



立足标准
前瞻创新

赛默飞食品安全应用文集

ThermoFisher
SCIENTIFIC

The world leader in serving science



目 录

1. 农药残留

洋葱中的多农残检测	2
QuEChERS 前处理结合 GC-MSMS 检测鸡蛋中的氟虫腈及其代谢物	4
液质联用同时检测食品中的敌草快和百草枯	7

2. 兽药残留

动物源性食品中多兽药的残留筛查	9
鸡肉中利巴韦林的检测	12
小龙虾等水产品中硝基咪唑类药物的检测	14
动物源性食品中 β -受体激动剂类药物残留的测定	16
动物源性样品中糖皮质激素的检测	18

3. 食品添加剂

乳制品中三聚氰胺的检测	20
食品中安赛蜜、苯甲酸、山梨酸、糖精钠和脱氢乙酸的测定	21
食品中脱氢乙酸的检测	22
食品中抗氧化剂的检测	23
食品中柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝六种合成色素的测定	24
白酒中甜味剂的检测	25

4. 营养素

食品中维生素 ADE 的测定	27
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 ..	29
食品中脂肪酸的检测	31
食品中乳糖、果糖、麦芽糖、葡萄糖和蔗糖的检测	33
食品中有机酸的检测	34
食品中 α 和 β 胡萝卜素的检测	35
母乳中氨基酸的检测	36
食品中 22 种氨基酸的检测	38
奶粉和母乳中十种核苷和核苷酸的检测	39



5. 有机污染物

食品中邻苯二甲酸酯类的检测	41
---------------------	----

6. 毒素污染

粮食中 16 种真菌毒素的测定	43
奶粉中黄曲霉毒素 B1, B2, G1, G2, M1 的分析	45
芝麻中黄曲霉毒素 B1, B2, G1, G2, M1 的分析	46
食品中赭曲霉毒素 A 的测定	47
鲜榨果汁中展青霉素的检测	49

常用耗材产品列表

样品制备

HyperSep SPE 产品	50
-----------------------	----

气相色谱

Trace GOLD 毛细管色谱柱	53
GC 附件	54

液相色谱

Accucore HPLC 色谱柱	56
Hypersil GOLD HPLC 色谱柱	58
Synchronis HPLC 色谱柱	60
Acclaim HPLC 色谱柱	61
Hypercarb HPLC 色谱柱	63
HyperREZ XP HPLC 色谱柱	64



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。

这本应用文集正是因此应运而生，来自赛默飞应用实验室及广大客户使用赛默飞耗材产品而与我们分享的应用，囊括食品安全各个方面最全面的综合解决方案：农兽药残留，食品添加剂，营养素，有机污染物和毒素污染等各类食品检测，将这些解决方案编辑成应用文集分享给大家，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！

洋葱中的多农残检测

——参考标准：《NYT1380-2007 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，剧烈震荡 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，剧烈震荡 2 min，室温下 3000 rpm 离心 5 min。取上清液 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，剧烈震荡 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：60105-210, 60105-206, 60105-203）

3. 色谱条件：

色谱柱：TG-35MS GC column 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm
(P/N: 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：FID 280℃

空气：350 mL/min

氢气：35 mL/min

氮气：40 mL/min

进样量：1 μL

载气：He

仪器：AI1310 Autosampler +TRACE 1300+ISQ

4. 实验谱图

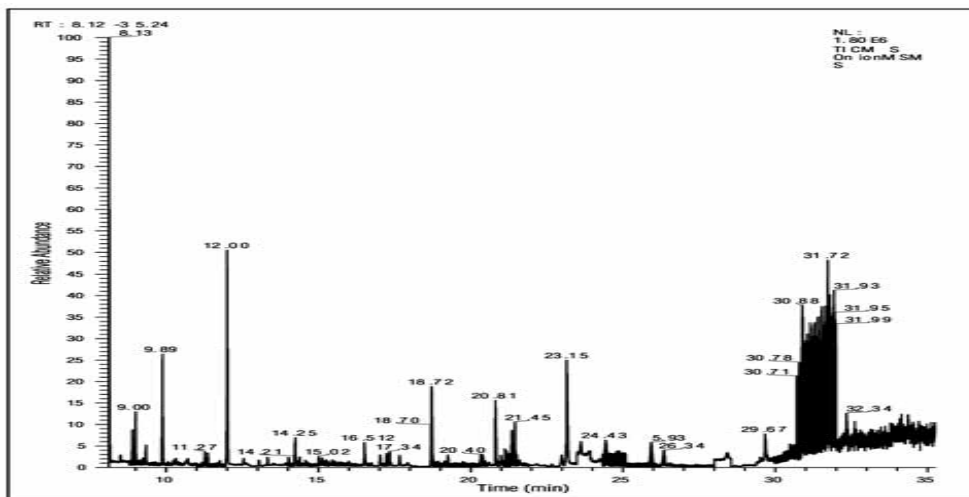


图 1. 标准品图谱

5. 实验数据

Component	Ave.Conc. (ng/g)	Std.Dev.	% Recovery	%RSD	LOD (ng/g)	LOQ (ng/g)	Japan ¹	US-EPA ²	EU ³	EU ³	WHO ⁴
							MRL (ng/g)	MRL (ng/g)	MRL (ng/g)	LOD ⁵	MRL (ng/g)
Dichlorvos	63	3.00	126	5	8	30	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	
Diazanone	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				
Metaxyl	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-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 (Strofos)	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	24.36
Diazanone	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	20.96
Metaxyl	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
Thiobencarb	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-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 (Strofos)	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。



QuEChERS 前处理结合 GC-MSMS 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(R^2)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 °C 下放置 10 min;

取出样品,加入 QueChERS 法的盐包(4 g MgSO₄, 1 g NaCl, 0.5g 柠檬酸二钠, 1g 柠檬酸三钠, PN: 60105-344),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 °C 保持 1.0 min, 40 °C/min 升温到 170 °C, 再以 10 °C/min 升温到 260 °C (3 min);

进样口温度: 270 °C, 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 °C;

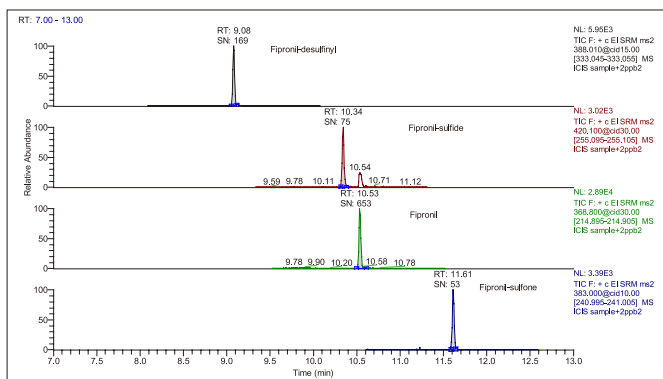
传输线温度: 280 °C;

扫描方式: 采用 Acq position-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-desulfinyl	氟甲腈	9.08	388.01 333.05 333.05	333.05 231.03 281.04	15 15 10
2	Fipronil-sulfide	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-sulfone	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)

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 LCMSMS 通用; 仪器分析采用 Time-SRM 的采集技术, GC-MSMS 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。

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	氟虫腈砒	Y=1.940e3X+1.801e3	1.0 µg/L~200 µg/L	0.9996	1.0

表 3. 样品加标回收

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

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 5000µg/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

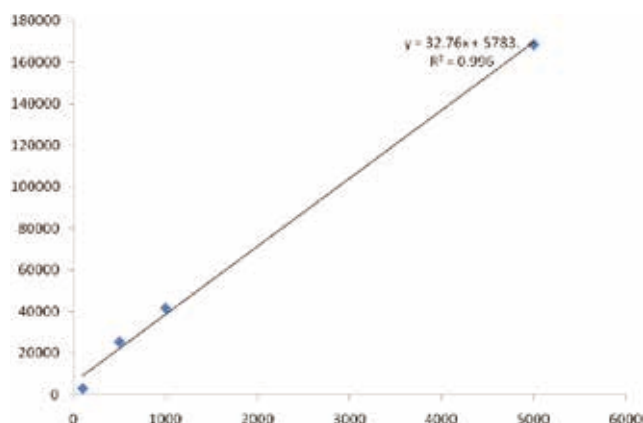


图 1. 百草枯标准曲线图

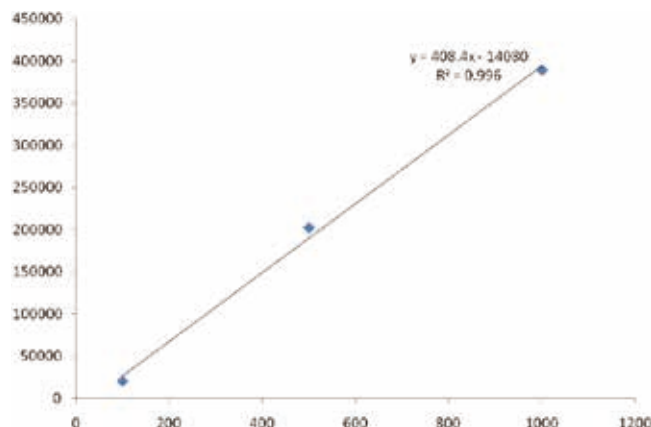


图 2. 敌草快标准曲线图

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

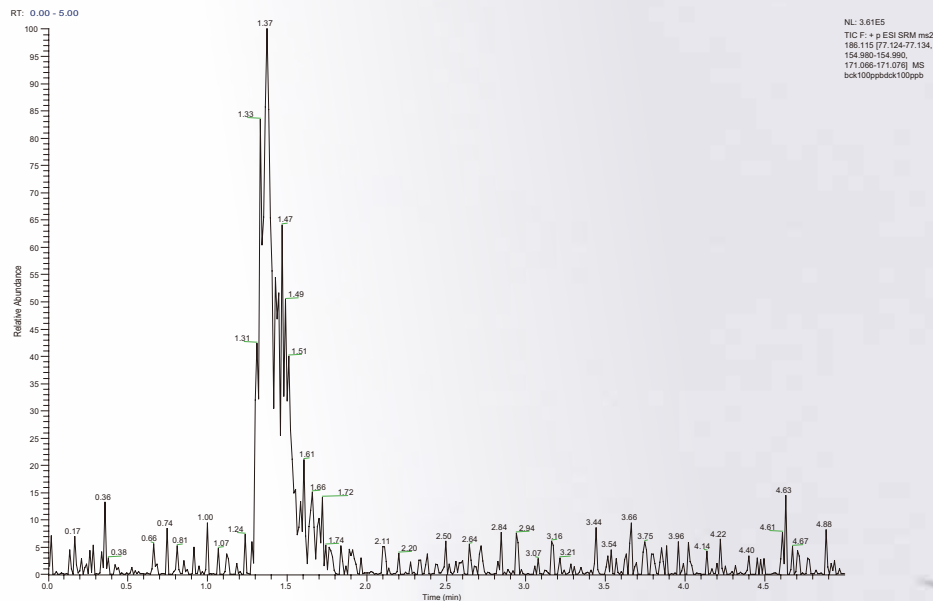


图 3. 定量限附近 (100 µg/L) 百草枯谱图

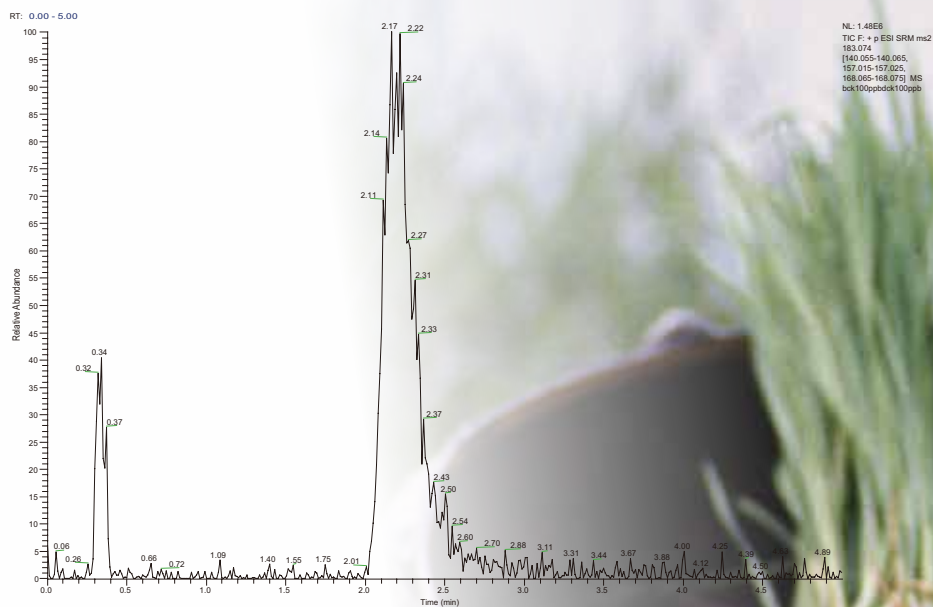


图 4. 定量限附近 (100 µg/L) 敌草快谱图

表 2. 检出限数据

Peak Name	Retention Time (min)	LOD (S/N=3)(µg/K)
百草枯	1.37	14.62
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。

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，保障公众健康和食品安全。

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 RP-MS 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 RP-MS 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 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ 添加浓度在基质中兽药残留检出率均在 84% 以上，5.0 $\mu\text{g}/\text{Kg}$ 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 $^{\circ}\text{C}$ 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，充分漩涡混合震荡，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 5min，取上清液质谱分析

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：Accucore RP-MS2.1 \times 100 mm，2.6 μm
(货号：17626-102130)；

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 $^{\circ}\text{C}$ 。

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： $\mu\text{L}/\text{min}$
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

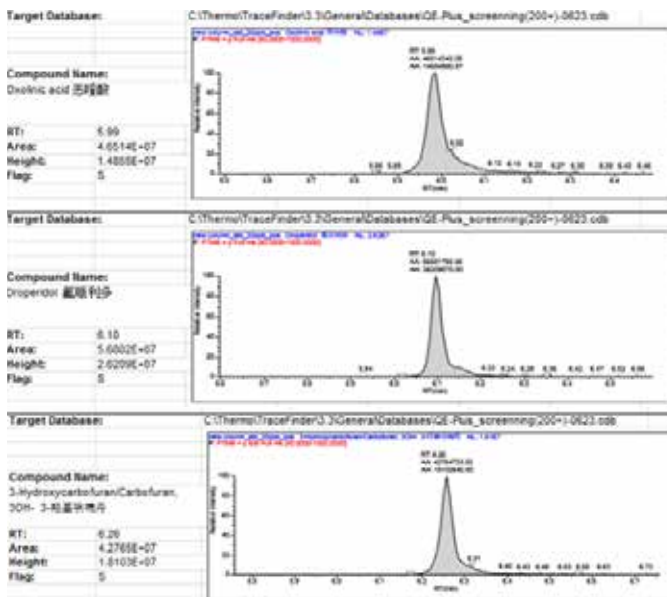
质谱条件：

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 $^{\circ}\text{C}$
离子传输管温度	350 $^{\circ}\text{C}$
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

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	阿苯达唑-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	甲磺霉素	酰胺醇类	0.69	69%	4	80%
salmeterol	沙美特罗	兴奋剂	0.6	60%	3.9	78%	difurazone	硝咪烯腙	硝基咪唑类	0.65	65%	3.7	74%
terbutaline	特布她林	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%
danoxacin	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%	nequinat	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

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 μg/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 1.0μg/Kg, 基质中所有化合物的检出率 >84%; 添加浓度为 5.0μg/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 RP-MS 低流失质谱柱和 TraceFinder 软件从多个维度对目标物进行确证, 从而实现了对动物组织样品中多兽药残留的准确、快速筛查。

鸡肉中利巴韦林的检测

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

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 rpm 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 μ L 20% 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 μ m 2.1 \times 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 $^{\circ}$ C

进样量：10 μ L

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

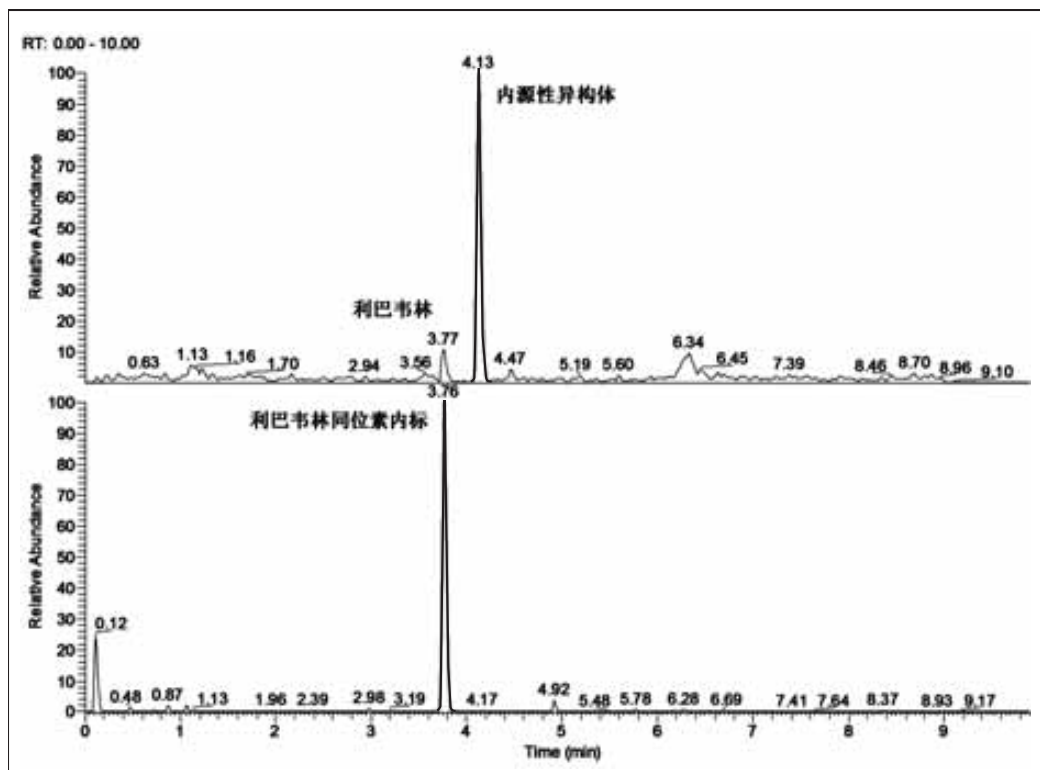
喷雾电压：3700V

毛细管温度：350 $^{\circ}$ C

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	2453.1	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

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，避免在后续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咪唑类药物的检测

——参考标准：农业部 783 号公告 -1-2006 水产品中硝基咪唑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，水产品硝基咪唑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。鉴于硝基咪唑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》，规定硝基咪唑类抗生素在所有食品动物中禁止使用，2003 年又将水产品硝基咪唑代谢物纳入残留监控计划。

目前检测水产品中的硝基咪唑类化合物，可参考的国标是农业部 783 号公告 -1-2006 水产品中硝基咪唑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咪唑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，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 种硝基咪唑类药物可实现 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 LOQ，远远高于国标方法的 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。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 $^{\circ}\text{C}$ 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 \times 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 $\mu\text{L}/\text{min}$

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 $^{\circ}\text{C}$



4. 实验谱图

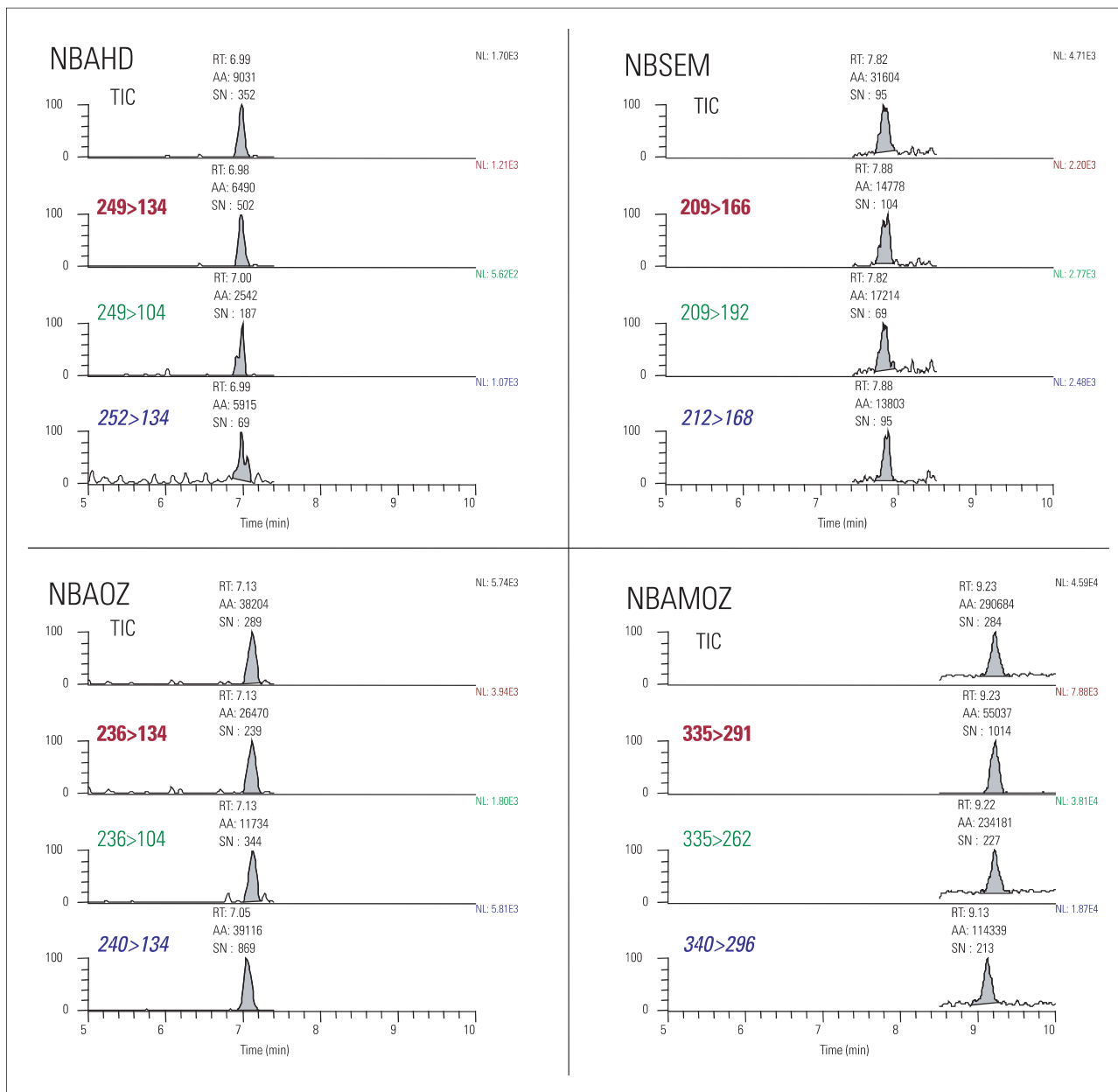


图 添加 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 4 种硝基咪唑在小龙虾中的 LC/MS 色谱图

5. 实验数据

回收率: 4 种硝基咪唑类药物回收率在 79%-110%, RSD 在 3 到 22% ($n=3$)。

Fortification Level ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	AHD	AOZ	SEM	AMOZ
0.05	82 \pm 13%	110 \pm 22%	89 \pm 15%	98 \pm 14%
0.5	88 \pm 4%	110 \pm 11%	100 \pm 11%	95 \pm 6%
2.5	109 \pm 3%	86 \pm 18%	79 \pm 19%	100 \pm 3%

LOQ: AHD, AOZ, SEM, AMOZ 的 LOQ 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

6. 结论

Retain PEP 前处理小柱对于 4 种硝基咪唑类药物可实现 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 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 水产品中硝基咪唑类代谢物残留量的测定 液相色谱 - 串联质谱方法要求。

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，在药理学上称为 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

样品提取

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

SPE操作步骤

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

活化

1mL 乙腈，1mL 甲醇

上样

3mL 上清液，1mL/min 流速



洗脱

500 μ L 20% 乙腈 - 水溶液，2次，合并洗脱液，直接进样分析

酶解

动物源性样品2g(精确到0.01g)于50mL离心管中，加入0.2mol/L 乙酸胺溶液(pH5.2)10mL 然后加入 β -盐酸葡萄糖苷酶/芳基硫酸酯酶40 μ L，涡旋混匀3min，于37 $^{\circ}$ C下水浴避光振荡16h。

提取

样品酶解后放置至室温，涡旋混匀3min，高速离心10min，取出上清液，加入1mol/L 高氯酸溶液1mL，涡旋，混匀，高速离心10min后，转移上清液至另一50mL离心管内。

SPE操作步骤(200mg 3mL HyperSep Retain-CX 固相萃取柱
(货号：60107-304))

活化

3mL 甲醇，3mL 水，3mL 0.5mol/L 高氯酸

上样

将上清液上样至小柱中(1d/s)

清洗

3mL 水，3mL 甲醇，柱子抽干

洗脱

3mL 5% 氨水甲醇溶液

3. 仪器条件

色谱条件:

色谱柱: Hypersil Gold, 5 μ m, 2.1 \times 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
10.1	90	10
12	90	10

进样量: 10 μ L

流速: 250 μ L/min

质谱条件

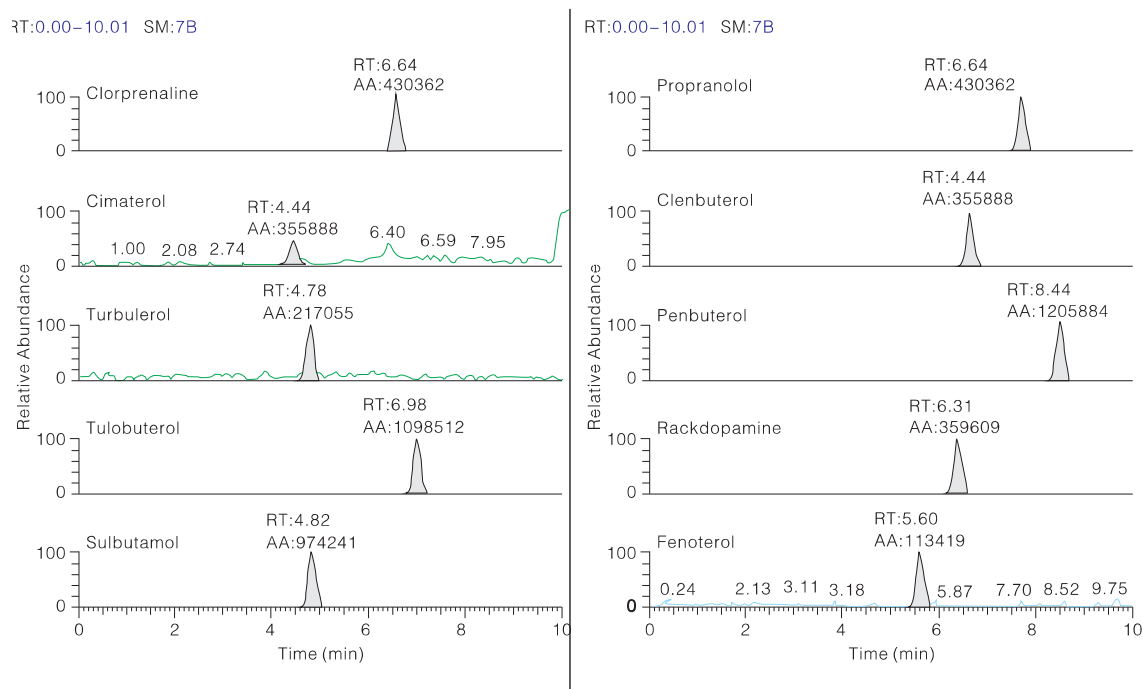
电喷雾电离源 (ESI), 正离子模式

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 $^{\circ}$ C

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 μ g/kg, 西马特罗、特布他林为 0.5 μ g/kg。

6. 结论

本方法建立了 β -受体激动剂药物在猪肝、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：SNT 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

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/L NaOH 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-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
23.1	70	30
28	70	30

进样量： 10 μL

流速： 250 μL/min

质谱条件

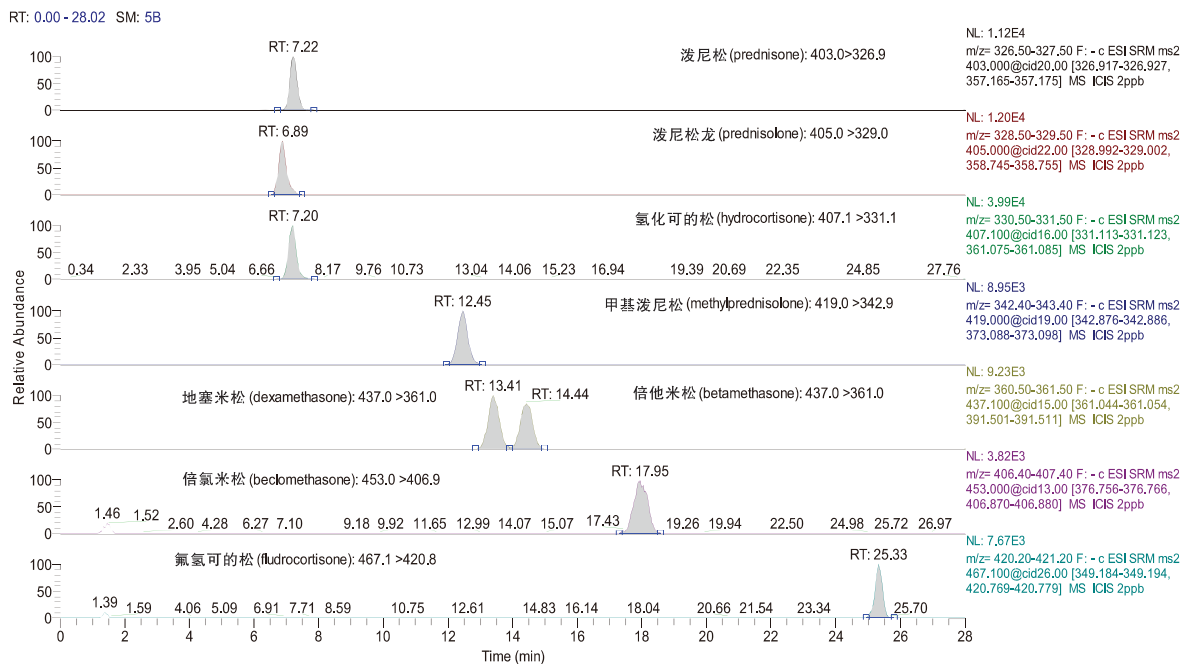
电喷雾电离源 (ESI)，负离子模式

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。

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 Synchronis 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

洗脱

5 mL 5% 氨甲醇溶液，1-2 mL/min，挥干，1 mL 流动相溶解

3. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱：Synchronis HILIC，5 μ m，2.1 \times 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 μ L

流速：250 μ L/min

质谱条件

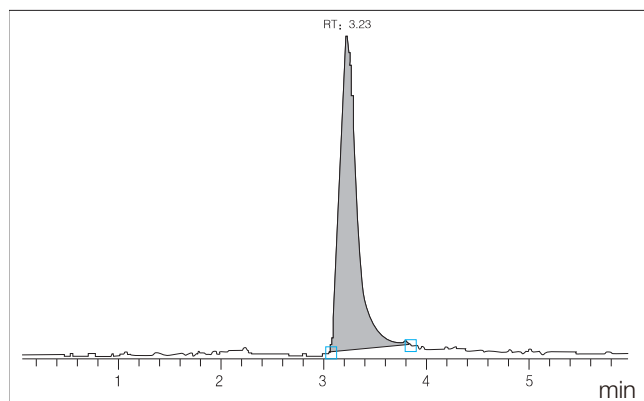
电喷雾电离源 (ESI)，负离子模式

选择反应监控 (MRM) 扫描模式

喷雾电压：3500V

离子传输管温度：350 $^{\circ}$ C

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%，Synchronis 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。

应用编号：CCS-SP-017

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/T 23495-2009 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、运输或贮存过程中，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。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/T23459-2009，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 μ m, 4.6 \times 250 (P/N 25005-254630)和Accucore 2.6 μ m, 4.6 \times 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 μ m, 4.6 \times 250 (P/N 25005-254630)
(二) Accucore 2.6 μ m, 4.6 \times 150 (P/N 17126-154630)

3. 实验谱图

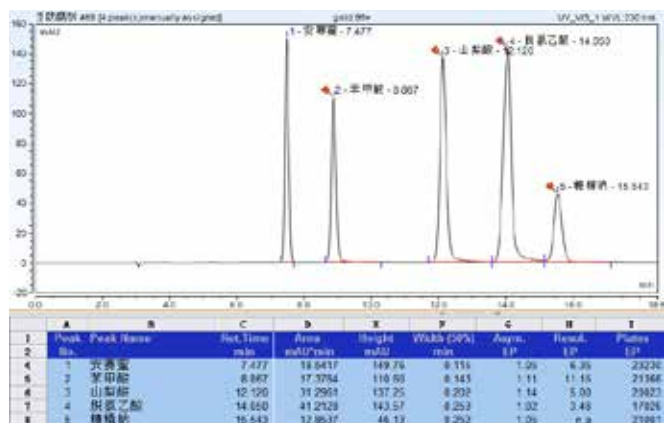


图1 Hypersil Gold 柱色谱图 (进样量 3 μ L)

4. 结论

使用 Hypersil Gold 5 μ m, 4.6 \times 250 (P/N 25005-254630) 和 Accucore 2.6 μ m, 4.6 \times 150 (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。



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 μ L

流速: 1 mL/min

浓度: 100ppm

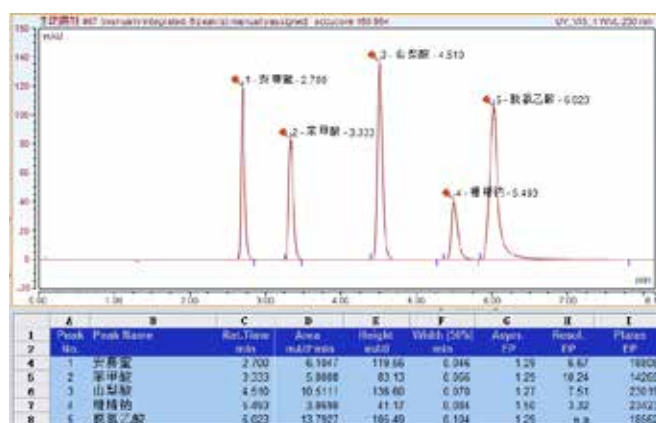


图2 Accucore 柱色谱图 (进样量 1 μ L)

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
30m × 0.25mm × 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： N²
仪器： AI1310 Autosampler +TRACE 1300

4. 实验谱图



图 1. 标准品图谱

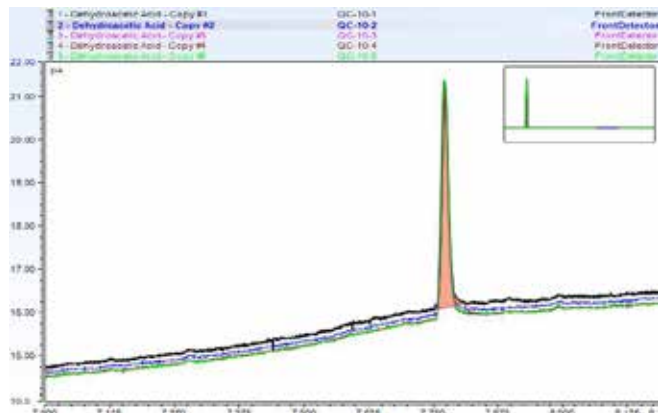


图 2. 连续进 5 针重叠图

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。

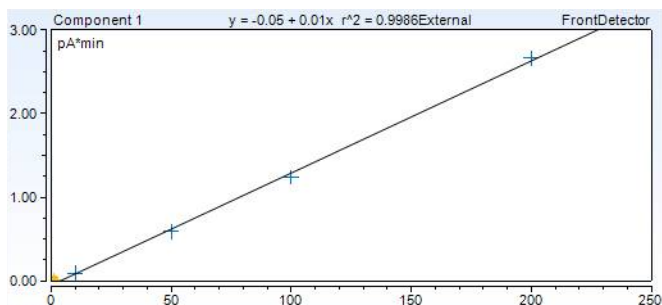


图 3. 脱氢乙酸的标准曲线图

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。

食品中抗氧化剂的检测

——参考标准：《GB 23373-2009 食品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚（BHA）、二丁基羟基甲苯（BHT）与特丁基对苯二酚（TBHQ）的测定》

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 2760-2011 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/T 23373-2009 食品中抗氧化剂丁基羟基茴香醚（BHA）、二丁基羟基甲苯（BHT）与特丁基对苯二酚（TBHQ）的测定》，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：N²

仪器：AI1310 Autosampler + TRACE 1300



4. 实验谱图

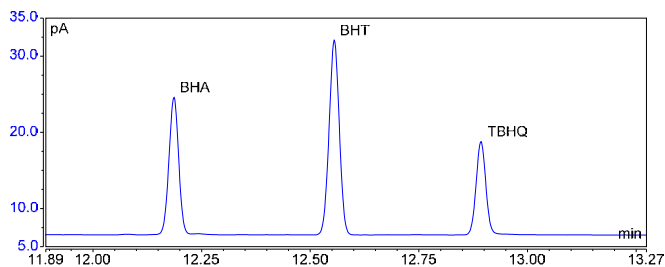


图 1. 1.5 mg/L 三种抗氧化剂的标准溶液色谱图

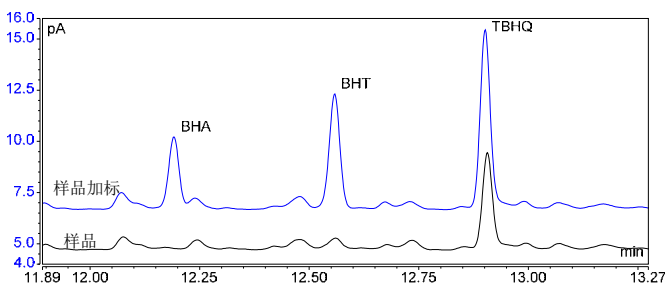


图 2. 样品及样品加标色谱图（加标量 1 mg/L）

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。

食品中柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、亮蓝六种合成色素的测定

——参考标准：GB/T5009.35-2003

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。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，可参考国标 GB/T5009.35-2003 食品中合成色素的测定。方法中使用液相色谱法，薄层色谱法和示波极谱法对 8 种合成色素进行测定。本文采用液相色谱法，使用 SYNCRONIS C18 色谱柱对柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、亮蓝六种合成色素进行分析，结果六种物质得到了很好的分离和保留。

2. 色谱条件

色谱柱： Thermo Scientific™ Synchronis C18, 5 μm,
150 × 4.6 mm
(货号 97105-154630)

流动相： A: 0.02 mM 醋酸铵水溶液
B: 甲醇

梯度 乙酸铵: 0 - 5 min, 85% - 60%; 5 - 10
min, 60% - 2%; 10 - 15 min, 2% - 85%;
15 - 20 min, 85%

进样量: 20 μL

流速: 1000 μL/min

检测器: uv 254 nm

3. 实验谱图

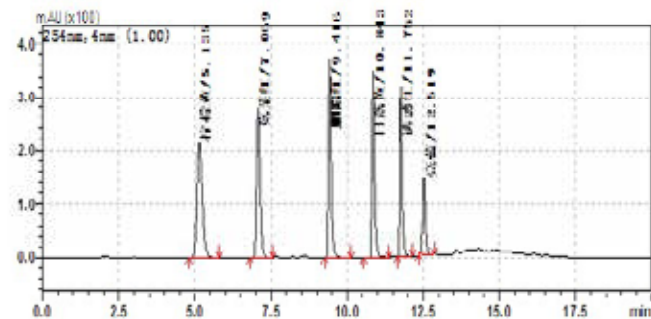


图 1 六种合成着色剂的色谱图

4. 结论

本文采用 Synchronis C18 150mm×4.6 5μm 色谱柱对柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、亮蓝六种合成色素进行分析，峰型良好，相比国标中的色谱柱，有更好的分离度。



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 μ L，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 $^{\circ}$ C 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 $^{\circ}$ C 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 \times 150 mm, 5 μ m
(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 $^{\circ}$ C
进样量：5 μ L
仪器：Ultimate 3000

4. 实验谱图

(1) 9 号样品检测结果

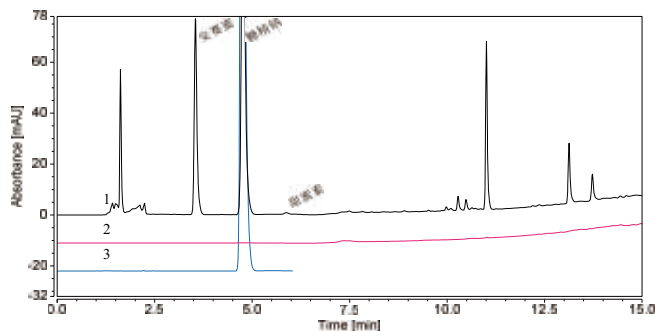


图 1. 9 号样品检测结果 (1-9 号样品谱图; 2- 空白; 3- 糖精钠对照品)

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

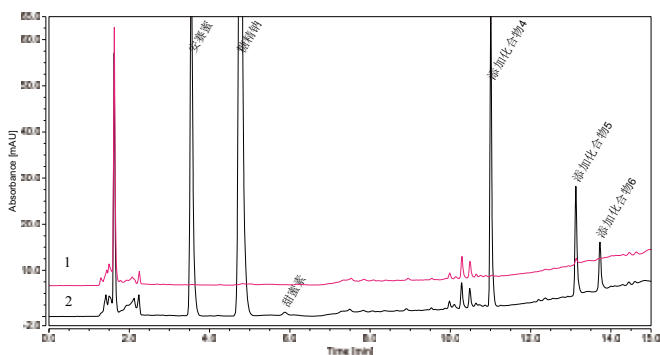


图 2. 1 号样品 (1) 和 9 号样品 (2) 色谱图

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

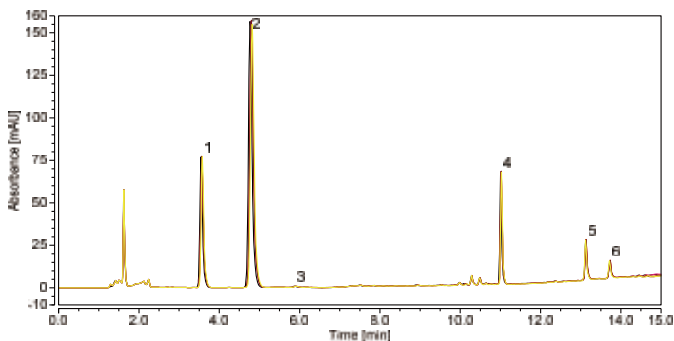


图 3. 9 号样品 5 针重复图

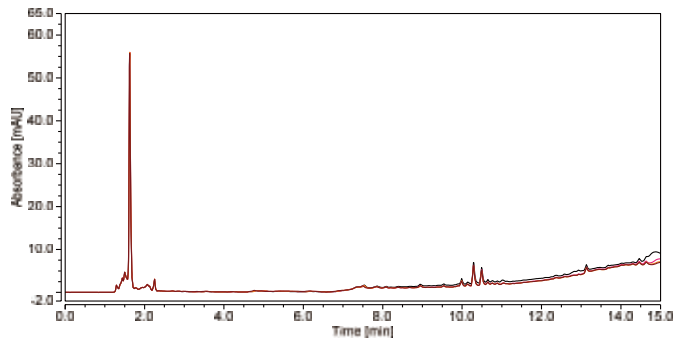


图 4 1 号样品 5 针重复图

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。



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 D2 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。通常 α -生育酚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 D2 和 D3 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 D2 和 D3 两种异构体的分析及准确定量。

2. 样品前处理

取维生素 D2、D3 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 D3 和 D2 溶液和 2.06 mg/mL 维生素 E 储备溶液。

分别精密量取维生素 D3 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 μ g/mL 的维生素 D2 的内标溶液, 甲醇稀释至刻度, 分别得到浓度为: α -VE: 2.4 μ g/mL, β -VE: 2 μ g/mL, γ -VE: 1.6 μ g/mL, δ -VE: 2.4 μ g/mL, D3: 0.08 μ g/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 \times 250 mm, 5 μ m
(货号: 075718)

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 $^{\circ}$ C

进样量: 10 μ L

仪器: Ultimate 3000

方法二:

色谱柱: Accucore PFP 3.0 \times 150 mm, 2.6 μ m
(货号: 17426-153030)
或 GOLD PFP 4.6 \times 250 mm, 5 μ m
(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 $^{\circ}$ C

进样量: 10 μ L

仪器: Ultimate 3000

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°C
进样量: 10 μL
仪器: Ultimate 3000

4. 实验谱图

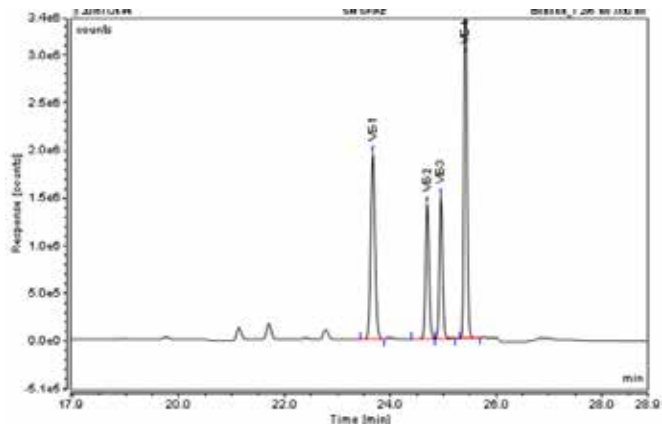


图 1 四种维生素 E 的实验图谱 :Acclaim C30

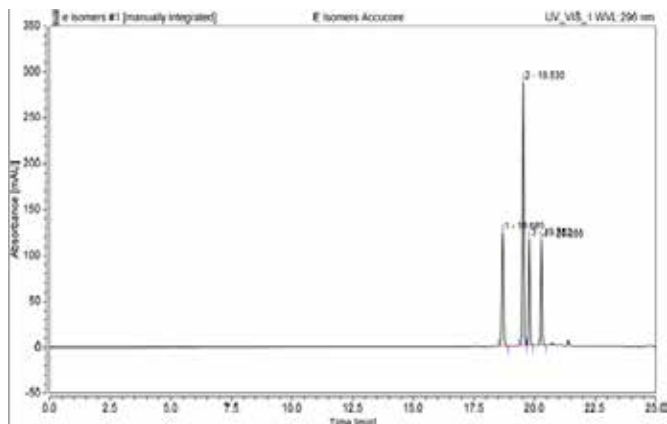


图 2 四种维生素 E 的实验图谱: Accucore PFP

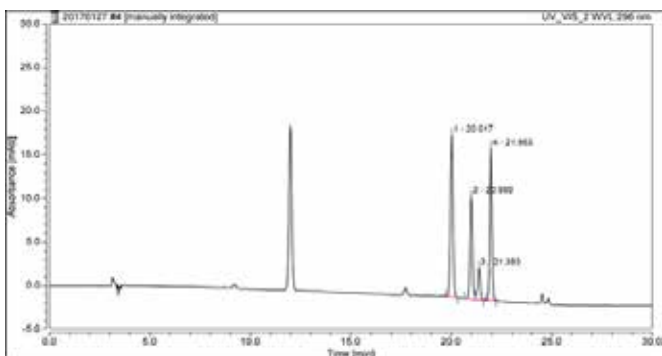
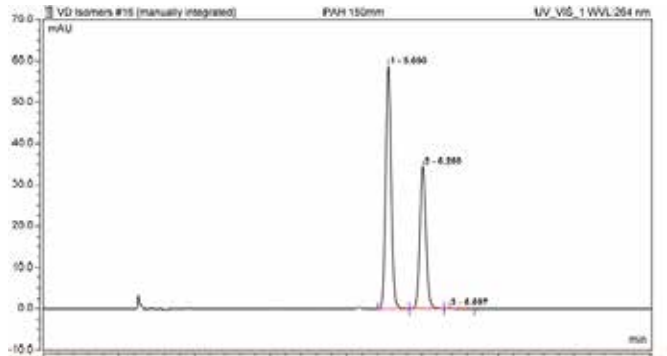


图 3 四种维生素 E 的实验图谱: GOLD PFP



No.	Peak Name	Retention Time [min]	Width (50%) [min]	Type	Resolution (EP)	Asymmetry (EP)	%Area (EP)
1		5.660	0.097	DM	3.30	1.09	99102
2		6.260	0.107	M	2.03	1.07	58898
3		6.697	0.146	SM	n.a	n.a	11008

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。

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

——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 D₂ 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 D₂ 内标溶液 1.0 mL, 磁力搅拌 45 分钟, 温度 60 ± 2 °C。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 °C 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 °C
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 与一维色谱柱连接, 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

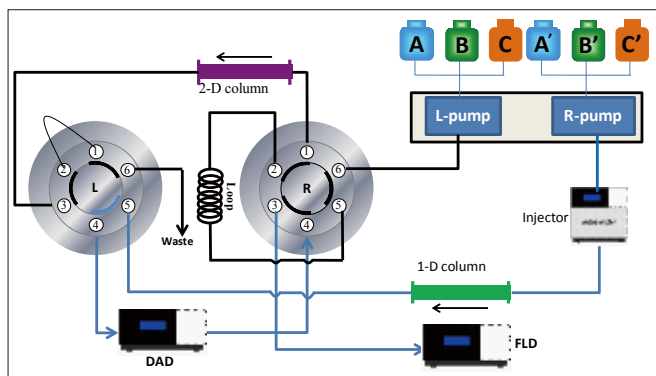


图 1. 全自动在线二维柱切换系统流路示意图

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 VD₂、VD₃ 分离较好, 可对 VD₂,

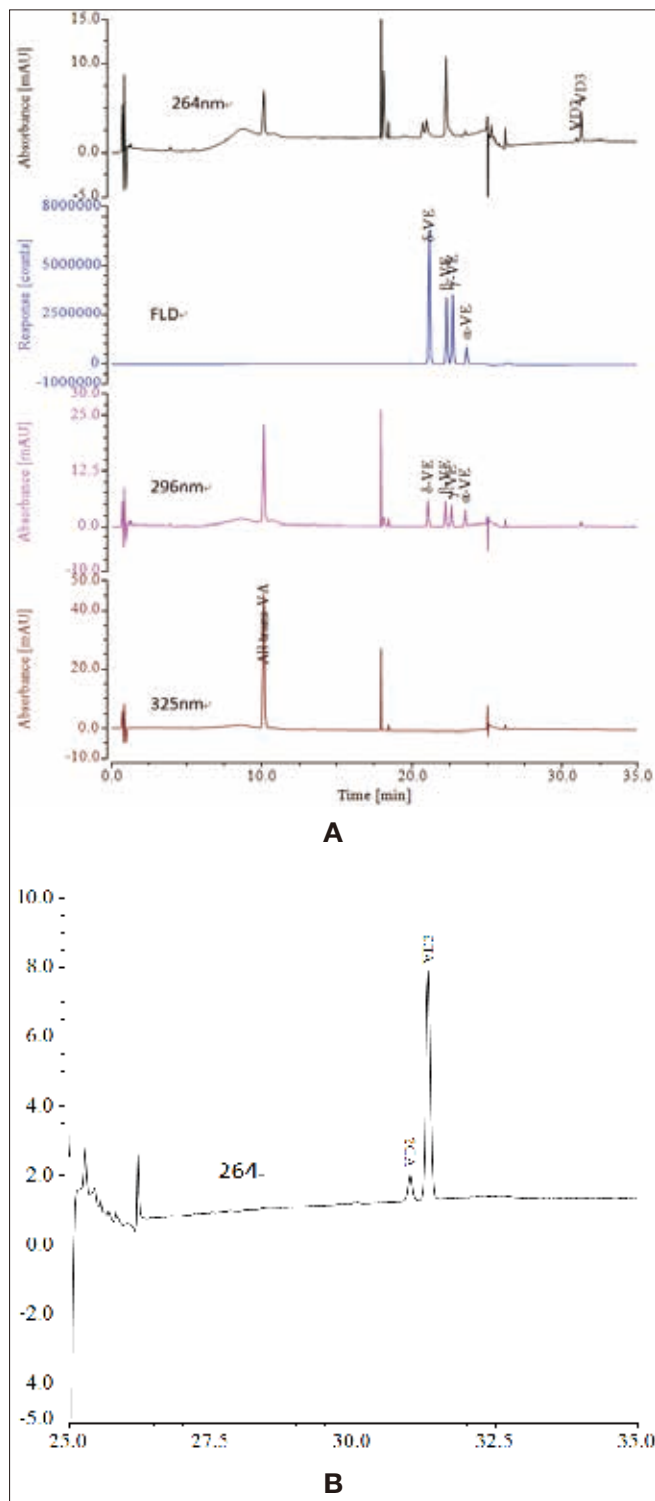


图 2. 维生素 A、D₃、E 标准品分析谱图 (A, 其中 0~20min 为一维分离谱图, 20~30min 为二维分离谱图) 和二维分离放大图谱 (B)

VD₃ 进行准确定量。

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。

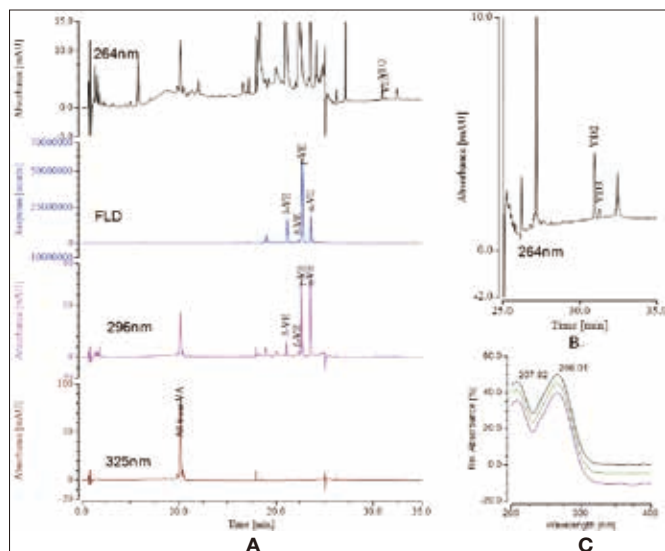


图 3. 婴幼儿配方奶样品分析 (A)、二维分离放大图谱 (B, 264nm) 及其中 VD₂ 色谱峰的紫外扫描谱图 (C)

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, 表 3. 线性方程及其方法检出限

Fattysoluble 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

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, D₂, D₃ 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。

食品中脂肪酸的检测

——参考标准：《GB 5413.27-2010 婴幼儿食品和乳品中脂肪酸的测定》

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 GB5413.27-2010 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 取出振荡一次，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。

4. 实验谱图

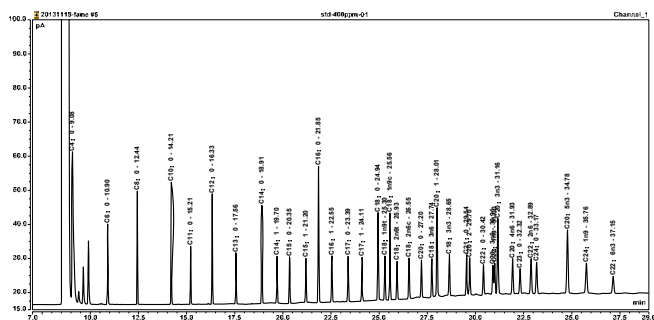


图 1. 标准品图谱

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: N²

仪器: AI1310 Autosampler +TRACE 1300

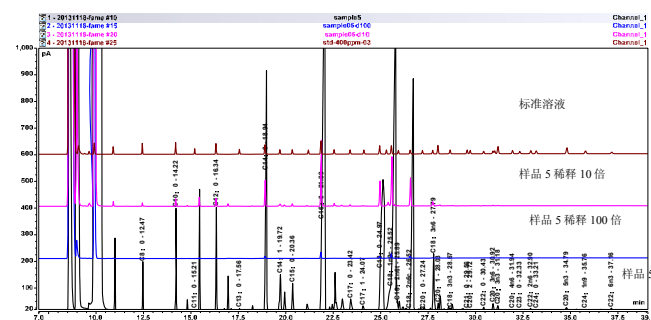


图 2. 样品图谱

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。

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 = 70:30

流速：1 mL/min

检测器：示差

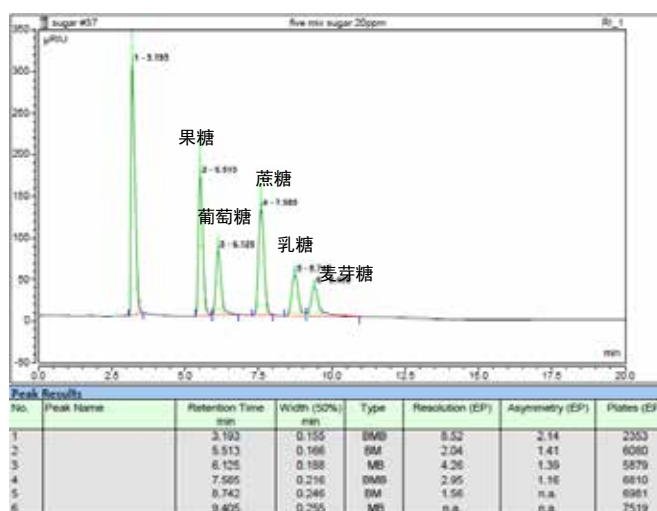
检测器温度：40℃

柱温：40℃

进样量：20 μL

仪器：Ultimate 3000

4. 实验谱图



果糖、葡萄糖、蔗糖、麦芽糖和乳糖 sfsfusuw 标准物质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。

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

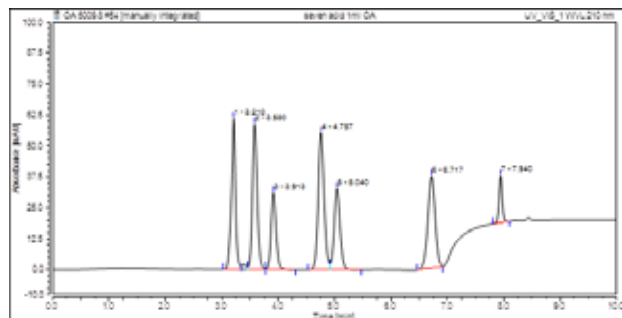
检测器：UV, 210 nm

柱温：40℃

进样量：20 μL

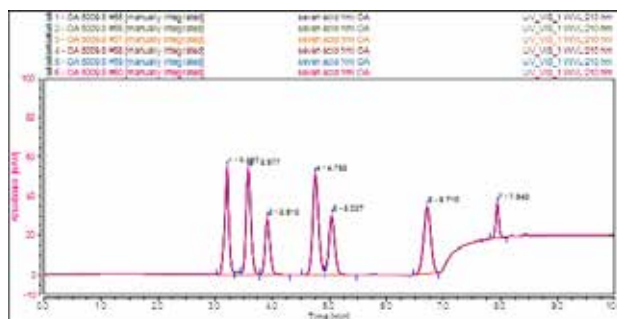
仪器：Ultimate 3000

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

——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 $\mu\text{g/mL}$, 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: 80 $\mu\text{g/mL}$, 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 \times 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

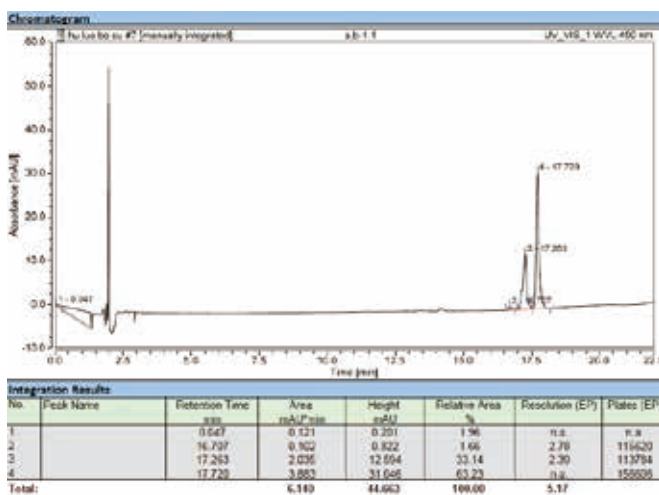
柱温: 20 $^{\circ}\text{C}$

进样量: 20 μL

仪器: Ultimate 3000



4. 实验谱图



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。

母乳中氨基酸的检测

——参考标准：《GB/T 5009.124-2003 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，反复振荡 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苄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

氯甲酸苄甲酯 (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：190-400nm，采集频率：5Hz

流速：1000 μL/min

柱温：35 °C

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

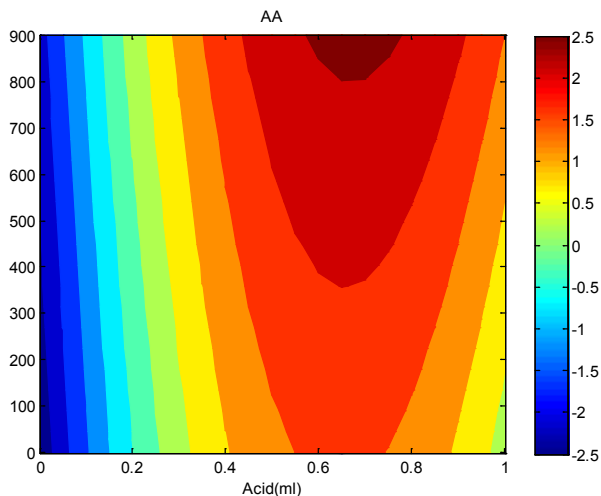


图 1 氨基酸水解优化结果

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

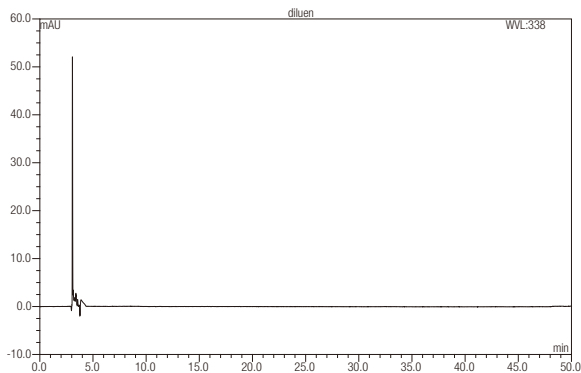


图 2 溶剂空白图谱

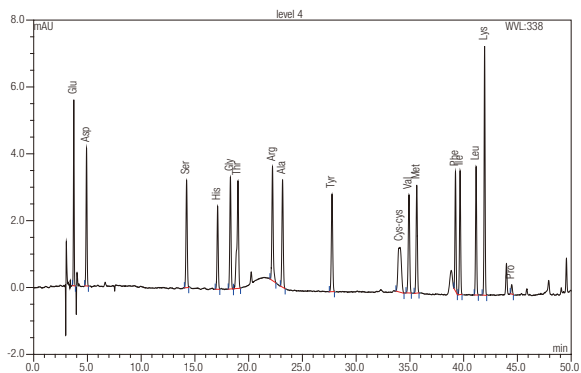


图 3 标准品图谱

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 $\mu\text{mol/mL}$ 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。结果见表 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。

食品中 22 种氨基酸的检测

1. 实验背景



氨基酸作为构成人体的蛋白质的基本单元，同时也是生物机体所需要的重要营养素。它们在机体内具有各自独特的营养功能，在代谢过程中又密切联系，共同参加、推动和调节生命活动。氨基酸分子中含有氨基和羧基及其他取代基团，因此氨基酸分子为极性水溶性分子，在反相色谱柱上保留较弱，无法直接进行分析。

常用的分析方法有离子交换分离后直接或间接分析，但操作复杂，部分氨基酸无法分离导致结果准确度差，或者将氨基酸衍生后采用反相色谱法分离与紫外或荧光联合分析，方法简单，但检测灵敏度受衍生过程控制，且样品基质对分离效果影响较大。

石墨化碳柱（PGC）为新型的色谱柱填料，由于其具有特异的保留机理，可用于分离在反相色谱柱上无法保留的极性化合物，如氨基酸、碳水化合物等。本实验采用石墨化碳柱直接分离氨基酸，采用蒸发光散射检测器（ELSD）进行定量分析来测定氨基酸的含量。

2. 仪器条件

色谱条件：

色谱柱： Hypercarb 2.1 × 100mm, 5 μm
(货号：35005-102130)

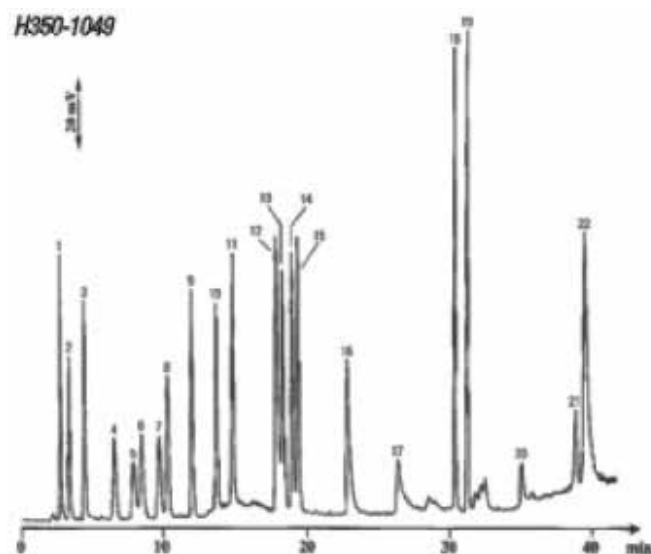
流动相： A: 20 mM 九氟戊酸（NFPA）（水溶液）； B: CAN

梯度：

时间（分）	%B
0	0
10	15
20	26
30	50

流速： 0.2 mL/min
检测器： ELSD (55°C, 2.2 Bar)
柱温： 10°C

3. 实验谱图



- | | | |
|----------|----------|-----------|
| 1. 甘氨酸 | 9. 谷氨酰胺 | 17. 精氨酸 |
| 2. 丝氨酸 | 10. 谷氨酸 | 18. 苯基丙氨酸 |
| 3. 丙氨酸 | 11. 缬氨酸 | 19. 酪氨酸 |
| 4. 苏氨酸 | 12. 赖氨酸 | 20. 混合物 |
| 5. 半胱氨酸 | 13. 亮氨酸 | 21. 混合物 |
| 6. 天冬氨酸 | 14. 蛋氨酸 | 22. 色氨酸 |
| 7. 氨基丁二酸 | 15. 异亮氨酸 | |
| 8. 脯氨酸 | 16. 组氨酸 | |

4. 结论

采用石墨化碳黑（PGC）色谱柱和 ELSD 检测器无需衍生化操作即可直接分析 22 种氨基酸。

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。多个核苷酸连接成链状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 50mL 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：0.4 mL/min

检测器：质谱

进样量：20 μL

仪器：Ultimate 3000

Time/min	Flow 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°C

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

* 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.

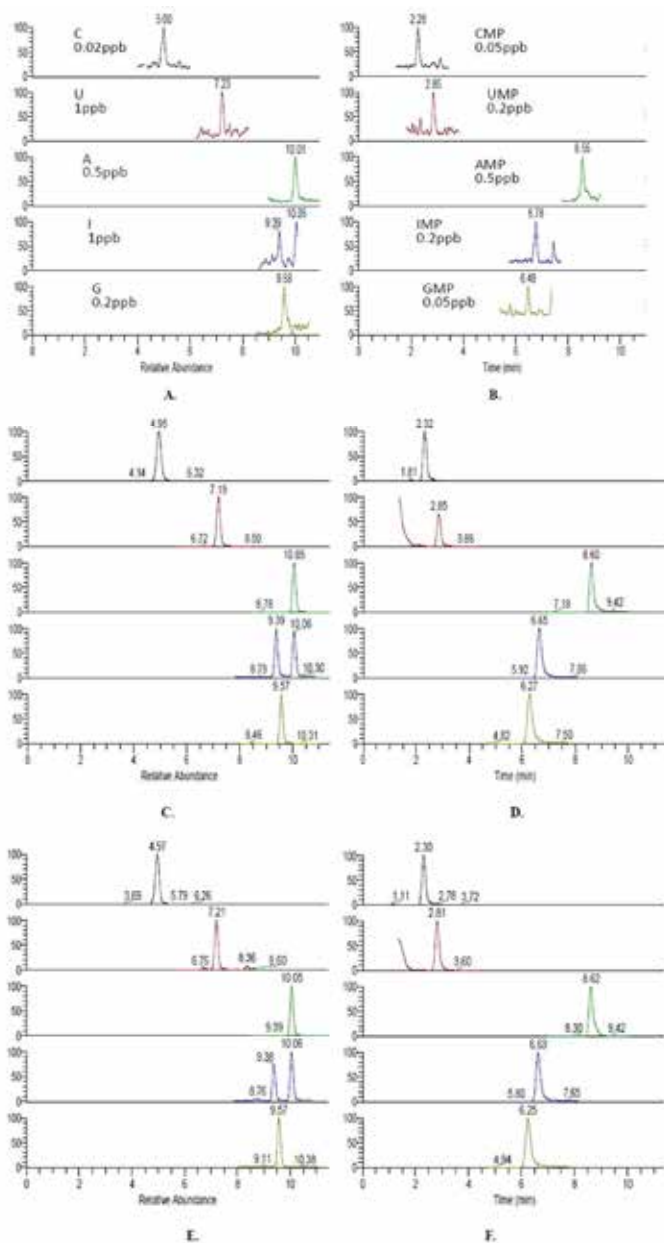
4. 实验数据

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 LLOQ 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*X ²	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*X ²	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。

食品中邻苯二甲酸酯类的检测

——参考标准：《GB/T 21911-2008 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, 而市面销售的饮料 (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/T21911-2008 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:60105-341), 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。

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: 60105-341), 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 $MgSO_4$ (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

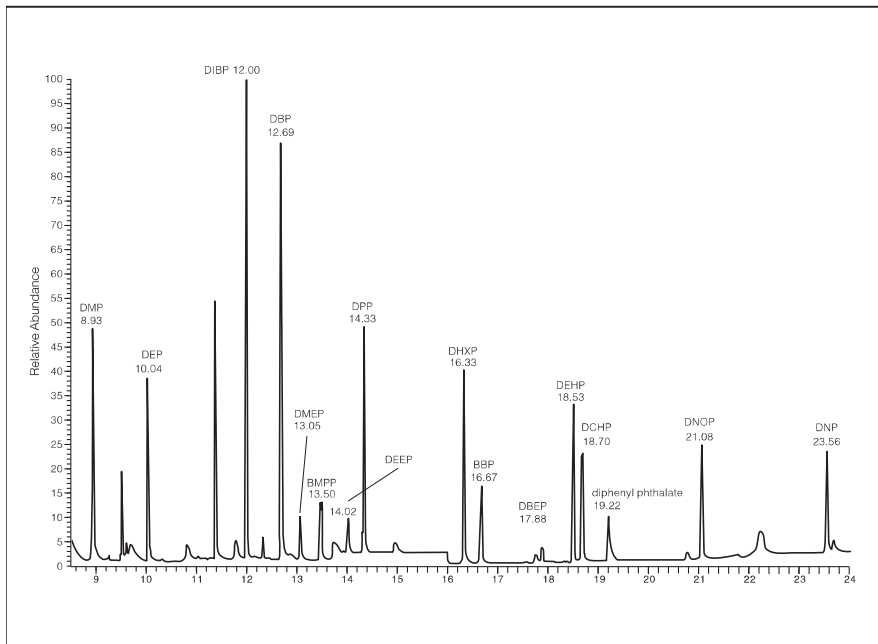
进样量: 1 μm

载气: He

仪器: AI1310 Autosampler +TRACE 1300+ISQ



4. 实验谱图



图一. 标准品图谱

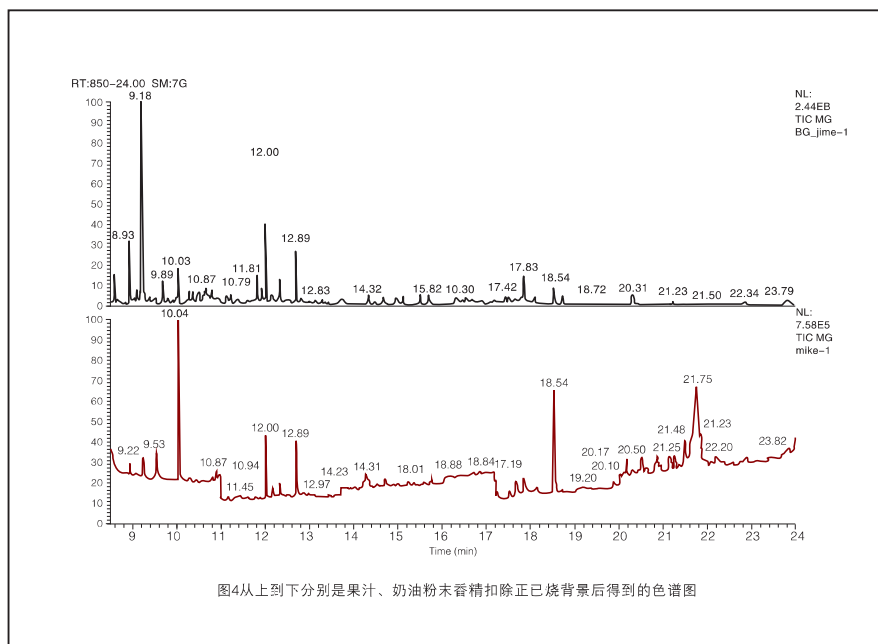


图4从上到下分别是果汁、奶油粉末香精扣除正己烷背景后得到的色谱图

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。

粮食中 16 种真菌毒素的测定

—参考标准：GB 2761-2017 食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量

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。我国也已经制定了粮食中呕吐毒素（DON）、玉米赤霉烯酮（ZEN）、黄曲霉毒素 B1（AFB1）、赭曲霉毒素（OTA）四种真菌毒素限量标准，新的毒素限量也在逐步制定完善中。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。

本文使用 Thermo Scientific™ 高效液相色谱仪 Dionex™ Ultimate 3000 和三重四极杆质谱仪 TSQ Endura MS/MS 联用

粮食中 16 种真菌毒素分离 - 化合物名称 & 浓度 (ppb)

	Level 1	Level 2	Level 3	Level 4	Level 5	Level 6
AFB1	10.830	5.415	2.708	1.083	0.541	0.271
AFB2	3.02	1.51	0.755	0.302	0.151	0.075
AFG1	10.17	5.085	2.543	1.017	0.508	0.254
AFG2	3.06	1.53	0.765	0.306	0.153	0.076
NIV	4000	2000	1000	400	200	100
DON	1500	750	375	150	75	37.5
DON-3G	250	125	62.5	25	12.5	6.25
3-AcDON	400	200	100	40	20	10
15-AcDON	200	100	50	20	10	5
ZEN	200	100	50	20	10	5
OTA	20	10	5	2	1	0.5
T-2	20	10	5	2	1	0.5
HT-2	100	50	25	10	5	2.5
ST	10	5	2.5	1	0.5	0.25
FB1	200	100	50	20	10	5
FB2	100	50	25	10	5	2.5



测定 16 种真菌毒素的方法。该方法在 16 min 内完成 16 种常见真菌毒素的分离。

2. 仪器条件

色谱条件：

HPLC-conditions Thermo Scientific™ Dionex Ultimate 3000

Injection mode: Normal

Injection volume: 10 μ L/20 μ L Column oven (T): 40 $^{\circ}$ C

Column: Hypersil Gold aQ 100 x 2.1 mm, 1.9 μ m

Run time: 16 min

A: 5 mM NH_4Ac + 0.5% acetic acid in water

B: 5 mM NH_4Ac + 0.5% acetic acid in methanol

Time [min]	A	B	flow rate [mL/min]
0	100	0	0.4
1	100	0	0.4
3	80	20	0.4
4.5	50	50	0.4
6.5	50	50	0.4
7	45	55	0.4
10	0	100	0.4
10.1	0	100	0.5
13	0	100	0.5
13.1	100	0	0.4
16	100	0	0.4

质谱条件

MS Parameters (Thermo Scientific™ TSQ Endura MS/MS)

Ion Source type: HESI Detection Mode: t-SRM

Spray voltage positive: 3500 V Spray voltage negative: 2500 V
Sheath gas: 45

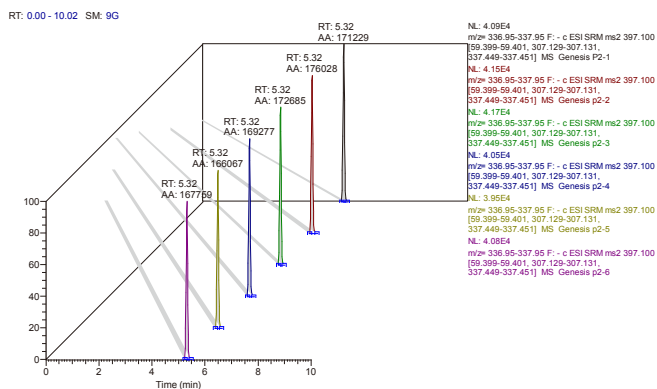
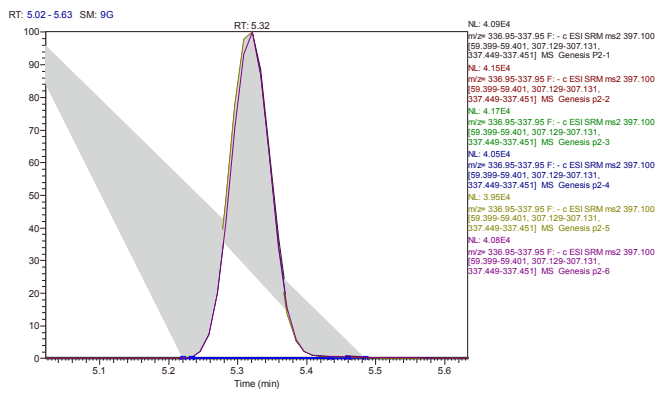
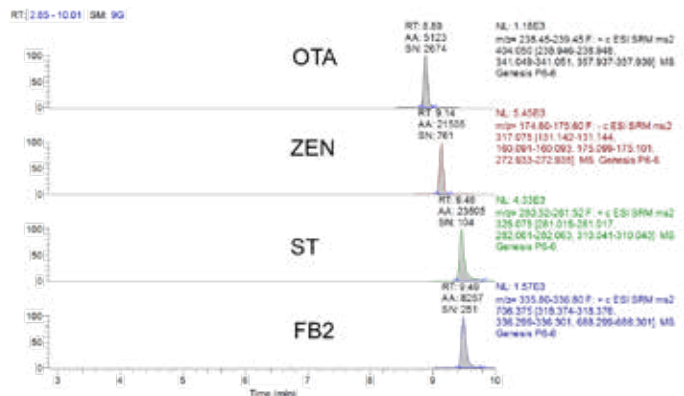
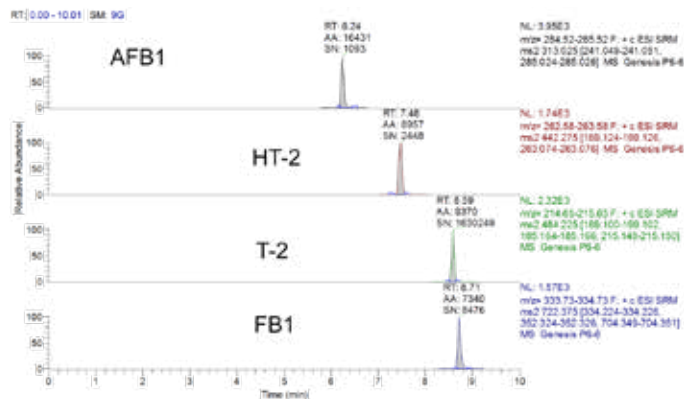
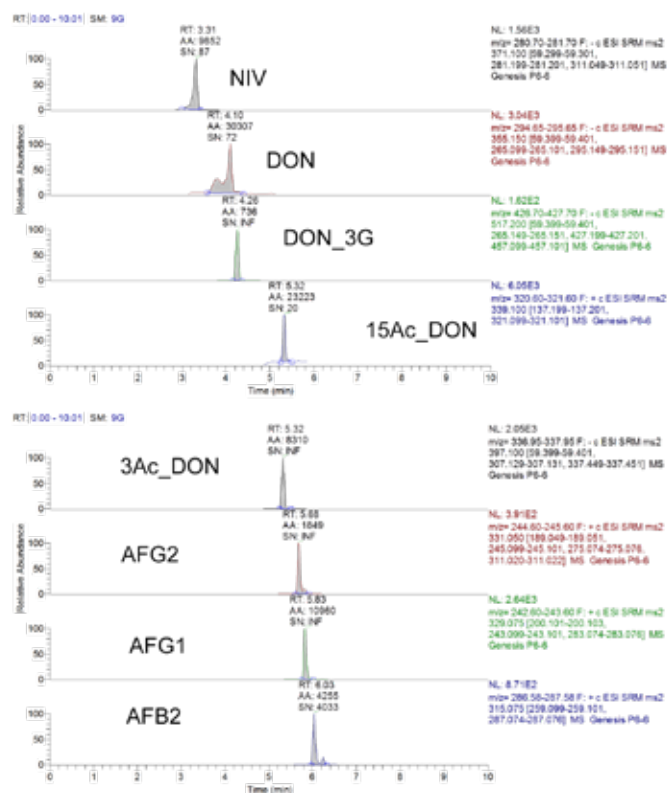
Aux gas: 15

Sweep gas: 1

Ion transfer tube (T): 340 °C

Vaporizer (T): 350 °C

3. 实验谱图



4. 结论

本文采用液质连用法测定粮食中 16 种重要真菌毒素，涵盖目前国内外已设定限量的真菌毒素。使用 Hypersil Gold aQ 100 x 2.1 mm, 1.9 μm 色谱柱进行分析，16 min 内对 16 种真菌毒素完成分离，峰型对称，分析速度快，灵敏度高，重现性好。

奶粉中黄曲霉毒素 B1, B2, G1, G2, M1 的分析

——参考标准:《GBT 5009.23-2006 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,是黄曲霉毒素 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 mL 10% 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 [°C]

FLD_FlowCell.ReadyTempDelta = 1.00 [°C]

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 ₃ CN (%)	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

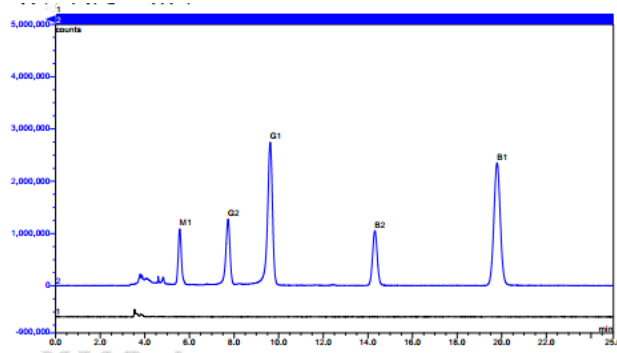


图 1 样品测定色谱图 (上: 1ppb 加标色谱图; 下: 空白样品色谱图)

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。

芝麻中黄曲霉毒素 B1, B2, G1, G2, M1 的分析

——参考标准：《GBT 5009.23-2006 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，是黄曲霉毒素 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

准确称取经过磨细的样品 10.0 g，于 250 mL 的具塞锥形瓶中，加入 2.0 g 氯化钠及甲醇/水（70/30）至 50 mL，震荡提取（约 5 min），定量滤纸过滤。准确移取 10.0 mL 滤液，加入 40 mL 水稀释，用玻璃纤维滤纸过滤 2 次，保证滤液澄清。

准确移取 25 mL 上述样品提取液上到免疫亲和柱（美国 VICAM）上，流速控制在 1 滴/s。上样完成后，注入 20 mL 水清洗，并将空气通过免疫亲和柱，去除水分。

取 4 mL 甲醇洗脱免疫亲和柱，流速为 1 滴/s。收集全部洗脱液于刻度管中，氮气吹至 <0.5 mL，用 50% 甲醇/水定容至 1 mL，待测。

3. 实验条件

仪器条件：

仪器型号：Dionex Ultimate 3000 系列：

泵：DPG-3600RS

自动进样器：WPS-3000TRS

柱温箱：TCC-3000RS

检测器：FLD-3400RS Dual-PMT

色谱条件：

色谱柱：Thermo Scientific™ Synchronis C18, 5 μm, 4.6*150 mm (PN: 97105-154630)

衍生管：Reaction Coil 750 μL (PN:42631) + Reaction Coil 375 μL (PN:43700)

淋洗条件：左泵（衍生泵）：0.05% 碘溶液
右泵（分析泵）：22% 乙腈 +22% 甲醇 +56% 水

进样量：100 μL

流速：左泵：0.2 ml/min；分析泵：0.8 ml/min

分析时间：20 min

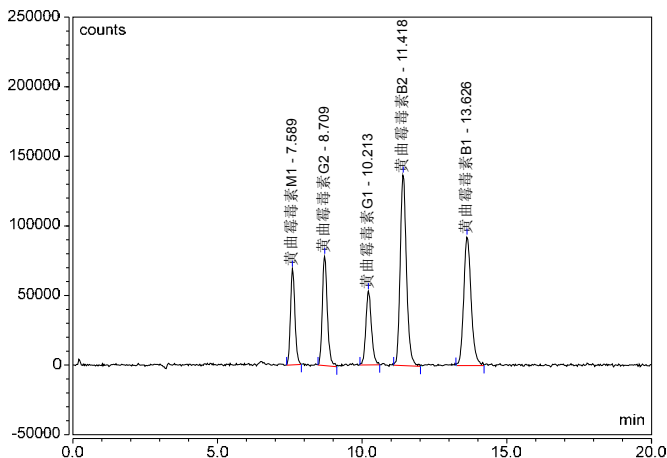
FLD：激发波长 365 nm 发射波长 435 nm

衍生化温度：70 °C

4. 实验谱图

黄曲霉毒素标准谱图：

各物质浓度：黄曲霉毒素 M1：2.5ppb 黄曲霉毒素 G1、G2、B1、B2：0.75ppb



5. 结论

本文使用 Thermo Scientific™ Synchronis C18, 5 μm, 4.6*150 mm 色谱柱，采取柱后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。

应用编号：CCS-SP-005

食品中赭曲霉毒素 A 的测定

参考标准：SNT 1940-2007 进出口食品中赭曲霉毒素 A 的测定方法
SNT1746-2006 进出口大豆、油菜籽和食用植物油中赭曲霉毒素 A 的检验方法

1. 实验背景

由赭曲霉 (Aspergillus 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毒素。赭曲霉毒素 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 μm 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，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 °C 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：1 mL/min
检测器：荧光, Ex: 333 nm; Em: 460 nm
柱温：30 °C
进样量：20 μL
仪器：Ultimate 3000

4. 实验谱图

1. 线性

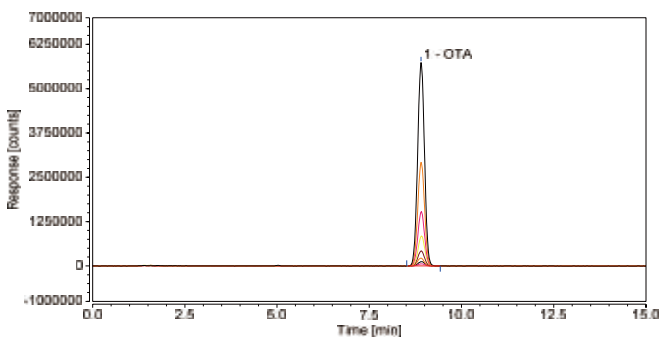


图 1 线性叠加谱图 (从低到高依次代表浓度为 3.13 μg/L、6.25 μg/L、12.50 μg/L、25.00 μg/L、50.00 μg/L、100.00 μg/L 和 200.00 μg/L 的 OTA 标准溶液)

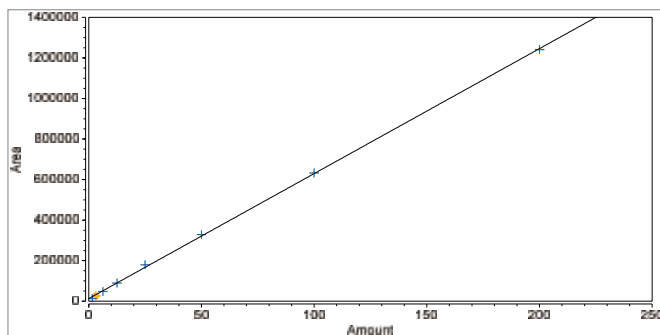


图 2 OTA 标准曲线图

表 1 赭曲霉毒素 A 线性曲线

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

2. 重复性

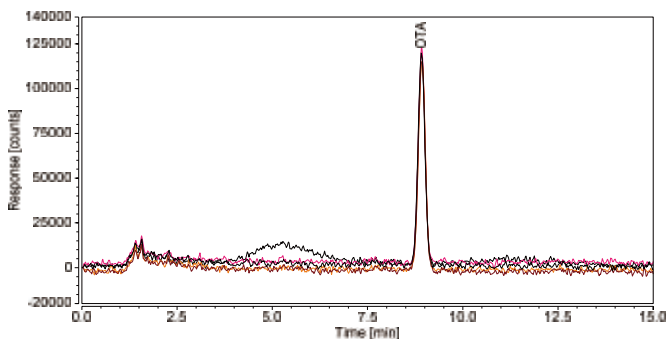


图 3 低浓度样品 (3.13 µg/L OTA) 重复性

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 (µg/L)
OTA	0.09%	0.67%	3.13

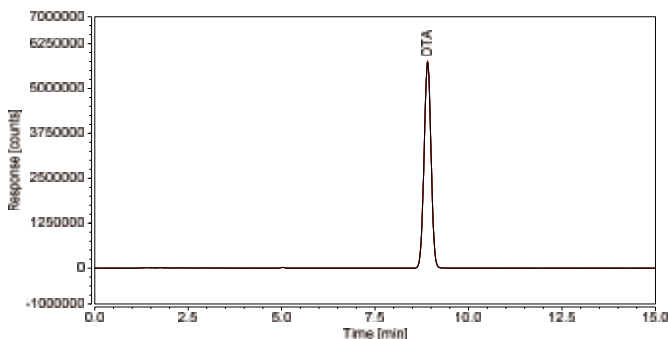


图 4 高浓度样品 (200 µg/L OTA) 重复性

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 (µg/L)
OTA	0.01%	0.11%	200

5. 实验数据

检出限和定量限

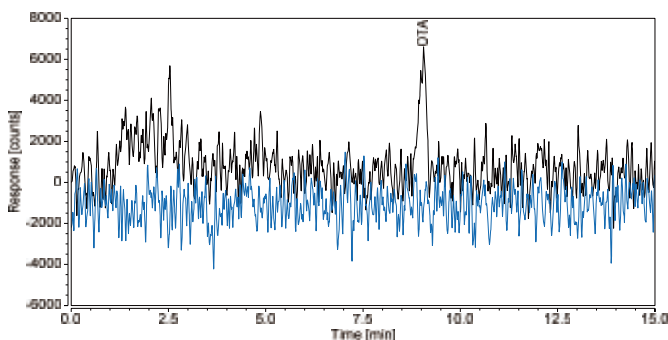


图 5 检出限 (0.15 µg/L OTA) 谱图与空白叠加谱图

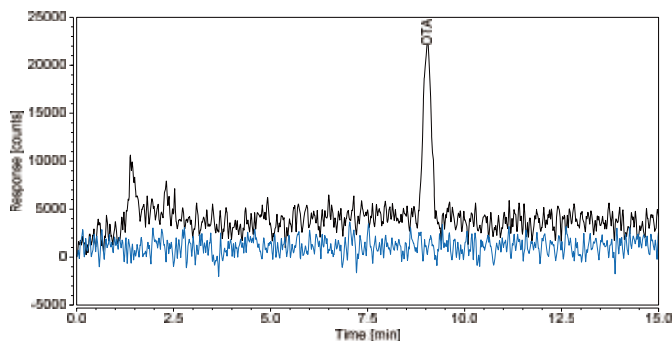


图 6 定量限 (0.55 µg/L OTA) 谱图与空白叠加谱图

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。

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。世界卫生组织（WHO）和欧盟规定展青霉素在食品中的安全限量为 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。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 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。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 mL 10% 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

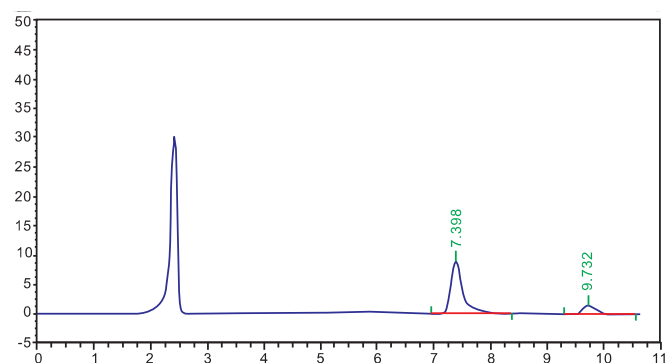
洗脱

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 \times 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。

样品制备

Thermo Scientific HyperSep SPE 产品

Thermo Scientific HyperSep 提供全面的 SPE 产品线，使用这些产品可实现快速、高效和经济的样品制备。HyperSep SPE 产品具有多种类型，包括固相萃取柱、96-孔板、QuEChERS 产品和微型产品。

HyperSep SPE 固相萃取柱

低通量大体积样品的理想选择

- 萃取柱体积从 1 mL 至 75 mL
- 柱床重量从 25 mg 至 10 g
- 兼容各种装置系统

HyperSep-96 孔版

为高通量小体积样品而设计

- 单个板上有 96 个独立小管

- 可选购预制产品或单独订制

“QuEChERS 分散型 SPE 产品

- 提供了便捷高效的方法，能够测定水果、蔬菜和其它食品中的杀虫剂残留”

HyperSep MEPS 产品

从样品制备到萃取物进样一步完成，

——节省数小时时间

- 能在注射筒中进行微型 SPE
- 能够处理低至 3.6 µL 的样品

HyperSep 在线 SPE 产品

用于样品在线制备和预浓缩

- 兼容传统的 HPLC 系统
- 有多种类型的产品可选
- 直接进样至 HPLC 色谱柱

HyperSep Retain 小柱 (聚合物骨架)

描述	柱床重量	体积	部件号	数量
PEP	30 mg	1 mL	60107-201	100/包
	60 mg	3 mL	60107-203	50/包
	150 mg	6 mL	60107-211	
	200 mg	6 mL	60107-212	30/包
	500 mg	6 mL	60107-206	
CX	30 mg	1 mL	60107-301	100/包
	60 mg	3 mL	60107-303	50/包
	150 mg	6 mL	60107-311	
	200 mg	6 mL	60107-314	30/包
	500 mg	6 mL	60107-306	
AX	30 mg	1 mL	60107-401	100/包
	60 mg	3 mL	60107-403	50/包
	150 mg	6 mL	60107-411	
	200 mg	6 mL	60107-412	30/包
	500 mg	6 mL	60107-406	

Hypercarb

描述	柱床重量	体积	部件号	数量
	25 mg	1 mL	60106-304	50/包
	50 mg	1 mL	60106-303	50/包
	100 mg	1 mL	60106-302	30/包
	200 mg	3 mL	60106-301	30/包
	500 mg	6 mL	60106-402	20/包

HyperSep SLE 小柱

描述	柱床重量	体积	部件号	数量
	200 mg	3 mL	60109-200-3-7	50/包
	500 mg	3 mL	60109-500-3-7	50/包
	20 g	60 mL	60109-20000-60-7	10/包

HyperSep 小柱 (硅胶骨架)

描述	柱床重量	体积	部件号	数量
C18	100 mg	1 mL	60108-302	100/包
	200 mg	3 mL	60108-303	50/包
	500 mg	3 mL	60108-304	
	500 mg	6 mL	60108-305	30/包
	1 g	6 mL	60108-301	
硅胶	200 mg	3 mL	60108-410	50/包
	500 mg	3 mL	60108-315	
	500 mg	6 mL	60108-411	30/包
	1 g	6 mL	60108-426	
SAX	200 mg	3 mL	60108-419	50/包
	500 mg	3 mL	60108-521	
	500 mg	6 mL	60108-360	30/包
SCX	1 g	6 mL	60108-434	
	200 mg	3 mL	60108-422	50/包
	500 mg	3 mL	60108-423	
	500 mg	6 mL	60108-520	30/包
Florisil	1 g	6 mL	60108-433	
	200 mg	3 mL	60108-404	50/包
	500 mg	3 mL	60108-405	
	500 mg	6 mL	60108-500	30/包
氨基	1 g	6 mL	60108-431	
	200 mg	3 mL	60108-425	50/包
	500 mg	3 mL	60108-518	
	500 mg	6 mL	60108-519	30/包
	1 g	6 mL	60108-432	



另有 96 孔板和独立孔板形式产品，更多规格，请咨询我们。

HyperSep 正压固相萃取装置

HyperSep Javelin 直连式在线 SPE 柱

ID/mm	柱长/mm	Retain PEP	Retain CX	Retain AX	数量
3.0	10	60310-202	60310-302	60310-402	4/包
2.1	10	60310-201	60310-301	60310-401	4/包



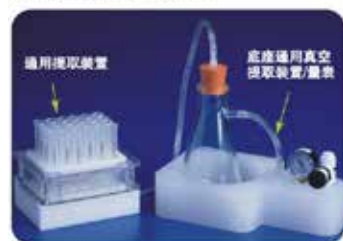
Hypersep SPE 玻璃固相萃取装置

描述	部件号	数量
真空泵, 欧式插头 (220V)	60104-241	
16 位真空固相萃取装置	60104-232	
24 位真空固相萃取装置	60104-233	
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



Hypersep SPE 通用真空萃取装置

描述	部件号	数量
通用真空装置	60104-230	
真空泵, 欧式插头 (220V)	60104-241	
24- 位萃取板堵头	60104-234	24/包
48- 位萃取板堵头	60104-235	48/包
24- 孔萃取板	60104-284	1/包
48- 孔萃取板	60104-289	1/包



HyperSep 正压固相萃取装置

描述	部件号	数量
正压固相萃取装置, 带 13mm 收集架	60104-236	1/包
正压固相萃取装置, 带 16mm 收集架	60104-274	1/包
转换板, 用于 PP 固相萃取装置的 1mL 小柱	60104-265	1/包
转换板, 用于 PP 固相萃取装置的 3mL 小柱	60104-266	1/包
转换板, 用于 PP 固相萃取装置的 6mL 小柱	60104-267	1/包
转换板, 用于 PP 固相萃取装置的 10mL/15mL 小柱	60104-271	1/包
用于 13mm 试管的收集架	60104-268	1/包
用于 16mm 试管的收集架	60104-269	1/包
预钻孔的废液容器	60104-270	1/包
安装套件 (包含空气过滤器, 1/4" OD 导管, 1/4" 压力接头, 一套垫片)	60104-272	1/包
在线空气过滤器	60104-273	1/包



HyperSep QuEChERS 萃取产品

描述	体积	部件号	数量
6g 无水硫酸镁, 1.5g 无水醋酸钠	50 mL	60105-210	250/ 包
4g 无水硫酸镁, 1g 无水氯化钠	50 mL	60105-211	
4g 无水硫酸镁, 1g 无水氯化钠, 1g 二水柠檬酸钠, 0.5g 柠檬酸二钠盐	50 mL	60105-216	
6g 无水硫酸镁, 1.5g 无水氯化钠, 1.5g 二水柠檬酸钠, 0.75g 柠檬酸二钠盐	50 mL	60105-212	

HyperSep QuEChERS 净化产品

描述	体积	部件号	数量
150 mg 无水 MgSO ₄ , 50 mg PSA	2 mL	60105-203	100/ 包
150 mg 无水 MgSO ₄ , 50 mg PSA, 50 mg C18	2 mL	60105-204	
150 mg 无水 MgSO ₄ , 50 mg PSA, 50 mg C18, 50 mg GCB	2 mL	60105-223	
900 mg 无水 MgSO ₄ , 300 mg PSA, 150 mg C18	15 mL	60105-206	50/ 包
1200 mg 无水 MgSO ₄ , 400 mg PSA	15 mL	60105-224	
1200 mg 无水 MgSO ₄ , 400 mg PSA, 400 mg C18	15 mL	60105-225	
1200 mg 无水 MgSO ₄ , 400 mg PSA, 400 mg C18, 400 mg GCB	15 mL	60105-226	
150 mg 无水 MgSO ₄ , 300 mg PSA, 150 mg chorofiltr	15 mL	60105-231	
下层 500 mg PSA、上层 500 mg GCB, 由筛板分开	6 mL	60105-209	

更多产品及规格, 请咨询我们。



气相色谱

Trace GOLD 毛细管色谱柱

Thermo Scientific GC 色谱柱具有温度稳定性高、流失低和寿命长等特点。

TraceGOLD™、TRACE 和 TracePLOT™ 色谱柱系列包含各种固定相, 从非极性到极性; 品质优良、性能卓越, 而且可以保证极好的重现性。其中 TG-SIL 系列产品, 更以超高惰性、极低柱流失、更高的耐温上限著称, 其卓越的品质, 可以满足各种实验需求。

TraceGOLD 气相柱

产品描述	规格	性质和应用	部件号
TraceGOLD TG-5MS	30m × 0.25 mm × 0.25 μm	弱极性相、5% 苯基 /95% 二甲基聚硅氧烷, 应用: 半挥发性化合物, 苯酚, 胺, 残留溶剂和溶剂杂质, 违禁药物, 农药, PCB 混标, 多氯联苯混标 相似固定相: Rxi-1 ms, DB-5, HP-5, HP-5ms, Ultra-2, SPB-5, Equity-5, CP-Sil 8	26098-1420
	60m × 0.25 mm × 0.25 μm		26098-1540
	30m × 0.32 mm × 0.25 μm		26098-1430
	30m × 0.32 mm × 0.5 μm		26098-2240
	30m × 0.32 mm × 1.0 μm		26098-2970
	30m × 0.53 mm × 1.0 μm		26098-2980
	30m × 0.25 mm × 0.25 μm (带 5m 保护柱)		26098-1425
TraceGOLD TG-5SiIMS	30m × 0.25 mm × 0.25 μm	弱极性固定相, 选择性接近于 5% 二苯基 /95% 二甲基聚硅氧烷 应用: GC/MS 分析, 多环芳烃, 碳氢化合物, 包括氯代烃, 邻苯二甲酸酯, 苯酚, 胺, 有机磷类农药	26096-1420
	30m × 0.32 mm × 0.5 μm		26096-2240
TraceGOLD TG-1701MS	30m × 0.25 mm × 0.25 μm	中等极性、14% 氰丙基苯基 /86% 二甲基聚硅氧烷	26090-1420
	30m × 0.32 mm × 0.25 μm	应用: 酒精, 农药, 含氧化合物, PCB 混标, 多氯联苯混标	26090-1430
	30m × 0.32 mm × 0.50 μm	相似固定相: Rtx-1701, DB-1701, HP-1701, SPB-01, VF-1701, CP-Sil 19 CB	26090-2240
	30m × 0.53 mm × 1.0 μm		26090-2980
TraceGOLD TG-WaxMS	30m × 0.25 mm × 0.25 μm	极性固定相、聚乙二醇 应用: FAME, 风味化合物和香精油, 溶剂, 二甲苯异构体, 用于丙烯醛 / 丙烯腈的 EPA 方法 603 相似固定相: DB-WAX, DB-WAXetr, HP-Wax, HP-Innowax, Supelcowax10, CP-Wax52 CB, Stabilwax, BP20, ZB-Wax, Optima Wax, AT-Wax	26088-1420
	30m × 0.25 mm × 0.5 μm		26088-2230
	30m × 0.32 mm × 1.0 μm		26088-2970
	60m × 0.25 mm × 0.25 μm		26088-1540
	60m × 0.32 mm × 0.25 μm		26088-1550
	60m × 0.32 mm × 1.0 μm		26088-3090
	30m × 0.32 mm × 0.25 μm		26088-1430
	30m × 0.32 mm × 0.5 μm		26088-2240
30m × 0.53 mm × 1.0 μm	26088-2980		
Trace TR-FAME	100m × 0.25 mm × 0.2 μm	极性固定相, 70% 氰丙基聚硅亚苯基硅氧烷 应用: 反式脂肪酸专用柱, 脂肪酸甲酯 (FAME), FAME 顺式 / 反式异构体	260M238P

P/N: 26098-1300
S/N: TS123456

Thermo
SCIENTIFIC

TG-5MS 15m
0.25mm x 0.25μm

GC 附件

ThermoFisher GC 色谱耗材适用于 Thermo Trace 系列、Ultra 系列等多种仪器，同时还能完全匹配于 Agilent 的 GC 仪器，具有出色的性价比同时，出色的性能可以满足您日常实验的需求。

GC 超净筒式过滤器

在气路上增加过滤器，能有效去除杂质，如水分、氧气、烃类。ThermoFisher GC 超净筒式过滤器为指示型过滤器，可以通过指示剂颜色的变化来判断指示剂是否失效，以保证系统气体的纯净，减少对分析实验的影响。

类型 / 描述	部件号
超净筒式过滤器	
带指示器的三路过滤器 - 水分、氧气、烃类；无底座	60180-824
带指示器的三路过滤器 - 水分、氧气、烃类 - 经 He 处理，用于 GC/MS；无底座	60180-825
三路过滤器 - 水分、氧气、烃类 - 经 He 处理，用于 GC/MS；有底座	60180-830
带指示器的三路过滤器 - 水分、氧气、烃类 - 经 He 处理，用于 GC/MS；有底座	60180-829
底座	
单底座	60180-814
三底座	60180-817



进样口隔垫

BTO 隔垫低流失，耐受 400°C 高温，是 GC 仪器上通用的隔垫。Marathon 隔垫在兼具 BTO 隔垫低流失、耐受 400°C 高温的同时，具有更高的机械耐受性能，可以耐受 400 次穿刺保证系统的密封性。独立的泡罩包装避免交叉污染，为实验室常备耗材。

	用于 Trace 系列 GC		用于 Trace Series GC		用于 Agilent GC 5890, 6890, 7820, 7890		包装
	描述	部件号	描述	部件号	描述	部件号	
隔垫	BTO 低流失硅树脂 11mm	31303233-BP	BTO 低流失硅树脂 17mm	31303211-BP	BTO 低流失硅树脂 11mm	31303233-BP	50/包
	Marathon 低流失，高机械耐受性 11mm	313P3233-BP	Marathon 低流失，高机械耐受性 17mm	313P3211-BP	Marathon 低流失，高机械耐受性 11mm	313P3233-BP	50/包




GC 进样口刃环（石墨密封垫）

进样口刃环材质种类较多，100% 石墨刃环具有渗透氧的功能，所以不建议用在 MS 和氧敏感型检测器，对于氧敏感型检测器，推荐使用 85%Vespel15% 石墨材质的刃环。根据色谱柱的内径选择合适的尺寸，能起到良好的密封作用。

用于 Trace 系列 GC		用于 Trace Series GC		用于 Agilent GC 5890, 6890, 7820, 7890		包装
描述	部件号	描述	部件号	描述	部件号	
刃环 100% 石墨密封垫圈， 用于 0.1-0.32mmID 色 谱柱，SSL 进样器和 非质谱检测器	290GA139	100% 石墨密封垫圈，	31303211	BTO 低流失硅树脂， 11 mm	31303233	50 个 / 包
用于 0.1-0.25mm ID 色	313G3230	TR-Green/ 低颗粒化 硅树脂 17 mm	313G3211	TR-Green/ 低颗粒化 硅树脂 11 mm	313G3230	50 个 / 包

进样口衬管

选择合适的衬管，能使实验分析得到最佳结果。对于活性组分的分析，通常推荐选择超高惰性衬管，能有效的降低活性组分的吸附，从而使峰型及峰面积的重现性得到最好的效果。对于顶空进样的方法，推荐选择内体积更小的顶空衬管。

进样类型	ID*OD (mm)	柱长 (mm)	是否填充	部件号 每包 1 个	部件号 每包 5 个	部件号 每包 25 个
分流 / 不分流衬管 	4*6.3	78.5	石英棉	453A0164-UI	453A2265-UI	453A1262-UI
分流 / 不分流直式衬管 	4*6.3	78.5	否	453A0294-UI	453A1295-UI	453A2292-UI
不分流衬管（一端渐细） 	4*6.3	78.5	否	453A0344-UI	453A1345-UI	453A2342-UI
不分流衬管（一端渐细） 	4*6.3	78.5	石英棉	453A0924-UI	453A1925-UI	453A2922-UI
直式衬管 	1*6.3	78.5	否	453A0334-UI	453A1335-UI	4532332-UI



液相色谱

Accucore HPLC 色谱柱

卓越的表面多孔增强核技术，让您的投资实现最大价值

基于最先进的 Core Enhanced Technology (表面多孔增强核技术) 结合固定相键合与色谱柱填充的丰富经验, Thermo Scientific Accucore HPLC 色谱柱能够提供独一无二的色谱解决方案, 提升实验室工作流程和效率。此系列色谱柱具用多种可选的固定相并且几乎兼容所有仪器, 能够为投资带来丰厚的回报。

Accucore HPLC 色谱柱

装填 2.6 μm 直径的实心核颗粒的 Accucore HPLC 色谱柱, 粒径分布极窄, 可实现快速、高分离度的分离, 柱效与亚 2 微米填料媲美, 反压显著低于 UHPLC 中的水平。

适用于生物大分子的 Accucore HPLC 色谱柱

150 \AA 孔径颗粒的 Accucore HPLC 色谱柱系列产品采用表面多孔增强核技术, 使得生物大分子的分离度极佳, 分离快速。

Accucore XL HPLC 色谱柱

Accucore XL HPLC 色谱柱采用 4 μm 的实心核颗粒, 使得使用传统 HPLC 方法的用户获得远超 5 μm 、4 μm 甚至 3 μm 全多孔颗粒的色谱柱的性能。

Accucore Vanquish HPLC 色谱柱

Accucore Vanquish HPLC 色谱柱采用 1.5 μm 的实心核颗粒, 分离能力与柱效高于传统亚 2 微米填料, 可实现快速、高效的分析。

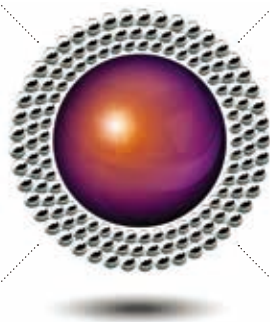
“表面多孔增强核技术”的重要特点

表面多孔实心核颗粒

1.5 μm /2.6 μm /4 μm 颗粒包含实心核和表面多孔层, 在常规反压下实现高速高效的分析

自动装填过程

先进的自动装填过程确保所有色谱柱都有最高的装填质量和优异的批次重现性



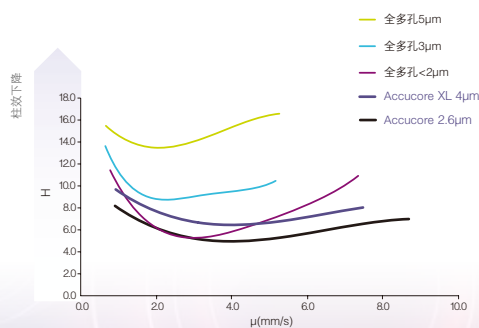
严格控制粒径

改进的颗粒筛选流程使粒径分布范围最小, 从而提高柱效

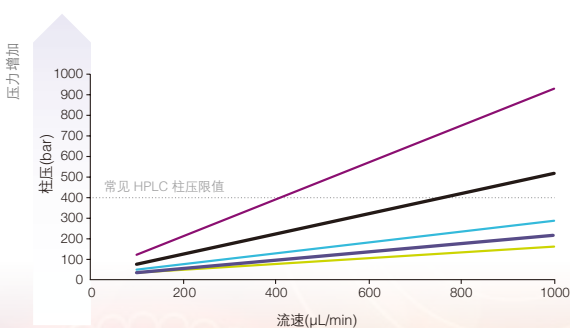
先进的键合技术

优化的固定相键合技术使固定相更加致密和耐用

如下曲线显示了 Accucore HPLC 色谱柱和使用传统的 5 μm 、3 μm 以及 1.9 μm 全多孔填料进行装填的色谱柱之间柱效和反压的比较。



Accucore HPLC 色谱柱比 5 μm 和 3 μm 色谱柱的柱效更高, 2.6 μm 颗粒填料甚至可与 2 μm 颗粒相媲美。



Accucore HPLC 色谱柱在提高柱效的同时避免产生过大反压

Accucore 2.6 μm 分析色谱柱

保护柱 (4/PK)

键合相	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm	2.1 mm	4.6 mm
C18	17126-052130	17126-102130	17126-152130	17126-104630	17126-154630	17126-012105	17126-014005
RP-MS	17626-052130	17626-102130	17626-152130	17626-104630	17626-154630	17626-012105	17626-014005
C8	17226-052130	17226-102130	17226-152130	17226-104630	17226-154630	17226-012105	17226-014005
aQ	17326-052130	17326-102130	17326-152130	17326-104630	17326-154630	17326-012105	17326-014005
Polar Premium	28026-052130	28026-102130	28026-152130	28026-104630	28026-154630	28026-012105	--
Phenyl-Hexyl	17926-052130	17926-102130	17926-152130	17926-104630	17926-154630	17926-012105	17926-014005
PFP	17426-052130	17426-102130	17426-152130	17426-104630	17426-154630	17426-012105	17426-014005
Phenyl-X	27926-052130	27926-102130	27926-152130	27926-104630	27926-154630	27926-012105	--
C30	27826-052130	27826-102130	27826-152130	27826-104630	27826-154630	27826-012105	--
HILIC	17526-052130	17526-102130	17526-152130	17526-104630	17526-154630	17526-012105	17526-014005
Urea-HILIC	27726-052130	27726-102130	27726-152130	27726-104630	27726-154630	27726-012105	--
					保护柱套	852-00	850-00

Accucore 2.6 μm 大分子分析色谱柱

保护柱 (4/PK)

键合相	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	4.6 × 50 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm	2.1 mm	4.6 mm
150-C18	16126-052130	16126-102130	16126-054630	16126-104630	16126-154630	16126-012105	16126-014005
150-C4	16526-052130	16526-102130	16526-054630	16526-104630	16526-154630	16526-012105	16526-014005
150-Amide HILIC	16726-052130	16726-102130	16726-054630	16726-104630	16726-154630	16726-012105	--

Accucore 4 μm 分析色谱柱

保护柱 (4/PK)

键合相	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm	4.6 × 250 mm	2.1 mm	4.0 mm
C18	74104-102130	74104-152130	74104-104630	74104-154630	74104-254630	74104-012101	74104-014001
C8	74204-102130	74204-152130	74204-104630	74204-154630	74204-254630	74204-012101	74204-014001

Accucore 方法开发包 (2.6 μm)

描述	50 mm	100 mm	150 mm
方法验证包 (C18)	17126-052130-3V	17126-102130-3V	17126-152130-3V
窄选择性方法开发包 (C18, RP-MS, aQ)	17X26-052130-3VA	17X26-102130-3VA	17X26-152130-3VA
宽选择性方法开发包 (C18, 苯基 - 己基, PFP)	17X26-052130-3VB	17X26-102130-3VB	17X26-152130-3VB
极性分析方法开发包 (aQ, PFP, HILIC)	17X26-052130-3VC	17X26-102130-3VC	17X26-152130-3VC

Accucore Vanquish 1.5 μm 色谱柱

键合相	2.1 × 100 mm
C18	27101-102130

* 还提供其它规格色谱柱, 详询客服热线或区域销售



Hypersil GOLD HPLC 色谱柱

对所有分析物类型提供出色峰形

- 极好的色谱峰对称性
- 多种化学键合相
- 窄色谱峰，柱效极佳
- 1.9 到 12 μm 颗粒
- 更高的灵敏度和分离度



我们在 HPLC 介质和色谱柱开发和制造领域有超过 35 年的丰富经验，并在此基础上继续成功扩展了这一先进色谱柱系列的能力，以改进色谱分析性能。Hypersil GOLD 色谱柱在 ISO 9001:2008 认证实验室内遵照严格的实验方案并使用可靠的生产工艺和广泛的质量控制测试制造。

从高通量筛选、毛细管到制备型分析的解决方案

Hypersil GOLD 色谱柱有各种粒径和设计可供选择，以满足所有分离需要，包括更高的分离度、灵敏度和更快的分

析速度。Hypersil GOLD 色谱柱有 1.9 μm 到 12 μm 的多种粒径，可提供具有一致分离和性能的色谱分析解决方案。专门设计的硬件包括 KAPPA™ 毛细管柱、PicoFrit™ 和 IntegraFrit 纳柱、Javelin™ HTS 直连式柱以及 DASH™ HTS 柱，全都设计用于高通量筛选。

更好的选择性

良好的峰形意味着更高的灵敏度。当峰出现拖尾时，峰高降低，从而导致分析灵敏度受到影响。色谱峰对称性越好，您对数据的信心越大。使用 Hypersil GOLD，可提高峰高并优化峰积

分计算。

高峰高对于处理低浓度分析物十分关键，例如在杂质分析中。使用 Hypersil GOLD 色谱柱，比竞争对手的 C18 色谱柱具有更高灵敏度。

更高的分离度

可靠的分析方法开发需要明确定义所需的分离度。窄而对称的色谱峰说明分离度较好。获得较窄的峰宽对碱性药物来说是项不小的挑战。Hypersil GOLD 色谱柱可在难分离的色谱峰对之间提供出色的分离度，有助于分离相似化合物。

1.9 μm 分析色谱柱

键合相	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm
C18	25002-052130	25002-102130	25002-152130
C8	25202-052130	25202-102130	25202-152130
C4	25502-052130	25502-102130	25502-152130
aQ	25302-052130	25302-102130	25302-152130
PPF	25402-052130	25402-102130	25402-152130
CN	25802-052130	25802-102130	25802-152130
苯基	25902-052130	25902-102130	25902-152130
氨基	25702-052130	25702-102130	25702-152130

键合相	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm
AX	26102-052130	26102-102130	26102-152130
SAX	26302-052130	26302-102130	26302-152130
硅胶	25102-052130	25102-102130	25102-152130
HILIC	26502-052130	26502-102130	26502-152130

在线滤器 (2.1 mm 内径)

在线滤器套	27006
0.2 μm 在线滤器柱芯	22180

3 μm 分析色谱柱

键合相	分析柱						保护柱 (4/PK)	
	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm	4.6 × 50 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm	2.1 mm	4.6 mm
C18	25003-052130	25003-102130	25003-152130	25003-054630	25003-104630	25003-154630	25003-012101	25003-014001
C8	25203-052130	25203-102130	25203-152130	25203-054630	25203-104630	25203-154630	25203-012101	25203-014001
C4	25503-052130	25503-102130	25503-152130	25503-054630	25503-104630	25503-154630	25503-012101	25503-014001
aQ	25303-052130	25303-102130	25303-152130	25303-054630	25303-104630	25303-154630	25303-012101	25303-014001
PPF	25403-052130	25403-102130	25403-152130	25403-054630	25403-104630	25403-154630	25403-012101	25403-014001
CN	25803-052130	25803-102130	25803-152130	--	25803-104630	25803-154630	25803-012101	25803-014001
苯基	25903-052130	25903-102130	25903-152130	--	25903-104630	25903-154630	25903-012101	25903-014001
氨基	25703-052130	25703-102130	25703-152130	--	25703-104630	25703-154630	25703-012101	25703-014001
AX	26103-052130	26103-102130	26103-152130	--	26103-104630	26103-154630	26103-012101	26103-014001
SAX	26303-052130	26303-102130	26303-152130	26303-054630	26303-104630	26303-154630	26303-012101	26303-014001
硅胶	25103-052130	25103-102130	25103-152130	--	25103-104630	25103-154630	25103-012101	25103-014001
HILIC	26503-052130	26503-102130	26503-152130	--	26503-104630	26503-154630	26503-012101	26503-014001
保护柱套							852-00	850-00

5 μm 分析色谱柱

保护柱 (4/PK)

键合相	2.1 \times 50 mm	2.1 \times 100 mm	2.1 \times 150 mm	4.6 \times 100 mm	4.6 \times 150 mm	4.6 \times 250 mm	2.1 mm	4.6 mm
C18	25005-052130	25005-102130	25005-152130	25005-104630	25005-154630	25005-254630	25005-012101	25005-014001
C8	25205-052130	25205-102130	25205-152130	25205-104630	25205-154630	25205-254630	25205-012101	25205-014001
C4	25505-052130	25505-102130	25505-152130	25505-104630	25505-154630	25505-254630	25505-012101	25505-014001
aQ	25305-052130	25305-102130	25305-152130	25305-104630	25305-154630	25305-254630	25305-012101	25205-014001
PFP	25405-052130	25405-102130	25405-152130	25405-104630	25405-154630	25405-254630	25405-012101	25405-014001
CN	25805-052130	25805-102130	25805-152130	25805-104630	25805-154630	25805-254630	25805-012101	25805-014001
苯基	25905-052130	25905-102130	25905-152130	25905-104630	25905-154630	25905-254630	25905-012101	25905-014001
氨基	25705-052130	25705-102130	25705-152130	25705-104630	25705-154630	25705-254630	25705-012101	25705-014001
AX	26105-052130	26105-102130	26105-152130	26105-104630	26105-154630	26105-254630	26105-012101	26105-014001
SAX	26305-052130	26305-102130	26305-152130	26305-104630	26305-154630	26305-254630	26305-012101	26305-014001
硅胶	25105-052130	25105-102130	25105-152130	25105-104630	25105-154630	25105-254630	25105-012101	25205-014001
HILIC	26505-052130	26505-102130	26505-152130	26505-104630	26505-154630	26505-254630	26505-012101	26505-014001



Synchronis HPLC 色谱柱

- Synchronis HPLC 色谱柱在 ISO9000 认证工厂中生产、装填和检测。每批次的硅胶基质均经过物理特性检测，只有达到严格的检测标准才能投放生产。
- Synchronis 色谱柱采用高纯 100Å 硅胶，比表面积达 320m²/g，而一般的硅胶基质材料比表面积为 200m²/g。更高的比表面积使具有不同疏水性的分析

物能够得到更好的保留。

- 有三种粒径：1.7µm 用于快速 UHPLC 分离，3µm 兼容 HPLC，实现较快速分析，5µm 用于传统 HPLC 分析。
- 每一批装填到 Synchronis 色谱柱的色谱填料均经过了基于 Tanaka 理论的一系列诊断性色谱检测，以确保一致、可

预测的分离。这些检测严密探查了分析物与固定相的相互作用，测量了固定相的疏水性、形状选择性以及与碱性、酸性和螯合物的次级相互作用。

- 新改良的自动装填方法可实现更好的一致性，每个色谱柱均经过独立检测，以确保达到质量要求。

1.7µm 分析色谱柱

键合相	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	3.0 × 100 mm
C18	97102-052130	97102-102130	97102-103030
C8	97202-052130	97202-102130	97202-103030
aQ	97302-052130	97302-102130	97302-103030
苯基	97902-052130	97902-102130	97902-103030
氨基	97702-052130	97702-102130	97702-103030
硅胶	97002-052130	97002-102130	97002-103030
HILIC	97502-052130	97502-102130	97502-103030

在线滤器 (2.1 mm 内径)

在线滤器套	27006
0.2µm 在线滤器柱芯	22180

3µm 分析色谱柱

键合相	2.1 × 50 mm	2.1 × 100 mm	3.0 × 100 mm	4.6 × 50 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm
C18	97103-052130	97103-102130	97103-103030	97103-054630	97103-104630	97103-154630
C8	97203-052130	97203-102130	97203-103030	97203-054630	97203-104630	97203-154630
aQ	97303-052130	97303-102130	97303-103030	97303-054630	97303-104630	97303-154630
苯基	97903-052130	97903-102130	--	--	97903-104630	97903-154630
氨基	97703-052130	97703-102130	--	--	97703-104630	--
硅胶	97003-052130	97003-102130	--	--	97003-104630	97003-154630
HILIC	97503-052130	97503-102130	--	--	97503-104630	97503-154630

5µm 分析色谱柱

键合相						保护柱 (4/PK)	
	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm	4.6 × 250 mm	2.1 mm	4.6 mm
C18	97105-102130	97105-152130	97105-104630	97105-154630	97105-254630	97105-012101	97105-014001
C8	97205-102130	97205-152130	97205-104630	97205-154630	97205-254630	97205-012101	97205-014001
aQ	97305-102130	97305-152130	97305-104630	97305-154630	97305-254630	97305-012101	97305-014001
苯基	97905-102130	97905-152130	97905-104630	97905-154630	97905-254630	97905-012101	97905-014001
氨基	97705-102130	97705-152130	97705-104630	97705-154630	97705-254630	97705-012101	97705-014001
硅胶	97005-102130	97005-152130	97005-104630	97005-154630	97005-254630	97005-012101	97005-014001
HILIC	97505-102130	97505-152130	97505-104630	97505-154630	97505-254630	97505-012101	97505-014001

* 还提供其它规格色谱柱，详询客服热线或区域销售



Acclaim HPLC 色谱柱

Acclaim 色谱柱采用高纯多孔硅胶颗粒和先进、创新的色谱柱键合技术。这能提供互补选择性、高柱效以及对称峰形。

Acclaim 色谱柱满足现代 HPLC 和 LC/MS 方法设立的高标准，适用于制药、环境监测、食品饮料、化工以及消费类产品等应用。有一般反相、HILIC 相以及专用键合相可选。

可靠性和耐用性

质量和可靠性对确保成功分析至关重要。每个 Acclaim 色谱柱都经过大量测试，因此色谱工作者们在使用时可充满信心。制造过程始于超纯硅胶基质，我们仅挑选符合严格物理参数的批次。独特的设计使得键合过程清洁、可重复，不会出现意外的性能变化。每一键合硅胶批次都经过针对其预期用途的全套验证测试。键合硅胶采用高度可靠工艺装填于精密抛光的 316 不锈钢硬件中。每根装填的色谱柱都经过测试以确保每次使用都能获得出色性能。

针对硅胶批次验证和色谱柱性能的分析认证报告说明测试方案、列出了分析方法、色谱柱规格，并提供实际色谱图。

性能指标

Acclaim 色谱柱满足当今实验室所需的高质量标准。创新的表面化学键合相对多种分析物提供优异的峰形和柱效。为确保最优性能，所有 Acclaim 产品都使用多个性能指标进行充分表征，包括键合相表面覆盖率、金属杂质、空间选择性、柱极性、柱疏水性以及针对碱类的低硅醇基活性。专用柱还经过了针对其专用分析的应用测试，以确保每一批次的键合硅胶都能提供高性能分离。

反相柱

Acclaim 120 C18: 高键合密度、单层 C18

反相色谱柱，可在多种应用中提供优异分离度。

Acclaim 120 C8: 高键合密度、单层 C8 反相色谱柱。

Acclaim Phenyl-1: 可为芳香族化合物提供优异分离的独特反相色谱柱，水解稳定性高。

Acclaim C30: 设计用于提供高形状选择性，适合分离结构相近的疏水性异构体。

Acclaim PolarAdvantage: 嵌入了磺酰胺的色谱柱，适合分离多种分析物。

Acclaim PolarAdvantage II: 嵌入了酰胺的反相色谱柱，水解稳定性更高。

亲水相互作用色谱柱

Acclaim HILIC-10: 设计用于分离亲水性化合物

混合模式色谱柱

混合模式色谱柱提供独特的选择性可调节工具，利用 pH 变化、离子强度或有机改性剂来影响酸、碱、两性离子及中性分子的分离选择性。

Acclaim Mixed-Mode WAX-1: 高密度单层色谱柱，同时具有反相和弱阴离子交换特性。

Acclaim Mixed-Mode WCX-1: 在一个色谱柱中结合了反相和阳离子交换。

Acclaim Mixed-Mode HILIC-1: 同时具有反相和亲水相互作用液相色谱 (HILIC) 特性。

Acclaim 专用柱

Acclaim TrinityP 系列色谱柱: Acclaim Trinity 采用专利的纳米微球 - 硅胶杂化技术 (NSH)，一个颗粒上集成了三种分离模式，可以同时分离阳离子、阴离子和非极性化合物，可以同时分析不同电荷的化合物。

Acclaim Trinity Q1: Acclaim Trinity Q1 采用专利的纳米微球 - 硅胶杂化技术 (NSH)，一个颗粒上集成了三种分离模式，专门用于敌草快 / 百草枯的分析。

Acclaim WAX-1: Acclaim WAX-1 键合长链弱阴离子交换基团，具有反相和弱阴离子交换功能，对阴离子具有最佳的选择性，特别适合有机酸类化合物的分析。

Acclaim WCX-1: Acclaim WCX-1 键合长链弱阳离子交换基团，具有反相和弱阳离子交换功能，对阳离子具有最佳的选择性，特别适合有机胺类化合物的分析。

Acclaim OA: Acclaim OA 完全符合 AOAC 986.13 中有机酸的分析要求，专利的内嵌极性固定相使其与 100% 水兼容，同时对低 pH 具有极好的水解稳定性。

Acclaim Surfactant: Acclaim Surfactant 系列色谱柱采用专利键合相，流失率低，不会影响通用型检测器的灵敏度。可以同时分离各种基质中的阴离子、阳离子、非离子和两性离子的表面活性剂。

Acclaim Carbonyl: Acclaim Carbonyl 色谱柱采用反相机理，主要用于分析水和空气中的 DNPH 醛酮衍生物，具有极佳的选择性和重现性。

Acclaim Carbamate: Acclaim Carbamate 能够基线分离氨基甲酸酯类农药，符合 EPA 531.2 的要求，低流失率使其可以用于 LC-MS 方法。

Acclaim Explosives: Acclaim Explosives 系列色谱柱为 EPA 方法 8330 提供解决方案，色谱柱对 EPA 确定的 14 种目标爆炸物进行基线分离，E1 和 E2 具有互补选择性。

Acclaim AmG C18: AmG 具有超强的 pH 耐受性，即使在高温时，仍可用 pH=0.5 的流动相进行分析，是氨基糖苷类抗生素等化合物分析的最佳选择。

2.2 μm 分析色谱柱

键合相	2.1 × 30mm	2.1 × 50mm	2.1 × 100mm	2.1 × 150mm
C18	071400	068981	068982	071399
PA	072621	072622	072623	072624
PAII	071402	068989	068990	071401
C8	072614	072615	072616	072617
Carbonyl C18	--	--	077972	077973
Carbamate	--	--	075597	075596
Explosive E2	--	--	076225	076226

3 μm 分析色谱柱

保护柱 (2/PK)

键合相	2.1 × 50mm	2.1 × 100mm	2.1 × 150mm	4.6 × 50mm	4.6 × 100mm	4.6 × 150mm	2.1mm	4.6mm
C18	059128	059129	059130	059131	059132	059133	--	--
C8	059122	059123	059124	059125	059126	059127	--	--
300 C18	060263	--	060264	060265	--	060266	--	--
PA	063174	061316	061317	--	--	061318	--	--
PAII C18	077999	077998	063187	063189	078001	063191	--	--
AmG C18	--	--	088753	--	--	088757	088754	088758
Phenyl-1	078016	--	071971	--	--	071969	079934	071973
C30	078666	078665	075725	078661	078660	075723	--	--
HILIC-1	--	--	070091	--	--	--	--	--
HILIC-10	--	--	074259	--	--	074257	--	--
WAX-1	--	--	070089	--	--	--	--	--
WCX-1	--	--	070093	--	--	--	--	--
Trinity P1	075565	071389	075564	--	--	--	071391	--
Trinity P2	085431	085432	--	--	--	--	085435	--
Surfactant Plus	--	078955	078954	--	--	078950	--	--
Trinity Q1	083242	--	--	--	--	--	--	--
Acclaim OA	--	--	070087	--	--	--	--	--
Surfactant	--	--	070085	--	--	--	--	--
Carbonyl C18	--	--	079011	--	--	--	--	--
Carbamate	--	--	072927	--	--	072925	072930	072928
Explosive E2	--	--	070083	--	--	--	--	--

5 μm 分析色谱柱

保护柱 (2/PK)

键合相	2.1 × 100 mm	2.1 × 150 mm	4.6 × 100 mm	4.6 × 150 mm	4.6 × 250 mm	2.1 mm	4.6 mm
C18	059143	059144	059147	059148	059149	069689	069695
C8	--	059136	059139	059140	059141	069688	069696
C30	--	--	--	075719	075718	075722	075720
Phenyl-1	--	--	--	088016	079697	--	--
PA	--	--	--	061320	061321	069691	069698
PA II	--	--	--	063197	063199	069692	069699
300 C18	--	--	--	--	--	069690	069697
HILIC-1	--	066847	--	066843	066844	069694	069706
WAX-1	--	067084	--	064984	064985	069686	069704
WCX-1	--	068371	--	068353	068352	--	069705
Acclaim OA	--	--	--	062903	062902	--	069700
Surfactant	--	068123	--	063201	063203	069693	069701
Surfactant Plus	--	--	--	082768	082767	078960	082773
Carbonyl C18	--	--	--	079008	083214	079012	079014
Carbamate	--	--	--	--	072924	--	--
Explosive E2	--	--	--	--	064309	--	069703

* 还提供其它规格色谱柱，详询客服热线或区域销售

保护柱柱套

描述	部件号
保护柱柱套	069580
保护柱套件（柱套和连接器）	069707
保护柱连接器	074188

Thermo Scientific Hypercarb HPLC 色谱柱

100% 多孔石墨烯用于扩展分离功能

- 对高极性分析物具有出色的保留能力
- 分离结构相近物质
- 在 0 至 14 的 pH 下保持稳定
- 适合高温应用



多孔石墨烯 (PGC) 是由碳原子排列成片状六边形进而形成的独特固定相, 这种碳原子的化合价已经饱和, 与大多数多核芳香族分子相同。Hypercarb 的结构和保留性质与传统硅胶键合相不同, 具有很宽的 pH 稳定性, 可保留和分离高极性化合物。

相互作用机制主要取决于溶质的极性和平面性 (形状)。这些特定的相互作用机制使其能成功保留和分离无法通过一般反相 HPLC 分离的分析物。由于分析极性分析物时不需使用复杂的缓冲系统或离子对试剂, 以及使用更高浓度的有机改性剂, 与 MS 等检测技术的兼容性也更高。

Hypercarb 色谱柱基本上以下面两种机制进行保留:

1) 吸附: 分析物与 Hypercarb 相互作用的强度在很大程度上取

决于与石墨表面接触的分子面积, 并与接触点的官能团类型和官能团相对石墨表面的位置有关。右图显示了平面和非平面分子向 Hypercarb 表面接近的方式。相互作用的强度取决于能与平石墨表面接触的分子面积的大小和方向。平面性更高的分子比三维空间排列的刚性分子有更高保留。

2) 电荷诱导的极性分析物与可极化石墨表面之间的相互作用: 第二个机制, 即电荷诱导的偶极请见上图, 这一机制与极性分析物表现出的强保留相关。带永久偶极的极性基团接近表面时, 将形成诱导偶极, 从而增强分析物与石墨表面之间的相互吸引。这些电荷不应与分子的总离子电荷相混淆, 如在酸性 pH 条件下电离的碱性化合物。电荷诱导的偶极机制完全是由于极性分子的静电荷与石墨表面之间的相互作用所引起的。

Hypercarb 分析色谱柱

保护柱 (2/PK)

	2.1 × 100mm	2.1 × 150mm	4.6 × 100mm	4.6 × 150mm	2.1mm	4.6mm
5 μm	35005-102130	35005-152130	35005-104630	35005-154630	35005-012101	35005-014001
3 μm	35003-102130	35003-152130	35003-104630	35003-154630	35003-012101	35003-014001



HyperREZ XP HPLC 色谱柱

用于碳水化合物分析的聚合物基质色谱柱

HyperREZ XP Carbohydrate 色谱柱采用含 4% 或 8% 二乙烯基苯的单分散树脂基质，为分析碳水化合物和有机酸提供了理想介质。与硅胶基质色谱柱不同，它们在低 pH 条件下也保持稳定，因此可采用稀释的酸作为流动相。这些色谱柱还可以在高温条件下运行，以快速分析并提高某些结构极为相近的洗脱分析物的分离度。这些色谱柱再生方便，柱使用寿命长。除了磺化树脂本身与金属离子的配体交换相互作用外，对凝胶交联程度的控制还提供体积排阻工作模式。不同形式的抗衡离子与分析物分子的羟基团相互作用产生了选择性差异。HyperREZ XP 色谱柱有 H⁺、Ca²⁺、Pb²⁺ 和 Na⁺ 型号，您可以根据自己的应用要求选择适当的抗衡离子。下表将帮助您根据应用领域或保留时间来选择最适合的色谱柱。HyperREZ XP 色谱柱还有专用于有机酸和糖醇的型号。

条件:	色谱柱: 300×7.7 mm
流动相:	H ₂ O
流速:	0.6 mL/min
检测:	RI
温度:	75°C (H ⁺) 85°C (Ca ²⁺) 80°C (Pb ²⁺)

注: 使用 H⁺ 色谱柱时某些糖类可能发生部分水解。

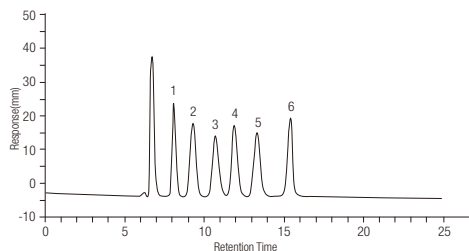
常见糖类的保留时间 (分钟)

糖	H ⁺	Ca ²⁺	Pb ²⁺
核糖醇	11.5	14.9	20.4
阿拉伯糖	11.4	13.6	19.4
赤藓糖醇	12.7	15.6	20.3
果糖	10.6	13.5	19.3
岩藻糖	12.2	13.7	17.1
半乳糖	1.07	12.2	15.6
葡萄糖	9.9	11.1	13.9
甘油	14.1	16.1	19.5
乳糖	8.6	9.7	12.8
麦芽糖	8.4	9.5	12.5
麦芽三糖	7.7	8.7	11.9
甘露醇	11.0	17.3	28.9
甘露糖	1.5	12.5	16.7
棉子糖	8.2	8.6	11.4
山梨醇	11.1	20.7	N/A
蔗糖	9.8	9.4	11.9
木糖	10.6	12.0	15.0

HyperREZ XP HPLC 色谱柱

粒径 (μm)	描述	内径 (mm)	柱长 (mm)	部件号
HyperREZ XP Carbohydrate H ⁺ (交联度 8%)				
8.0	分析柱	7.7	300	69008-307780
	保护柱	7.7	50	69008-057726
	保护柱芯 (2 个/包)	3.0	5	69008-903027
HyperREZ XP Carbohydrate Ca ²⁺ (交联度 8%)				
8.0	分析柱	7.7	300	69208-307780
	保护柱	7.7	50	69208-057726
	保护柱芯 (2 个/包)	3.0	5	69208-903027
HyperREZ XP Carbohydrate Pb ²⁺ (交联度 8%)				
8.0	分析柱	7.7	300	69108-307780
	保护柱	7.7	50	69108-057726
	保护柱芯 (2 个/包)	3.0	5	69108-903027
HyperREZ XP Carbohydrate Na ⁺ (交联度 10%)				
10.0	分析柱	7.7	300	69310-307780
	保护柱	7.7	50	69310-057726
	保护柱芯 (2 个/包)	3.0	5	69310-903027
HyperREZ XP Organic Acids (交联度 8%)				
8.0	分析柱	7.7	100	69608-107780
	保护柱	--	--	请咨询
	保护柱芯 (2 个/包)	--	--	请咨询
HyperREZ XP Sugar Alcohols (交联度 8%)				
8.0	分析柱	4.0	250	69708-254080
	保护柱	--	--	--
	保护柱芯 (2 个/包)	3.0	5	69208-903027
用于 HyperREZ XP 3.0×5.0 mm 保护柱芯的保护柱柱套				60002-354

糖类分析



HyperREZ XP Carbohydrate Ca²⁺, 300×7.7 mm

流动相:	水
流速:	0.3 mL/min
柱温:	85°C
检测器:	RI
进样体积:	20 μL

1. Raffinose
2. Lactose
3. Glucose
4. Galactose
5. Fructose
6. Erythritol

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

生命科学产品和服务业务

上海市长宁区仙霞路99号21-22楼
邮编 200051
电话 021- 61453628 / 021-61453637

北京

北京市安定门东大街28号雍和大厦西楼F座7层
邮编 100007
电话 010-84193588*3229

生命科学产品和服务业务

北京市朝阳区东三环北路2号南银大厦1711室
邮编 100027
电话 010-84461802

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



赛默飞色谱
与质谱中国

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

ThermoFisher
SCIENTIFIC