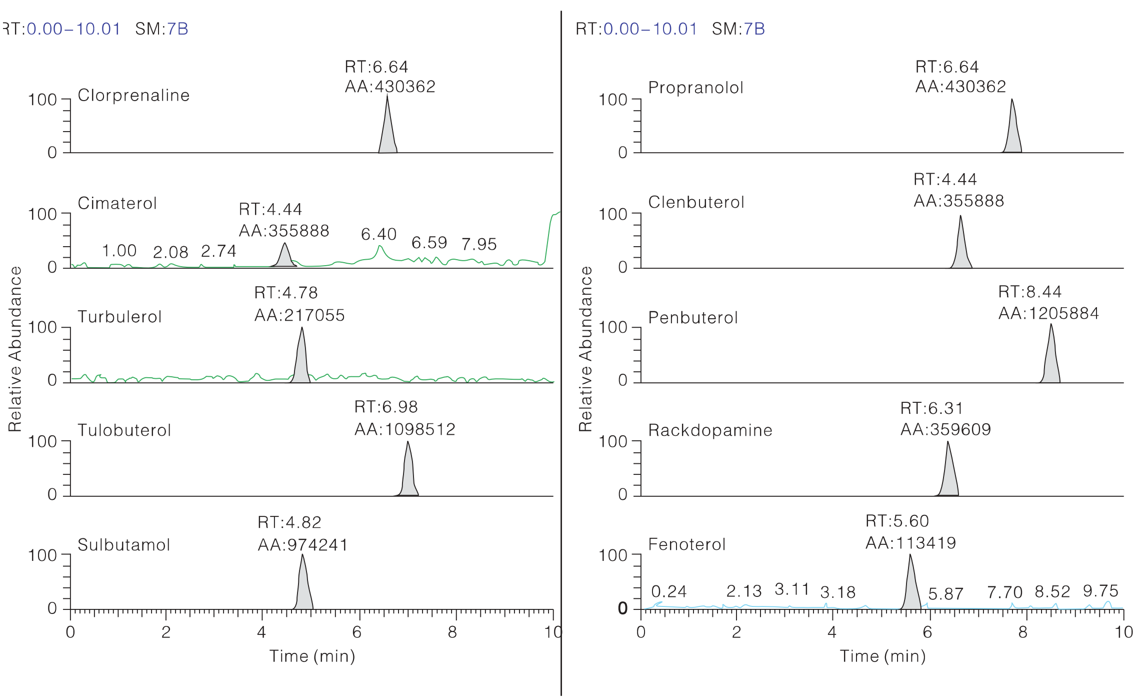
电喷雾电离源（ESI），正离子模式

选择反应监控（SRM）扫描模式

喷雾电压： 4500 V

离子传输管温度：350℃

4. 实验谱图



β - 受体激动剂药物 LC-MS/MS 色谱图（1 ng/mL）

5. 实验数据

回收率：

75-120%

定量限（LOQ）：

本方法沙丁胺醇、非诺特罗、氯丙那林、莱克多巴胺、克仑特罗、妥布特罗、喷布特罗和心得安在猪肝、猪肉、牛奶和鸡蛋等动物源性食品组织中的定量限均可达 0.1 µg/kg，西马特罗、特布他林为 0.5 µg/kg。

6. 结论

本方法建立了 β - 受体激动剂药物药物在猪肝、猪肉、牛奶和鸡蛋等动物源性食品中的 LC-MS/MS 检测方法，其基本原理为：组织样品中的 β - 受体激动剂残留药物经酶解，用高氯调节 pH 值后，在酸性条件下沉淀蛋白，上清液再用 Retain-CX 固相萃取柱净化，Hypersil Gold HPLC 色谱柱分离，高效液相色谱 – 串联质谱（LC-MS/MS）法检测。提取回收率均可达 75-120%，满足国内外的最低检出限要求，并且定量定性准确，重现性好。

应用编号：CCS-SP-001

动物源性样品中糖皮质激素的检测

——参考标准：SN/T 2222-2008 进出口动物源性食品中糖皮质激素类兽药残留量检测方法

1. 实验背景

糖皮质激素常用于治疗家畜的炎症反应、免疫性疾病、牛的酮病等，并且能提高饲料的转化率，促进畜禽的生长，因而广泛用于畜牧业中。然而，动物生长过程中过量使用糖皮质激素会导致其在动物源性食品中残留，给人体健康带来极大的危害。世界各国对动物源性食品中糖皮质激素残留实施愈来愈严格的监控，不同国家对动物源性食品中糖皮质激素的最大残留量都做了规定。

我国农业部文件《动物性食品中兽药最高残留限量》规定牛、猪、马的肌肉、肝脏和肾脏中的地塞米松最大残留量为 0.75 μg/kg，牛奶中氢化可的松的最大残留量为 10 μg/kg。欧盟规定地塞米松在牛、猪、马的肌肉和肾脏中的最大残留量为 0.75 μg/kg，在肝脏中的最大残留量为 2 μg/kg，在牛奶中的最大残留量为 0.3 μg/kg；甲基强的松龙在牛的肌肉、肝脏和肾脏中的最大残留量均为 10 μg/kg；泼尼松龙在牛的肌肉、肝脏、肾脏和牛奶中的最大残留量分别为 4 μg/kg，10 μg/kg，10 μg/kg， 6 μg/ kg。为保证人类的食用安全，建立准确可靠的定量定性方法是十分必要的。目前国内的检测方法主要为 SN/T 2222–2008 进出口动物源性食品中糖皮质激素类兽药残留量检测方法 液相色谱 – 质谱 / 质谱法。

本方法建立了糖皮质激素类药物在猪、牛、羊的肝脏和肌肉，鸡肉，鸡蛋，牛奶中的 LC–MS/MS 检测方法，其基本原理为：组织样品在碱性条件下水解，经乙酸乙酯提取，牛奶和鸡蛋样品直接用乙酸乙酯提取，HyperSep Silica 固相萃取柱净化，Hypersil Gold 液相柱净化，高效液相色谱 – 串联质谱（LC–MS/MS） 法检测。方法灵敏度、提取回收率、重现性等均满足国内外监控和检测要求。

2. 样品前处理

样品提取

称取（2 ± 0.05）g 组织样品于 50 mL 离心管内，加乙酸乙酯 15 mL，涡旋混匀提取 3 min，离心 10 min（4000 rpm），移取乙酸乙酯层至 50 mL 梨形瓶中。残渣中加 0.1 mol/LNaOH 溶液 10 mL，混匀，加乙酸乙酯 15 mL 提取后移取乙酸乙酯层。合并两次提取液，40℃下减压浓缩近干，加入乙酸乙酯 1.0 mL 和正己烷 5 mL，使之充分溶解，待净化。

SPE 操作步骤

500 mg 3 mL HyperSep Silica 固相萃取柱
（货号：**60108-315**）

活化

5 mL 正己烷

上样

将上清液上样至小柱中（1d/s）

清洗

5 mL 正己烷

洗脱

5 mL 正己烷一丙酮（6:4，v/v）

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：　Hypersil Gold，5 μm，2.1×150mm（货号：**25005-152130**）

流动相：　0.01% 甲酸（A）：乙腈（B）

梯度洗脱程序

时间	%A	%B
0	70	30
18	40	60
23	40	60
23	70	30
28	70	30

进样量：　10 μL

流速：　250 μL/min

质谱条件

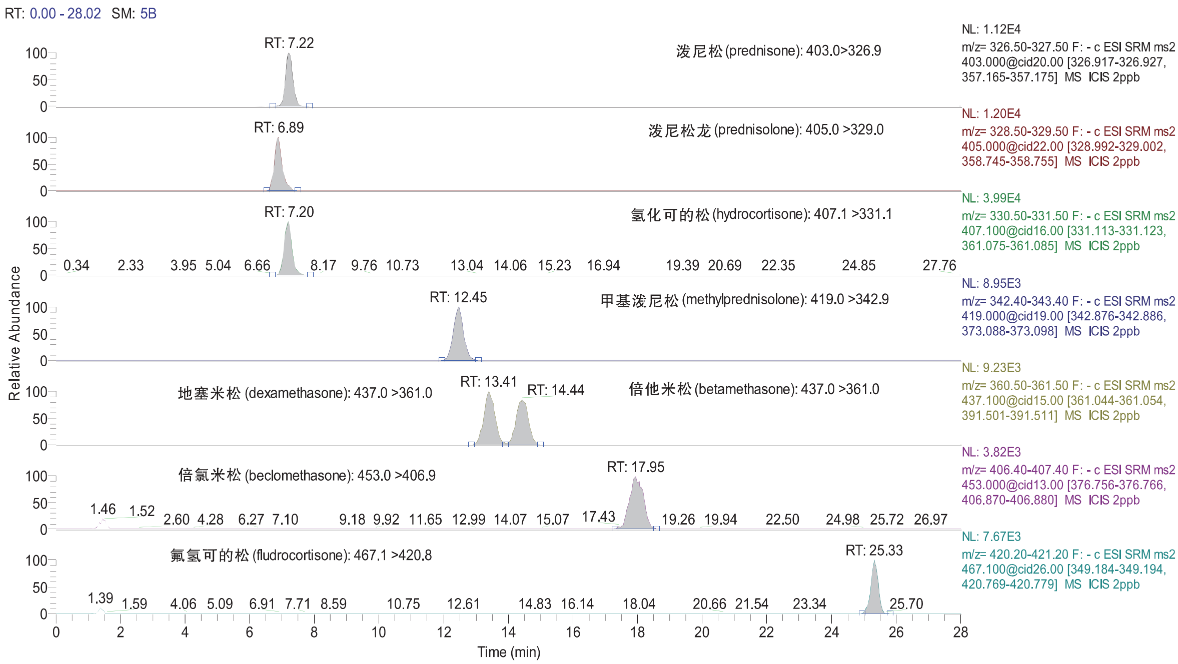
电喷雾电离源（ESI），负离子模式

选择反应监控（SRM）扫描模式

喷雾电压：　3500V

离子传输管温度：350℃

4. 实验谱图



糖皮质激素类药物 LC-MS/MS 色谱图

5. 实验数据

回收率：

本方法糖皮质激素类药物在猪、牛、羊的肝脏和肌肉，鸡肉，鸡蛋，牛奶中的提取回收率均可达 60-110%。

定量限（LOQ）：

泼尼松、泼尼松龙、地塞米松、倍他米松、甲基泼尼松在牛奶中的定量限为 0.1 μg/L，在肌肉，鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.2 μg/kg；氟氢可的松、倍氯米松在牛奶中的定量限为 0.2 μg/L，鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.2 μg/kg； 氢化可的松在牛奶中的定量限为 0.2 μg/L，鸡蛋及肝脏组织中的定量限为 0.5 μg/kg。

6. 结论

本方法糖皮质激素类药物在猪、牛、羊的肝脏和肌肉，鸡肉，鸡蛋，牛奶中的提取回收率均可达 60~110%，满足国内外的最低检出限要求，并且定量定性准确，重现性好。

应用编号：CCS-SP-004

乳制品中三聚氰胺的检测

——参考标准：GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法

1. 实验背景

三聚氰胺是一种重要的氮杂环有机化工原料，常被用于生产塑料、脱水阻燃剂等，也有用于化肥中。三聚氰胺一般添加在对蛋白质含量要求比较高的产品中，比如各种饲料蛋白粉或者称为高蛋白类食品中，目的是提高产品的氮含量。2008 年我国三聚氰胺奶粉事件爆发，自此三聚氰胺进入一个高度受关注的食品安全问题，美国法律禁止在食品中添加三聚氰胺，中国政府近期也宣布禁止在食品中添加三聚氰胺。随着我国对食品安全卫生事件的重视，对牛奶等食品的安全性进入到一个新的高度。

目前国家标准关于三聚氰胺的检测方法有《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品三聚氰胺检测方法》和《GB/T 22400-2008 原料乳中三聚氰胺快速检测（液相色谱法）》两个。其中，GB/T 22400-2008 只局限于检测原料乳及不含添加物的液态乳制品中的三聚氰胺; GB/T 22388-2008 标准包括三个方法: 第一法 高效液相色谱法，第二法 液相色谱 - 质谱 / 质谱法，第三法 气相色谱 - 质谱联用法。

本文参考 GB/T 22388-2008 采用 HyperSep Retain CX SPE 小柱进行样品前处理，具有检出下限低、方法重现性好、简便快速等优势。使用 Syncronis HILIC 色谱柱进行三聚氰胺的检测，分离选择性好，分离时间短，分析时间控制在 5min 以内，峰型对称，灵敏度高。

2. 样品前处理

样品提取

称取 5 g 奶制品 /10 mL 牛奶，加入 1% 三氯乙酸 50 mL，涡旋，加入 2 mL 2% 醋酸铅水溶液，超声 20 min，离心后取上清液待净化。

SPE 操作步骤

60 mg 3 mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱（货号：**60107-303**）

活化

3 mL 甲醇，3 mL 水

上样

6 mL，2 mL/min

清洗

3 mL 水，3 mL 甲醇，抽干柱子 5 min

3. 仪器条件

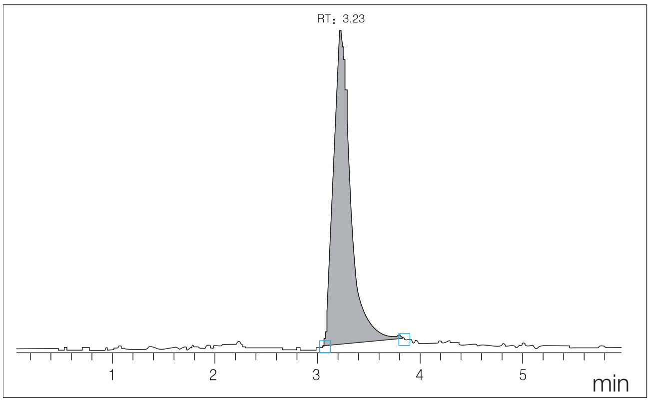
色谱条件：

色谱柱：Syncronis HILIC，5 μm，2.1×100 mm
（货号：**97505-102130**）
流动相：A: 乙腈 /B:10mM 醋酸铵 / 醋酸（pH=3）=85/15
进样量：10 μL
流速：250 μL/min

质谱条件

电喷雾电离源（ESI），负离子模式
选择反应监控（MRM）扫描模式
喷雾电压：3500V
离子传输管温度：350℃

4. 实验谱图



三聚氰胺

5. 实验数据

回收率：

添加浓度在 0.01 mg/kg-0.5mg/kg 范围内，回收率 83-105%，RSD<10%

LOQ：

0.01mg/kg

6. 结论

Retain CX 前处理小柱对于三聚氰胺的检测可实现 0.01 mg/kg LOQ，回收率在 83-105% 之间，RSD<10%，Syncronis HILIC 色谱柱分离选择性好，分离时间短，峰型对称，灵敏度高，完全满足 GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法 第二法 液相色谱 - 串联质谱法要求。

食品添加剂

食品中安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠和脱氢乙酸的测定

——参考标准：GB 5009.28-2016 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定

1. 实验背景

食品添加剂是在食品的生产、加工、制备、处理、包装、运输或存贮过程中，用以改善食品的外观、风味和组织结构或贮存性质的，由于技术性目的而人为添加到食品中的非营养物质物质。目前我国食品行业内山梨酸、苯甲酸、安赛蜜、糖精钠、脱氢乙酸已广泛应用于各类食品中，已成为我国食品产业发展不可或缺的一支力量。目前检测食品中的添加剂，可参考的国标是 GB 5009.28−2016，该方法对苯甲酸、山梨酸、糖精钠三种物质进行检测，目前的方法只能对上述物质的一种或少数几种物质进行检测，且分析时间较长。常规 C18 色谱柱在分析脱氢乙酸物质时，容易发生峰型拖尾的情况。本文采用 Hypersil Gold 5 μm，4.6 × 250（P/N 25005−254630）和 Accucore 2.6 μm，4.6 × 150 （P/N 17126−154630）色谱柱对上述五种物质进行分析。能够得到良好的峰型和较快的分析时间。

2. 色谱条件：

色谱柱：（一）Hypersil Gold 5 μm, 4.6 × 250mm

（P/N **25005-254630**）

（二）Accucore 2.6 μm, 4.6 × 150mm

（P/N **17126-154630**）

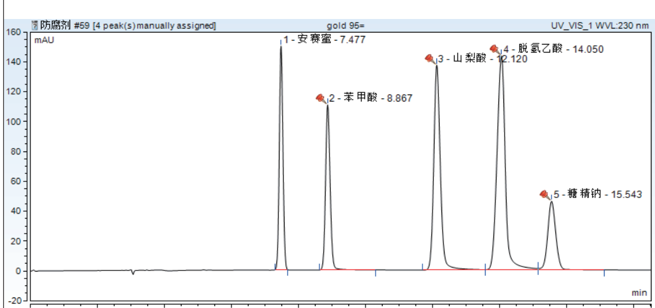
流动相： 甲醇 + 乙酸铵 = 5+95 （乙酸铵称取 1.54 g 加水溶解并稀释至 1000 mL）

进样量： 3 μL

流速： 1 mL/min

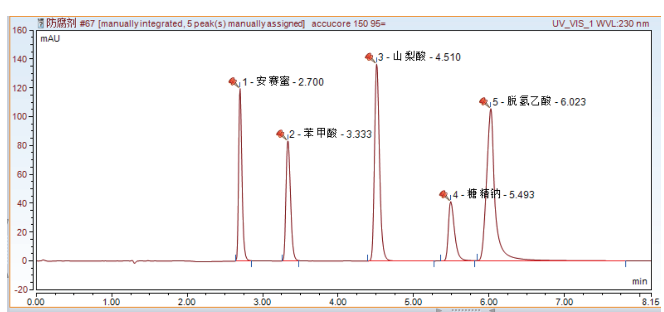
浓度： 100ppm

3. 实验谱图



	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	Peak	Peak Name	Ret.Time	Area	Height	Width (50%)	Asym.	Resol.	Plates
2	No.		min	mAU*min	mAU	min	EP	EP	EP
4	1	安赛蜜	7.477	18.5417	149.76	0.115	1.05	6.35	23230
5	2	苯甲酸	8.867	17.3764	110.60	0.143	1.11	11.15	21366
6	3	山梨酸	12.120	31.2961	137.25	0.202	1.14	5.00	20023
7	4	脱氢乙酸	14.050	41.2128	143.57	0.253	1.02	3.48	17026
8	5	糖精钠	15.543	12.8537	46.13	0.252	1.05	n.a.	21001

图 1 Hypersil Gold 柱色谱图（进样量 3 μL）



	A	B	C	D	E	F	G	H	I
1	Peak	Peak Name	Ret.Time	Area	Height	Width (50%)	Asym.	Resol.	Plates
2	No.		min	mAU*min	mAU	min	EP	EP	EP
4	1	安赛蜜	2.700	6.1047	119.56	0.046	1.29	6.67	18808
5	2	苯甲酸	3.333	5.8008	83.13	0.066	1.29	10.24	14265
6	3	山梨酸	4.510	10.5111	136.60	0.070	1.27	7.51	23019
7	4	糖精钠	5.493	3.8698	41.17	0.084	1.50	3.32	23423
8	5	脱氢乙酸	6.023	13.7927	105.49	0.104	1.29	n.a.	18562

图 2 Accucore 柱色谱图（进样量 1 μL）

4. 结论

使 用 Hypersil Gold 5um, 4.6×250mm（P/N **25005-254630**）和 Accucore 2.6um, 4.6×150mm（P/N **17126-154630**）两款色谱柱对五种添加剂进行分析，得到良好结果。如上图 1 所示 4 号峰脱氢乙酸的拖尾因子 1.02，峰型良好。如图 2 所示，5 号峰脱氢乙酸拖尾因子 1.29，峰型可以接受，优点是出峰快。

应用编号：CCS-SP-153

食品中脱氢乙酸的检测

——参考标准：GB 5009.121-2016 食品安全国家标准 食品中脱氢乙酸的测定

1. 实验背景

脱氢乙酸属于一种新型的化学防腐剂，是一种很重要的有机合成中间体，又是一种优良的增塑剂。在食品中添加脱氢乙酸能起到良好的防腐作用。

目前参考 GB5009.121-2016 标准中的 GC 部分分析脱氢乙酸，可能存在的问题是脱氢乙酸峰拖尾严重，影响分析结果的准确性。

本文中选择了 Thermo Scientific™ TG-WAXMS A （0.25 mm×30 m， 0.25 μm）分析脱氢乙酸，有效的改善了脱氢乙酸的峰型，同时把分析时间控制在跟标准基本一致的范围内，在保证结果准确的情况下，有效保证了分析实验通量。

2. 样品前处理

参考国标 GB5009.121-2016。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： TG-WAXMS A GC column
30 m×0.25 mm×0.25 μm
（P/N：**26087-1420**）
进样口： SSL 240℃，分流比：5:1
流速： 恒流模式 1.5 mL/min
升温程序： 60℃，20℃ /min 到 240℃（3 min）
检测器： FID 300℃
空气： 350 mL/min
氢气： 35 mL/min
氮气： 40 mL/min
进样量： 1 μL
载气： N_2
仪器： AI1310 Autosampler +TRACE 1300

4. 实验谱图

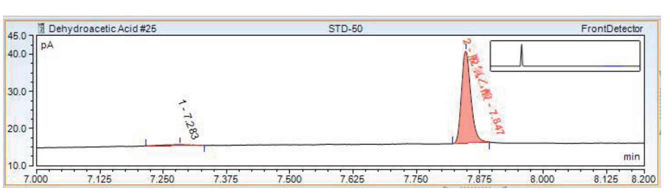


图 1. 标准品图谱

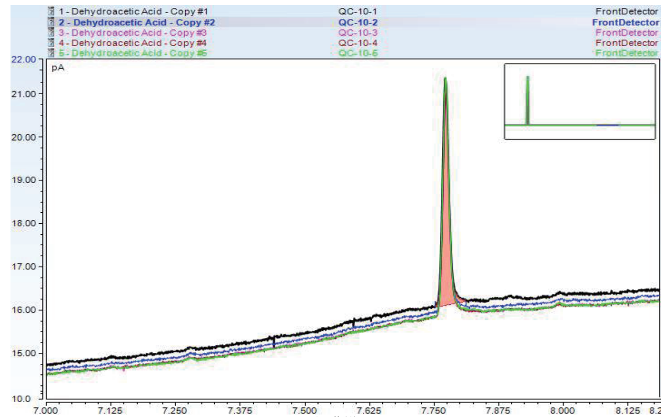


图 2. 连续进 5 针重叠图

5. 实验数据

实验结果表明脱氢乙酸在国标规定的线性范围内内线性关系良好，线性相关系数均大于 0.995。

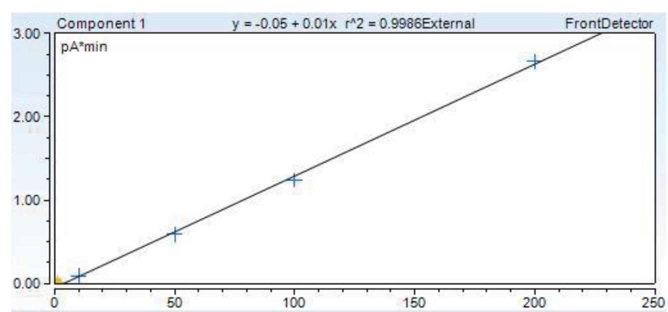


图 3. 脱氢乙酸的标准曲线图

对浓度同一样品重复进样 5 针，RSD 等于 3.04 %，仪器精密度符合检测要求。

6. 结论

通过使用色谱柱 TG WAXMS A（30m×0.25mm×0.25 μm），并优化升温速率和载气流速，脱氢乙酸的色谱峰形很大程度上得以改良。优化后的仪器方法能够得到良好的线性，具有重复性好，结果可靠等优点。

应用编号：CCS-SP-025

食品中抗氧化剂的检测

——参考标准：GB 5009.32-2016 食品中 9 种抗氧化剂的测定第四法——气相色谱法

1. 实验背景

抗氧化剂是指能防止或延缓食品成分氧化变质的一类食品添加剂，广泛添加于食用油和含油食品中，用于延长储存期。抗氧化剂主要分为天然抗氧化剂和化学合成类抗氧化剂。目前仅有维生素 E，茶多酚和去甲二氢愈创木酸等少数几种天然抗氧化剂被我国卫生部门批准使用。而合成抗氧化剂由于价格低廉，被使用广泛，常用的有丁基羟基茴香醚（BHA）、二丁基羟基甲苯（BHT）、特丁基对苯二酚（TBHQ）、没食子酸丙酯等，这些化合物与游离自由基能生成稳定低能量共振杂化物，阻断油脂自动氧化链式反应机制，具有很强的抗氧化性能。目前我国国标《GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》 中对 BHA、BHT 和 TBHQ 限量使用，其含量均不得高于 0.2 g/kg（以油脂中含量计算）。过多使用将对人体肝、脾、肺等均有不利影响，长期服用，有可能导致肝癌等癌症的产生。

本方法参考 GB 5009.32-2016 食品中 9 种抗氧化剂的测定第四法—气相色谱法采用 GC-FID 法对食品中三种常见的抗氧化剂进行分析检测，选择低流失，高惰性的 TG-5MS 色谱柱，该方法简单、快速、灵敏度高。

2. 样品前处理

将饼干类食品粉碎，拌匀，准确称取 2 g 样品于 20 mL 具塞试管中（食用油样品直接称取 0.2 g），加入 10 mL 正己烷，超声波提取 20 min，静置 20 min，取上清液直接 GC 分析（如浑浊，过 0.45 μm 膜）。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	TR-5MS GC column 30 m×0.25 mm×0.25 μm（P/N：**26098-1420**）
进样口：	SSL 250℃，不分流
流速：	恒流模式 1 mL/min
升温程序：	80℃（1 min），10℃ /min 到 250℃（0 min），30℃ /min 到 310℃（5 min）
检测器：	FID 250℃
空气：	350 mL/min
氢气：	35 mL/min
氮气：	40 mL/min
进样量：	1 μL
载气：	N_2
仪器：	AI1310 Autosampler +TRACE 1300

4. 实验谱图

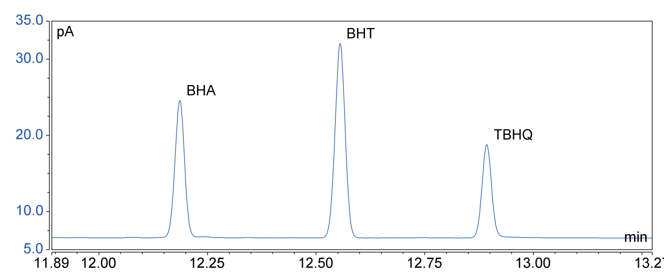


图 1. 1.5 mg/L 三种抗氧化剂的标准溶液色谱图

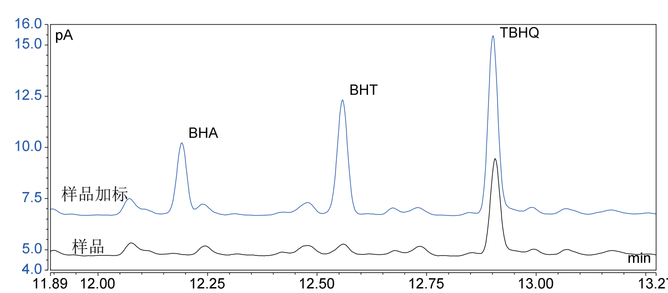


图 2. 样品及样品加标色谱图（ 加标量 1 mg/L）

5. 结论

本方法采用 Thermo Scientific 全新一代 TRACE 1310 GC 进行实验，能够完全满足检测灵敏度，精密度的要求。同时本方法前处理简单快速，加标回收率高，TG-5MS 色谱柱低流失，高惰性，有效提高检测方法灵敏度，线性范围良好。

应用编号：CCS-SP-014

食品中 8 种合成着色剂的测定

——参考标准：GB 5009.35-2016 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定

1. 实验背景

在食品加工过程中， 为求得食品色泽艳丽或保持原有色泽，增进人们食欲并提高食用价值， 往往需要添加着色剂。 食用着色剂是使食品着色和改善食品色泽的物质， 通常有食用合成色素和食用天然色素两大类。 食用合成色素主要指用人工化学合成方法所制得的有机化合物， 我国允许使用并使用较多的合成色素有： 日落黄、 柠檬黄、 苋菜红、 胭脂红、 赤藓红、诱惑红、 新红、 亮蓝、 靛蓝等。

由于合成色素一般较天然色素色彩鲜艳、坚牢度大、性能稳定、易于着色并可任意调色、 成本低廉、 使用方便， 近年来， 随着食品工业的发展， 合成色素在食品加工和储藏中的应用越来越广泛。 现在国家出台的相关规定， 促使食用色素生产商更加严格规范化， 用量和使用范围受到严格限制。目前检测食用合成色素的标准，可参考 GB 5009.35-2016 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定。方法中食品中人工合成着色剂用聚酰胺吸附法或液 - 液分配法提取，制成水溶液，使用液相色谱法，经反相色谱分离。该方法前处理步骤较为繁琐，同时液相色谱柱如选择不合适，会造成柠檬黄、新红等色素难以分离。

本文采用聚酰胺固相萃取柱进行前处理提取净化，使用 Accucore aQ 色谱柱对柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝、赤藓红、诱惑红 8 种合成色素进行分析，前处理方法简便，色谱分离效果良好，时间快速，适用于食品检测单位日常分析。

2. 样品前处理

a) 饮料类样品：称取 10g 样品放入 100mL 烧杯中，含二氧化碳的样品加热去除二氧化碳；

b) 配制酒类：称取 10g 样品放入 100mL 小烧杯中，加热去除乙醇；

c) 液体调味料：称取 10g 样品放入 100mL 小烧杯中，若试样 pH 值偏高，用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右；

d) 固体调味料：称取 2g 样品放入 100mL 小烧杯中，加入 10mL 1% 氨水溶液，涡旋提取 1min，4000r/min 离心 5min，重复提取至提取液无色，合并上清液，用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右作为待净化液；

e) 酱料类：称取 2g 样品，加入 20mL 石油醚，涡旋混合 1min，5000r/min 离心 5min，弃去石油醚上清液，残渣吹干，加入 10mL 1% 氨水溶液，涡旋提取 1min，4000r/min 离心 5min，重复提取至提取液无色，合并上清液，用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右作为待净化液；

f) 果冻、水果罐头：称取已均质样品 2g，装入 50mL 离心管中，加入 5mL 乙醇 / 氨水溶液涡旋 1min，4000r/min 离心 5min，重复提取至提取液无色，合并上清液置于 80 水浴中浓缩至 2mL，水洗转移至 10mL 比色管中，用水定容（若试样 pH 偏高，用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右）；

g) 肉制品：称取已均质样品 2g，装入 50mL 离心管中，加入 20mL 石油醚，涡旋混合 1min，4000r/min 离心 5min，弃去石油醚上清液。残渣吹干，加入 5mL 乙醇 / 氨水溶液涡旋 1min，4000r/min 离心 5min，重复提取至提取液无色，合并上清液置于 80 水浴中浓缩至 2mL，水洗转移至 10mL 比色管中，用水定容（若试样 pH 偏高，用柠檬酸水溶液调节 pH 至 6 左右）待净化。

SPE 操作步骤

500mg 6mL PA 聚酰胺固相萃取柱（货号：**60108-115-B**）

活化

6mL 甲醇，6mL 水 (pH 值 6~7)；

上样

全部提取液上样

清洗

6mL 水 (pH=4)、6mL 甲醇 - 甲酸 (6：4)、6mL 水 (pH 值 6~7) 淋洗，通入空气吹干小柱 5min

洗脱

6mL 10% 氨水甲醇洗脱并接收，收集液于 50℃氮气吹干，用 1mL 水定容，0.45μm 亲水 PTFE 滤器（货号：**44513-NPL**）过滤，待测。

3. 仪器条件

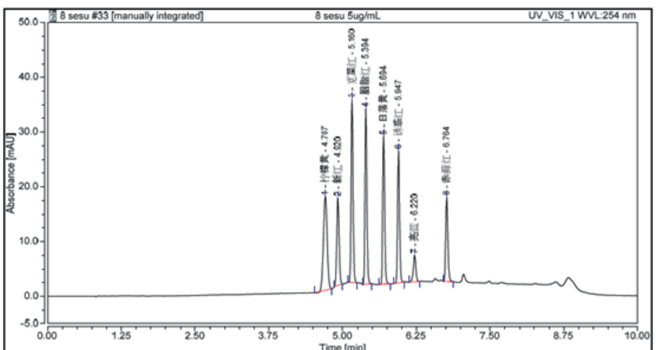
仪器：	Ultimate 3000 HPLC 系统
色谱柱：	Accucore aQ 4.6×150mm，2.6um（货号：**17326-154630**）
流动相：	A：0.02mol/L 的乙酸铵溶液； B：甲醇
流 速：	1 mL/min；
进样量：	5μl；
波长：	UV 254 nm；
最高压力：	400bar

食品添加剂

梯 度：

时间 min	A %	B %
0	98	2
3	90	10
5	35	65
7	35	65
7.2	98	2
15	98	2

4. 实验谱图



Integration Results

No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	???	4.707	1.228	17.199	0.99	2.31	26994
2	??	4.920	0.724	16.066	1.05	3.70	76970
3	???	5.160	1.256	33.536	1.12	3.97	121280
4	???	5.394	1.188	32.118	1.20	5.07	135642
5	???	5.694	1.026	27.104	1.21	4.16	143603
6	???	5.947	0.940	24.198	1.18	4.08	147590
7	??	6.220	0.236	4.915	0.94	7.75	117864
8	???	6.764	0.666	15.430	1.19	n.a.	157993
Total:			7.263	170.565	8.88	31.04	

1、 柠檬黄 2、新红 3、苋菜红 4、胭脂红 5、日落黄 6、诱惑红 7、亮蓝 8、赤藓红

图 1　5ug/mL 混标溶液

5. 实验数据

样品组分	回收率
柠檬黄	85.50%
胭脂红	108%
亮蓝	92.60%
赤藓红	96.40%

6. 结论

本文参考 GB 5009.35-2016 食品安全国家标准 食品中合成着色剂的测定，建立了食品中的合成着色剂的 SPE-HPLC 检测方法。采用聚酰胺固相萃取柱进行前处理提取净化，使用 Accucore aQ 色谱柱对柠檬黄、新红、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝、赤藓红、诱惑红 8 种合成色素进行分析，前处理方法简便，色谱分离效果良好，时间快速，适用于食品检测单位日常分析。

应用编号：CCS-SP-174

白酒中甜味剂的检测

1. 实验背景

甜味剂的作用是赋予食品甜味，应用十分广泛。按照化学结构和性质分类又可分为糖类和非糖类甜味剂，按照来源可以分为天然和人工合成两类，前者包括各种糖类和糖醇类，如山梨醇，乳糖醇等，后者包括糖精钠等。食品中的甜味剂与公众的身体健康和生命安全息息相关，应该对其在各类食品中的检测给予关注。

基于不同原理的多种分析方法都可以用于食物，饮料和日常食品中上述甜味剂的检测。常用的方法有 HPLC、IC、TLC、GC、CE 等。几乎上述每一种方法都可以用于单一甜味剂的检测。由于混合甜味剂不仅能使一种甜味剂的不良口感被另一种甜味剂的口感遮盖，而且常常会产生协同效应，使混合物的甜味增强，因此现在几种一起使用的混合甜味剂应用得更加普遍，所以建立多种类甜味剂同时检测的方法更具有实用价值。

高效液相色谱法是甜味剂检测中应用最多的方法。本文建立了白酒中多种甜味剂同时检测的方法，满足了实际食品检测的需求。

2. 样品前处理

糖精钠对照品：

取糖精钠母液 11.169 g/L 10 μL，用水稀释到 1 mL，配成浓度为 0.11169 g/L 糖精钠对照品溶液。

9 号样品：

取 9 号样品，50 mL，95 ℃ 旋蒸。去除样品溶剂后，用 2 mL 纯水溶解样品。

1 号样品：

取 1 号样品，50 mL，95 ℃ 旋蒸。去除样品溶剂后，用 2 mL 纯水溶解样品。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Acclaim C18 4.6×150 mm, 5 μm
（货号：**059148**）

流动相： 0-4 min，10% 乙腈，20 mM NaH_2PO_4（pH 4.3）；
4-12 min，10%-50% 乙腈，20 mM NaH_2PO_4（pH 4.3）

流速： 1 mL/min

检测器： DAD，0-4 min 226 nm, 4 min 以后 200 nm

柱温： 30℃

进样量： 5 μL

仪器： Ultimate 3000

4. 实验谱图

（1）9 号样品检测结果

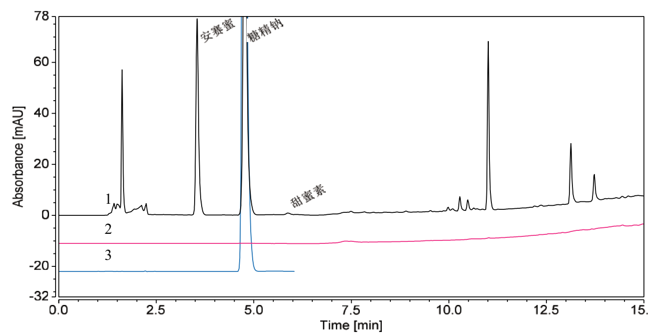


图 1. 9 号样品检测结果（1-9 号样品谱图；2- 空白；3- 糖精钠对照品）

结果与讨论：

根据糖精钠对照品和样品报告“食品中 4 种甜味剂及 2 种防腐剂同时测定方法”大致判断安赛蜜（3.55 min）、糖精钠（4.77 min）和甜蜜素（5.87 min）的出峰位置如图 1 所示。

（2）1 号和 9 号样品

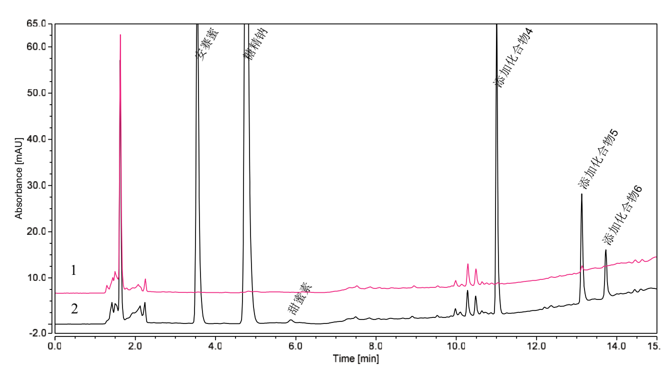


图 2. 1 号样品（1）和 9 号样品（2）色谱图

结果与讨论：

1. 色谱峰：安赛蜜（3.55 min）、糖精钠（4.77 min）、甜蜜素（5.87 min）、添加样品 4（11.01 min）、添加样品 5 （11.13 min）和添加样品 6（13.73 min）均未在样品中检测出。

2. 6 种可检测的化合物均能在本方法中得到基线分离，且整体保留时间不超过 14 min。

3. 从 10 min 到 11 min 检测到的色谱峰来源于样品本身，在添加对照品的 9 号样品和不添加对照品的 1 号样品中，这些化合物的峰面积没有明显变化；

5. 实验数据

1 号和 9 号样品重复性

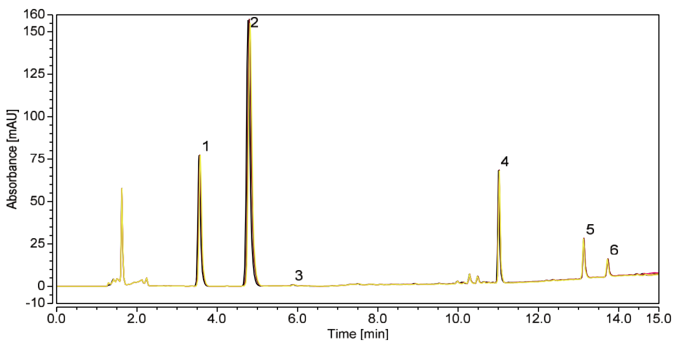


图 3. 9 号样品 5 针重复图

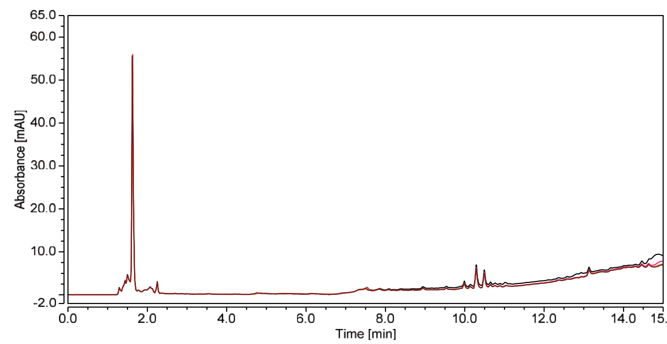


图 4 1 号样品 5 针重复图

6. 结论

本方法可以实现 6 种添加化合物的基线分离，以及这两种化合物与基体杂质之间的基线分离。

该方法用时较短，总体保留时间不超过 14 分钟。3 种甜味剂的保留时间不超过 6 分钟。

应用编号：CCS-SP-141

食品中维生素 ADE 的测定

——参考标准：GB5009.82-2016 食品中维生素 A、D、E 的测定

1. 实验背景

维生素 A（retinol）、维生素 D（vitamin D_2 和 vitamin D_3）、维生素 E（tocopherol）是机体维持正常代谢和机能的所必需的脂溶性维生素。其中维生素 E 有 8 种异构体形式，即 4 种生育酚（α、β、γ、δ-tocopherols）和 4 种三烯生育酚（α、β、γ、δ-tocotrienols），均具有重要的生物活性，被认为是一类主要的抗氧化剂。通常 α-生育酚被报道是活性最高的一种维生素 E 形式，因此很多文献报道的分析方法仅测定了 α-生育酚的含量。最近研究表明，其他几种异构体形式也在人体中具有重要的作用，并且 γ-生育酚具有抗癌作用。维生素 E 异构体结构的复杂性和活性的差异，决定了建立一种准确可靠的分析方法，来分离和测定食品基质中各个异构体含量，具有重要意义。

新版国标 GB5009.82-2016 对维生素 E 的四种异构体的分析提出了要求。而常规 C18 色谱柱很难将其实现基线分离。另外维生素 D 也是婴幼儿配方食品中一种重要的营养素，在用常规反相 C18 分析 D_2 和 D_3 异构体的时候经常遇到分离度差的问题。

本文建立了同时测定食品中 D 和 E 含量的液相色谱法，可实现对维生素 E 的四种异构体和 D_2 和 D_3 两种异构体的分析及准确定量。

2. 样品前处理

取维生素 D_2、D_3 和 E 标准品适量，精密称定，至 25 mL 量瓶中，加甲醇溶解并定容至刻度，制成浓度分别为 1.0 mg/mL 维生素 D_3 和 D_2 溶液和 2.06 mg/mL 维生素 E 储备溶液。

分别精密量取维生素 D_3 和 E 的标准品溶液适量，至 10 mL 棕色量瓶中，配制成混合溶液，再分别精密加入等量的浓度为 10 μg/mL 的维生素 D_2 的内标溶液，甲醇稀释至刻度，分别得到浓度为：α-VE：2.4 μg/mL，β-VE：2 μg/mL，γ-VE:1.6 μg/ mL、δ-VE:2.4 μg/mL, D3：0.08 μg/mL.

3. 仪器条件

四种维生素 E 异构体分析的色谱条件：

方法一：

色谱柱： Acclaim C30 4.6×250 mm, 3 μm（货号：**303056**）

流动相：

甲醇 - 水 时间 -min	甲醇	水
0	96	4
13	96	4
20	100	0
24	100	0
24.5	96	4
30	96	4

流速： 0.8 mL/min

检测器： 紫外，296 nm

柱温： 20℃

进样量： 10 μL

仪器： Ultimate 3000

方法二：

色谱柱： Accucore PFP 3.0×150 mm, 2.6 μm（货号：**17426-153030**）或 GOLD PFP 4.6×250 mm, 5 μm（货号：**25405-254630**）

流动相：

甲醇 - 水 时间 -min	甲醇	水
0	75	25
1	75	25
16	90	10
20	100	0
25	100	0

流速： 0.6 mL/min（Accucore PFP），1 mL/min（GOLD PFP）

检测器： 紫外，296 nm

柱温： 20℃

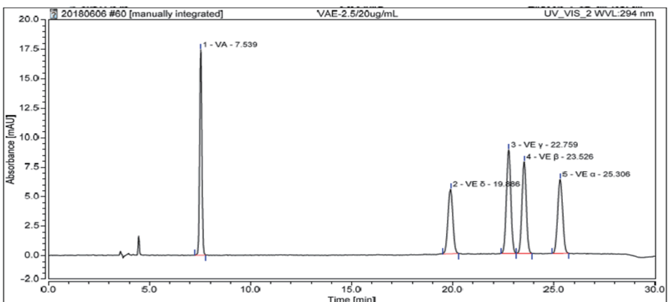
进样量： 10 μL

仪器： Ultimate 3000

营养素

两种维生素 D 异构体分析的色谱条件：
色谱柱： Hypersil Green PAH 4.6 × 150 mm, 3 μm
（货号：**31103-154630**）
流动相： 乙腈：甲醇 =60:40
流速： 1 mL/min
检测器： 紫外，264 nm
柱温： 35℃
进样量： 10 μL
仪器： Ultimate 3000

4. 实验谱图



Integration Results

No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Asymmetry (EP)	Resolution (EP)	Plates (EP)
1	VA	7.539	2.243	17.447	1.01	37.90	22043
2	VE •	19.886	1.540	5.486	0.97	6.73	31210
3	VE •	22.759	2.245	8.824	1.00	1.93	50430
4	VE ,	23.526	1.924	7.795	1.01	4.18	57328
5	VE ƒ	25.306	1.790	6.284	1.01	n.a.	48209
Total:			**9.742**	**45.836**	**5.01**	**50.74**	

图 1 四种维生素 E 的实验图谱 :Acclaim C30

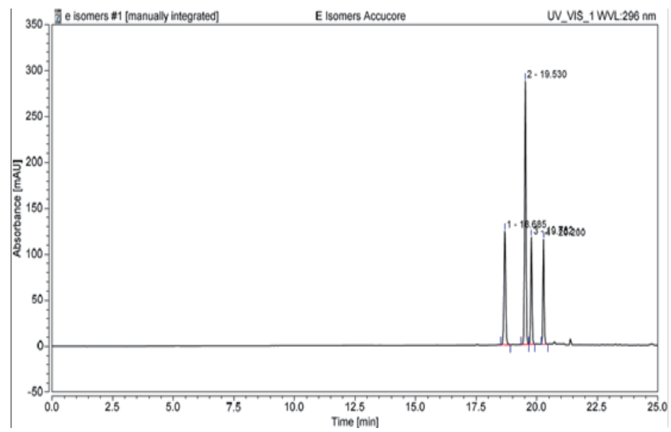


图 2 四种维生素 E 的实验图谱：Accucore PFP

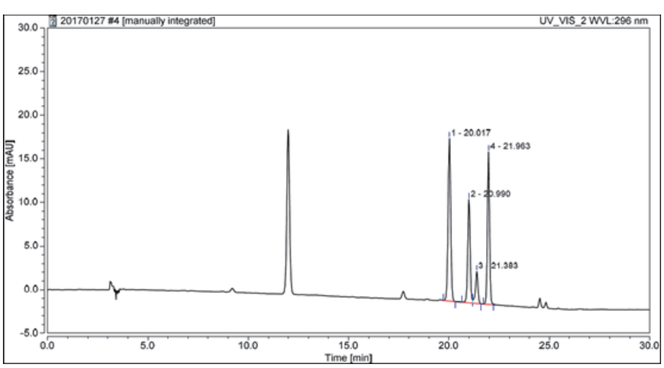
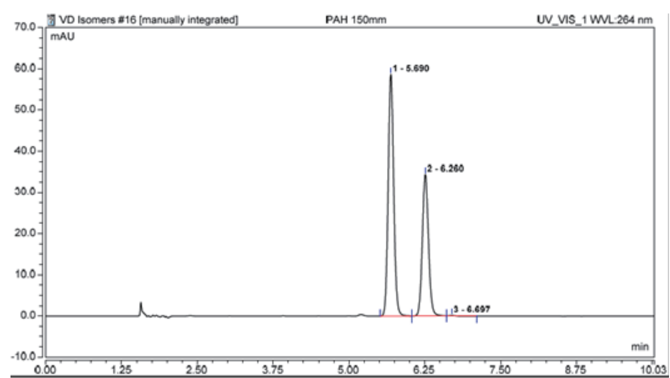


图 3 四种维生素 E 的实验谱图：GOLD PFP



Peak Results

No.	Peak Name	Retention Time min	Width (50%) min	Type	Resolution (EP)	Asymmetry (EP)	Plates (EP)
1		5.690	0.097	BM	3.30	1.09	19162
2		6.260	0.107	M	2.03	1.07	18888
3		6.697	0.146	MB	n.a.	n.a.	11608

图 4 两种维生素 D 异构体的实验图谱

5. 结论

采用 Thermo Scientific™ Acclaim C30，Accucore PFP，GOLD PFP 及 Hypersil Green PAH 色谱柱可按照国标 GB 5009.82-2016 条件对维生素 ADE 进行分析，并对各化合物有较好的保留和分离。

应用编号：CCS-SP-167

在线二维液相色谱法快速测定婴幼儿配方奶粉中维生素 A，D 和 4 种 VE 异构体的含量

——参考标准：GB 5009.82-2016 食品中维生素 A、D、E 的测定

1. 实验背景

维生素 A（retinol）、维生素 D（vitamin D_2 和 vitamin D3）、维生素 E（tocopherol）是机体维持正常代谢和机能的所必需的脂溶性维生素。其中维生素 E 有 8 种异构体形式，即 4 种生育酚（α、β、γ、δ-tocopherols）和 4 种三烯生育酚（α、β、γ、δ-tocotrienols），均具有重要的生物活性，被认为是一类主要的抗氧化剂。维生素 E 异构体结构的复杂性和活性的差异，决定了建立一种准确可靠的分析方法，来分离和测定食品基质中各个异构体含量，具有重要意义。

新版国标 GB5009.82-2016 对维生素 E 的四种异构体的分析提出了要求。而常规 C18 色谱柱很难将其实现基线分离。另外维生素 D 也是婴幼儿配方食品中一种重要的营养素，但因为其在食品中含量较低，且对光热较敏感，再加上复杂的食品基质成分干扰，决定了其分析方法也十分复杂。我国和欧洲的关于食品中维生素 D 现行标准方法中，需采用正相制备色谱、反相分析色谱两套仪器，分别进行净化制备和分析，极大的影响样品分析效率。

本文采用一维色谱结合荧光检测器一次进样完成维生素 A 和 4 种生育酚异构体的分离和定量，二维色谱完成维生素 D 的定量，大大改善了样品的分析效率。

2. 样品前处理

样品溶液制备

精密称取奶粉 10 g，于 250 mL 锥形瓶中，加入 30 mL 热水使溶解（液态奶不需加入），再加入 15 g/L 的维生素 C 乙醇溶液 100 mL，再加入 1.25 g/mL 的氢氧化钾溶液 25 mL，精密加入 10 μg/mL 的维生素 D_2 内标溶液 1.0 mL，磁力搅拌 45 分钟，温度 60±2 ℃。将皂化液转移至 500 mL 分液漏斗中，以石油醚萃取 3 次（若出现乳化，可加饱和的氯化钠溶液破乳），每次 100 mL，合并萃取液，萃取液以水洗涤至偏中性（pH 试纸测试），收集石油醚层，经过无水硫酸钠脱水。低温减压回收石油醚，至 1~2 mL 时转移至 10 mL 棕色瓶中，氮气吹干，再以 3~5 mL 甲醇使溶解并转移至 10 mL 棕色量瓶中，甲醇稀释至刻度，摇匀，待用。未用完溶液放入 4 ℃冰箱保存。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：一维色谱柱 FOODKIT 2 ADE 3.0 X 150 mm，（PN：**VITADE-005K2**）
二维色谱柱 FOODKIT 1&2 ADE 4.6 X 100 mm，（PN：**VITADE-004K1**）

流动相：A 乙腈；B 甲醇；C 水
流速：一维分离泵：0.5 mL/min
二维分离泵：0.8 mL/min
检测器：UV：264 nm，296 nm，325 nm
FLD：激发波长：295 nm，发射波长：330 nm，
柱温：30℃
进样量：10 μL
仪器：Thermo Scientific™ Dionex™ UltiMate™ 3000 x2 Dual HPLC system

一维及二维梯度程序见表 2，阀切换时间及过程见表 3，系统连接见图 1。

表 1. 一维分离和二维分离梯度程序

一维分离和二维分离梯度程序				二维分析泵			
时间（分钟）	A%	B%	C%	时间（分钟）	A%	B%	C%
0	50	0	50	0	40	0	60
3	50	0	50	21	40	0	60
6	0	75	25	23	100	0	0
21	0	90	10	31	60	40	0
23	0	100	0	34	60	40	0
30	0	100	0	35	40	0	60

表 2. 阀切换时间及过程

时间	左阀	右阀	说明
0	6_1	2_1	UV 与一维色谱术连接，分析 Vitamins A,E 和净化
17.9	6_1	6_1	净含有 VD 的馏分转移并储存在 Loop 中
18.4	6_1	2_1	右泵流动相将 Loop 环中馏分转移至二维色谱柱中
25	1_2	6_1	UV 与二维色谱柱连接，对 VD 进行定量分析
35	6_1	2_1	分析完成，阀切换到初始状态

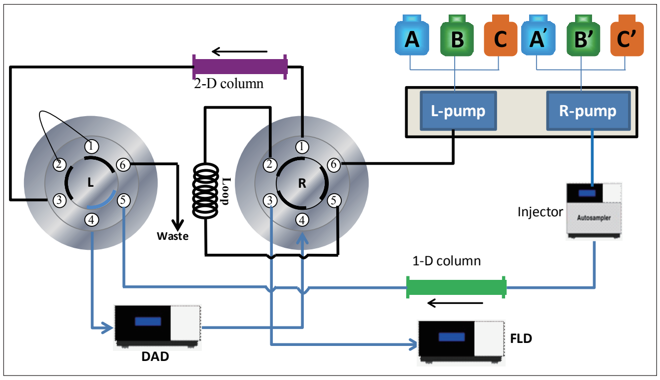


图 1. 全自动在线二维柱切换系统流路示意图

4. 实验谱图

本文所建立的在线二维液相色谱法测定维生素 A，D 和 E 的 4 种异构体，在 FOODKIT2 ADE 专用色谱柱可实现 4 种生育酚异构体的基线分离，确定该色谱柱作为一维色谱柱。本文选择极性改性的反相色谱柱作为第二维色谱柱，保持了一维和二维色谱柱良好的正交性，结果 VD_2、VD_3 分离较好，可对 VD_2，VD_3 进行准确定量。

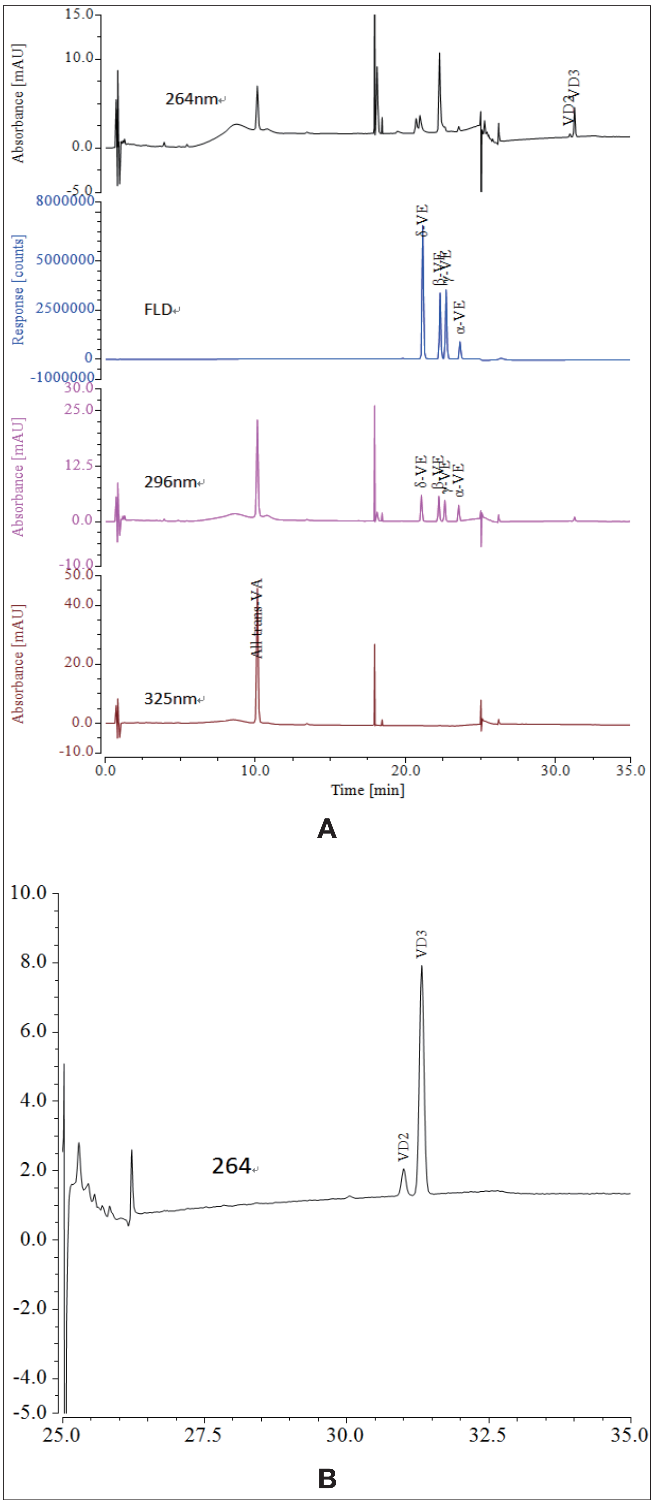


图 2. 维生素 A、D_3、E 标准品分析谱图（A，其中 0~20min 为一维分离谱图，20~30min 为二维分离谱图）和二维分离放大图谱（B）

混合标准品溶液分析谱图及典型的样品分析谱图分别见图 2 和图 3。

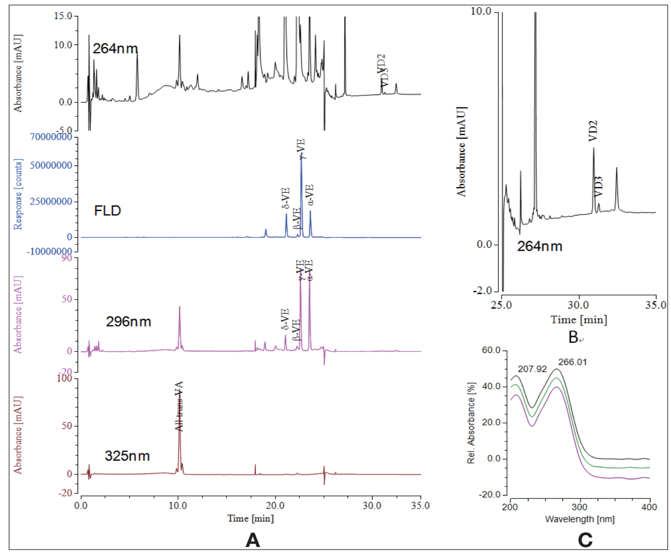


图 3. 婴幼儿配方奶样品分析（A）、二维分离放大图谱（B，264nm）及其中 VD_2 色谱峰的紫外扫描谱图（C）

5. 实验数据

考察方法的线性范围：结果各目标化合物在其浓度范围内，线性相关系数 > 0.999，表明各化合物线性相关关系较好。线性方程及其方法检出限的结果见表 3。

6. 结论

本文基于二维色谱原理，利用双梯度泵系统，结合两个切换阀，构建了全自动在线二维液相色谱分析方法，通过紫外检测器和荧光检测器的串联，一次进样同时完成脂溶性维生素 A，D_2，D_3 及其 α，β，γ 和 δ-VE 的定量分析，方法验证结果表明，本法能够准确测定婴幼儿配方奶粉中各待测营养素的含量。且 4 种 VE 异构体的拆分和定量，对于产品的质量控制具有重要意义。另外本法自动化程度高，操作简便快速，可用于日常奶粉样品的检测工作中。

表 3. 线性方程及其方法检出限

Fattysouluble vitamins	Detection wavelength (nm)	Range (μg/mL)	Regression equation	r	MDL (μg/mL)
A	325	0.44-174.0	y=0.3120x-0.0527	0.9999	0.0082
D_3	264	0.04-4	y=0.3643x-0.0028	0.9999	0.015
D_2	264	0.04-4	y=0.2519x-0.0034	0.9997	0.015
α-VE	296	2.4-120	y=13292.5x-57697.1	0.9990	0.068
β-VE	296	0.4-100	y=47811.7x-78353.7	0.9994	0.035
γ-VE	296	0.32-80	y=61533.3x-78492.2	0.9994	0.025
δ-VE	296	0.48-120	y=77930.7x-118076.7	0.9996	0.015

应用编号：CCS-SP-163

食品中脂肪酸的检测

1. 实验背景

脂肪作为人体的三大供能营养素之一，对人体有许多重要的生理作用。油脂中 90% 以上是脂肪酸，而脂肪酸又分为饱和脂肪酸、单不饱和脂肪酸和多不饱和脂肪酸。多不饱和脂肪酸中含有的 n-6 和 n-3 脂肪酸属必需脂肪酸，是人体无法合成而必须从食物中获取的。脂肪酸是儿童生长发育和身体健康的重要营养物质。因此监测脂肪酸含量对保证食品质量具有积极意义。我国分别在在 1997 年和 2008 年出台标准控制婴幼儿食品中脂肪酸的检测。

参考 GB 5413.27-2010 标准分析 37 种脂肪酸甲酯，可能存在的问题有 C20:4n6 与 C20:3n3 两个峰容易重叠，且与 C22:0 分离效果不理想。另外整个方法分析时间过长，影响检测通量。

本文中选择了 Thermo Scientific™ 脂肪酸甲酯专用柱 TR-FAME （0.25 mm×100 m，0.2 μm）分析 37 种脂肪酸，各峰分离效果较好，同时把分析时间控制在 40 min 以内，在保证结果准确的情况下，有效提高分析实验通量。

2. 样品前处理

称取 0.5 g 待测样品于 15 mL 干燥螺口玻璃管中，加入 5.0 mL 甲苯，加入 10% 乙酰氯甲醇溶液 6.0 mL，旋紧螺旋盖，振荡混合后于 80℃ ±1℃水浴中放置 2 h，期间每隔 20 min 取出振摇一次，水浴后取出冷却至室温。将反应后的样液转移至 50 mL 离心管中，分别用 3.0 mL 碳酸钠溶液清洗玻璃管三次，合并碳酸钠溶液于 50 mL 离心管中，混匀，5000 转 / 分钟离心约 5 min。取上清液作为试液，气相色谱仪测定。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	TR-FAME GC column 100m×0.25mm×0.20μm （P/N：**260M238P**）
进样口：	SSL 260℃，分流比：10:1
流速：	恒流模式 1 mL/min
升温程序：	60℃（保持 1 min）以 20℃ /min 速率升温到 160℃，保持 2 min，再以 4℃ /min 升温速率到 240℃（保持 15 min）。
检测器：	FID 280℃
空气：	350 mL/min
氢气：	35 mL/min
氮气：	40 mL/min
进样量：	1 μL
载气：	N_2
仪器：	AI1310 Autosampler +TRACE 1300

4. 实验谱图

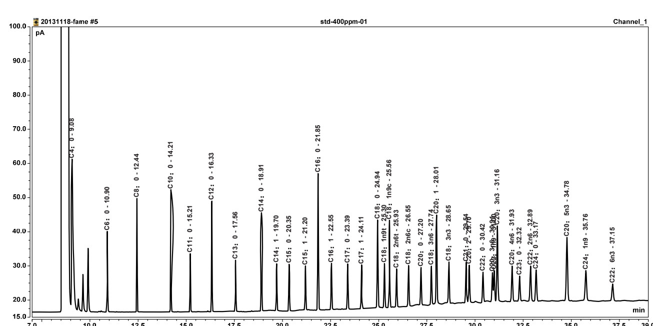


图 1. 标准品图谱

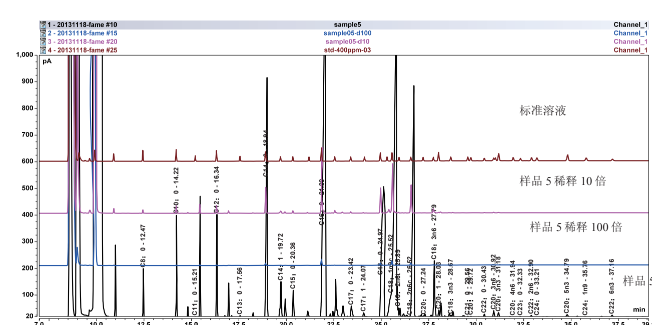


图 2. 样品图谱

5. 实验数据

表 1. 各脂及酸种类、保留时间、线性相关系数、检出限及脂肪酸甲酯转化为脂肪酸的换算系数一览表

化合物	保留时间	该组分在标准品中的含量	相关系数	检测限	转换系数 F
C4:0	9.075	4%	0.9998	1.1	0.8627
C6:0	10.903	4%	0.9994	1.1	0.8923
C8:0	12.442	4%	0.9990	0.6	0.9114
C10:0	14.205	4%	0.9992	0.4	0.9247
C11:0	15.212	2%	0.9993	0.5	0.9300
C12:0	16.332	4%	0.9991	0.6	0.9346
C13:0	17.563	2%	0.9993	1.1	0.9386
C14:0	18.910	4%	0.9991	1.6	0.9421
C14:1	19.697	2%	0.9992	1.6	0.9417
C15:0	20.347	2%	0.9993	1.4	0.9453
C15:1	21.195	2%	0.9992	1.5	0.9449
C16:0	21.853	6%	0.9988	1.0	0.9481
C16:1	22.545	2%	0.9994	0.8	0.9477
C17:0	23.388	2%	0.9992	1.1	0.9507
C17:1	24.112	2%	0.9993	1.2	0.9503
C18:0	24.943	4%	0.9994	1.2	0.9530
C18:1n9t	25.297	2%	0.9987	1.0	0.9527
C18:1n9c	25.558	4%	0.9989	1.1	0.9527
C18:2n6t	25.928	2%	0.9984	1.5	0.9524
C18:2n6c	26.550	2%	0.9993	1.4	0.9524
C20:0	27.195	4%	0.9912	2.2	0.9570
C18:3n6	27.735	2%	0.9919	1.2	0.9520
C20:1	28.005	2%	0.9992	0.5	0.9568

6. 结论

婴幼儿食品中的脂肪酸采用乙酰氯甲醇甲酯化法生成脂肪酸甲酯，甲苯提取后进行气相色谱仪测定。该方法操作简单，重复性好，37 种脂肪酸甲酯采用 100m 的脂肪酸。

参考国标检测 37 种脂肪酸甲酯，选择 TR-FAME 色谱柱，可以满足实验需求，得到准确的结果。

应用编号：CCS-SP-008

食品中脂肪酸的检测快速方案

——参考标准：GB 5009.168-2016 食品中脂肪酸的测定

1. 实验背景

脂肪作为人体的三大供能营养素之一， 对人体有许多重要的生理作用。 油脂中 90% 以上是脂肪酸， 而脂肪酸又分为饱和脂肪酸、 单不饱和脂肪酸和多不饱和脂肪酸。多不饱和脂肪酸中含有的 n-6 和 n-3 脂肪酸属必需脂肪酸，是人体无法合成而必须从食物中获取的。脂肪酸是儿童生长发育和身体健康的重要营养物质。因此监测脂肪酸含量对保证食品质量具有积极意义。我国分别在在 1997 年和 2008 年出台标准控制婴幼儿食品中脂肪酸的检测。

目前参考 GB 5009.168-2016《食品中脂肪酸的测定》标准分析 37 种脂肪酸甲酯，可能存在的问题是 37 种脂肪酸甲酯的分离度达不到标准要求。另外整个方法分析时间过长，影响检测通量。

本文中选择了赛默飞脂肪酸甲酯专用柱 TG-FAME（0.25mm×50m，0.2μm）分析 37 种脂肪酸，各峰分离效果较好，同时把分析时间控制在 39min 以内，在保证结果准确的情况下，有效提高分析实验通量。

2. 样品前处理

取食用油样品适量，移入到 250mL 平底烧瓶中，加入约 100 mg 焦性没食子酸，加入几粒沸石，再加入 2mL95% 乙醇和 4mL 水，混匀。加入 2% 氢氧化钠甲醇溶液 8mL，连接回流冷凝器，80℃水浴上回流，直至油滴消失。 从回流冷凝器上端加入 7mL15% 三氟化硼甲醇溶液，在 80℃水浴中继续回流 2min。用少量水冲洗回流冷凝器。 停止加热，从水浴上取下烧瓶，迅速冷却至室温。准确加入 15 mL 二氯甲烷，振摇 2 min，再加入饱和氯化钠水溶液，静置分层。吸取上层二氯甲烷提取溶液大约 5mL，至 25mL 试管中，加入大约 5g 无水硫酸钠，振摇 1min，静置 5min，吸取上层溶液到进样瓶。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： TG-FAME GC column 50 m × 0.25 mm × 0.20 μm（P/N：**26054-5920**）

进样口： SSL 270℃，分流比：100:1

流速： 恒流模式 0.63ml/min

升温程序：80℃（保持 1min），以 20℃ /min 速率升高到 160℃（保持 1.5min），再以 3℃ /min 的速率升高到 250℃（保持 3min）。

检测器： FID 280℃

空气： 300ml/min

氢气： 30ml/min

氮气： 40ml/min

进样量： 1μL

载气： N_2

仪器： AI1310 Autosampler +TRACE 1300

4. 实验谱图

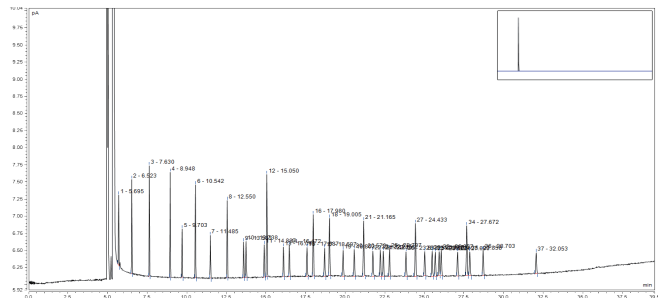


图 1. 标准品图谱

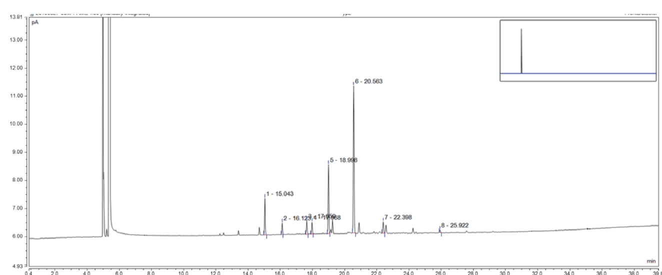


图 2. 食用油样品图谱

5. 实验数据

1. 分离度结果：37 种脂肪酸甲酯峰分离度均大于标准要求 1.25。

峰序号	峰名称	保留时间 min	样品量 n.a.	相对峰面积 %	峰面积 pA*min	峰高 pA	类型	峰宽 (50%) min	不对称度 EP	分离度 EP	塔板数 EP
1		5.695	n.a.	3.09	0.0334	1.02	BMB	0.031	1.01	16.90	182176
2		6.523	n.a.	3.59	0.0389	1.37	BMB	0.026	1.02	25.62	337648
3		7.630	n.a.	3.93	0.0426	1.61	BMB	0.025	1.02	30.76	534892
4		8.948	n.a.	3.95	0.0429	1.53	BMB	0.026	1.01	16.52	654904
5		9.703	n.a.	1.94	0.0210	0.71	BMB	0.028	1.00	17.07	670337
6		10.542	n.a.	4.03	0.0437	1.36	BMB	0.030	1.02	17.78	681889
7		11.485	n.a.	2.02	0.0219	0.62	BMB	0.033	1.02	18.24	688961
8		12.550	n.a.	4.01	0.0435	1.12	BMB	0.036	0.97	16.36	661317
9		13.583	n.a.	1.97	0.0213	0.52	BMB	0.038	1.01	2.37	701016
10		13.738	n.a.	2.05	0.0222	0.53	BMB	0.039	1.01	16.84	687037
11		14.887	n.a.	1.97	0.0213	0.47	BMB	0.041	0.95	2.30	714061
12		15.050	n.a.	6.20	0.0671	1.49	BMB	0.042	1.02	14.21	699697
13		16.098	n.a.	1.86	0.0202	0.43	BMB	0.045	1.03	4.89	718463
14		16.472	n.a.	2.04	0.0221	0.46	BMB	0.045	1.03	14.09	731313
15		17.587	n.a.	2.04	0.0221	0.42	BMB	0.048	1.02	4.88	741537
16		17.980	n.a.	4.16	0.0451	0.90	BMB	0.047	1.00	8.78	810858
17		18.697	n.a.	2.03	0.0220	0.41	BMB	0.049	1.01	3.68	794518
18		19.005	n.a.	4.07	0.0441	0.84	BMB	0.049	1.04	10.04	816935
19		19.863	n.a.	1.98	0.0214	0.38	BMB	0.051	1.07	8.12	829039
20		20.570	n.a.	2.01	0.0218	0.39	BMB	0.051	0.96	6.69	889731
21		21.165	n.a.	4.28	0.0464	0.81	BMB	0.054	1.00	6.29	865508
22		21.742	n.a.	2.04	0.0222	0.37	BMB	0.055	1.06	5.11	877424
23		22.215	n.a.	2.04	0.0221	0.38	BMB	0.055	1.05	2.06	918051
24		22.405	n.a.	2.00	0.0217	0.37	BMB	0.054	0.96	4.30	949857
25		22.797	n.a.	2.11	0.0228	0.40	BMB	0.053	0.96	11.18	1014476
26		23.833	n.a.	2.01	0.0218	0.36	BMB	0.056	1.09	6.37	997572
27		24.433	n.a.	4.27	0.0463	0.77	BMB	0.055	0.98	6.18	1091597
28		25.017	n.a.	1.97	0.0214	0.36	BMB	0.056	1.02	4.95	1091994
29		25.487	n.a.	2.09	0.0227	0.37	BMB	0.056	0.98	2.03	1161823
30		25.683	n.a.	2.02	0.0219	0.35	BMB	0.059	1.06	2.55	1052996
31		25.925	n.a.	1.93	0.0209	0.35	BM	0.053	n.a.	1.40	1328208
32		26.057	n.a.	2.09	0.0227	0.37	MB	0.058	0.96	10.58	1103807
33		27.090	n.a.	2.01	0.0218	0.35	BMB	0.057	1.05	5.89	1255517
34		27.672	n.a.	4.25	0.0461	0.73	BM	0.060	1.01	1.84	1190887
35		27.858	n.a.	2.11	0.0229	0.35	MB	0.060	1.08	8.60	1205091
36		28.703	n.a.	2.03	0.0220	0.37	BMB	0.056	1.04	34.19	1447248
37		32.053	n.a.	1.80	0.0195	0.31	BMB	0.059	1.01	n.a.	1610337

营养素

2. 样品检出：

峰顺序	目标物	出峰时间 min
1	C16:0	15.043
2	C16:1[cis−9]	16.123
3	C17:1[cis−10]	17.650
4	C18:0	17.968
5	C18:1[cis−9]	18.998
6	C18:2[cis−9,12]	20.563
7	C18:3[cis−9,12,15]	22.398
8	C23:0	25.922

3. 出峰顺序：

峰顺序	目标物	出峰时间 min（He 做载气）	标准品浓度 ug/ml
1	C4:0	4.19	40.4
2	C6:0	5.12	40.4
3	C8:0	6.43	40.4
4	C10:0	7.69	40.8
5	C11:0	8.43	20.4
6	C12:0	9.22	40.4
7	C13:0	10.11	20.3
8	C14:0	11.12	40.4
9	C14:1[cis−9]	12.07	20.4
10	C15:0	12.24	20.3
11	C15:1[cis−10]	13.33	20.4
12	C16:0	13.51	61.2
13	C16:1[cis−9]	14.51	20.4
14	C17:0	14.90	21.0
15	C17:1[cis−10]	15.98	20.4
16	C18:0	16.39	40.8
17	C18:1[trans−9]	11.70	20.2
18	C18:1[cis−9]	17.40	40.4
19	C18:2[trans−9,12]	18.26	20.2
20	C18:2[cis−9,12]	18.96	20.2
21	C20:0	19.62	40.8
22	C18:3[cis−6,9,12]	20.14	20.3
23	C20:1[cis−11]	20.67	20.2
24	C18:3[cis−9,12,15]	20.81	20.4
25	C21:0	21.92	20.3
26	C20:2[cis−11,14]	22.31	20.4
27	C22:0	22.98	40.5
28	C20:3[cis−8,11,14]	23.50	20.4
29	C22:1[cis−13]	24.04	20.4
30	C20:3[cis−11,14,17]	24.19	20.4
31	C23:0	24.42	20.3
32	C20:4[cis−5,8,11,14]	24.67	20.2
33	C22:2[cis−13,16]	25.68	20.4
34	C24:0	26.34	40.4
35	Methyl cis−5,8,11,14,17−eicosapentaenoate	26.40	20.4
36	C24:1[cis−15]	27.38	20.4
37	Methyl cis−4,7,10,13,16−docosahexenoate	30.77	20.3

注: 此结果为质谱定性，使用He气，恒压条件下测得，仅供参考。

6. 结论

在国标中，100m 色谱柱对化合物的分离效果良好，但分析时间较长，通常在 60−80min 之间，选择 50m 的 TG−FAME 色谱柱，37 种脂肪酸甲酯峰分离度均大于 1.25。在保证分离的同时，缩短分析时间在 39.5min 以内，实现了分析速度的提升。TG−FAME 为脂肪酸甲酯分析专用柱，可以有效提高分析速度的同时保证分离效果，是快速分析 37 种脂肪酸甲酯的最佳选择。

应用编号：CCS-SP-034

食品中乳糖、果糖、麦芽糖、葡萄糖和蔗糖的检测

——参考标准：GB 5009.8-2016 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定

1. 实验背景

食品及饮料中的糖主要包括果糖、葡萄糖、蔗糖和麦芽糖等。测定食品中的糖及其含量的方法很多，其中采用最多的是高效液相色谱法（HPLC）结合示差检测器。其中氨基柱由于对糖有较高的分离效率，因此在较多方法中均推荐使用氨基柱。在国标 5009.8-2016 中对乳糖、果糖、麦芽糖、葡萄糖和蔗糖五种糖的分离提出了要求，采用的分析方法为示差检测器和氨基柱。

氨基柱对于葡萄糖、蔗糖和果糖有不错的保留和分离能力，但是对于乳糖和麦芽糖会经常遇到不能基线分离的问题。

在本实验中，采用 Thermo Scientific™ 氨基柱 APS-2，按照国标 5009.8-2016 的方法对五种糖进行分析，取得了不错的分离结果。

2. 样品前处理

精密称定果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖和乳糖各 1 g，加水定容于 50 mL 作为储备液，分别吸取储备液 1 mL 于 10 mL 容量瓶中，加水定容，相当于 2.0 mg/mL 浓度标准溶液。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：　APS-2 4.6×250 mm, 5 μm

（货号：**30705-254630**）

流动相：　乙腈 : 水 =75：25

流速：　1 mL/min

检测器：　示差

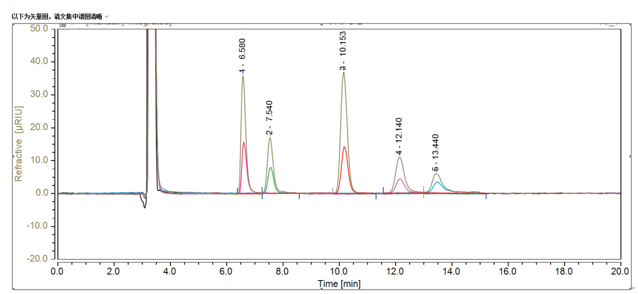
检测器温度：　40℃

柱温：　40℃

进样量：　10 μL

仪器：　Ultimate 3000

4. 实验谱图



No. RI_1	Peak Name RI_1	Retention Time min RI_1	Area RI_1	Height RI_1	Asymmetry (EP) RI_1	Resolution (EP) RI_1	Plates (EP) RI_1
1	果糖	6.580	7.269	36.078	1.47	2.81	7222
2	葡萄糖	7.540	4.356	17.056	1.30	6.49	6451
3	蔗糖	10.153	10.184	36.963	1.18	4.05	8815
4	麦芽糖	12.140	4.115	10.972	1.43	2.21	7730
5	乳糖	13.440	2.918	5.987	1.80	n.a.	7289

果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖和乳糖标准物质 2mg/mL 的示差折光检测色谱图

5. 结论

使用示差检测器和 Thermo Scientific™ APS-2 氨基柱，按照国标 5009.8-2016 方法，能够同时对果糖、乳糖、葡萄糖、蔗糖和麦芽糖五种糖实现基线分离。

应用编号：CCS-SP-166

食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定

——参考标准：GB 5009.279-2016 食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定

1. 实验背景

糖醇是醛糖或酮糖的羰基被还原成羟基的衍生物，部分多元醇广泛存在于植物以及微生物体内，存在的形式有游离和化合状态。虽然糖醇不是糖，但其具有某些糖的属性，具有甜度低、热值低以及可改善食品质构与口感的特点，可以作为甜味剂在食品中适当使用。山梨醇、木糖醇、麦芽糖醇分别是葡萄糖、木糖、麦芽糖的还原产物，3 种糖醇对酸、热均有较高稳定性，不容易发生美拉德反应，成为了低热值食品甜味剂的理想选择，已广泛应用于食品工业中。而赤藓糖醇口味与蔗糖相似，并且具有热值低、结晶好、口感佳、吸湿性低、无致龋齿性、对糖尿病人安全、对热和酸十分稳定，不发酵及不会引起肠胃不适，常规性食品加工中不会出现褐变和分解现象等优点，在口香糖、饮料和酒等食品中可作为甜味剂适量使用。所以，新国标 GB 5009.279-2016 相比于旧国标 GB/T 22222-2008 增加了食品中赤藓糖醇的检测。本方法参考《GB 5009.279-2016 食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定》，选择 Thermo Scientific™ Hypersil GOLD Amino 色谱柱，采用 HPLC-RID 法对食品中上述几种糖醇同时进行检测，几种物质都得到了很好的分离和保留。

2. 样品前处理

参照国标 GB 5009.279-2016。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	Hypersil GOLD Amino 4.6×250 mm, 5 μm (货号：**25705-254630**)
流动相：	A：乙腈 /B：水 =80/20
流速：	1 mL/min
检测器：	RID
柱温：	30℃
进样量：	20 μL
仪器：	Ultimate 3000

4. 实验谱图

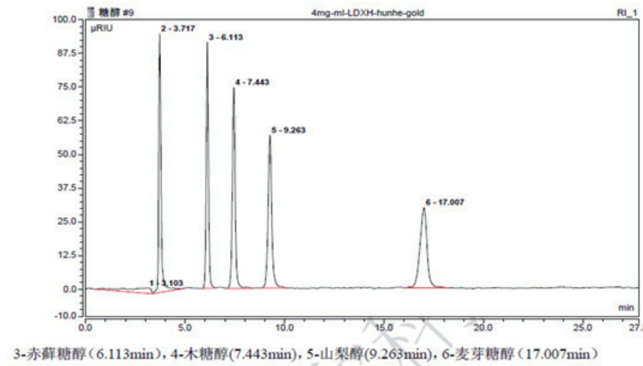


图 1. 四种糖醇标准溶液色谱图

5. 结论

本文使用 Hypersil GOLD Amino 色谱柱对木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇和赤藓糖醇四种糖醇进行分析，峰型良好，相比国标中色谱柱，有更短的分析时间。

应用编号：CCS-SP-027

营养素

保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定

——参考标准：保健食品检验及评价技术规范

1. 实验背景

低聚糖又称为寡糖 (Oligosaccharides)，是由 2 ~ 10 个单糖通过糖苷键连接形成直链或支链的低度聚合糖，广泛存在于各种天然食品中。低聚糖可分类为普通低聚糖和功能性低聚糖（Functional Oligosaccharides) 两大类，普通低聚糖包括蔗糖、麦芽糖、乳酸糖、海藻糖和麦芽三糖等，它们可被机体消化吸收；功能性低聚糖包括低聚异麦芽糖、大豆低聚糖、低聚果糖、低聚半乳糖、壳低聚糖、低聚木糖等，因在人体肠道内不具备分解消化的酶系统，这些功能性低聚糖不能被人体胃酸和胃酶所降解，不能消化吸收，而是在人体发挥独特的生理功能，它们是肠道有益菌的增殖因子。功能性低聚糖首先由日本传入我国，随着人们对低聚糖的功能性认识的提高，应用范围也越来越广泛，已经大量用于保健食品的生产和制作中。因此，对低聚糖进行分析检测对保健食品的质量控制具有重要作用。目前，低聚糖的检测主要利用高效液相色谱法，使用氨基或者聚合物基质等色谱柱对低聚糖进行分离，使用示差折光检测器检测信号。

本文参考《保健食品检验及评价技术规范》中保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖的测定的方法，将十种低聚糖分成三组，麦芽糖、异麦芽糖、潘糖、麦芽三糖、异麦芽三糖为一组，蔗果三糖（GF2）、蔗果四糖（GF3）、蔗果五糖（GF4）为一组，棉籽糖和水苏糖为一组。使用赛默飞 Hypersil GOLD NH_2 色谱柱进行分离，十种低聚糖分离度和峰型良好，完全满足技术规范的要求。

2. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：Hypersil GOLD NH_2，4.6 × 250 mm，5 μm（P/N：**25705-254630**）

流动相：乙腈：水 = 76:24

流速：1 mL/min

检测器：示差折光检测器 ERC 520 RI 40℃

进样量：20 μL

柱温：40℃

仪器：Ultimate 3000 HPLC 系统

3. 实验谱图

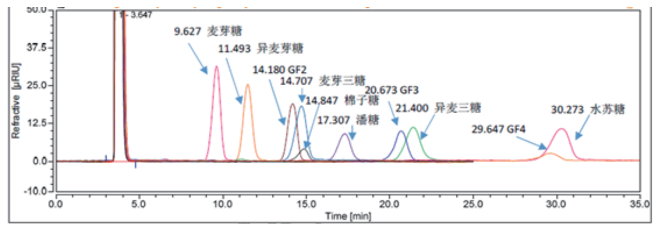


图 1. 十种低聚糖混合色谱图（分成三组后可实现完全分离）

4. 结论

本文采用赛默飞 Hypersil GOLD NH_2 色谱柱，对保健食品中异麦芽低聚糖、低聚果糖、大豆低聚糖进行分析，参照《保健食品检验及评价技术规范》将十种低聚糖分成三组，各组低聚糖在 NH_2 色谱柱上均实现有效分离且峰型良好。

化合物	RT/min	化合物	RT/min	化合物	RT/min	化合物	RT/min	化合物	RT/min	化合物	RT/min
麦芽糖	9.627	异麦芽糖	11.493	GF2（蔗果三糖）	14.18	潘糖	17.307	GF3（蔗果四糖）	20.673	GF4（蔗果五糖）	29.647
				麦芽三糖	14.707			异麦三糖	21.4	水苏糖	30.273
				棉籽糖	14.847						

表 1. 十种低聚糖保留时间

食品中有机酸的检测

——参考标准：GB 5009.157-2016 食品安全国家标准食品有机酸的测定

1. 实验背景

有机酸是广泛存在于食品中的低分子羧酸，包括有乙酸，乳酸，琥珀酸，苹果酸和柠檬酸等。这些有机酸是食品中酸味的主要来源，其种类和含量对食品的味道有很大的影响。酿造食品发酵过程中有机酸含量的变化是评价发酵工艺的指标之一。因此，对有机酸进行分析在食品生产过程中具有重要的意义。

新版国标 GB5009.157-2016 对 7 种有机酸的分析提出了要求，其中己二酸因其极性较其他 6 种有机酸弱，因此国标中分两次进样来对这 7 种有机酸进行分析：己二酸一针，其他 6 种有机酸一针分析。每针样品各需要 10 分钟左右。

本文使用 Thermo Scientific™ 有机酸分析专用柱 Acclaim OA 对这 7 种有机酸实现同时分离，提高工作效率，同时有较好的分离度和重现性。

2. 样品前处理

酒石酸，苹果酸，乳酸，柠檬酸，丁二酸和富马酸混标标准储备溶液：分别称取酒石酸 1.25 g，苹果酸 2.5 g，乳酸 2.5 g，柠檬酸 2.5 g，丁二酸 6.25 g（精确至 0.01 g）和富马酸 2.5 mg（精确至 0.01 mg）于 50 mL 烧杯中，加水溶解，用水转移到 50 mL 容量瓶中，定溶混匀，其中酒石酸质量浓度为 2.5 mg/ mL，苹果酸 5mg/mL，乳酸 5 mg/mL，柠檬酸 5 mg/mL，丁二酸 12.5 mg/mL，富马酸 12.5 μg/mL。再分别吸取混合标准储备液 0.5 mL 于 25 mL 容量瓶中，用流动相定容至刻度，混匀，于 4℃储存。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：Acclaim OA 4.0×250 mm, 5 μm（货号：**062902**）

流动相：A:0.1% 磷酸 -B: 甲醇

时间（min）	流速（mL/min）	%A	%B
0	0.8	97.5	2.5
3	0.8	97.5	2.5
3.1	0.8	70	30
10	0.8	70	30
10.1	0.8	97.5	2.5
14	0.8	97.5	2.5

流速：0.8 mL/min

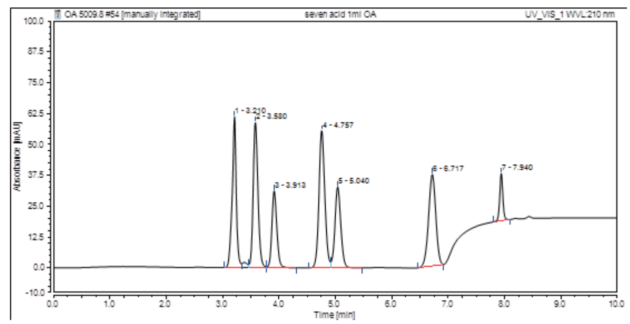
检测器：UV，210 nm

柱温：40℃

进样量：20 μL

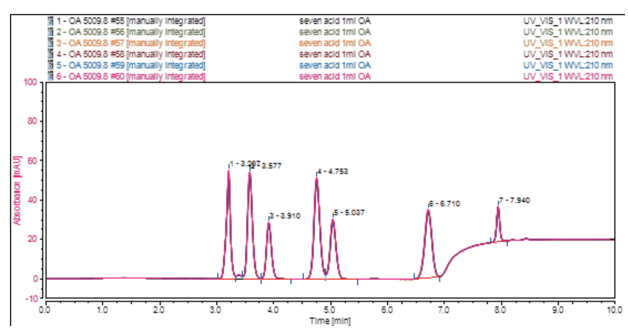
仪器：Ultimate 3000

4. 实验谱图



5. 实验数据

方法稳定性实验：7 种有机酸的 6 针重复进样的保留时间和峰面积 RSD 值均小于 2%。



化合物	保留时间	保留时间 RSD 值	峰面积 RSD 值
酒石酸	3.227 min	0	1.77%
苹果酸	3.577 min	0.04%	1.71%
乳酸	3.910 min	0.04%	1.68%
柠檬酸	4.753 min	0.04%	1.74%
丁二酸	5.037 min	0.04%	1.78%
富马酸	6.671 min	0.04%	1.89%
己二酸	7.940 min	0.00%	1.75%

6. 结论

Acclaim OA 柱可以实现 10 分钟内完全分离这 7 种有机酸，且方法稳定，重现性良好。

应用编号：CCS-SP-202

食品中 α 和 β 胡萝卜素的检测

——参考标准：GB 5009.83-2016 食品安全国家标准 食品中胡萝卜素的测定

1. 实验背景

类胡萝卜素 (carotenoids) 是一类重要的天然色素的总称，普遍存在于动物、高等植物、真菌、藻类的黄色、橙红色或红色的色素之中。它是含 40 个碳的类异戊烯聚合物，即四萜化合物。典型的类胡萝卜素是由 8 个异戊二烯单位首尾相连形成。类胡萝卜素的颜色因共轭双键的数目不同而变化。共轭双键的数目越多，颜色越移向红色。迄今，被发现的天然类胡萝卜素已达 700 多种，根据化学结构的不同可以将其分为两类，一类是胡萝卜素 (只含碳氢两种元素，不含氧元素，如 B2 胡萝卜素和番茄红素)，另一类是叶黄素 (有羟基、酮基、羧基、甲氧基等含氧官能团，如叶黄素和虾青素)。

α 和 β 胡萝卜素因其结构性质相似，分离是液相检测的一个难点。常规键合相如 C18 很难将这两种异构体实现基线分离。

本文采用赛默飞 Acclaim C30 色谱柱按照 GB5009.83-2016 方法对 α 和 β 胡萝卜素进行分离，分离度可达到 2.4.

2. 样品前处理

α－胡萝卜素：25 μg/mL，甲醇－甲基叔丁基醚溶解，再用初始流动相 1:1 稀释；

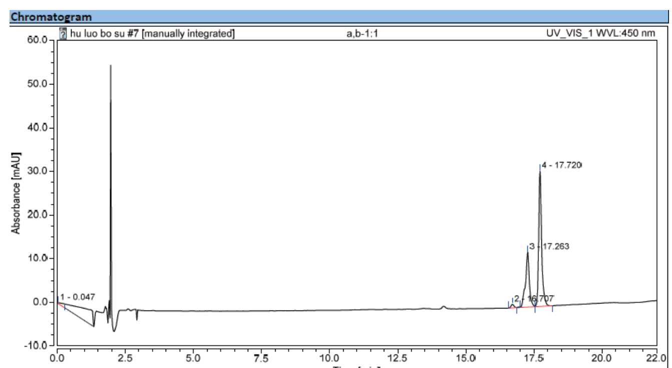
β－胡萝卜素：80ug/ml，正己烷溶解，再用初始流动相 1:1 稀释；

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：　Acclaim C30 4.6×150 mm,3 μm
　　　　　(货号：**075723**)
流动相：　A：甲醇：乙腈：水 =73.5:24.5:2
　　　　　B：甲基叔丁基醚
流动相比例：时间 /min 0 15 18 19 20 22
　　　　　A% 100 59 20 20 0 100
　　　　　B% 0 41 80 80 100 0
流速：　1 mL/min
检测器：　UV，450nm
柱温：　20℃
进样量：　20 μL
仪器：　Ultimate 3000

4. 实验谱图



Integration Results

No.	Peak Name	Retention Time min	Area mAU*min	Height mAU	Relative Area %	Resolution (EP)	Plates (EP)
1		0.047	0.121	0.201	1.96	n.a.	n.a.
2		16.707	0.102	0.822	1.66	2.78	115620
3		17.263	2.035	12.594	33.14	2.39	113784
4		17.720	3.883	31.046	63.23	n.a.	156606
Total:			6.140	44.663	100.00	5.17	

5. 结论

按照国标 GB5009.83-2016 分析胡萝卜素异构体，可以实现 α－胡萝卜素和 β－胡萝卜素 2.39 的分离度。且方法重现性良好。

营养素

应用编号：CCS-SP-168

母乳中氨基酸的检测

——参考标准：GB 5009.124-2016 食品中氨基酸的测定

1. 实验背景

母乳是婴儿成长过程中重要的食品，国内外的孕婴保健机构都建议初生婴儿采用母乳喂养。母乳中含有的营养成分，如蛋白质、脂肪、维生素、矿物质等，易于婴儿吸收。另外其所含有的抗感染因子，如 IgA、乳铁蛋白、溶菌酶及各种细胞成分，可增强婴儿的免疫能力。因此，母乳中营养成分研究也成为营养学的一大领域。目前，已有对母乳中的维生素进行研究并加以报道，但少有氨基酸的研究报道。本研究采用酸性条件下水解母乳中蛋白质，柱前在线衍生与液相色谱紫外联用分析母乳中氨基酸。

2. 样品前处理

脱脂：量取 1 mL 乳液样品置于离心管中，加入乙醚 1ml，反复振摇 3 分钟，静置 5 分钟，在 5000 转 / 分条件下离心 5 分钟，弃去上层乙醚液。取下层溶液进行水解。

水解：吸取 1 mL 脱脂后的母乳样品转移至真空水解管中，加入 0.6 mL 水解催化剂，在 0.05 MPa 压力下充氮保护 3 分钟，再减压脱气 3 分钟，密塞水解管并置于沸水浴上恒温加热 8 小时，冷却至室温，用 40% 氢氧化钠溶液调节 pH 值 2-3 范围内，用 0.1N 盐酸溶液稀释并定容至 10 mL，摇匀并用微孔（0.22 μm）滤膜过滤用于液相分析。

衍生程序

采用邻苯二甲醛和氯甲酸芴甲酯在碱性条件下分别与一级氨基酸和二级氨基酸发生反应，生成具有强烈紫外吸收的化合物。衍生过程在自动进样器中进行。

衍生试剂：

硼酸缓冲液：200 mM 四硼酸钠溶液（pH=10.2）

邻苯二甲醛溶液（OPA）：50 mg/mL（甲醇）

OPA/MPA 溶液：0.8 mL 硼酸缓冲液 -0.2 mL OPA 溶液 -20 μL 3- 巯基丙酸

氯甲酸芴甲酯（FMOC）溶液：2.5 mg/mL（乙腈）

稀释液：流动相 A

衍生过程：200 mM 硼酸缓冲液（5 μL）+ 样品（1 μL）+OPA/MPA 溶液（1 μL）+FMOC 溶液（1 μL）+ 稀释液（8 μL）

3. 实验条件

色谱条件

色谱柱：Hypersil GOLD C18 色谱柱，4.6×250 mm,5 μm, PN:**25005-254630**

流动相：A: 20 mM 乙酸钠（加 0.018% 三乙胺，调节 pH 值至 7.2，再加入 0.3% 四氢呋喃），B: 100 mM 乙酸钠（pH=7.2）- 乙腈 - 甲醇（20:40:40）

梯度洗脱程序

时间（min）	B%
0	5
5	10
20	30
23	100
26	100
27	5
32	5

进样量：1 μL

检测器：检测波长：380 nm, 262 nm, 3D 扫描：190-400 nm，采集频率：5Hz

流速：1000 μL/min

柱温：35 ℃

4. 结果

4.1 水解条件优化

在水解过程中，加热温度、水解持续时间和催化剂用量对水解有着重大影响。结合实际情况采用沸水浴加热进行水解，因此利用响应面法对水解时间和催化剂用量的影响进行了研究，结果见表 1 和图 1。

表 1 水解研究方案

编号	水解时间（min）	用量（ml）
1	240	0.3
2	720	0.3
3	720	0.9
4	240	0.9
5	600	0.6
6	360	0.6
7	480	0.75
8	480	0.45
9（重复 2 次）	480	0.6

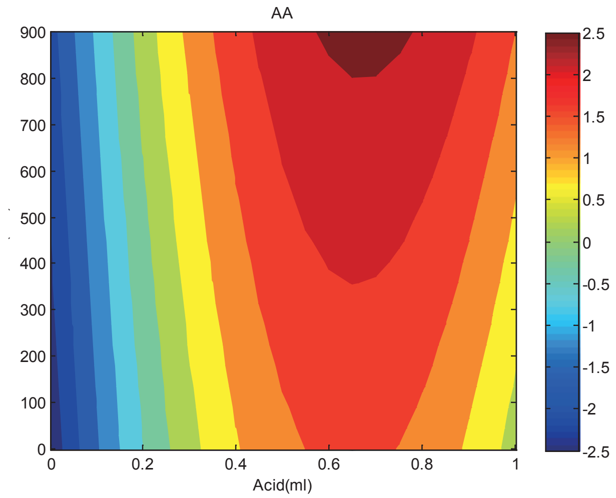


图 1 氨基酸水解优化结果

从图 1 中可以看出，水解时间延长对氨基酸增加效果不明显，水解催化剂用量对水解效率有显著影响，随着用量增大，氨基酸含量明显增加，且达到最大值，再增加用量时，氨基酸含量开始降低，可能原因是水解后的氨基酸在强酸性环境与高温加热条件下中发生降解从而引起含量降低。综合实际操作考虑，故用 0.6ml 水解催化剂在沸水浴中水解 8 小时可获得最佳水解氨基酸含量。

4.2 方法专属性

取 0.1N 盐酸做为空白试剂考察方法专属性，结果见图 2 和 3

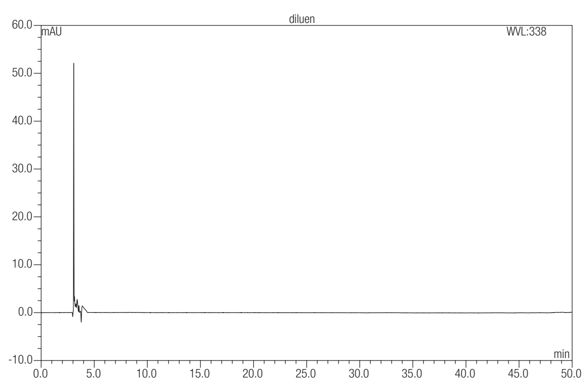


图 2 溶剂空白图谱

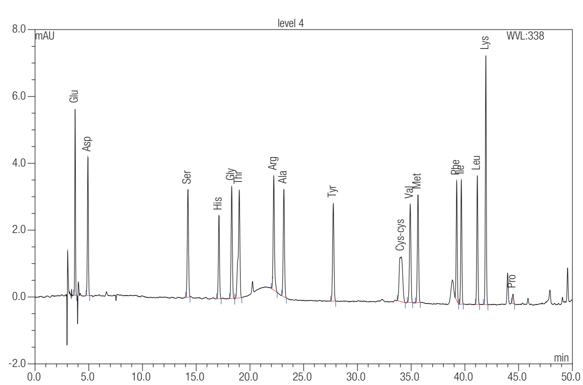


图 3 标准品图谱

4.3 线性范围

取氨基酸混标溶液用 1% 盐酸(约 0.1N)稀释成浓度为 0.025、0.05、0.125、0.25、0.50 μmol/mL 的溶液，按照前述条件测定其响应值，并与浓度做线性回归，结果见表 4。

表 4 线性范围测试结果

编号	峰名称	校准类型	相关系数(%)	截距	斜率
1	Glu	线性，有截距	99.9999	0.0006	4.1463
2	Asp	线性，有截距	99.9999	0.0037	4.0950
3	Ser	线性，有截距	99.9999	-0.0006	4.3052
4	His	线性，有截距	99.9996	0.0003	2.2569
5	Gly	线性，有截距	99.9727	-0.0722	2.8790
6	Thr	线性，有截距	99.9994	0.0025	3.9876
7	Arg	线性，有截距	99.9998	-0.0028	4.0510
8	Ala	线性，有截距	99.9995	0.0095	4.1531
9	Tyr	线性，有截距	99.9994	0.0012	4.0507
10	Cys-cys	线性，有截距	99.9140	0.0765	1.3698
11	Val	线性，有截距	99.9988	0.0034	4.2460
12	Met	线性，有截距	99.9994	0.0053	4.1808
13	Phe	线性，有截距	99.9985	0.0085	4.0883
14	Ile	线性，有截距	99.9992	0.0022	4.3807
15	Leu	线性，有截距	99.9991	0.0003	4.2382
16	Lys	线性，有截距	99.9806	-0.0747	4.8683
17	Pro	线性，有截距	99.9866	-0.0447	1.1915

4.4 方法精确度

按前述方法平行测定母乳样品与加标样品，计算其含量与加标回收率。结果表 5

表 5 加标回收率 (样品编号：12-8，n=2)

峰名称	校准类型	相关系数(%)	截距	斜率
Glu	1.68	0.125	1.812	105.6
Asp	2.10	0.125	2.228	102.4
Ser	0.93	0.125	1.057	101.6
His	ND	0.125	0.13	104
Gly	0.47	0.125	0.598	102.4
Thr	0.78	0.125	0.912	105.6
Arg	0.55	0.125	0.685	108
Ala	0.99	0.125	1.112	97.6
Tyr	0.45	0.125	0.582	105.6
Cys	ND	0.0625	0.064	102.4
Val	0.72	0.125	0.848	102.4
Met	0.48	0.125	0.611	104.8
Phe	0.44	0.125	0.556	92.8
Ile	0.39	0.125	0.511	96.8
Leu	1.17	0.125	1.292	97.6
Lys	0.21	0.125	0.338	102.4
Pro	ND	0.125	0.121	96.8

5. 结论

通过上述方法学考察结果分析，本方法具有线性范围宽、专属性强、结果准确，可用于母乳中测定氨基酸含量。

应用编号：CCS-SP-036

高效液相色谱法非衍生化测定 19 种氨基酸

1. 实验背景

氨基酸分析是食品分析的重要组分部分，其研究对象可分为生理液体和食品两大部分，检测方法一般可分为氨基酸分析仪法、离子色谱法、高效液相色谱法等。氨基酸分析仪法操作简单，但是仪器价格很高。离子色谱法所用专用色谱柱价格昂贵，且分析实际样品与标准品会有较大背景区别，结果可靠性低。在使用高效液相色谱法进行氨基酸分析时，多采用衍生化处理，操作步骤繁琐，劳动强度大，需要选择不同种类的衍生化试剂且衍生产物不够稳定。本文采用高效液相色谱非衍生化法，使用赛默飞 Hypercarb 石墨化碳色谱柱结合 CAD 检测器，可以对 19 种氨基酸进行分离和检测，无需衍生化步骤，过程简单，且方法的保留时间重复性和峰面积重复性良好。

8. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Hypercarb，4.6×150 mm，5 μm（P/N：**35005-154630**）

流动相： A：乙腈；B：0.3% 九氟戊酸水溶液

流速： 1 mL/min

梯度方法

时间	%A	%B
0	0	100
5	0	100
25	15	85
30	26	74
35	50	50
45	95	5
46	0	100
60	0	100

检测器： CAD 检测器（50℃，10Hz，5s）

进样量： 10 μL

柱温： 30℃

仪器： Ultimate 3000 HPLC 系统

9. 实验谱图

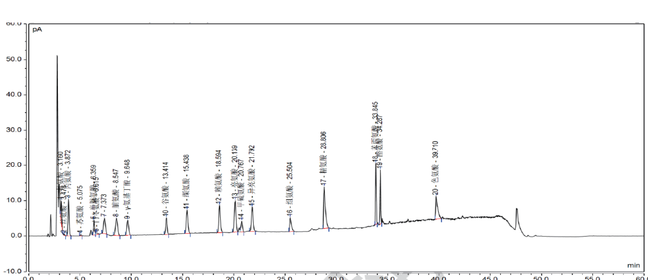


图 1.19 种氨基酸混合色谱图

Peak No.	Peak Name	Ret.Time,min	% Rel.Area	Area, pA*min	Height, pA	Asym. EP	Resol. EP	S/N
1	甘氨酸	3.16	3.14	0.6198	5.75	1.2	2.01	37
2	丝氨酸	3.478	0.14	0.0285	0.36	1.09	2.29	2.3
3	丙氨酸	3.872	6.77	1.3353	10.36	1.12	6.15	209.5
4	苏氨酸	5.075	0.24	0.048	0.4	1.19	7.46	0.5
5	半胱氨酸	6.359	2.31	0.4551	4.15	n.a.	n.a.	5
6	门冬氨酸	6.615	0.53	0.1045	0.47	n.a.	n.a.	n.a.
7		7.373	4.76	0.9388	4.47	1.11	3.13	31.6
8	脯氨酸	8.547	6.16	1.2162	4.97	1.09	3.03	35.1
9	γ-氨基丁酸	9.648	4.44	0.8753	4.3	1.07	12.87	71.4
10	谷氨酸	13.414	3.95	0.7796	4.77	1.05	7.27	58.9
11	缬氨酸	15.438	6.32	1.2473	6.68	1.07	11.03	72.5
12	赖氨酸	18.594	7.08	1.3964	7.78	1.28	5.18	76.5
13	亮氨酸	20.139	8.83	1.7418	8.89	0.94	2.16	66.7
14	甲硫氨酸	20.767	2.58	0.5092	3.09	n.a.	3.71	23.2
15	异亮氨酸	21.792	6.4	1.2635	6.88	1.03	12.93	42.5
16	组氨酸	25.504	3.74	0.7373	4	1.88	11.37	9.7
17	精氨酸	28.806	11.92	2.3518	11.81	2.22	23.61	28.6
18	苯丙氨酸	33.845	7.07	1.3955	17.28	1.38	3.5	65.3
19	酪氨酸	34.287	6.18	1.2202	15.36	1.28	23.45	19.1
20	色氨酸	39.71	7.43	1.4658	6.51	4.21	n.a.	12.9

注：7 号峰疑似某氨基酸峰

图 2.19 种氨基酸保留时间

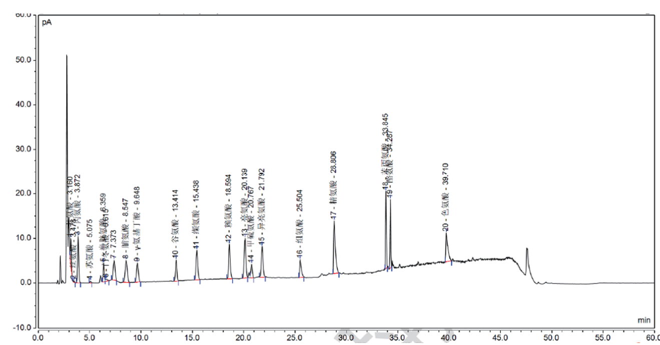


图 3. 氨基酸混合色谱图

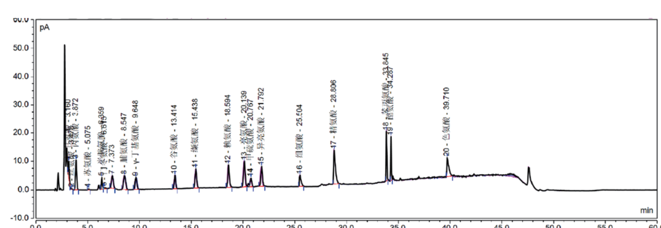


图 4. 氨基酸重复三次色谱图

10. 结论

本文采用赛默飞 Hypercarb 石墨化碳色谱柱结合 CAD 检测器，对 19 种氨基酸进行分离和检测，Hypercarb 色谱柱特有的分离原理可以使其能够在复杂基质下不受干扰，对样品中不同氨基酸进行有效分离和准确定量，19 种氨基酸除半胱氨酸和门冬氨酸外，均基线分离，方法的保留时间重复性和峰面积重复性良好。

应用编号：CCS-SW-144

奶粉和母乳中十种核苷和核苷酸的检测

——参考标准：GB5413.40-2016 婴幼儿食品和乳品中核苷酸的测定

1. 实验背景

核苷酸(Nucleotide)是核苷(Nucleoside)和磷酸(Phosphate groups）结合的化学物质。多个核苷酸连接成锁状的物质由其含有核苷酸的数量分为寡核苷酸（15 个或少于 15 个核苷酸）和多核苷酸（15 个核苷酸以上），后者也是构成 DNA（去氧核糖核酸）和 RNA（核糖核酸）的单位，因其具有相当的重要性，对于核苷酸和核苷的研究已经成为目前生物医药，食品添加剂，母婴用品等方面的研究重点。

在一些临床研究发现，添加核苷酸的婴儿配方奶粉，可以减少腹泻的发生及促进较小胎儿的生长发育。而牛奶中一般不含有核苷酸，且目前的婴幼儿配方奶粉国家标准中未规定这项指标，但是根据核苷酸对婴幼儿的特殊功效，大部分的乳品企业都将其作为重要指标，因此建立简单方便的检测乳制品中核苷酸的方法就显得迫在眉睫。

本方法结合已有的 HPLC 方法，通过方法优化，使得能够同时十分灵敏（0.02–1.0 ng/mL）时测定奶粉中十种核苷酸和核苷（包括 AMP、IMP、UMP、CMP、GMP、A、I、U、C、G）的方法，并且峰型良好，方法简单方便，与已发表文献相比具有相当的优越性易推广到应用到实际样品的测定中。

2. 样品前处理

2.1 标准溶液配制

分别精密称量尿嘧啶核苷（U）、鸟嘌呤核苷（G）、腺嘌呤核苷（A）、肌苷（I）、胞嘧啶核苷（C）、单磷酸腺苷（AMP）、单磷酸鸟嘌呤核苷（GMP）、单磷酸次黄嘌呤核苷（IMP）、单磷酸尿嘧啶核苷（UMP）、单磷酸胞嘧啶核苷（CMP）固体粉末标准品 5.0 mg 分别溶解于 1 mL 去离子水中，混匀，分别得到 5.0 mg/mL 的十种标准溶液；结构如 Fig 1.

取十种标准溶液不同体积，用去离子水稀释混匀得到一系列浓度的标准溶液（0.02、0.05、0.2、0.5、1、2、5、10、20、 100、200、500 ng/mL）。

2.2 样品前处理；

奶粉样品：准确称取 5.0 g 左右的样品，用 25 mL 温水溶解后放入超声波水浴中超声震荡 10 min 取出，量取 20 mL 转入 50 mL 容量瓶中，加入 1 mL 25% 的乙酸沉淀蛋白，再用超纯水定容到 50 mL 后混匀，离心取上清液，稀释 10 倍，过 0.22 μm 滤膜，直接进样分析；

母乳：准确量取 2 mL 液体样品，用 3 mL 温水稀释混匀后放入超声波水浴中超声震荡 10 min 取出，加入 0.4 mL 25% 的乙酸沉淀蛋白，再加入 4.6 mL 的去离子水到 10 mL 混匀，离心取上清液，稀释 10 倍，过 0.22 μm 滤膜，直接进样分析；

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：　Acclaim C30 2.1 × 150 mm,3 μm
（货号：**075725**）

流动相：　A：5mM 甲酸铵，B：0.1% 甲酸甲醇

梯度条件：

流速：　0.4mL/min

检测器：　质谱

进样量：　20 μL

仪器：　Ultimate 3000

Time/min	Flew Rate (mL/min)	A	B
-2.0	0.4	99	1
0	0.4	99	1
2.5	0.4	99	1
5.9	0.4	90	10
9.0	0.4	62	38
11.9	0.4	62	38
12.0	0.4	99	1

质谱条件：

电喷雾电离源（ESI），正离子模式

选择反应监控（SRM）扫描模式

喷雾电压：5000V

离子传输管温度：270℃

Analytes	Identity	Precursor ion (M/z)	Product ion (m/z)	Cllision energy (eV)	S-Lens	Retention time (min)
CMP	[M+H]+	324.184	112.082*	15	72	2.40
			149.015	17		
UMP	[M+H]+	325.062	97.059*	15	80	2.81
			284.284	17		
C	[M+H]+	244.089	95.075	39	63	4.97
			112.082*	13		
GMP	[M+H]+	364.070	135.057	41	91	6.25
			152.053*	19		
IMP	[M+H]+	349.070	136.042	21	80	6.63
			137.042*	21		
U	[M+H]+	245.078	112.010	15	63	7.21
			113.042*	14		
AMP	[M+H]+	348.078	119.095*	52	103	8.62
			136.083	20		
I	[M+H]+	269.092	119.071*	36	62	9.38
			137.058	14		
G	[M+H]+	284.093	135.039*	38	69	9.57
			152.058	15		
A	[M+H]+	268.099	119.065*	41	89	10.05
			136.087	18		

* 为定量离子对

离子源参数：

离子化方式：ESI, Postive

Voltage: 5000V; Capillary Temperature:270.0 度 , Vaporizer Temperature: 380 度 , Sheath Gas Pressure: 50.0 arb, Ion Sweep Gas Pressure: 0 arb, Auxiliary Gas Pressure: 10.0 arb, Collision Gas Pressure: 1.5 mTorr

质谱扫描参数：分辨率：Q1 及 Q3 均为 0.7 FWHM.

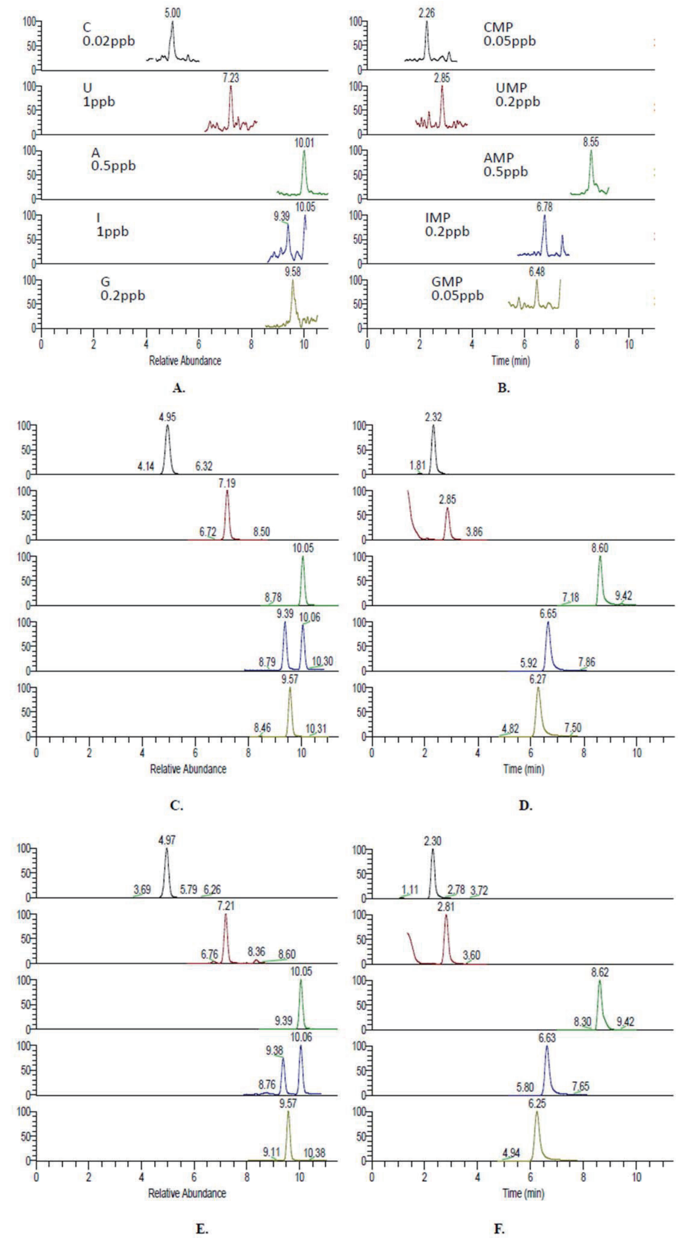
4. 实验数据

4.1 线性、最低定量限

将上述 2.1 中配置的系列混标工作溶液：0.02、0.05、0.2、0.5、 1、2、5、10、20、100、200、500 ng/mL 混标工作溶液，进样体积 20 μL 注入 LC-MS，结果显示线性及 LOQ 结果良好，如下图所示：

Analyte	Regression equation	R-squared	Calibration Curve	Linear range (ng/mL)	LOQ* (ng/mL)
CMP	Y=-197.609+1433.11*X	0.9939	Linear	0.05-500	0.05
UMP	Y=-16.7056+488.561*X	0.9945	Linear	0.2-500	0.2
C	Y=-150.681+2803.95*X	0.9956	Linear	0.02-500	0.02
GMP	Y=-114.235+1104.55*X	0.9899	Linear	0.05-500	0.05
IMP	Y=-406.521+693.837*X	0.9923	Linear	0.2-500	0.2
U	Y=-10.6928+145.133*X+0.0147362*X2	0.9979	Quadratic	1.0-500	10
AMP	Y=-3.35496+2639.87*X	0.9914	Linear	0.5-500	0.5
I	Y=-318.38+1876.87*X	0.9984	Linear	1.0-500	1.0
G	Y=-307.478+1428.61*X	0.9978	Linear	0.2-500	0.2
A	Y=-2950.58+2958.68*X-0.1978*X2	0.9949	Quadratic	0.5-500	0.5

* Limit of quantitation (S>N>10).



5. 结论

考虑到分析物的强极性保留，本方法所采用的 C30 色谱柱，保留性较普通 C18 色谱柱要强，并且能耐纯水相条件，在核苷酸对保留方面发挥了很好的效果，结合优化的流动相，使得核苷酸在色谱柱上的实现了很好的保留，并且较已发表的文献峰型明显良好。

应用编号：CCS-SP-038

乳制品中 α - 乳白蛋白含量的测定

——参考标准：TCSIQ 77001-2020 乳制品中 α - 乳白蛋白含量的测定 液相色谱法

1. 实验背景

α－乳白蛋白除了在维持正常生长发育，提高血清色氨酸水平，促进肠道健康等方面起到非常重要的作用外，还能促进体液免疫和细胞免疫的作用，所以在婴幼儿配方奶粉中准确定量其含量变得尤为重要。关于 Alpha 乳白蛋白的测定方法主要有凝胶电泳法，反相高效液相色谱质谱法和凝胶色谱法三种，凝胶电泳法用时较长，上样量大且不同批次的染色剂和脱色剂很难保证每次都有相同的染色结果，有重现性不好，定量检测差异大的问题。RP 的方法需要样品酶解后质谱定性后进行定量分析，比较麻烦。尺寸排阻色谱法由于样品制备简单，分离效果良好，分析速度快而成为乳品中 α－乳白蛋白分离的一个良好的选择。本文采用 TCSIQ 77001–2020 乳制品中 α－乳白蛋白含量的测定的标准使用尺寸排阻液相色谱法分析 α－乳白蛋白和 β－乳球蛋白的方法，可以准确定量普通奶粉和添加 α 乳白蛋白奶粉中的 α－乳白蛋白。方法简便可靠。

2. 标准品与样品制备

标准品制备：准确称取 5mg α－乳白蛋白标准品和 5mg β－乳球蛋白标准品，置于 10mL 容量瓶中，用流动相溶解，并定容到刻度，作为储备液，分别取 5mL，2.5 mL，0.5mL，0.25mL 的储备液用流动相稀释到 10 mL，配置成浓度分别为 0.5 mg/mL，0.25 mg/mL，0.125 mg/mL，0.025 mg/mL 和 0.0125 mg/mL 的标准品溶液，分别取 1.5 mL 配置好的标准工作液加入 10uL 的巯基乙醇还原标准品蛋白，置于室温 2h 后再分析样品，该标准品应在 48h 内完成测定。

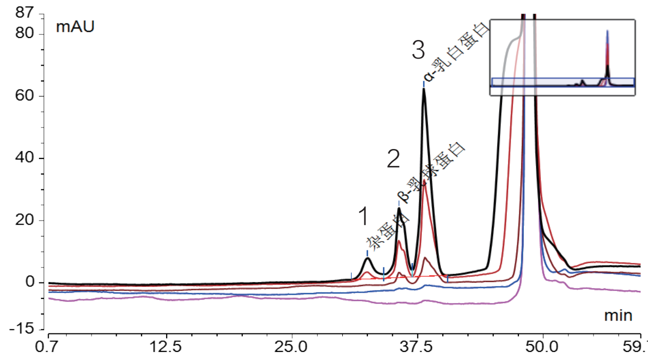
样品制备：分别称取 1000.3 mg 的普通奶粉和 1000.6 mg α－乳白蛋白添加的奶粉置于 10ml 的容量瓶中，加入 8mL 的流动相溶解样品，超声 20 分钟，请确保样品温度不高于 30 度，然后移到 10ml 容量瓶中，流动相定容至刻度，取 1.0 mL 溶解后的样品至 10mL 容量瓶中，加流动相定容至 10mL。取 1.5mL 的溶液，加入 10uL 的 2- 巯基乙醇，旋紧瓶盖，剧烈震荡 10s，置于室温下 2h 后再进行仪器分析，制备好的样品在 48h 内测定完成。

3. 分析条件

色谱柱：	MAbPac SEC-1X2(P/N: **088460**)
流动相：	5.66g 磷酸氢二钠 +0.35g 磷酸二氢钠 +0.29g 乙二胺四乙酸 +573g 盐酸胍用 50% 氢氧化钠调节 pH 到 7.5
流速：	0.5mL/min
检测器	UV280 nm
柱温：	室温
进样量：	50 uL
仪器：	VANQUISH

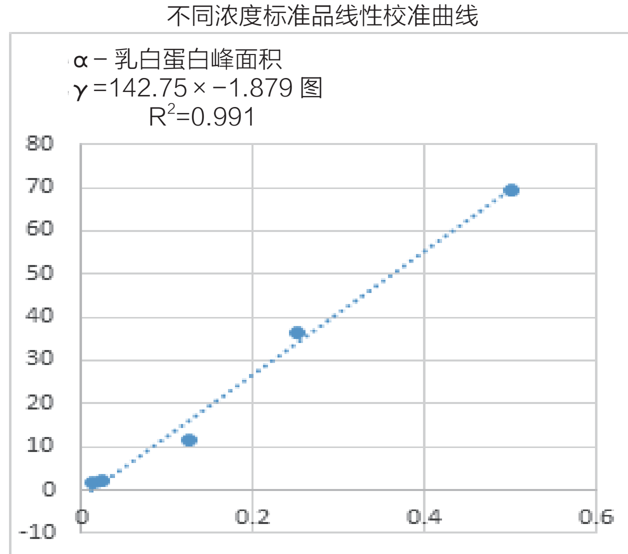
4. 实验谱图

不同浓度标准品重叠谱图

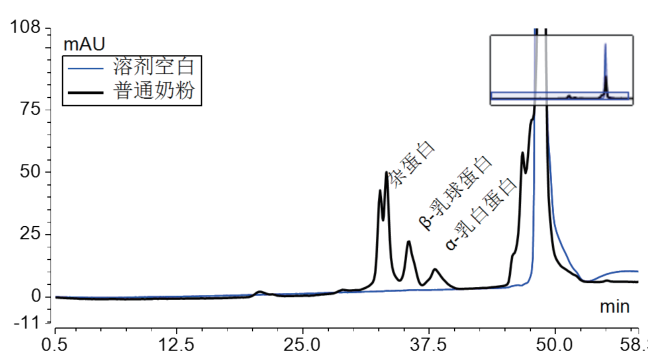


注：峰 1：杂蛋白
峰 2：β－乳球蛋白
峰 3：α－乳白蛋白

不同浓度标准品线性校准曲线

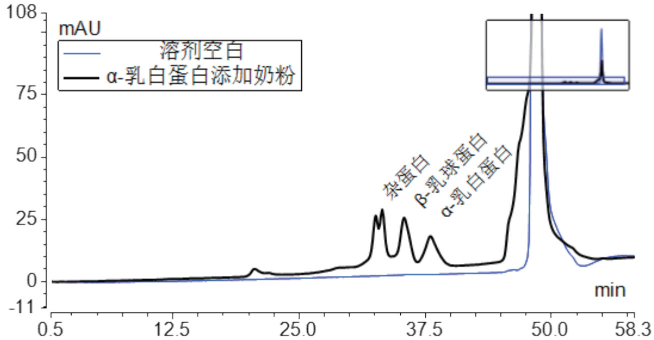


普通奶粉谱图

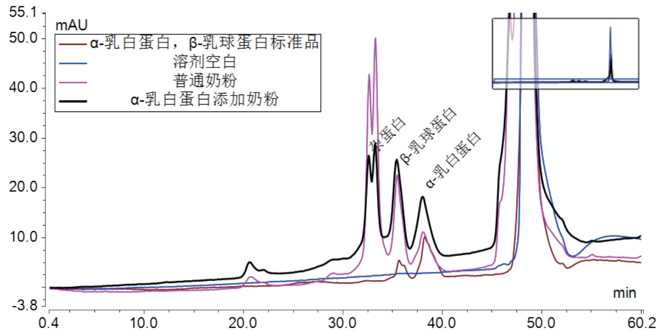


营养素

添加了 α－乳白蛋白奶粉谱图



两种奶粉与标准品以及溶剂空白重叠谱图



5. 结论

采用Thermo Scientifc™ mAbPac SEC−1 7.8mmX300mm色谱柱，可以快速的将奶粉中的 α－乳白蛋白与 β－乳球蛋白分开，在本次试验中，检测得到样品一普通奶粉中每百克普通奶粉中的 α－乳白蛋白为 1.12 克，样品二每百克 α－乳白蛋白添加的奶粉 中 α－乳白蛋白为 1.71 克。

应用编号：CCS-SP-177

食品中邻苯二甲酸酯类的检测

——参考标准：GB 5009.271-2016 食品中邻苯二甲酸酯的测定

1. 实验背景

邻苯二甲酸酯类化合物（Phthalate Acid Esters，缩写 PAEs，又称酞酸酯，俗称塑化剂，普遍用于塑料工业的主要增塑剂和软化剂，其作用是增大塑料的可塑性和韧性，提高塑料强度。PAEs 是一种环境激素，可以模拟体内的天然荷尔蒙，会干扰正常荷尔蒙的作用，影响身体内的最基本的生理调节机能，具有致癌、致畸、致突变性作用，对人体健康已构成危害。2011 年 6 月 1 日卫生部发布公告，邻苯二甲酸酯类物质被明确为违禁添加的非食用物质，禁止在食品中使用。PAEs 主要通过食品包装材料进入食品，而世面销售的饮料（果汁、碳酸饮料、奶制品等）多由塑料瓶包装，不同材料的塑料包材中含有不同量的塑化剂，随着存放时间的延长，包材中的塑化剂会释放至液体中而导致塑化剂污染。饮用含有塑化剂的饮料则对人体产生重大危害。

目前参考 GB 5009.271-2016 标准，前处理方法使用的 SPE 小柱作为净化工具，虽然净化效果较好，但是不能满足日益增加的实验样品数量。同时标准选择 GC-MS 仪器，对色谱柱的低流失有较高要求。

本文中选择了选用 GC-MS 方法分析食品中 16 种邻苯二甲酸酯类，使用 Quechers 前处理方法快速、有效的净化样品，大大提高了实验通量。选择低流失的 TG-5MS 色谱柱，对 16 种邻苯二甲酸酯实现了良好的分离及定量。

2. 样品前处理

1. 液体试样（易乳化或不易乳化样品均可使用此方法）准确称取混合均匀的液体试样 5.0 g（含有二氧化碳气体的先除去二氧化碳（于 25 mL 具塞磨口玻璃试管中，加 10 mL 乙腈，加入 6 g $MgSO_4$ 和 1.5 g 醋酸钠（Thermo Scientific™ QueChERS， PN:**60105-335-B**）， 涡旋 1 min，4000 r/min 离心 2 min，收集上清液，于 40℃氮吹至近干，用乙腈定容至 5mL。

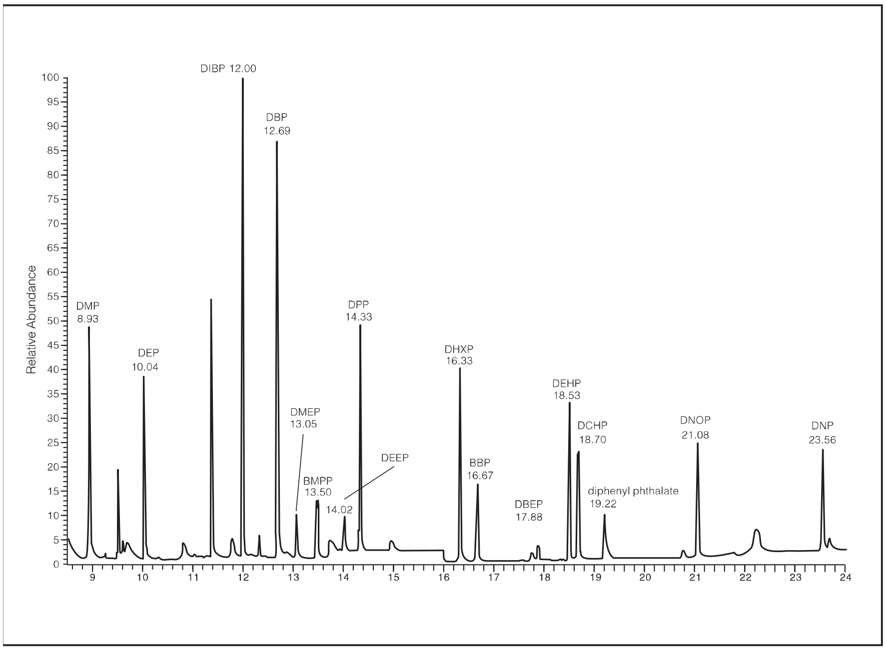
2. 固体或半固体试样（含油脂或不含油脂试样均可使用此方法）准确称取混合均匀固体或半固体试样 5.0 g 于 50 mL 具塞磨口玻璃试管中，加入 5 mL 水（含水试样无需加水），准确加入 15 mL 乙腈，加入 6 g $MgSO_4$ 和 1.5g 醋酸钠（QueChERS， PN:**60105-335-B**）， 涡旋 1 min，4000 r/min 离心 2 min，收集上清液，于 40℃氮吹至近干。用乙腈定容至 5 mL 加入 50 mg PSA 粉，50 mg C18 粉，150 mg MgSO4（QueChERS clean-up，PN:**60105-204**），涡旋 1 min，4000 r/min 离心。

3. 仪器条件

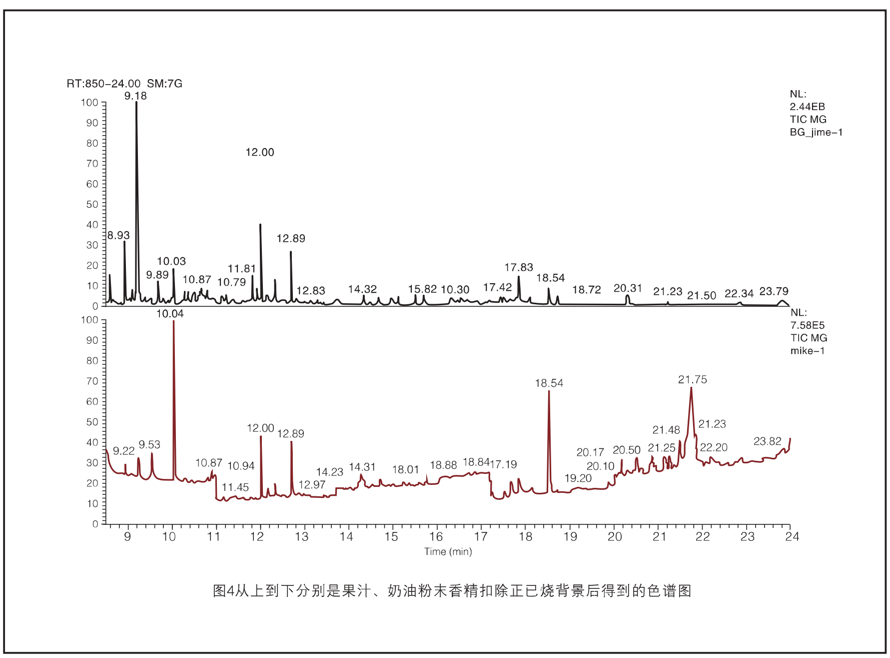
色谱条件：

色谱柱：	TG-5MS GC column 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm（P/N：**26098-1420**）
进样口：	SSL 250℃，不分流进样
流速：	恒流模式 1 mL/min
升温程序：	初始温度 60℃，保持 1 min，以 15℃ /min 速率升至 230℃，保持 1 min，再以 5℃ /min 速率升至 280℃，并保持 4 min。
检测器：	MS
进样量：	1 μL
载气：	He
仪器：	AI1310 Autosampler +TRACE 1300+ISQ

4. 实验谱图



图一 . 标准品图谱



图二 . 样品图谱

5. 结论

使用 Quechers 方法提取啤酒，饮料，蜂蜜，食用油，饼干等食品，操作简单，重复性好，提取回收率在 80-120%。标准品图谱邻苯二甲酸酯类浓度为 25 ppb，使用 TG-5MS 低流失色谱柱， Thermo Scientific™ Trace 1310 GC 和单四级杆质谱 ISQ，用于分析食品中的邻苯二甲酸酯类测定灵敏度高，结果准确。

应用编号：CCS-SP-038

白酒中塑化剂的检测

——参考标准：GB 5009.271-2016 食品中邻苯二甲酸酯的测定

1. 实验背景

2012 年某知名品牌塑化剂 DBP 含量最高超标 260%，白酒乃至食品中塑化剂问题引起社会各界的广泛关注。塑化剂是一种高分子材料助剂，种类繁多，使用最普遍的是邻苯二甲酸酯类化合物，如邻苯二甲酸二（2- 乙基己基）酯 DEHP、邻苯二甲酸丁基苄基酯 BBP、邻苯二甲酸二壬酯 DNP、邻苯二甲酸二正丁酯 DBP 等，研究表明此类化合物对肝脏、肾脏和生殖系统会造成负面影响，同时还有致癌和导致内分泌失调的潜在危险。

本文采用 TG-5MS 气相色谱柱结合赛默飞 ISQ 气相质谱对白酒中 16 中塑化剂进行了定量，此方法前处理简单，背景噪音低，16 中塑化剂都有很低的检出限，其中邻苯二甲酸二壬酯 DNP 定量检出限为 10ug/L, 邻苯二甲酸二（2- 丁氧基）乙酯 DBEP，邻苯二甲酸二辛酯 DOP 定量检出限为 0.5ug/L，其他 13 中邻苯二甲酸酯类塑化剂定量检出限为 0.2ug/L 或者更低 0.1 ug/L。

2. 样品前处理

准确量取 5mL 白酒样品于 10mL 具塞玻璃离心管中，在沸水中加热 1h 左右除去样品中的乙醇，冷却至室温后加入 20mL 正己烷，震荡提取，静置后取上清液检测。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	TG-5MS 30m,0.25 mm,0.25 μm（PN：**26098-1420**）
升温程序：	60℃保持 1min; 20℃ /min 升温到 220℃，保持 1min; 5℃ /min 升温到 280℃ , 保持 4min.
进样口温度：	250℃
进样方式：	不分流，不分流时间 1min
载气流速：	恒流 1mL/min
隔垫吹扫：	恒定隔垫吹扫，吹扫流量为 5.0mL/min
进样量：	1μL
仪器：	Trace 1310
质谱条件：	
离子源温度：	250℃
传输线温度：	280℃
扫描方式：	ISQ EI 源，Scan 模式，扫描范围 50-350

5. 实验图谱

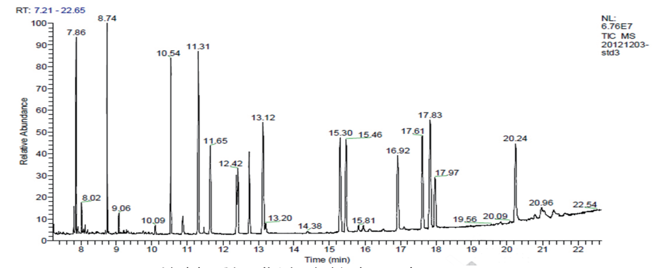


图 1 0.4mg/L 的基质标准溶液总离子流图

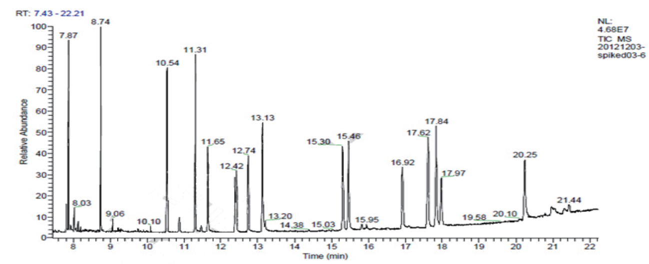


图 2 样品加标总离子流图，加标浓度 0.3mg/L

5. 实验结果

塑化剂标准混合溶液配制五个浓度水平（0.05mg/L、0.1mg/L、0.4mg/L、1.2mg/L、2.0mg/L）的基质标准工作溶液，单个离子定量，定量离子及检出限见表 1. 检出限以最低浓度点峰的 3 倍信噪比计算得到。

表 1 塑化剂保留时间、定量离子、检出限

化合物	简称	保留时间	定量离子	检出限 μg/L
邻苯二甲酸二甲酯	DMP	7.86	163	0.1
邻苯二甲酸二乙酯	DEP	8.74	149	0.1
邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	10.54	149	0.1
邻苯二甲酸二丁酯	DBP	11.31	149	0.1
邻苯二甲酸二（2-甲氧基）乙酯	DMEP	11.65	59	0.2
邻苯二甲酸二（4-甲基-2-戊基）酯	DMPP	12.38/12.42	149	0.2
邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯	DEEP	12.74	72	0.1
邻苯二甲酸二戊酯	DAP	13.12	149	0.1
邻苯二甲酸二己酯	DHP	15.30	149	0.1
邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	15.46	149	0.2
邻苯二甲酸二（2-丁氧基）乙酯	DBEP	16.92	149	0.5
邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	17.61	149	0.2
邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯	DEHP	17.83	149	0.2
邻苯二甲酸二苯酯	DPP	17.97	225	0.2
邻苯二甲酸二辛酯	DOP	20.24	149	0.5
邻苯二甲酸二壬酯	DNP	20.8-21.5	149	10

6. 结论

本文采用 TG-5MS 气相色谱柱结合赛默飞 ISQ 气相质谱对白酒中 16 种塑化剂进行了定量，此方法前处理简单，背景噪音低，16 种塑化剂都有很低的检出限，适用于食品行业用于白酒中塑化剂检测。

应用编号：CCS-SP-004

食品中多环芳烃的检测

——参考标准：GB 5009.265-2016 食品中多环芳烃的测定第二法

1. 实验背景

多环芳烃 (Polycyclic Aromatic Hydrocarbons PAHs) 是重要的环境和食品污染物。国际癌症研究中心(IARC)(1976 年) 列出的 94 种对实验动物致癌的化合物，其中 15 种属于多环芳烃，由于苯并 [α] 芘是第一个被发现的环境化学致癌物，而且致癌性很强。而食品在烘烤或熏制时直接受到污染，食品成分在高温烹调加工时发生热解或热聚反应所形成，这是食品中多环芳烃的主要来源。此外植物性食品可吸收土壤、水和大气中污染的多环芳烃，食品加工中受机油和食品包装材料等的污染，以及污染的水可以使水产品收到污染等因素，因此监测食品中多环芳烃含量对保证食品质量具有积极意义。近十几年来，我国出台多个标准来控制食品中多环芳烃的检测。

目前参考 GB 5009.265–2016《 食品中多环芳烃的测定 》标准分析 16 种多环芳烃，可能存在的问题是 16 种多环芳烃的蒽和菲分离度差。另外整个方法分析时间过长，参考标准 25min 左右一针，影响检测通量。

本文中选择了赛默飞多环芳烃专用柱 TG–PAH （0.18mm × 40m，0.07 μ m）分析 16 种多环芳烃，蒽和菲峰的分离效果优于国标方法，同时把分析时间控制在 12min 以内，在保证结果准确的情况下，有效提高分析实验通量。

2. 样品前处理

取食用油样品适量，移入到 250mL 平底烧瓶中，加入约 100 mg 焦性没食子酸，加入几粒沸。

称取 2g(确 0.01g) 试样于 15mL 离心管 A 中，按以下步骤处理：

a) 加入 5mL ACN，涡旋振荡提取 2min，以 5000r/min 离心 4min，吸取上清液于 15mL 离心管 B 中；离心管 A 下层用 5mLACN 重复提取 1 次，提取液合并于离心管 B 中，待净化。

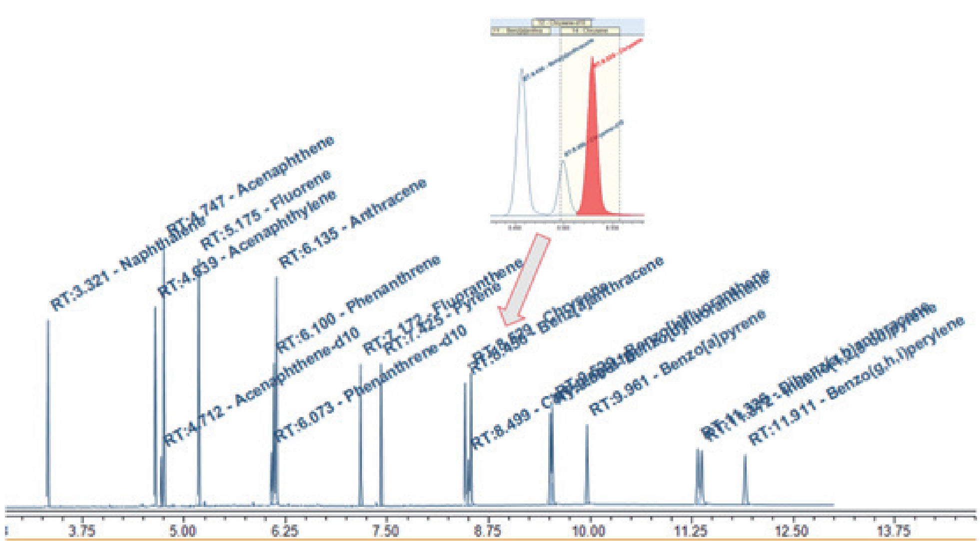
b) 将离心管 B 中得到的所有上清液， 倒入含有 900mg$MgSO_4$、 150mgPSA 和 150mg C18 的 15mL 离心管中（PN： 60105–227–P），涡旋混合 30s，以 5000r/min 离心 4min，取所有上清液于 10mL 玻璃刻度离心管 C 中，室温下氮吹（温度不超过 35℃） 蒸发溶剂至近 2mL，用乙腈定容至 2mL，制得试样待测液， 待上机检测。

3. 仪器条件

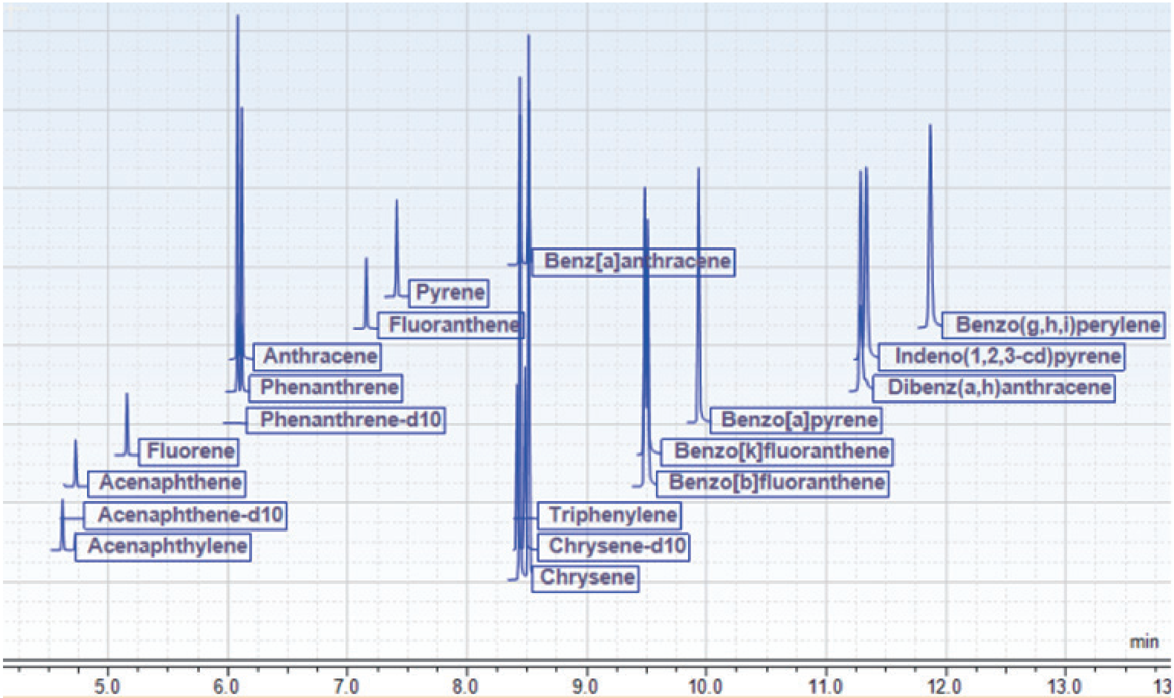
色谱条件：

色谱柱：	TG–PAH GC column 40 m × 0.18 mm × 0.07 μ m（P/N：**26055-3570**）
进样口：	SSL 310℃，分流比：10:1
流速：	梯度流速：1.2ml/min，保持 8.2min，以 0.1ml/min/min 速率升到 1.68ml/min.
升温程序：	100℃（保持 0.2min），以 30℃ /min 速率升高到 340℃（保持 4.8min）。
MS 温度：	330℃
离子源温度：	275℃
进样量：	1 μ L
载气：	He
仪器：	TRACE 1300+ISQ7000

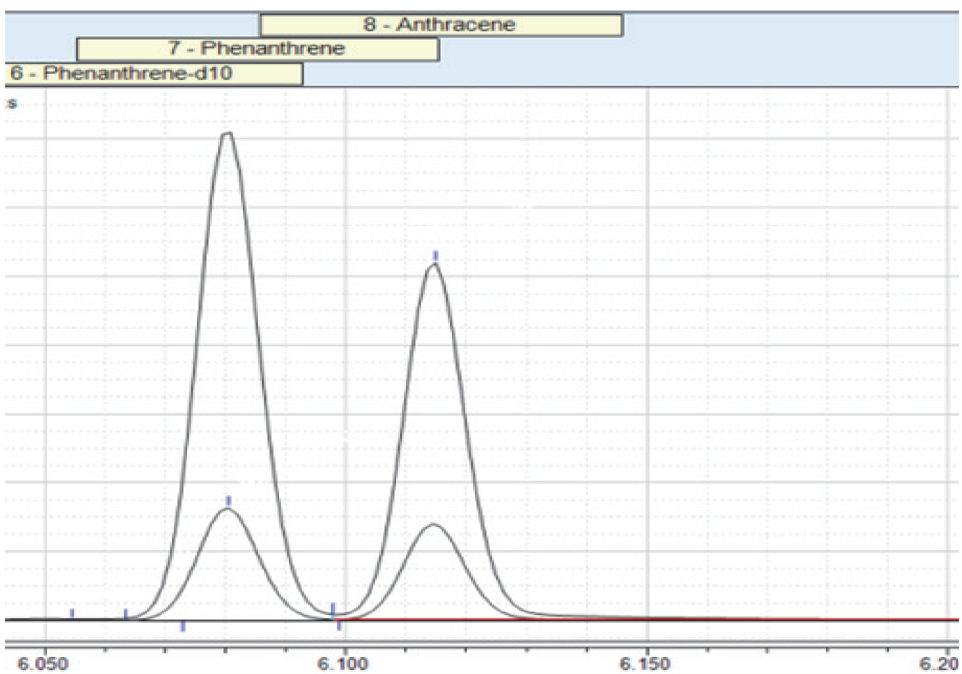
4. 实验谱图



图一 .16 种多环芳烃混合标准品全扫描图谱



图二 .16 种多环芳烃混合标准品选择离子流图



图三 . 蒽和菲分离效果放大图

5. 实验数据

蒽菲分离效果佳，整体分析时间缩短为 12min 一针。

6. 结论

在国标中，选择 -5 色谱柱分析一针时间在 25-30min 左右，分析时间较长，蒽和菲分离效果不理想，选择 40m 的 TG-PAH 色谱柱，蒽和菲的分离度明显改善。在保证分离的同时，缩短分析时间在 12min 以内，实现了分析速度的提升。TG-PAH 为多环芳烃分析专用柱，可以有效提高分析速度的同时保证蒽和菲分离效果，是快速分析 16 种多环芳烃的最佳选择。

应用编号：CCS-SP-036

食品中亚硝胺 -NDMA 的检测

——参考标准：GB 5009.26-2016 食品中 N- 亚硝基胺类化合物的测定

1. 实验背景

亚硝胺是强致癌物，是最重要的化学致癌物之一，是四大食品污染物之一。食物、化妆品、啤酒、香烟中都含有亚硝胺。研究表明，在熏腊食品中，含有大量的亚硝胺类物质，某些消化系统肿瘤，如食管癌的发病率与膳食中摄入的亚硝胺数量相关，而当熏腊食品与酒共同摄入时，亚硝胺对人体健康的危害就会成倍增加。

目前食品中亚硝胺的检测最常用的检测方法是：蒸馏前处理结合气相－质谱的方法。此方法需要加热蒸馏装置及冰浴模式下使用大量的二氯甲烷吸收提取，整个前处理过程繁琐、成本高、对环境污染严重。

本方法采用 Hypersep Florisil SPE 柱对样品进行预处理，操作简单，试剂耗费量少。使用 TG-WAXMS 色谱柱能完美保留亚硝胺，10 min 内完成样品分析，无杂质干扰，峰形佳，所得化合物的标准曲线线性、回收率均符合检测要求，可准确、灵敏、快速定量检测肉制品中亚硝胺类物质含量。

2. 样品前处理

样品提取：

称取样品 10.0g 于 50mL 离心管，加乙腈 20mL，涡旋混合即可，让样品完全浸润于液面以下，超声 30min；加一包 QuEChERS 盐包（4g$MgSO_4$+1gNaCl，PN：**60105-332-B**），涡旋 1min 让其充分混合，于 0℃ 8000r/min 条件下冷冻高速离心 10min，取 10mL 上清液注意不要吸入脂肪过 Florisil SPE（PN：**60180-431-P**）小柱净化。

SPE 操作步骤：

活化平衡：10mL 乙腈保持柱内湿润 10min

上样：取 10mL 上清液过小柱，弃去滤液

洗脱：用 15mL 乙腈洗脱，收集洗脱液

洗脱液用氮气吹干后用 1mL 乙腈复溶混匀后上机检测。

3. 仪器条件

TRACE 1310 GC 气相参数

进样体积（μL）	1.0
衬管	超惰性不分流 （PN:**453A1925-UI**）
进样口温度（℃）	230
进样模式	不分流进样 不分流时间 3 min 分流流量 10 mL/min，恒压模式：18.5psi
色谱柱	TG-WaxMS 30 m×0.25 mm×0.25 μm （P/N: **26088-1420**）
程序升温	50 ℃（保持 3.0 min）,15℃ /min 升温至 130℃（保持 5.0 min），20 ℃ /min 升温至 250℃（保持 11 min）

TSQ 9000 质谱参数

传输线温度（℃）	240
离子源温度（℃）	280
数据采集模式	Timed-SRM

4. 实验图谱

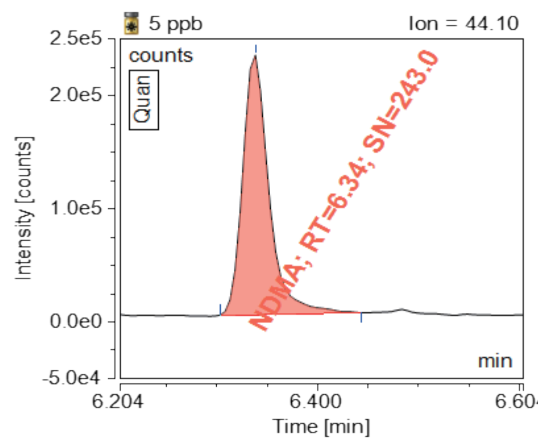


图 1 5 ppb 亚硝胺标准溶液谱图

5. 实验数据

LOQ：1.0ug/kg

线性：R^2=0.9991

回收率：80% 以上

重现性 RSD=4.93%（n=6）

6. 结论

采用 Hypersep Florisil SPE 柱对样品进行预处理，使用 TG-WAXMS 色谱柱能完美保留亚硝胺，10 min 内完成样品分析，无杂质干扰，峰形佳，所得化合物的标准曲线线性、回收率均符合检测要求，可准确、灵敏、快速定量检测肉制品中亚硝胺类物质含量。

应用编号：CCS-YP-081

有机污染物

QuEChERS 样品前处理结合 LC-MS/MS 测定粮谷中的 16 种真菌毒素

1. 实验背景

真菌毒素是真菌在适宜条件下产生的有毒次级代谢产物，能够引发人类、动物各种急、慢性疾病主要威胁人类健康的真菌毒素种类有单端孢霉烯族类毒素、伏马类毒素、赭曲霉类毒素、黄曲霉类毒素等。目前，大部分的国家和地区都制定了粮食中真菌毒素限量标准，我国也高度重视真菌毒素污染问题，在2015 年新修订的《食品安全法》中，首次将生物毒素明确列入重点关注的污染物质中。GB 2761-2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量 也规定了食品中黄曲霉毒素 B1、黄曲霉毒素 M1、脱氧雪腐镰刀菌烯醇、展青霉素、赭曲霉毒素 A及玉米赤霉烯酮的限量指标。据报道我国每年有 3100 万吨粮食在生产、储存、运输过程中被真菌污染，约占粮食年总产量的6.2%。为了保证我国粮食质量安全，避免不必要的经济损失，及时快速监测调查真菌毒素污染种类、水平及其风险尤为重要。

由于真菌毒素种类多样，且存在协同污染，为确保全面、快速的了解粮食中真菌毒素的污染情况，迫切需要一种简单、快速、灵敏、同时准确测定粮食中多种真菌毒素的方法。目前真菌毒素的检测方法主要有薄层色谱法、酶联免疫吸附法、高效液相色谱法、液相色谱串联质谱法。薄层色谱法程序复杂、可重复性和再现性差，基于抗原抗体相互作用的酶联免疫吸附法虽有较高的选择性，但无法准确定量，同时由于前处理简单，没有有效的净化，易受基质干扰，产生假阳性。免疫亲和柱前处理净化方法由于其特异性吸附，净化效果好，但是一方面操作复杂，另外一方面成本较高，不适合大规模检测。LC-MS/MS法已成为真菌毒素检测最广泛的检测方法，能够覆盖广泛的化合物，同时具备良好的选择性和灵敏度。

本文使用 QuEChERS 作为前处理净化方法，操作简单，重复性好，回收率高。采用 Accucore AQ HPLC 色谱柱分离，表面多孔增强核技术的运用，兼容 100% 水相，同时增强了对极性化合物的保留及选择性。赛默飞高效液相色谱仪 Dionex Ultimate 3000 和三重四极杆质谱仪 TSQ Vantage MS/MS 联用用于 16 种真菌毒素及 3 种内标物的快速有效地分析。

2. 样品前处理：

样品提取：

1. 称取 5g 均质后的样品放入 50mL 离心管中
2. 加入 10 mL 水
3. 震摇 15 min
4. 加入 250 μL of 1 μg/mL 内标物，再加入 10 mL 2% 甲酸乙腈
5. 震摇 15 min
6. 加入 HyperSep Dispersive SPE 萃取包 (P/N **60105-332-B**：4g $MgSO_4$, 1g NaCl)
7. 快速震摇 1 min.
8. ≥ 3000 g 离心 5 min

样品净化：

1. 移取 1 mL 上清液到HyperSep Dispersive SPE 净化管中（P/N **60105-204**：QuEChERS 2mL 离心管 带 150mg $MgSO_4$, 50mg PSA 50mg C18 ）
2. 震摇 30 s
3. ≥ 3000 g 离心 5 min
4. 移取 500 μL 净化液 到 5 mL 试管中，氮吹干，用 500 μL 甲醇 / 水 (50:50, v/v) 复溶
5. 用 0.2 μm 滤头 (亲水 PTFE，货号：**42213-NPL**) 过滤后上机检测

3. 仪器条件

液相条件：

色谱柱：	Accucore aQ, 100 × 2.1 mm, 2.6 μm (货号：**17326-102130**)
保护柱：	Accucore aQ, 10 × 2.1 mm, 2.6 μm (货号： **17326-012105**)
柱温：	45 °C
进样体积：	5 μL
自动进样器温度：	10 ℃
流速：	400 μL/min
流动相	A：10 mM 甲酸铵水溶液
流动相	B：甲醇

表 1. LC 梯度

Time(min)	A(%)	B(%)
0	100	0
1	75	25
4	75	25
5	60	40
8	60	40
8.5	40	60
9.5	40	60
10	0	100
13	0	100
13.2	100	0
17	100	0

质谱条件：

电离方式：	APCI+ & APCI-，快速极性转换
喷雾电压：	5 μA (APCI+), 20 μA (APCI-)
雾化温度：	250 °C
离子传输管温度：	250 °C
鞘气压力：	50 arbitrary units
辅助气压力：	15 arbitrary units
反吹气：	0 arbitrary units
扫描方式：	EZ method (SRM)

表 2 SRM 真菌毒素类化合物的保留时间及离子信息

Analyte	分析物	tR(min)	母离子	子离子 2	CE 1	子离子 2	CE 2	S-lens(V)
Nivalenol	雪腐镰刀菌烯醇	2.47	357.34 [M+HCOO]-	281.91	16	311.79	15	65
Deoxynivalenol	脱氧雪腐镰刀菌烯醇	2.93	341.42 [M+HCOO]-	265.87	13	295.96	16	63
Fusarenon X	镰刀菌酮	3.56	354.9 [M+H]+	136.97	31	174.96	19	76
Neosolaniol	新茄镰孢菌醇	3.96	399.91 [M+NH4]+	184.99	20	215.03	16	81
3-Acetyldeoxynivalenol	乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	4.68	338.89 [M+H]+	231.1	13	90.98	48	74
3-Acetyldeoxynivalenol-D3	乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇 -D3	4.64	341.92 [M+H]+	230.99	14	213.04	15	80
Aflatoxin G2	黄曲霉毒素 G2	6.62	330.83 [M+H]+	189.02	36	245.05	27	137
Aflatoxin G1	黄曲霉毒素 G1	7.03	328.83 [M+H]+	199.02	41	200.03	36	143
Thiabendazole-13C6	噻苯咪唑 -13C6	7.01	207.91 [M+H]+	181.02	25	137.04	32	123
Aflatoxin B2	黄曲霉毒素 B2	7.47	314.85 [M+H]+	287.06	23	259.01	27	129
Aflatoxin B1	黄曲霉毒素 B1	7.93	312.84 [M+H]+	241.02	36	285.05	22	121
Diacetoxyscirpenol	双乙酸基草镰刀菌醇	8.1	383.93 [M+NH4]+	247.06	13	229.08	16	82
Ochratoxin A	赭曲霉毒素 A	9.18	403.8 [M+H]+	238.93	23	220.9	36	101
Alternariol	交链孢酚	10.08	257.65 [M-H]-	214.03	23	216.01	26	113
β-zearalanol	β-玉米赤霉醇	10.48	321.51 [M-H]-	277.94	24	303.86	24	125
α-zearalanol	α-玉米赤霉醇	11.11	321.51 [M-H]-	277.94	24	303.86	24	125
T-2 toxin	T-2 毒素	11.09	483.91 [M+NH4]+	185.02	21	214.99	17	84
Zearalenone	玉米赤霉烯酮	11.3	317.5 [M-H]-	176.13	27	273.95	22	110
Gemfibrozil-D6	二甲苯氧庚酸 -D6	11.66	255.79 [M-H]-	122.41	21	-	-	60

4. 实验谱图

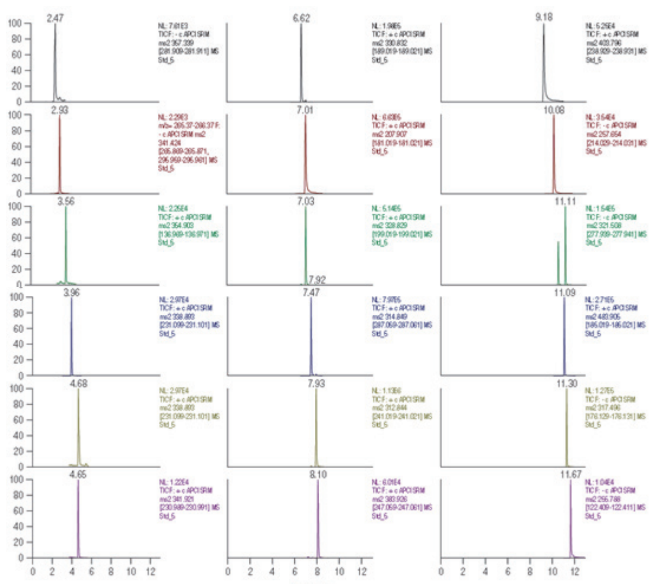


图 1 16 种真菌毒素及 3 种内标 100 μg/kg 色谱图

5. 实验数据

表 3 不同添加浓度下的 16 种真菌毒素回收率及 RSD 值

Analyte	分析物	20 μg/kg		100 μg/kg	
		回收率 %	RSD %	回收率 %	RSD %
Nivalenol	雪腐镰刀菌烯醇	71.4	11.2	67.2	6.5
Deoxynivalenol	脱氧雪腐镰刀菌烯醇	106.7	4.1	97	2.8
3-Acetyldeoxynivalenol	乙酰基脱氧雪腐镰刀菌烯醇	100.4	3.9	97.2	1.9
Fusarenon X	镰刀菌酮	96.3	3.9	96.2	3.8
Neosolaniol	新茄镰孢菌醇	100.5	3.3	99.4	2
Diacetoxyscirpenol	双乙酸基草镰刀菌醇	102.6	2.8	99	2.3
Alternariol	交链孢酚	94.8	4.9	85.9	5.4
β-zearalanol	β-玉米赤霉醇	94.5	9.2	92.7	4.6
α-zearalanol	α-玉米赤霉醇	93.9	10.5	89	3.5
Zearalenone	玉米赤霉烯酮	92.4	9.4	87.6	4.5
Ochratoxin A	赭曲霉毒素 A	93.8	3	94.7	3.8
T-2 toxin	T-2 毒素	96.2	4.5	94.2	2.8
Aflatoxin B1	黄曲霉毒素 B1	97	2.7	91.7	5.4
Aflatoxin B2	黄曲霉毒素 B2	97.4	2.9	91.4	4.8
Aflatoxin G1	黄曲霉毒素 G1	95	3.3	92	4.1
Aflatoxin G2	黄曲霉毒素 G2	95.5	3.1	93.9	2.7

LOQ：≤ 10 ng/g

6. 结论

开发了一种快速和简单的 QuEChERS 前处理方法用于粮谷中 16 种典型真菌毒素的分析，使用 Accucure aQ 表面多孔增强核色谱柱，能够达到 α-和 β-玉米赤霉醇的基线分离，采用 LC-MS/MS 方法，17min 内快速完成低浓度真菌毒素的分析，并获得较好的线性、精确度，回收率数据及可接受的 LOQ，该方法完美适合于粮谷中多种真菌毒素的分析。

应用编号：CCS-HJ-035

奶粉中黄曲霉毒素 B1，B2，G1，G2，M1 的分析

——参考标准：GB 5009.22-2016 食品中黄曲霉毒素 B1. B2、G1. G2 的测定

1. 实验背景

黄曲霉毒素作为一种霉菌毒素，是粮食在未能及时晒干及储藏不当时产生霉菌的代谢产物，广泛存在。因其具有很强的毒性和致癌性，在国家食品标准、饲料标准中都对此设置了严格的规定。黄曲霉毒素 M1 属于真菌毒素，是黄曲霉素 B1 在动物体内羟基化代谢产物，具有剧毒性和强致癌性，由于其可能诱发肝癌，早在 1993 年就被世界卫生组织癌症研究机构列为一类致癌物。由于黄曲霉毒素具有含量低、结构相似的特点，这就要求检测方法灵敏度高，特异性强，集分离与检测为一体，方可达到这样的要求。本文采用高效液相色谱法对黄曲霉毒素进行分析，克服了黄曲霉毒素含量低的问题，得到了高灵敏度的结果。

2. 样品前处理

称取奶粉 5 g，置 100 mL 量瓶中，加 50℃温水 20 mL 使溶解，振荡 30 S；加入氯化钠 2 g，振荡使溶解；继续加入 50 mL 乙腈，振荡 30 S，混匀后加乙腈至刻度，涡旋振荡使混匀。过滤，取滤液 40 mL，40 ℃氮气流下挥至近干。残留物加入 20 mL10% 乙腈使溶解，过免疫亲和柱，待样品完全通过免疫亲和柱之后，加 10 mL 水清洗亲和柱。最后用乙腈 2 mL 洗脱，收集洗脱液 1.5 mL，氮气吹干。加入 200 μL 正己烷和 200 μL 三氟乙酸，振荡混匀，在 40℃下反应 10 min，取出，氮气流下挥干，加 10% 乙腈 0.5 mL，振荡 10 s。

3. 实验条件

仪器型号：

Dionex Ultimate 3000 系列：

泵：　LPG-3400SD

自动进样器：　WPS-3000SL

柱温箱：　TCC-3000RS

检测器：　FLD

色谱软件：　Chromeleon Chromatography Data System

检测器类型、工作参数及 S/N 号：

荧光检测器，FLD-3400

ResponseTime = 1

FLD_FlowCell.Temperature.Nominal = 35.00 [℃]

FLD_FlowCell.ReadyTempDelta = 1.00 [℃]

BaselineBehavior = Append

Data_Collection_Rate.Nominal = 10.00 [Hz]

Emission_1.ExWavelength = 365.0 [nm]

Emission_1.EmWavelength = 435.0 [nm]

Emission_1.Sensitivity = 6

Emission_1.PMT =Auto

Emission_1.FilterWheel = Auto

色谱条件：

色谱柱：　Thermo Scientific™ Hypersil GOLD C18，5 μm，100×2.1mm 货号 **25005-102130**

流动相：

Time (min)	CH_3CN (%)	Methanol (%)	Water (%)
0	16.5	16.5	67
25	16.5	16.5	67

进样量：　20 μL

流速：　800 μL/min

柱温：　25℃

4. 实验谱图

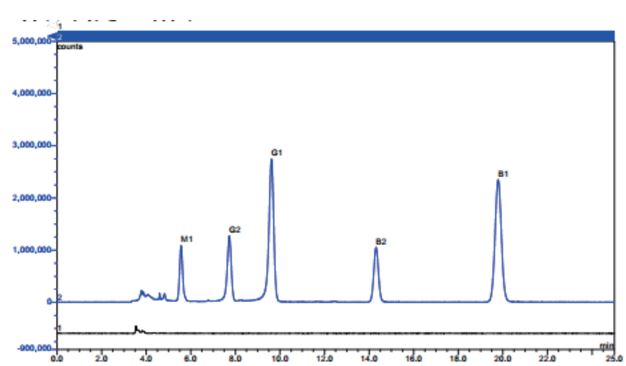


图 1 样品测定色谱图（上：1ppb 加标色谱图；下：空白样品色谱图）

5. 结论

本文使用 Thermo Scientific™ Hypersil GOLD C18，5 μm，100×2.1mm 色谱柱，采取柱前衍生法与荧光检测器结合，对芝麻中黄曲霉毒素 B1，B2，G1，G2，M1 进行分析，得到了良好的峰型和分离，以及高灵敏度的检测结果。

花生酱中黄曲霉毒素 B1,G1,B2,G2 的测定

——参考标准 GB 5009.22-2016 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定

1. 实验背景

黄曲霉毒素（AFT）是黄曲霉和寄生曲霉等某些菌株产生的双呋喃环类毒素。其衍生物有约 20 种，分别命名为 B1、B2、G1、G2、M1 等。其中以 B1 的毒性最大，致癌性最强，被列为一级致癌物。黄曲霉毒素主要污染粮油及其制品，各种植物性与动物性食品也能被污染。而花生酱是先将花生去壳，再经过烘焙、去红衣、碾磨等工序加工制得的，因此，花生酱也会有被黄曲霉毒素污染的风险。目前，我国已经制定一系列相关标准适用于食品中黄曲霉毒素的检测，黄曲霉毒素测定的样品前处理方法一般采用净化柱或免疫亲和柱净化，仪器检测方法主要有液相色谱串联质谱法、高效液相色谱法等。

本文参考食品安全国家标准《GB 5009.22–2016 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法，前处理使用赛默飞黄曲霉毒素总量免疫亲和柱，完全按照国标方法处理，结合高效液相色谱光化学柱后衍生法对黄曲霉毒素进行分析，B 族和 G 族 4 种黄曲霉毒素回收率好，灵敏度高，完全满足国标的要求。

2. 样品前处理

称取 5.0 g（精确到 0.01 g）花生酱到 50 mL 离心管中，加入 20 mL 乙腈：水（84:16），涡旋混匀 20 min，4000 r/min 下离心 8 min，取上清液 1 mL 于 15 mL 离心管中，加入 9 mL 水，混匀待净化。将黄曲霉毒素总量免疫亲和柱（P/N：**60105-103-B**）恢复到室温，去掉两端堵头，将待净化样品液以 1–2 滴 / 秒的速度通过免疫亲和柱，弃掉流出的液体，加 10 mL 水淋洗柱子，弃掉流出的液体，用真空泵抽干柱子中的水，加入 2*1 mL 甲醇缓慢洗脱，流速约为 2–3 秒 / 滴，最后在 50℃下氮吹至近干，用流动相定容至 1 mL，过 0.22 μm 滤膜待测。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：	Acclaim C18 色谱柱，4.6 × 150 mm，5 μm（P/N：**059148**）
流动相：	甲醇：水 = 45:55
流速：	1 mL/min
检测器：	荧光检测器
激发波长：	360 nm
发射波长：	440 nm
进样量：	10 μL
柱温：	40℃
仪器：	Ultimate 3000 HPLC 系统 + 光化学柱后衍生器

4. 实验谱图

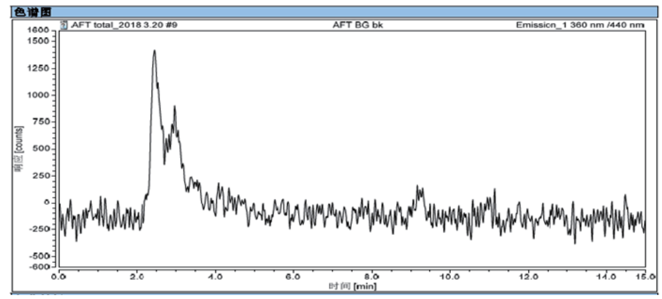
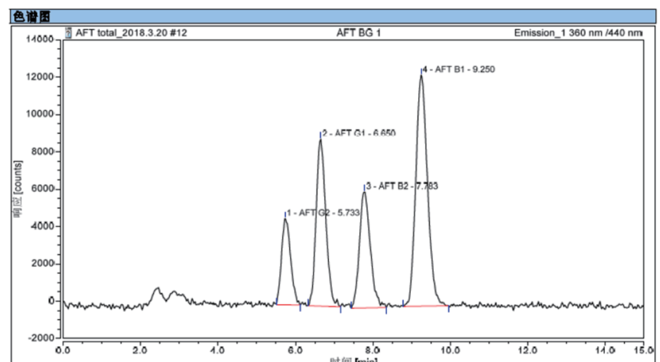


图 1. 花生酱空白基质谱图



积分结果

序号	峰名称	保留时间 min	峰面积 counts*min	峰高 counts	塔板数 (EP)	不对称度 (EP)	分离度 (EP)
1	AFT G2	5.733	1253.300	4618.535	2860	1.24	2.09
2	AFT G1	6.650	2579.223	8968.359	3473	1.11	2.37
3	AFT B2	7.783	2029.608	6243.125	3791	1.18	2.78
4	AFT B1	9.250	4329.103	12393.516	4498	1.15	n.a.

图 2. 花生酱基质加标 20 ng/mL（上机浓度 5 ng/mL）色谱图
出峰顺序：1. G2 2. G1 3. B2 4. B1

5. 实验数据

化合物	保留时间 (min)	回收率 1(%)	回收率 2(%)
AFT G2	5.7	104.75	101.40
AFT G1	6.6	101.78	99.34
AFT B2	7.7	106.69	101.51
AFT B1	9.2	105.50	104.60

表 1. 花生酱基质加标 20 ng/mL 回收率结果

6. 结论

本文采用赛默飞黄曲霉毒素总量免疫亲和柱，按照国标方法进行样品前处理，加标 20 ng/mL，使用 Acclaim C18 色谱柱，结合 Ultimate 3000 高效液相色谱仪，黄曲霉毒素 B 族和 G 族四个化合物分离度良好，空白样品加标回收率在 99.34%~106.69% 之间，完全满足 GB 5009.22–2016 第三法实验分析要求。

应用编号：CCS-SP-206

食品中赭曲霉毒素 A 的测定

——参考标准：GB 5009.96-2016 食品中赭曲霉毒素 A 的测定

1. 实验背景

由赭曲霉（Aspergiltus Ochratoxin）和硫色曲霉（A.sulphureus）等产生的赭曲霉毒素（Ochratoxin）有 A、B、C、D 四种化合物。其中，赭曲霉毒素 A（Ochratoxin A，OTA）是最重具卫生学意义的霉菌代谢产物。赭曲霉毒素 A 是一种强致死性化合物，它会导致肝、肾坏死性病变。对雏鸭经口测试，LD50 仅为 0.5 mg/kg 体重，其毒性与黄曲霉素相当。在肝癌高发区的谷物中可分离出赭曲霉素。赭曲霉素 A 的污染范围较广，几乎可污染玉米，小麦等所有的谷物和中药材。

目前已有粮食和食品中赭曲霉毒素 A 的检验标准。本文以薏苡仁、淡豆豉和白扁豆为基质，发展赭曲霉毒素 A 的前处理和分离检测方法，以期对同类型的检测提供参考。

2. 样品前处理

提取液：甲醇：水（8:2, v:v）。

PBS 溶液：称取 8 g 氯化钠、1.2 g 磷酸氢二钠、0.2 g 磷酸二氢钾、0.2 g 氯化钾，溶解于 990 mL 水中，用浓盐酸调节 pH 7，用水稀释至 1 L。

清洗液缓冲：称取 25 g 氯化钠、5 g 碳酸氢钠溶于水中，加入 0.1 mL 吐温 −20，用水稀释至 1 L。

称取 15 g 样品加入到 50 mL 离心管中，加入 30 mL 提取液，加入 0.75 g 氯化钠，振摇后涡旋 3 min，超声 20 min，中间振摇 3 次，11000 r/min 离心 15 min 后取上清液。取 2 mL 上清液，吹除去大部分的甲醇后，用 PBS 溶液定容到 10 mL，过 0.22 um 滤膜。取过滤后的提取液 5 mL，以 1 滴每 3 秒流速流过免疫亲和柱（货号：**60105-105-B**），然后 2~4 mL 空气排空，10 mL 清洗缓冲液、 10 mL 水依次淋洗免疫亲和柱，弃去淋洗液，抽干小柱。1.5 mL 甲醇洗脱，40 ℃下氮气吹干，用流动相定容至 1 mL，供检测。

测试用对照品的配制：使用流动相将 10 mg/L 的赭曲霉毒素 A 标准溶液依次稀释成 3.13 μg/L、6.25 μg/L、12.50 μg/L、25.00 μg/L、50.00 μg/L、100.00 μg/L 和 200.00 μg/L 的线性标准溶液。

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Acclaim C18 4.6×150 mm, 5 μm
（货号：**059148**）

流动相： 乙腈：水：冰醋酸（48:51:1, v:v:v）
流速： 1mL/min
检测器： 荧光，Ex：333 nm；Em：460 nm
柱温： 30℃
进样量： 20 μL
仪器： Ultimate 3000

4. 实验谱图

1. 线性

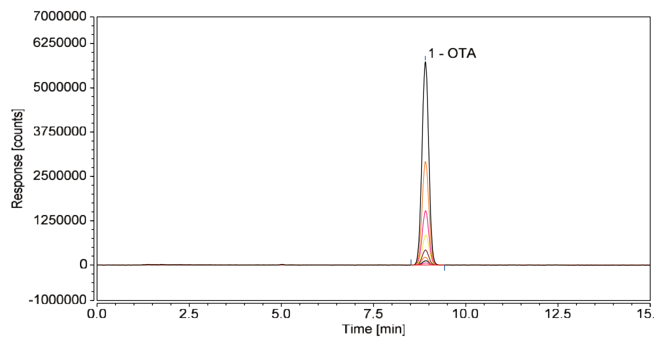


图 1 线性叠加谱图（从低到高依次代表浓度为 3.13 μg/L、6.25 μg/L、12.50 μg/L、25.00 μg/L、50.00 μg/L、100.00 μg/L 和 200.00 μg/L 的 OTA 标准溶液）

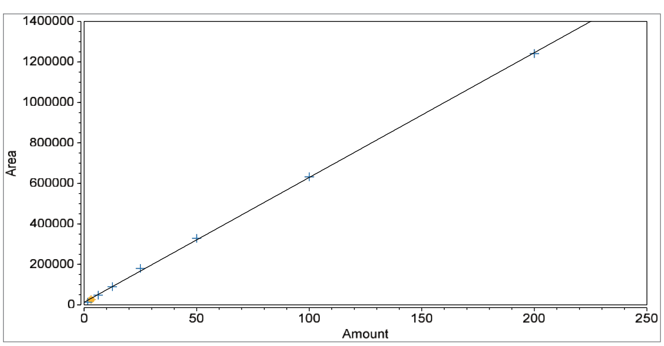


图 2 OTA 标准曲线图

表 1 赭曲霉毒素 A 线性曲线

名称	线性曲线
OTA	A = 6166C + 12898，R^2 = 1.000

毒素污染

2. 重复性

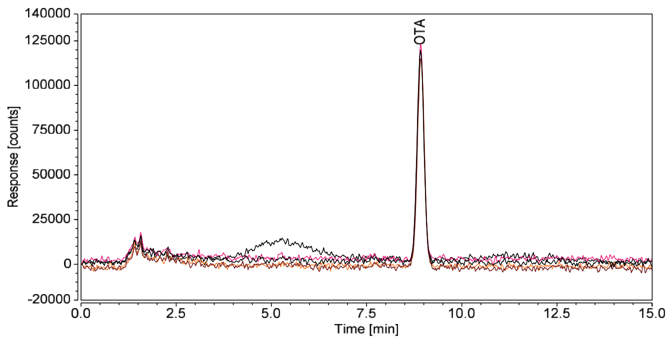


图 3 低浓度样品（3.13 μg/L OTA）重复性

表 2 低浓度样品进样重复性

名称	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	样品浓度（μ g/L）
OTA	0.09%	0.67%	3.13

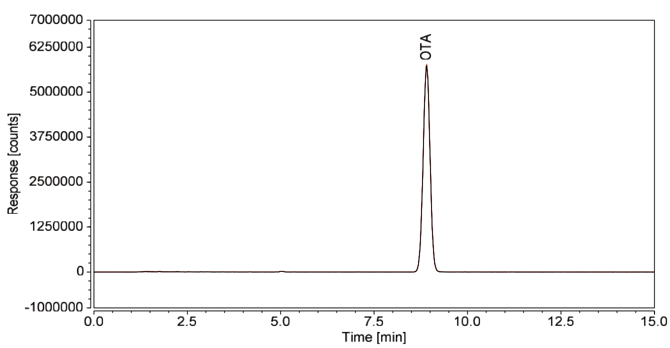


图 4 高浓度样品（200 μg/L OTA）重复性

表 3 高浓度样品进样重复性

名称	保留时间 RSD%	峰面积 RSD%	样品浓度（μ g/L）
OTA	0.01%	0.11%	200

5. 实验数据

检出限和定量限

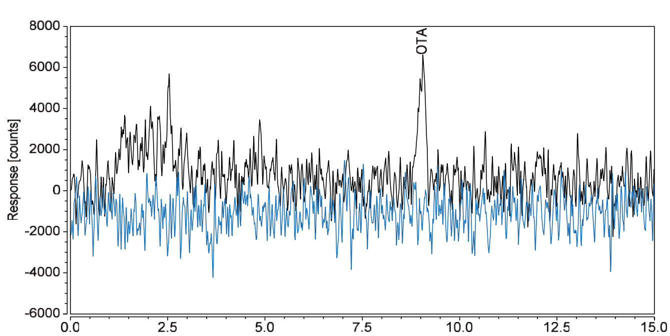


图 5 检出限（0.15 μg/L OTA）谱图与空白叠加谱图

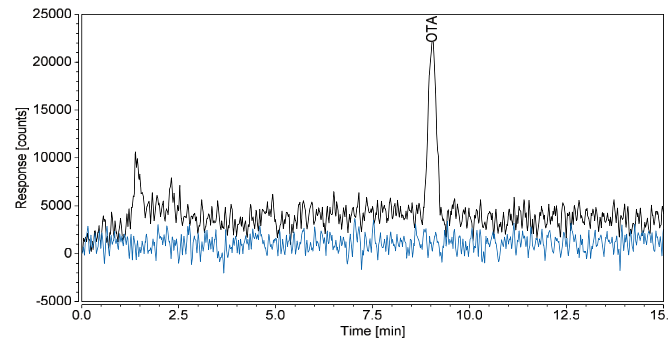


图 6 定量限（0.55 μg/L OTA）谱图与空白叠加谱图

表 4 赭曲霉毒素 A 的 LOD 和 LOQ

名称	保留时间（min）	LOD（S/N=3）（μg/L）	LOQ（S/N=10）（μg/L）
OTA	9.05	0.15	0.55

回收率

表 5 回收率数据

名称	加标量（μg/L）	加标回收率（%）
薏苡米	2.5	99.8
淡豆豉	2.5	100.2
白扁豆	2.5	97.4

6. 结论

本文开发了赭曲霉毒素 A 测定的方法。以赭曲霉毒素 A 对照品为样品，考察了液相方法的检测限、检出限和线性范围。以薏苡仁、白扁豆和淡豆豉为基质，考察了前处理方法的净化能力和基质干扰情况。结果表明，该前处理方法回收率高、具有较好的净化能力，赭曲霉毒素 A 出峰位置附近无干扰峰，可用于薏苡仁、白扁豆和淡豆豉赭曲霉毒素 A 的检测。液相方法重复性好、具有较宽的线性范围、较低的检测限和检出限。

应用编号：CCS-ZY-292

鲜榨果汁中展青霉素的检测

——参考标准：GB 5009.185-2016 食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定

1. 实验背景

近年来，真菌毒素在食品中造成的污染事件频频爆发，引发了公众的极大关注。展青霉素（Patulin，PAT）又称棒曲霉素，作为一种广泛存在的真菌毒素，是由曲霉属和青霉等真菌产生的对人和动物健康有害的次级代谢产物。

展青霉素被国际癌症研究机构（IARC）归为第三类可疑致癌物质。世界卫生组（WHO）和欧盟规定展青霉素在食品中的安全限量为 50 μg/kg。我国 GB 2761-2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量，规定果蔬汁类及其饮料中展青霉素的限量为 50 μg/kg。16 年的食品国家标准出台了 GB 5009.185-2016 食品中展青霉素的测定。

本文采用 HyperSep C18 固相萃取小柱进行样品前处理，操作简单、省时、省力，能够得到较高和稳定的回收率，回收率在 94-101% 之间。使用 Hypersil GOLD C18 色谱柱，在 LC-MS 上具有出色的峰形和分辨率。完全满足 GB 5009.185-2016 第二法高效液相色谱法的要求。

2. 样品前处理

样品提取

取 1g 均质离心后的样品，加入 0.5mL 醋酸缓冲液（pH4）。

SPE 操作步骤

500mg 3mL HyperSep C18 固相萃取柱（货号：**60108-304**）

活化

10 mL 甲醇，3 mL10% 甲醇，10 mL 水

上样

上样，2-3 mL/min

清洗

5 mL 正己烷，柱子抽干，通气 15 min

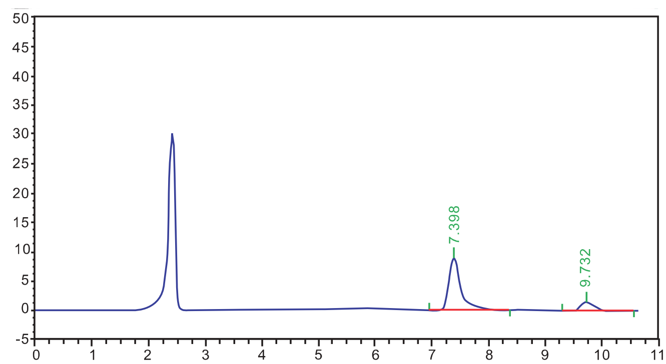
洗脱

正己烷：乙酸乙酯：丙酮 =1:5:4，1:4:5，1:3:6 每个梯度洗脱体积为 5 mL；洗脱液加入 1 滴冰醋酸，40℃氮气吹干，立即用 1 mL 醋酸缓冲液溶解

3. 色谱条件

色谱柱：Hypersil Gold C18，5 μm，4.6×250mm（货号：**25005-254630**）
流动相：乙腈（A）: 水（B）=1:10（v/v）
流速：1 mL/min
检测波长：UV 276 nm
柱温：40℃
进样量：5 μL

4. 实验谱图



展青霉素（Rt=7.4min）HPLC 色谱图

5. 实验数据

回收率在 94-101% 之间。

6. 结论

本文采用 HyperSep C18 固相萃取小柱进行样品前处理，操作简单、省时、省力，能够得到较高和稳定的回收率，回收率在 94-101% 之间。使用 Hypersil GOLD C18 色谱柱，在 LC-MS 上具有出色的峰形和分辨率。完全满足 GB 5009.185-2016 第二法 高效液相色谱法的要求。

应用编号：CCS-SP-057

农药残留

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
植物源性食品	喹啉铜	GB 23200.117-2019 NEW 植物源性食品中喹啉铜残留量的测定 高效液相色谱法	60107-212	HyperSep Retain PEP, 200mg, 6ml 30/包	25005-254630	Hypersil GOLD 250x4.6mm 5um	2020.2.15实施
蔬菜，水果和食用菌	208种农药及其代谢物	GB 23200.113-2018 植物源性食品中208种农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱-质谱联用法	60105-333-B	4g MgSO4,1g NaCl,0.5 g 柠檬酸氢二钠， 1 g 柠檬酸钠，50/盒	26RD142F	Pesticides II 30 m×0.25 mm×0.25 µm with 5m guard	可参考赛默飞应用CCS-SP-201 灵敏度高，稳定性强，加标回收率在60-120%；90%在80-120%
			60105-218-B	900mg MgSO4, 150mg PSA, 15mg GCB，,15 mL,50/盒			
谷物，油料和坚果			60105-335-B	6g MgSO4, 1.5g 醋酸钠，50/盒			
			60105-225-B	1200mg MgSO4，400mg PSA，400mg C18 ,15 mL,50/盒			
茶叶和香辛料			60105-335-B	6g MgSO4, 1.5g 醋酸钠，50/盒			
			60105-226-B	1200mg MgSO4, 400mg PSA, 400mg C18, 400mg GCB,15 mL,50/盒			
水果，蔬菜 粮谷	500种农药	GB 23200.8-2016/ GB 23200.9-2016 农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱-质谱法	60108-701	HyperSep C18， 2g/15mL，20/包	26090-1420	TG-1701MS 30m x 0.25mm x 0.25µm	
			60108-509-B	GCB/NH2，500mg/500mg/6mL，30/包			
水果，蔬菜	450种农药	GB/T 20769-2008 水果和蔬菜中450种农药及相关化学品残留量的测定 液相色谱-串联质谱	60108-432	HyperSep Amino,1g/ 6ml, 30/包	17326-152130	Accucore aQ 2.1*150mm，2.6µm	
大米，糙米，大麦，小麦，玉米	涕灭砜威、吡唑醚菌酯、嘧菌酯等65种农药	GB 23200.34-2016 食品中涕灭砜威、吡唑醚菌酯、嘧菌酯等65种农药残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	60108-509-B	GCB/NH2，500mg/500mg/6mL，30/包	059144	Acclaim C18 2.1*150mm, 5um	
蔬菜，水果和食用菌；谷物	氨基甲酸酯	GB 23200.112-2018 植物源性食品中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法 食品中有机磷农药残留量的测定 气相色谱-质谱法	60108-519-P	HyperSep 氨基, 500mg/6mL 30/包	059141	Acclaim C8 4.6*250mm,5um	
茶叶和香辛料			60108-509-B	GCB/NH2，500mg/500mg/6mL，30/包			
油料和坚果			60105-225-B	1200mg MgSO4，400mg PSA，400mg C18 ,15 mL,50/盒			
植物油			60105-335-B	6g MgSO4, 1.5g 醋酸钠，50/盒			
			60105-370-B	50mL 陶瓷均质子，100/包			
			60105-225-B	1200mg MgSO4，400mg PSA，400mg C18 ,15 mL,50/盒			
油料作物和坚果	有机磷	GB 23200.116-2019 NEW 植物源性食品中90种有机磷类农药及其代谢物残留量的测定 气相色谱法	60105-227-B	900mg MgSO4, 150mg PSA，150mg C18，15 mL,50/盒	26089-2980； 26099-3360	TG-17MS 30m x 0.53mm x 1µm TG-1MS 30m x 0.53mm x 1.50µm	2020.2.15实施
茶叶和调味料			60108-509-B	GCB/NH2，500mg/500mg/6mL，30/包			
植物油			60105-335-B	6g MgSO4, 1.5g 醋酸钠，50/盒			
			60105-370-B	50mL 陶瓷均质子，100/包			
蜂蜜		GB 23200.97-2016 蜂蜜中5 种有机磷农药残留量的测定 气相色谱法	NA	NA	26090-1420	TG-1701MS 30m x 0.25mm x 0.25µm	
动物源性食品		GB 23200.91-2016 动物源性食品中9 种有机磷农药残留量的测定 气相色谱法	NA	NA	26089-2980	TG-17MS 30m x 0.53mm x 1µm	

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
乳及乳制品	有机氯	GB 23200.86-2016 乳及乳制品中多种有机氯农药残留量的测定 气相色谱-质谱/质谱法	60108-431-P	HyperSep Florisil , 1g/6mL 30/包	260C142P	TR-35MS 30m x 0.25mm , 0.25μm	TR-35MS为标准中用柱
水果，蔬菜	有机氯和拟除虫菊酯类	GB/T 5009.146-2008 植物性食品中有机氯和拟除虫菊酯类农药多种残留量的测定	60106-402	HYPERCARB 500mg/6mL, 20Pk	26096-1420	TG-5SILMS 30m x 0.25mm x 0.25μm	
猪牛羊等动物	拟除虫菊酯类	SN/T 4813-2017 进出口食用动物拟除虫菊酯类残留量测定方法 气相色谱-质谱/质谱法	60105-404-B; 60105-401-B; 60105-402-B	无水硫酸镁; PSA; C18	26096-1420	TG-5SILMS 30m x 0.25mm x 0.25μm	
大米，糙米，大麦，小麦，玉米	烯啶虫胺、呋虫胺等20种农药	GB 23200.37-2016 食品中烯啶虫胺、呋虫胺等20种农药 残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	60105-209	6mLGCB/PSA SPE,500mg/500mg，30/包	059144	Acclaim C18 2.1*150mm,5um	
植物源性食品	百草枯，敌草枯	SN/T 0293-2014 出口植物源性食品中百草枯和敌草快残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	60107-420	PEP WCX 60mg 3mL，50/Pack	083242	Acclaim Trinity Q1 2.1 x 50 mm 3 um	可参考赛默飞应用CCS-HJ-023 Q1可以在不使用离子对试剂的流动相里对敌草快和百草枯实现保留和基线分离。且峰形较以往方法有明显改善
大豆，玉米	噻唑类杀菌剂	SN/T 3699-2013 出口植物源食品中4种噻唑类杀菌剂残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	60108-305-P	HYPERSEP C18 500MG/6ML PK/30	059129	Acclaim C18 2.1 x 100 mm 3 um	
西瓜，葡萄，菜心，小麦，茶叶，洋葱			60108-509-B	GCB/NH2，500mg/500mg/6mL，30/包			
水产品	氟乐灵	GB 31660.3-2019 *NEW* 水产品中氟乐灵残留量的测定 气相色谱法	60180-431-P	HyperSep Florisil , 1g/6mL 30/包	26096-1420	TG-5SILMS 30m x 0.25mm x 0.25μm	2020.4.1实施

兽药及违禁药物

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
动物源性食品	多兽残	T/FDSA 007-2019 *NEW* 动物源性食品中多兽药残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60107-203	HyperSep Retain PEP 60mg 3mL， 50/包	VDX-102130; 17626-102130	Accucore VDX 2.1×100mm，2.6μm; Accucore RP-MS 2.1×100mm，2.6μm	可参考赛默飞应用CCS-SP-065赛默飞兽药多残留筛查整体解决方案，专门针对动物源食品中常见兽药残留快速筛查和确证的SPE-LC-MS/MS方法，VDX兽残检测专用柱 2020.1.3实施
食用动物及动物饲料	伊维菌素	SN/T 5121-2019 *NEW* 进出口食用动物、饲料中伊维菌素残留测定 液相色谱-质谱/质谱法	NA	NA	17126-104630	Accucore C18 100x4.6mm 2.6μm	2020.3.1实施
食用动物（猪，牛，羊）	新霉素	SN/T 5119-2019 *NEW* 进出口食用动物中新霉素药物残留测定 酶联免疫吸附法和液相色谱-质谱/质谱法	60108-305-P	HyperSep C18 , 500mg/6mL 30/包	97505-052130	Syncronis HILIC 50x2.1x5um	2020.3.1实施
食用动物、饲料	链霉素、二氢链霉素	SN/T 5117-2019 *NEW* 进出口食用动物、饲料 链霉素类（链霉素、二氢链霉素）药物残留测定 液相色谱-质谱/质谱法	60107-203	HyperSep Retain PEP 60mg 3mL， 50/包	25103-152130	Hypersil GOLD Silica 150x2.1mm 3um	2020.3.1实施
奶粉和牛奶	链霉素，双氢链霉素，卡那霉素	GB/T 22969-2008 奶粉和牛奶中链霉素，双氢链霉素和卡那霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60108-423	HyperSep SCX 500mg, 3mL，50/包	059130	Acclaim C18 2.1 x 150 mm 3 um	
			60108-204	HyperSep WCX 500mg, 3mL，50/包			
食用动物、饲料	卡巴氧	SN/T 5115-2019 *NEW* 进出口食用动物、饲料中卡巴氧测定 液相色谱-质谱/质谱法	60107-405	HyperSep Retain-AX 500mg 3mL，50/包	28026-102130	ACCUCORE POLAR PREMIUM,2.6UM 100X2.1MM	2020.3.1实施
食用动物、饲料	氟苯尼考	SN/T 5114-2019 *NEW* 进出口食用动物、饲料氟苯尼考（氟甲砜霉素）测定液相色谱-质谱/质谱法	NA	NA	25002-102130-V	Hypersil GOLD VANQUISH， 1.9um 100 x 2.1mm	2020.3.1实施

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
食用动物、饲料	硝基呋喃	SN/T 5113-2019 *NEW* 进出口食用动物、饲料中呋喃测定 液相色谱-质谱/质谱法和液相色谱法			25002-102130-V	Hypersil GOLD VANQUISH，1.9um 100 x 2.1mm	2020.3.1实施 可参考赛默飞应用CCS-SP-034 Retain PEP前处理小柱对于4种硝基呋喃类药物可实现0.05ppb的LOQ，回收率在79-110%之间，RSD在3-22%之间。
猪肉，牛肉，鸡肉，猪肝和水产品		GB/T 20752-2006 猪肉、牛肉、鸡肉、猪肝和水产品中硝基呋喃类代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60107-203	HyperSep Retain PEP 60mg 3mL, 50/包	25003-152130	Hypersil GOLD C18，3um 150 x 2.1mm	
食用动物、饲料	吡喹酮	SN/T 5111-2019 *NEW* 进出口食用动物、饲料吡喹酮药物残留测定 液相色谱-质谱/质谱法	60107-206	HyperSep Retain PEP 500mg 6mL, 30/包	25005-152130	Hypersil GOLD C18, 150x2.1mm, 5um	2020.3.1实施
动物源性食品 动物肌肉，水产牛奶等	四环素	GB/T 21317-2007 动物源性食品中四环素类兽药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法与高效液相色谱法	60107-203	HyperSep Retain PEP 60mg 3mL 固相萃取小柱 50/包	17126-102130	Accucore C18 100×2.1mm, 2.6μm	
动物源性食品	喹诺酮	GB/T 21312-2007 动物源性食品中14种喹诺酮药物残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	60107-412	Retain AX 200mg 6ml	25003-102130	Hypersil GOLD C18，3um, 100 x 2.1mm	可参考赛默飞应用CCS-SP-007 14种不同基质来源的喹诺酮类药物提取回收率均可达到60-110%之间。
动物性食品	磺胺类	GB 29694-2013 动物性食品中13种磺胺类药物多残留的测定 高效液相色谱法	60107-303	Retain CX 60mg 3ml	25005-254630	Hypersil GOLD C18，5um , 250 x ,4.6mm	可参考赛默飞应用CCS-SP-005 17种磺胺类抗生素，在猪肉、鱼肉和蛋中，定量限为2ppb。提取回收率在50-114%之间。
动物源性食品	氯霉素	GB/T 22338-2008 动物源性食品中氯霉素类药物残留量测定	60108-431-P	Florisil 1000mg/6mL ,30Pk	26096-1420	TG-5SILMS 30m x 0.25mm x 0.25μm	
			TS-38831	BSTFA + 1%TMCS,10×1ml，安瓿瓶			
蜂蜜		SN/T 2063-2008 进出口蜂王浆中氯霉素残留量的检测方法 液相色谱串联质谱法	60107-206	HyperSep Retain PEP 500mg 6mL, 50/包	25205-154630	Hypersil GOLD C8，5um , 150 x ,4.6mm	可参考赛默飞应用CCS-SP-030 蜂蜜和蜂皇浆中氯霉素的LOQ为0.1ppb，回收率在93-99%之间
动物源性食品	β-受体激动剂	GB/T 22286-2008 动物源性食品中多种β-受体激动剂残留量的测定 液相色谱串联质谱法	60107-304	HyperSep Retain CX 200mg 3mL, 50/包	25005-152130	Hypersil GOLD C18，5um 150 x 2.1mm	可参考赛默飞应用CCS-SP-001 西马特罗，特布他林的LOQ为0.5ppb，其他的为0.1ppb。提取回收率均可达75-120%
	α-受体激动剂 （替扎尼定、赛拉嗪溴莫尼定、安普乐定和可乐定）	GB 31660.6-2019 *NEW* 动物性食品中5种α2-受体激动剂残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60107-303	HyperSep Retain CX 60mg 3mL, 50/包	25002-103030	100x3mm 1.9um Hypersil GOLD	2020.4.1实施
动物源性食品	利巴韦林	SN/T 4519-2016 出口动物源食品中利巴韦林残留量的测定 液相色谱-质谱/质谱法	60106-301	HyperSep Hypercarb, 200mg/3mL, 30/包	35005-102130	Hypercarb 2.1*100mm, 5μm	可参考赛默飞应用CCS-SP-037 Hypercarb无需衍生和离子对试剂即可对利巴韦林实现较好的保留和分离
鸡肉	金刚烷胺	DB37/T 2833-2016 鸡肉中金刚烷胺残留量的测定 液相色谱一串联质谱法	60107-303	HyperSep Retain-CX 60mg 3mL，50/包	25002-102130	Hypersil GOLD C18，1.9um 100 x 2.1mm	
动物性食品		GB 31660.5-2019 *NEW* 动物性食品中金刚烷胺残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60105-401-B	PSA，100g，1瓶	25003-152130	Hypersil GOLD C18，3um 150 x 2.1mm	2020.4.1实施
动物源性食品 （猪肉，猪脊）	糖皮质激素	SN/T 2222-2008 进出口动物源性食品中糖皮质激素类兽药残留量检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	60108-304-P 60108-315	HyperSep C18 , 500mg/3mL, 50/包 HYPERSEP SI500 MG / 3 ML，50/包	25205-154630 25005-152130	Hypersil GOLD C8，5um , 150 x 4.6mm Hypersil GOLD，5um，150x2.1mm	
动物源性食品	50种激素	GB/T 21981-2008 动物源食品中激素多残留检测方法 液相色谱-质谱/质谱法	60108-509-B	GCB/NH2，500mg/500mg/6mL，30/包	17126-102130	Accucore C18 2.6μm 2.1×100mm	
动物可食性组织，牛奶	庆大霉素	农业部1163号公告-7-2009 动物性食品中庆大霉素残留检测 高效液相色谱法	60108-303-P	HyperSep C18 , 200mg/3mL, 50/包	35005-102130	Hypercarb 2.1*100mm, 5μm	可参考赛默飞应用CCS-SP-165 无需衍生和离子对试剂即可对4种庆大霉素实现保留和分离，检出限可做到200ppt，定量限可做到500ppt

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
蜂蜜	甲硝唑	GB/T 20744-2006 蜂蜜中甲硝唑、洛硝哒唑、二甲硝咪唑残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60108-204	HyperSep Carboxcylic Acid (WCX) 500mg, 3mL，50/包	25303-152130	Hypersil GOLD aQ，3um , 150 x 2.1mm	
蜂王浆，蜂王浆冻干粉	林可霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、螺旋霉素、克林霉素、吉他霉素、交沙霉素	GB/T 22946-2008 蜂王浆和蜂王浆冻干粉中林可霉素、红霉素、替米考星、泰乐菌素、螺旋霉素、克林霉素、吉他霉素、交沙霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60107-206	HyperSep Retain PEP 500mg 6mL , 30/包	25303-152130	Hypersil GOLD aQ，3um , 150 x 2.1mm	
水产品	红霉素	GB 29684-2013 水产品中红霉素残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60107-212	HyperSep Retain PEP 200mg 6mL , 30/包	25002-152130	Hypersil GOLD C18，1.9um 150 x 2.1mm	
	9种大环内酯类	GB 31660.1-2019 *NEW* 水产品中大环内酯类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60106-429	2g/6mL 中性氧化铝	25005-152130	Hypersil GOLD C18，5um 150 x 2.1mm	2020.4.1实施
动物性食品	醋酸甲地孕酮和醋酸甲羟孕酮	GB 31660.4-2019 *NEW* 动物性食品中醋酸甲地孕酮和醋酸甲羟孕酮残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60107-303	HyperSep Retain-CX 60mg 3mL，50/包	25002-052130	Hypersil GOLD C18，1.9um 50 x 2.1mm	2020.4.1实施
猪肌肉，肝脏，肾脏及尿液	赛庚啶及可乐定	GB 31660.7-2019 *NEW* 猪组织和尿液中赛庚啶及可乐定残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	60105-402-B	C18，100g，1瓶	25002-102130	Hypersil GOLD C18色谱柱，1.9um 100x 2.1mm	2020.4.1实施
			60107-303	HyperSep Retain-CX 60mg 3mL，50/包			
牛可食性组织，牛奶	氮氨菲啶	GB 31660.8-2019 *NEW* 牛可食性组织及牛奶中氮氨菲啶残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	NA	NA	25002-102130	Hypersil GOLD C18，1.9um 100x 2.1mm	2020.4.1实施
家禽肌肉，肝脏，肾脏组织	乙氧酰胺苯甲酯	GB 31660.9-2019 *NEW* 家禽可食性组织中乙氧酰胺苯甲酯残留量的测定 高效液相色谱法	60180-403	HyperSep Florisil, 100mg/1mL ，100/包	25005-254630	Hypersil GOLD C18色谱柱，5um 250 x 4.6mm	2020.4.1实施

生物毒素

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
食品	黄曲霉毒素B1，B2，G1，G2	GB 5009.22-2016 食品中黄曲霉毒素B族和G族的测定	60105-103-B	黄曲霉毒素总量检测柱，3mL，20/包	25302-102130	Hypersil GOLD aQ 1.9um 100 x 2.1mm	更多选择请参考： CCS-SP-137-粮食中16种真菌毒素的分离 CCS-SP-177-AN_19024_CCS_食品_QuEChERS样品前处理结合LC-MS/MS测定粮谷中的12种真菌毒素
					97105-059148	Acclaim C18 5µm 4.6×150mm	
液态奶及奶制品，特殊膳食食品	黄曲霉毒素M	GB 5009.24-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素M族的测定	60105-102-B	黄曲霉毒素M1检测柱，3mL，20/包	25302-102130	Hypersil GOLD aQ 1.9um 100 x 2.1mm	
主要谷物小麦，玉米，稻谷等	16种真菌毒素	LS/T 6133-2018 粮油检验 主要谷物中16种真菌毒素的测定 液相色谱-串联质谱法	60105-332-B	4g MgSO4,1g NaCl，50/包	17326-102130	Accucore aQ 100x2.1mm 2.6um	
			60105-204-B	150mg MgSO4, 50mg PSA，50mg C18 ,2 mL，100/盒			
食品谷物，油料及制品	赭曲霉毒素A	GB 5009.96-2016 食品中赭曲霉毒素A的测定	60105-105-B	赭曲霉毒素免疫亲和柱，3mL，20/包	059148	Acclaim C18 5um,150mm× 4.6mm	可参考赛默飞应用CCS-ZY-292考察了不同基质样品中赭曲霉毒素A的分析。重现性好，具较宽的线性范围，较低的检出限。
玉米及其制品	伏马毒素	GB 5009.240-2016 食品中伏马毒素的测定			25005-254630	Hypersil GOLD C18，5um 250 x 4.6mm	
			60108-521	HyperSep SAX , 500mg/3mL 50/包	25002-102130	Hypersil GOLD C18，1.9um 100 x 2.1mm	
食品	玉米赤霉烯酮	GB 5009.209-2016 食品中玉米赤霉烯酮的测定	60105-106-B	玉米赤霉烯酮免疫亲和柱 3mL, 20/包	74104-154630	Accucore C18，4um 150 x 4.6mm	
粮食及粮食制品,酒类,酱油、醋、酱及酱制品	T-2毒素	GB 5009.118-2016 食品中T-2毒素的测定	60105-107-B	T-2毒素检测柱，3mL，20/包	25005-154630	Hypersil GOLD C18，5um 150 x 4.6mm	
食品	展青霉素	GB 5009.185-2016 食品中展青霉素的测定	60108-304-P	HyperSep C18 样品制备柱, 500mg/3mL 50/包	25005-254630	ypersil GOLD C18, 5µm 250×4.6mm	
水产品	河豚毒素	GB 5009.206-2016 水产品中河豚毒素的测定			16726-102130	ACCUCORE 150-AMIDE-HILIC, 2.6UM 100X2.1MM	

食品接触材料污染

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
塑料制品	多溴联苯和多溴二苯醚	GB/T 37639-2019 NEW 塑料制品中多溴联苯和多溴二苯醚的测定 气相色谱-质谱法	60108-710	HyperSep Silica，2g/15mL， 20/包	26061-0350	TG-PBDE, 15M x 0.25MM x 0.10UM	赛默飞专用柱TG-PBDE 2020.1.1实施
		GB/T 37638-2019 NEW 塑料制品中多溴联苯和多溴二苯醚的测定 高效液相色谱法	60108-710	HyperSep Silica，2g/15mL， 20/包	059149	Acclaim 120 C18 5um 4.6 x 250mm	2020.1.1实施
出口食品接触材料 高分子材料	芳香胺	SN/T 3045-2011 出口食品接触材料 高分子材料 有害芳香胺迁移量的检测方法 高效液相色谱法	60107-206	HyperSep Retain PEP 500mg 6mL，30/包	26096-1430	TG-5SILMS 30m x 0.32mm×0.25µm	
					063199	Acclaim PAII 5um,4.6×250mm	
纸和纸板	矿物油	SN/T 4895-2017 食品接触材料 纸和纸板 食品模拟物中矿物油的测定 气相色谱法			26098-1420	TG-5MS 30m x 0.25mm x 0.25µm	参考: 19年国家食品污染物和有害因素风险监测
食品包装材料	全氟辛烷磺酸和全氟辛酸	GB 31604.35-2016 食品接触材料及制品 全氟辛烷磺酸（PFOS）和全氟辛酸（PFOA）的测定			25303-152130	Hypersil GOLD aQ 150x2.1mm 3um	
食品接触材料及制品	邻苯二甲酸酯	GB 31604.30-2016 食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯的测定和迁移量的测定	NA	NA	26098-1420	TG-5MS 30m x 0.25mm x 0.25µm	
食品接触材料及制品(聚氯乙烯、聚碳酸酯、环氧树脂及其成型品)	双酚A	GB 31604.10-2016 食品接触材料及制品 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚A）迁移量的测定	NA	NA	25005-154630	Hypersil GOLD C18 150x4.6mm 5um	

营养素

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
饲料	维生素B2	GB/T 14701-2019 NEW 饲料中维生素B2的测定	NA	NA	25305-254630	Hypersil GOLD aQ 250x4.6mm 5um	2020.1.1实施
食品	维生素B2	GB 5009.85-2016 食品中维生素B2的测定	NA	NA	25305-154630	Hypersil GOLD aQ 150x4.6mm 5um	
	维生素B1	GB 5009.84-2016 食品中维生素B1的测定	NA	NA	25005-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um	
	维生素B6	GB 5009.154-2016 食品中维生素B6的测定	NA	NA	25005-154630	Hypersil GOLD C18 150x4.6mm 5um	
	维生素K1	GB 5009.158-2016 食品中维生素K1的测定	60106-429	2g/6mL 中性氧化铝	25005-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um	
食品	烟酸，烟酰胺	GB 5009.89-2016 食品中烟酸和烟酰胺的测定	NA	NA	25005-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um	
婴幼儿配方食品，乳粉，乳品，豆浆，含乳饮料等	牛磺酸	GB 5009.169-2016 食品中牛磺酸的测定	NA	NA	25005-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um	丹磺酰氯柱前衍生法
食品，配方食品	维生素ADE	GB 5009.82-2016 食品中维生素A、D、E的测定			303056	Acclaim 120 C30 3um, 4.6 x 250mm	可参考赛默飞应用: CCS-SP-163-在线二维液相色谱法快速同时测定婴幼儿配方奶粉中维生素 A，D 和 4 种VE 异构体的含量 Accucore PFP 2.6UM*3.0*150MM, Acclaim C30 5*4.6*250
					16726-104630	ACCUCORE 150-AMIDE-HILIC, 2.6UM 100X4.6MM	
			60108-411	HyperSep Silica 固相萃取小柱, 500mg/6mL 30/包（第三法使用）	25002-102130	Hypersil GOLD C18 1.9µm, 2.1×100mm	
					97005-254630	Syncronis Silica 250x4.6x5um	
					25005-254630	Hypersil GOLD C18 5µm, 4.6×250mm	

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
蜂胶	咖啡酸、p-香豆酸、阿魏酸、短叶松 素、松属素、短叶松素3-乙酸酯、白杨素 和高良姜素	GH/T 1280-2019 NEW 蜂胶中咖啡酸、p-香豆酸、阿魏酸、短叶松 素、松属素、短叶松素3-乙酸酯、白杨素 和高良姜素含量的测定 反相高效液相色谱	NA	NA	25005-154630	Hypersil GOLD C18 150x4.6mm 5um	2020.3.1实施
食品 (果汁，饮料，糖果，饼干，糕点，果冻，罐头，面制品和烘焙食品馅料)	有机酸	GB 5009.157-2016 食品有机酸的测定	60108-434	HyperSep SAX，1g/6mL 30/包	062902	ACCLAIM OA 5μm 4X250mm	
食品	胡萝卜素	GB 5009.83-2016 食品中胡萝卜素的测定	NA	NA	075719	Acclaim C30 3um*4.6*150mm	α和β胡萝卜素，分离度可以达到2.4
	α-胡萝卜素 β-胡萝卜素 γ-胡萝卜素 番茄红素	/			27826-152130	Accucore C30 2.6μm, 2.1×150mm	4种类胡萝卜素异构体可以达到理想的分离效果 0.6mL/min 的流速下，α和β胡萝卜的分离度可以达到1.7,分离时间不超过8min,柱压不超过400bar； 0.4mL/min 的流速下，α和β胡萝卜的分离度可以达到2.12,分离时间不超过12min,柱压不超过300bar
婴幼儿食品，乳品	核苷酸	GB 5413.40-2016 婴幼儿食品和乳品中核苷酸的测定	NA	NA	059149	Acclaim C18 5um, 4.6×250mm	Acclaim C30可以提供更好的分离度，参考CCS-SP-038
食品 （谷物，乳制品，果蔬制品，蜂蜜，糖浆，饮料等）	果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖	GB 5009.8-2016 食品中果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖、乳糖的测定	NA	NA	30705-254630	Hypersil APS-2 250x4.6mm 5um	
食品 （口香糖，饼干，糕点，面包，饮料）	木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇	GB 5009.279-2016 食品中木糖醇、山梨醇、麦芽糖醇、赤藓糖醇的测定	NA	NA	25705-254630	Hypersil GOLD Amino, 5um×4.6×250mm	
食品 （以淀粉，淀粉糖或蔗糖为原料）	D-甘露糖醇	GB 1886.177-2016 食品添加剂 D-甘露糖醇	NA	NA	69108-307780	HyperREZ XP Carbohydrate Ca 2+ 7.7*300 mm 8μm	
食品	脂肪酸	GB 5009.168-2016 食品中脂肪酸的测定	NA	NA	260M238P	TR-FAME 100m×0.25mm, 0.20μm	26054-5920 TG-FAME 50m×0.25mm×0.2μm可获得快速方法
食品 （动植物油脂，氢化植物油，精炼植物油脂和煎炸油）	反式脂肪酸	GB 5009.257-2016 食品中反式脂肪酸的测定	NA	NA	260M238P	TR-FAME 100m×0.25mm, 0.20μm	
食品	叶黄素	GB 5009.248-2016 食品中叶黄素的测定	60108-604-B	中性氧化铝，500mg/3mL,50/包	075718	Acclaim C30 5um*4.6*250mm	可参考CCS-KH-LC-047

添加剂

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
食用动物、饲料	三聚氰胺	SN/T 5118-2019 NEW 进出口食用动物、饲料中三聚氰胺残留测定液相色谱-质谱/质谱法	60107-303	HyperSep Retain-CX 60mg 3mL， 50/包	97305-102130	Syncronis aQ 100x2.1x5um	2020.3.1实施
原料乳，乳制品		GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法	60107-303	HyperSep Retain-CX 60mg 3mL， 50/包	97505-102130	Syncronis HILIC，5μm，100×2.1mm	

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
食用动物、饲料	孔雀石绿、结晶紫	SN/T 5116-2019 NEW 进出口食用动物、饲料孔雀石绿、结晶紫测定 液相色谱-质谱/质谱法	60108-801-B	碱性氧化铝,1g/6mL,30/包	25002-054630	Hypersil GOLD C18 50x4.6mm 1.9um	饲料需配60108-801-B和60107-303，其他样品，需配60108-801-B 2020.3.1实施
			60107-303	HyperSep Retain-CX 60mg 3mL， 50/包			
饲料	苏丹红	NY/T 3320-2018 饲料中苏丹红等8种脂溶性色素的测定 液相色谱-串联质谱法	60105-401-B	PSA，100g，1瓶	068982	Acclaim C18 100×2.1mm, 2.2μm	
食品		GB/T 19681-2005 食品中苏丹红染料的检测方法 高效液相色谱法	60108-605-B	中性氧化铝, 500mg/6mL, 30/包	059133	Acclaim C18 150×4.6mm, 3μm	
盐渍辣椒，方便面，大酱，牛奶，橙汁，糕点，酱油，果酒	多种防腐剂	SN/T 3545-2013 出口食品中多种防腐剂的测定方法	60105-404-B	无水硫酸镁，1kg，1瓶	260N143P	TR-FFAP 30m, 0.32mm ID, 0.25um Film	
食品	苯甲酸、山梨酸和糖精钠	GB 5009.28-2016 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定			25005-254630 100001-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um Umisil(3) C18 250×4.6mm 5um	乙酸铵流动相配制：3.08g乙酸铵溶于2L水，加200ul纯乙酸
食品	脱氢乙酸	GB 5009.121-2016 食品中脱氢乙酸的测定			25005-254630 26087-1420	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um TG-WAXMS A 30m x 0.25mm x 0.25μm	脱氢乙酸峰型对称，拖尾因子1.02
	防腐剂	快速方案			17126-154630	Accucore C18 2.6μm 4.6×250mm	一针7分钟
食品 饮料、配制酒、硬糖、蜜饯、淀粉软糖、巧克力豆及着色糖衣制品	合成着色剂	GB 5009.35-2016 食品中合成着色剂的测定	60108-114-B 60108-115-B	PA聚酰胺， 500mg/3mL，50/包 PA聚酰胺， 500mg/6mL，30/包	17326-154630	Accucore aQ，2.6μm，150x 4.6mm	
	合成着色剂	快速方案	60107-211	HyperSep Retain PEP 150mg 6mL， 30/包	17626-104630	Accocure RP-MS 2.6μm 4.6×100mm	通过净化策略前处理方法，更快速简单，茶叶回收率80%以上；分析时间缩短50%，可分离10种色素
风味食品	红曲红素，红曲素，红曲红胺	GB 5009.150-2016 食品安全国家标准 食品中红曲色素的测定	60107-212	HyperSep Retain PEP 200mg 6mL， 30/包	25005-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um	
食品	抗氧化剂	GB 5009.32-2016 食品中9种抗氧化剂的测定	60108-701	HyperSep C18， 2g/15mL， 20/包	059149	Acclaim C18 250×4.6mm, 5μm	可参考赛默飞应用CCS-SP-070 符合AOAC 983.15要求，9种抗氧化剂基线分离
出口食品		SN/T 3849-2014 出口食品中多种抗氧化剂的测定	60108-303-P	HyperSep C18， 200mg/3mL， 50/包	059149	Acclaim C18 250×4.6mm, 5μm	
进出口食品（水，牛奶，水果，奶粉，谷物，水产品，动物组织）	高氯酸盐	SN/T 4089-2015 进出口食品中高氯酸盐的测定	60108-303-P	HyperSep C18， 200mg/3mL， 50/包	075565 071389	Acclaim Trinity P1， 50mm×2.1mm，3μm（茶叶） 100mm×2.1mm，3μm（配方奶粉）	Trinity P1 - 氯酸盐高氯酸盐，分离效果好,峰型佳
食品	16种邻苯二甲酸酯	GB 5009.271-2016 食品中邻苯二甲酸酯的测定	60105-341	QuEChERS 6g MgSO4, 1.5g CH3CHOONa, 50个/包	26098-1420	TG-5MS 30m x 0.25mm x 0.25μm	可参考赛默飞应用CCS-SP-020 QuEChERS作为塑化剂分析的前处理方法，对于不同形态的不同基质样品均有较高的回收率。结合核壳柱的LC-MS方法可对22种塑化剂实现较好的保留和分离。
			60105-204-B	150mg MgSO4, 50mg PSA，50mg C18，2 mL，100/盒	17126-102130	Accucore RP-MS， 2.6m，100mm×2.1mm	

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
肉及肉制品，水产动物及制品	亚硝胺	GB 5009.26-2016 食品中N-亚硝胺类化合物的测定	60105-332-B	4g $MgSO_4$,1g NaCl，50/包	26088-1420	TG-WAXMS 30m x 0.25mm x 0.25μm	可参考赛默飞应用CCS-SP-210，9.5min完成样品分析，无杂质干扰，峰形佳，所得化合物的标准曲线线性、回收率均符合检测要求，可准确、灵敏、快速定量
			60108-431-P	HyperSep Florisil，1g/6mL 30/包			
食品	甜蜜素（环己基氨基磺酸钠）	GB 5009.97-2016 食品中环己基氨基磺酸钠的测定	NA	NA	26098-2980	TG-5MS 30m x 0.53mm x 1μm	
					25005-154030	Hypersil GOLD C18 150x4mm 5um	
					25002-102130	Hypersil GOLD C18 100x2.1mm 1.9um	

其他

样品基质	检测项目	国标号	对应产品				备注
食用动物、饲料	丙二醇	SN/T 5112-2019 NEW 进出口食用动物、饲料丙二醇含量测定 气相色谱法和气相色谱-质谱法			26088-1420	TG-WAXMS 30m x 0.25mm x 0.25μm	2020.3.1实施
食品	苯并(a)芘	GB 5009.27-2016 食品中苯并（a）芘的测定			25005-254630	Hypersil GOLD C18 250x4.6mm 5um	
出口食品（甘蓝，苹果，番茄，柑橘，玉米，大豆，大米，花生油，鸡肉，蜂蜜）	烯效唑类植物生长调节剂	SN/T 3935-2014 出口食品中烯效唑类植物生长调节剂残留量的测定 气相色谱-质谱法	60108-509-B	GCB/NH_2，500mg/500mg/6mL，30/包	26090-1420	TG-1701MS 30m x 0.25mm x 0.25μm	
水产品	辛基酚、壬基酚、双酚A、已烯雌酚、雌酮、17α-乙炔雌二醇、17β-雌二醇、雌三醇	GB 31660.2-2019 NEW 水产品中辛基酚、壬基酚、双酚A、已烯雌酚、雌酮、17α-乙炔雌二醇、17β-雌二醇、雌三醇残留量的测定 气相色谱-质谱法	60107-203	HyperSep Retain PEP 60mg 3mL,50/包	26098-1420	TG-5MS 30m x 0.25mm x 0.25μm	2020.4.1实施

食品国标配置方案

样品前处理选择指南

工具 1——干扰物去除选择指南

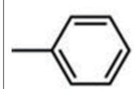
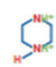
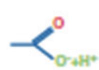
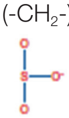
样品前处理 / 干扰物	选择性弱	→			选择性强
干扰物	**过滤**	**蛋白质沉淀 + 过滤**	**SLE**	**QuEChERS**	**SPE**
颗粒物质	++	++	++	++	++
蛋白质		++	++	++	++
低聚表面活性剂		++		+	++
脂质		+	+	++	++
盐			++	+	++
色素			+	+	++
极性有机酸			++	++	++

++ 去除效果好；+ 部分去除

工具 2——应用指南

行业	应用	技术	产品
食品和饮料	农药	过滤	Titan3/Target2 过滤器 + 全塑料注射器
		QuEChERS	HyperSep QuEChERS 净化产品
	兽药	SPE	HyperSep Retain PEP HyperSep SPE
	食品添加剂	SPE	HyperSep Retain SPE HyperSep SPE
	毒素	SPE	HyperSep 免疫亲和柱
		QuEChERS	HyperSep QuEChERS 净化产品
	有机污染物	SPE	HyperSep SPE
环境监测	半挥发性化合物	SPE	HyperSep SPE
	油类和脂类	SPE	HyperSep SPE
		除水	HyperSep SPE
	新型污染物	SPE	HyperSep SPE
		SLE	HyperSep SLE
	纺织品分析	SLE	HyperSep SLE
临床研究和法医学	生物样本分析	过滤	Titan3/Target2 过滤器 + 全塑料注射器
		蛋白质沉淀后过滤	HyperSep 蛋白质沉淀板
		SPE	SOLA/SOLAμ
			HyperSep Retain SPE
		SLE	HyperSep SLE
制药（DMPK）	生物样本分析	SPE	SOLA/SOLAμ
			HyperSep Retain SPE
		微型 SPE	HyperSep 微型 SPE 孔板和吸头
		蛋白质沉淀过滤	HyperSep 蛋白质沉淀版
		SLE	HyperSep SLE
制药（中药）	农药	QuEChERS	HyperSep QuEChERS 净化产品
		SPE	HyperSep Retain PEP
			HyperSep SPE
	毒素	SPE	HyperSep 免疫亲和柱
		QuEChERS	HyperSep QuEChERS 净化产品
生物技术	蛋白质 / 多肽纯化	裂解物过滤	Titan3/Target2 过滤器 + 全塑料注射器
		SPE	SOLAμ HRP
		微型 SPE	HyperSep 微型 SPE 孔板和吸头

工具 3——典型固定相及使用条件

分离机理	典型固定相	结构	分析物类型	上样溶剂	洗脱溶剂
正相（吸附）	硅胶，氧化铝，Florisil	-SiOH, Al_2O_3, Mg_2SiO_3	弱极性到中等极性	溶剂强度较小，如己烷	溶剂强度较大，如甲醇，乙醇
正相（极性键合相）	Cyano 氰基，氨基，二醇基 Diol	-CN, $-NH_2$, -CH(OH)-CH(OH)-	中等极性到强极性	溶剂强度较小，如己烷	溶剂强度较大，如甲醇，乙醇
反相（非极键合相—强疏水性）	C18，C8，PS-DVB	$(-CH_2-)_{17}CH_3$, $(-CH_2-)_7CH_3$, PS-DVB	疏水性（强非极性）	高极性，如水，甲醇 / 水，乙腈 / 水	中等极性，如甲醇，乙腈
反相（非极键合相—中等疏水性）	苯基		中等非极性	高极性，如水，甲醇 / 水，乙腈 / 水	中等极性，如甲醇，乙腈
反相（非极键合相—弱疏水性）	Hypercarb	石墨化碳	极性	水或样品溶液	溶剂强度较大，如乙酸乙酯或 DCM。可在洗脱剂中加入 0.1%TFA 增强对极性分析物的洗脱能力。
聚合物型反相（疏水 - 亲水平衡）	PA 聚酰胺，Retain PEP，SOLA HRP	极性修饰的苯乙烯 - 二乙烯基苯	酸性，碱性，中性	水或缓冲液	中等极性，如甲醇，乙腈
阴离子交换（弱）	氨基，HyperSep WAX，SOLA WAX	$-NH_2$, $(-CH_2-)_3NH_2$, 	离子型（可离子化），酸性	水或缓冲溶液（pH=pKa-2）	A. 缓冲液（pH=pKa+2） B. 吸附剂或分析物为中性时的 pH 值 C. 高离子强度缓冲液
阴离子交换（强）	季胺，HyperSep SAX，Retain AX，SOLA SAX	$(-CH_2-)_3NH_2$, 	离子型（可离子化），酸性	水或缓冲溶液（pH=pKa+2）	A. 缓冲液（pH=pKa-2） B. 吸附剂或分析物为中性时的 pH 值 C. 高离子强度缓冲液
阳离子交换（弱）	羧酸，HyperSep WCX，SOLA WCX	$(-CH_2-)_3COOH$, 	离子型（可离子化），碱性	水或缓冲溶液（pH=pKa+2）	A. 缓冲液（pH=pKa-2） B. 吸附剂或分析物为中性时的 pH 值 C. 高离子强度缓冲液
阳离子交换（强）	烷基磺酸，HyperSep SCX， Retain CX，SOLA SCX	$(-CH_2-)_3SO_3H$, 	离子型（可离子化），碱性	水或缓冲溶液（pH=pKa-2）	A. 缓冲液（pH=pKa+2） B. 吸附剂或分析物为中性时的 pH 值 C. 高离子强度缓冲液

食品行业常用耗材列表

Hypersep SPE 玻璃固相萃取装置

描述	部件号	数量
真空泵，欧式插头（220 V）	60104−241	1/ 包
16 位真空固相萃取装置	60104−232	1/ 包
24 位真空固相萃取装置	60104−233	1/ 包
16 位真空固相萃取装置旋转阀门	60104−242	16/ 包
24 位真空固相萃取装置旋转阀门	60104−244	24/ 包
适用于 1 mL、3 mL 和 6 mL SPE 固相萃取柱的转换接头	60104−259	15/ 包

HyperSep SPE 正压固相萃取装置

描述	部件号	数量
正压固相萃取装置，带 13 mm 收集架	60104-236	1/ 包
正压固相萃取装置，带 16 mm 收集架	60104-274	1/ 包
转换板，用于 PP 固相萃取装置的 1 mL 小柱	60104-265	1/ 包
转换板，用于 PP 固相萃取装置的 3 mL 小柱	60104-266	1/ 包
转换板，用于 PP 固相萃取装置的 6 mL 小柱	60104-267	1/ 包
转换板，用于 PP 固相萃取装置的 10 mL/15 mL 小柱	60104-271	1/ 包
用于 13 mm 试管的收集架	60104-268	1/ 包
用于 16 mm 试管的收集架	60104-269	1/ 包
安装套件（包含空气过滤器，¼”OD 导管，¼”压力接头，一套垫片）	60104-272	1/ 包

样品瓶（9mm 2mL 样品瓶与盖垫可自由搭配）

描述	样品瓶部件号	盖垫部件号	套装部件号	数量
SureStop 9mm 2mL 螺口样品瓶套装，带书写标签；红色 PTFE/ 白色硅胶垫	C5000-1W（透明） C5000-2W（棕色）	C5000-54B	C5000-592W	100/ 包
GOLD Grade 高惰 9mm 2mL 螺口样品瓶，带书写标签；	2-SVWGK			100/ 包
National 9mm 2mL 聚丙烯透明螺口样品瓶带 350μL 内插管；蓝色 PTFE/ 白色硅胶垫，预开口	C4000-11	C5000-55B		100/ 包
National 9mm 2mL 透明螺口全回收样品瓶，带 10μL 储液槽，可用体积 1.2mL；；粘合式透明 PTFE/ 透明硅胶，预开口	C4000-9TR	C5000-75C	CERT5000-993	100/ 包
National 9mm 2mL 螺口高回收样品瓶，带 30μL 储液槽，可用体积 1.3mL；粘合式红色 PTFE/ 白色硅胶	C4000-9 （透明） C4000-9A（棕色）	C5000-64B		100/ 包
National 9mm 透螺口 V 型底样品瓶，可用体积 1mL	C4000-V1			100/ 包
National 9mm 透明螺口带 350μL 内插管样品瓶	C4000-LV1W			100/ 包
National 9mm 2mL 螺口硅烷化样品瓶	C4000-S1W（透明） C4000-S2W（螺口）			100/ 包
内插管，300μL PolySpring 带弹簧	C4010-630			100/ 包

Titan3 和 Target2 过滤器

- 有优秀的耐溶剂性、专门挑选低萃取率的聚丙烯树脂，适合各类 HPLC 样品基质
- 过滤温度高达 100℃ 的溶液，可以在 125℃下灭菌 15 分钟
- Titan3 系列彩色套环设计，增强了套管强度，30 mm 产品耐压高达 120 psi
- Titan3 系列大部分 30 mm 产品均提供 1 mm 预过滤器，有利于含较大颗粒样品过滤

类型	Titan3				Target2			
	默认 100 支 / 包，标 "*" 为 200 支 / 包 ， 标 "#" 为含预过滤器							
	17 mm×0.2 μm	17 mm×0.45 μm	30 mm×0.2 μm	30 mm×0.45 μm	17 mm×0.2 μm	17 mm×0.45 μm	30 mm×0.2 μm	30 mm×0.45 μm
聚醚砜（水相）	42213-PS *	44513-PS*	42225-PS	44525-PS	F2513-17	F2513-14	F2500-17	F2502-14
尼龙（有机相）	42213-NN *	44513-NN *	42225-NN #	44525-NN #	F2513-2	F2513-1	F2500-2	F2502-1 #
PTFE（有机相）	42213-NP *	44513-NP *	42225-NP #	44525-NP #	F2513-4	F2513-3	F2500-4	F2500-3
亲水 PTFE（水相有机相通用）	42213-NPL *	44513-NPL*	42225-NPL #	44525-NPL #				
PVDF（有机相）	42213-PV *#	44513-PV *	42225-PV #	44525-PV	F2513-6	F2513-5	F2500-6	F2500-5
醋酸纤维素（水相）	42213-CA*	44513-CA*	42225-CA	44525-CA	F2513-16	F2513-15	F2500-16	F2500-15

更多规格针式过滤器，请咨询我们。

氮吹仪

产品		描述	规格	部件号
Reacti-Therm 加热模块		加热功能	单块型	TS-18822
		加热功能	三块型	TS-18824
Reacti-Therm 加热和搅拌模块		加热和搅拌功能	单块型	TS-18821
		加热和搅拌功能	三块型	TS-18823
Reacti-Vap 氮吹组件		Reacti-Therm 单块型加热模块	吹口数：9	TS-18825
		Reacti-Therm 三块型加热模块	吹口数：27	TS-18823
Reacti-Block 铝块	Reacti-Block A-1	0.3 或 1mL Reacti-vial 小反应样品瓶	13 孔 / 块	TS-18801
	Reacti-Block B-1	3-5mL 反应样品瓶	9 孔 / 块	TS-18802
	Reacti-Block M-1	27.5mL 管	6 孔 / 块	TS-18811
	Reacti-Block Q-1	10mL Reacti-vial 小反应样品瓶	8 孔 / 块	TS-18814
	Reacti-Block T-1	16mm 试管	9 孔 / 块	TS-18817
Reacti-vial 磁力搅拌子		3.0、5.0 和 10.0mL Reacti-vials 样品瓶	6/ 包	TS-16000
		0.3 或 1 mL Small Reacti-vials 样品瓶	6/ 包	TS-16010
真空水解管		5mL	1/ 包	TS-29571
Reacti-Therm 温度计		0~200℃	1/ 包	TS-18915
Reacti-Vap 氮吹组件配件		针头长度 × 规格：64mm（2.5in）×16	9/ 包	TS-18782

食品行业常用耗材列表

NOTE

赛默飞世尔科技

上 海
上海市浦东新区新金桥路27号3,6,7号楼
邮编 201206
电话 021-68654588*2570

北 京
北京市东城区北三环东路36号环球贸易中心C座7层/8层
邮编 100000
电话 010-87946888

广 州
广州国际生物岛寰宇三路36、38号合景星辉广场北塔204-206 单元
邮编 510000
电话 020-82401600

成 都
成都市临江西路1号锦江国际大厦1406 室
邮编 610041
电话 028-65545388*5300

沈 阳
沈阳市沈河区惠工街10号卓越大厦3109 室
邮编 110013
电话 024-31096388*3901

西 安
西安市高新区科技路38号林凯国际大厦1006-08单元
邮编 710075
电话 029-84500588*3801

南 京
南京市中央路201号南京国际广场南楼1103室
邮编 210000
电话 021-68654588*2901

武 汉
武汉市东湖高新技术开发区高新大道生物园路生物医药园C8栋5楼
邮编 430075
电话 027-59744988*5401

昆 明
云南省昆明市五华区三市街6号柏联广场写字楼908单元
邮编 650021
电话 0871-63118338*7001

欲了解更多信息，请扫描二维码关注我们的微信公众账号

赛默飞世尔科技在全国有共21个办事处。本资料中的信息、说明和技术指标如有变更，恕不另行通知。

赛默飞
官方微信

赛默飞
中国技术培训中心
CHina Service Training Center

热线 800 810 5118
电话 400 650 5118
www.thermofisher.com

Thermo Fisher
SCIENTIFIC