

中国乳制品和婴幼儿食品 检测方法指南

2010国家食品安全标准



Acquity 
UPLC® CLASS



HPLC METHODS ARE NOW A THING OF THE

FUTURE.

隆重介绍ACQUITY UPLC® H-CLASS。

为每个实验室带来无与伦比的性能体验。

请登录waters.com/hclass,报名观看产品演示。

前言

自三聚氰胺事件以来（2008年9月），国家有关部门尽了最大努力来整理和修订现有的食品安全法规和标准，强化了食品安全检测要求和食品安全管理。颁布了新的食品安全法，并于2009年6月实施。2010年4月，卫生部颁布了66项新的奶类产品国家标准，其中49项是食品检测标准。为了帮助读者贯彻实施那些基于液相色谱（LC）技术的标准分析方法，而且更进一步，采用最新的液相色谱技术，我们编写了本指南。

本指南第一部分介绍了有关国家食品安全标准检测方法的要点以及沃特世推荐的相关仪器设备。要点包括样品制备，液相色谱参考条件，和标准溶液。部分方法还给出额外可供选择的液相分析条件和相关色谱图。每个方法的结尾列出相关资料供参考。第二部分介绍了一些常用食品检测分析的参考替代方法，包括对糖，脂溶性维生素，水溶性维生素，以及农药，三聚氰胺，黄曲霉毒素，和兽药等残留物的分析。对于那些目光不仅限于现有的标准方法，想采用更先进的仪器设备（如质谱）及最新色谱柱，以取得最大限度的提高分析效率的工作者来说，本指南第二部分也许能提供更有价值的资料。在每个方法的后面列出了更多的应用文献和色谱柱信息。本指南最后部分简要介绍了相关仪器设备的特点。

同时也想提醒读者，本指南仅供参考。想获取有关详细资料还请参阅原件。此外，虽然给出的参考方法经过了实际样品的验证，但对于具体的实验室和样品条件，这些方法可能需要进行进一步修改和优化。

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

目录

| 分析物 | 国家食品安全标准 | 名称 | 页码 |
|----------------------|------------------------------------|--|----|
| 乳糖、蔗糖 | GB5413.5-2010 | 婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定 | 1 |
| 维生素 A、D、E | GB5413.9-2010 | 婴幼儿食品和乳品中维生素A、D、E的测定 | 2 |
| 维生素 K ₁ | GB5413.10-2010 | 婴幼儿食品和乳品中维生素K ₁ 的测定 | 3 |
| 维生素 B ₁ | GB5413.11-2010 | 婴幼儿食品和乳品中维生素B ₁ 的测定 | 4 |
| 维生素 B ₂ | GB5413.12-2010 | 婴幼儿食品和乳品中维生素B ₂ 的测定 | 5 |
| 维生素 B ₆ | GB5413.13-2010 | 婴幼儿食品和乳品中维生素B ₆ 的测定 | 6 |
| 烟酸和烟酰胺 | GB5413.15-2010 | 婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺的测定 | 7 |
| 泛酸 | GB5413.17-2010 | 婴幼儿食品和乳品中泛酸的测定 | 8 |
| 牛磺酸 | GB5413.26-2010 | 婴幼儿食品和乳品中牛磺酸的测定 | 9 |
| β-胡萝卜素 | GB5413.35-2010 | 婴幼儿食品和乳品中β-胡萝卜素的测定 | 10 |
| 黄曲霉毒素 M ₁ | GB5413.37-2010 | 乳和乳制品中黄曲霉毒素M ₁ 的测定 (LC-MS) | 11 |
| 黄曲霉毒素 M ₁ | GB5413.37-2010 | 乳和乳制品中黄曲霉毒素M ₁ 的测定 (LC-FLR) | 12 |
| 苯甲酸和山梨酸 | GB21703-2010 | 乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定 | 13 |
| 参考方法 | | | |
| 乳糖、蔗糖 | GB5413.5-2010 | 牛奶中的糖分 | 14 |
| 脂溶性维生素 | GB5413.9-2010 GB5413.10-2010 | 应用UPLC-PDA-SQD对脂溶性维生素的分析 | 15 |
| 水溶性维生素 | GB5413.11-2010 ~ GB5413.19-2010 | 应用UPLC-MS/MS对水溶性维生素的快速、同时分析 | 16 |
| 牛磺酸 | GB5413.26-2010 | 奶粉及婴幼儿食品中氨基酸含量的测定 | 18 |
| 三聚氰胺 | GB/T 22388-2008 GB/T 22400-2008 | 婴幼儿配方、营养食品和蛋白粉中三聚氰胺及三聚氰酸的测定 | 20 |
| 农药残留 | GB2763-2005 | 婴幼儿食品中优先农药残留的确认及测定 | 22 |
| 黄曲霉毒素 | GB5413.37-2010 | 使用UPLC和荧光检测器，无需衍生反应的黄曲霉毒素快速分析 | 24 |
| 兽药残留 | | 对动物源食品的多种兽药残留筛查UPLC-QToF MS法 | 25 |
| 六六六和滴滴涕 | GB2763-2005 | 食品中多种有机氯农药残留的测定 | 27 |
| 相关系统简介 | | | |

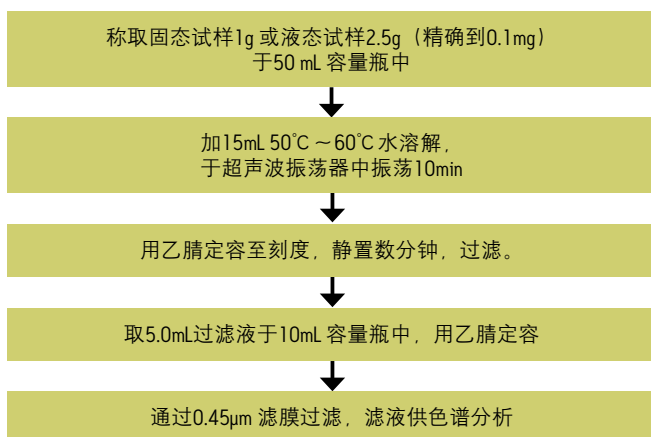
乳糖和蔗糖

简介

中国国家食品安全标准GB 5413.5-2010规定了两种对婴儿食品和乳品中乳糖和蔗糖的测定方法。其中第一法是液相色谱法。该法的样品制备部分涉及蛋白质沉淀和过滤（详见样品制备部分）。其液相色谱分析是通过用氨基柱在等度洗脱条件下分离待测分析物，用示差折光检测器或蒸发光散射检测器来进行分析测定的。

沃特世ACQUITY UPLC® H-Class系统和Alliance® e2695系统均适合国标中第一法的要求。同时，ACQUITY UPLC H-Class系统还可胜任超高效液相色谱（UPLC）的分析需要。（17页给出了详细的UPLC分析牛乳中乳糖和蔗糖的例子）。

样品制备（GB5413.5-2010 第一法）：



注：详细制备资料请参阅国标GB5413.5-2010。

GB参考色谱条件

| | |
|------------|----------------------------------|
| 色谱柱： | 氨基柱4.6 mm×250 mm，5µm，或具有同等性能的色谱柱 |
| 流动相： | 乙腈/水=70/30 |
| 流速： | 1 mL/min |
| 进样量： | 10µL |
| 柱温： | 35°C |
| 检测器： | 示差折光检测器或蒸发光散射检测器标准工作溶液 |
| 乳糖标准水溶液浓度： | 0, 2, 4, 6, 8, 10mg/mL. |
| 蔗糖标准水溶液浓度： | 0, 1, 2, 3, 4, 5mg/mL. |

推荐使用

沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统及ACQUITY ELS检测器。（选CH-30A 或其它LC色谱柱加热/冷却器。）

或沃特世Alliance e2695系统及2414 RI 检测器（或2424 ELS检测器。）

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中乳糖、蔗糖的测定（GB5413.5-2010）
2. ACQUITY UPLC BEH Amide Columns Application Notebook, Waters literature code: WA64081
3. UPLC Analysis of Carbohydrates, Waters literature code: 720003214en

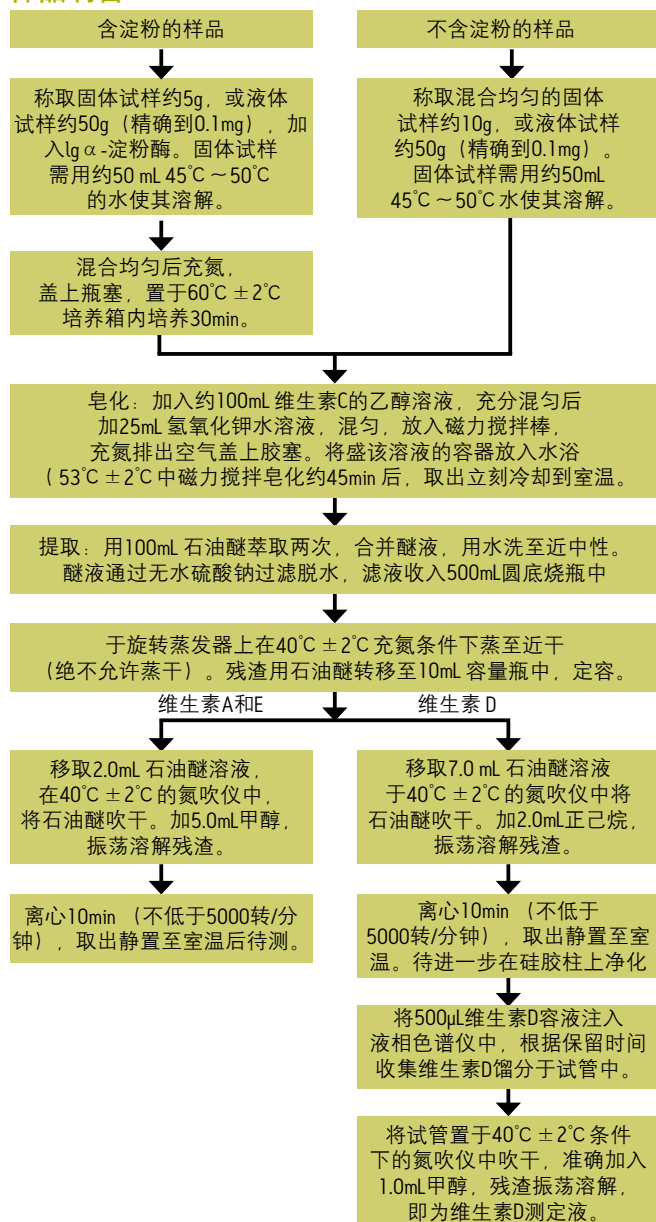
[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

维生素 A、D、E

简介

中国国家食品安全标准GB 5413.9-2010规定了对婴儿食品和乳品中维生素A、D、和E的液相色谱测定方法。该法的样品制备部分包括酶解（含淀粉样品），皂化，和液液萃取。维生素D的样品制备还包含使用硅胶柱的半制备液相色谱净化过程。（详见样品制备部分）。维生素A、D、和E的液相色谱分析是通过C₁₈柱等度洗脱分离，使用紫外检测器来实现的。

样品制备



注：详细制备资料请参阅国标GB5413.9-2010。

维生素D净化条件：

色谱柱： 硅胶柱5mm 4.6x150mm或具同等性能的色谱柱
流动相： 环己烷/正己烷 (1/1 v/v) 含0.8vol%异丙醇
流速： 1.0mL/min
紫外波长： 264nm
柱温： 35°C ± 1°C
进样体积： 500mL

GB参考色谱条件

色谱柱： C₁₈柱 4.6×250 mm, 5 μm, 或具同等性能的色谱柱
流动相： 甲醇
流速： 1.0mL / min.
进样量： 20μL (维生素A、E) ; 100μL (维生素D)
柱温： 35 ± 1°C
紫外波长： 维生素 A: 325nm;
维生素 E: 294nm;
维生素 D: 264nm.

标准工作溶液

- 维生素A (视黄醇) 乙醇溶液浓度： 1.00, 2.00, 3.00, 4.00, 5.00μg/mL
- 维生素D (D₂或D₃) 乙醇溶液浓度： 0.200, 0.400, 0.600, 0.800, 1.000μg/mL
- 维生素E (α-生育酚) 乙醇溶液浓度： 10.0, 20.0, 30.0, 40.0, 50.0 μg/mL

注：维生素A、D、E标准储备液浓度需经特定波长紫外吸光值校正。

推荐使用

LC测定：

- ACQUITY UPLC H-Class系统 (带 ACQUITY PDA检测器)。

维生素D净化：

- Alliance e2695系统配2489 TUV检测器 (用2mL样品环, p/N WAT096106)。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中维生素A、D、E的测定(GB5413.9-2010)
2. Chromatographic separation of fat-soluble vitamins including the two isomers: D2 and D3, Waters literature code: 720002154en
3. Analysis of fat-soluble vitamins using UPLC-PDA-SQD, Waters literature code: 720002021en

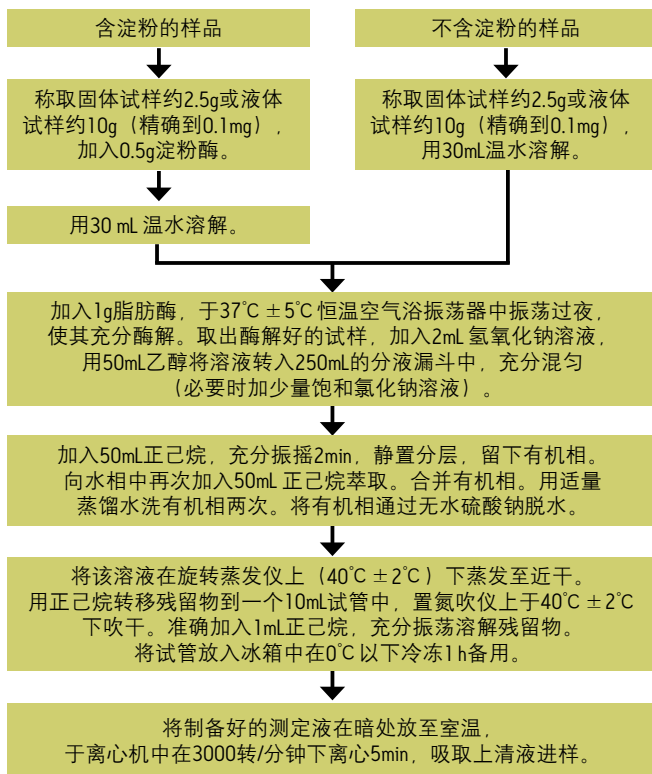
维生素 K₁

简介

国家食品安全标准GB 5413.10-2010规定了对婴儿食品和乳品中维生素K₁的液相色谱测定方法。该法包括酶解，皂化，液液萃取等样品前处理，以及液相色谱经柱后锌还原反应后荧光检测定量分析。该法等同于AOAC方法999.15。

沃特世Alliance e2695系统配2475荧光检测器适合该国标检测方法。沃特世的保护柱套件可用于锌还原柱的制作。

样品制备



注：由于维生素K₁遇光易分解，应避免光操作。

GB参考色谱条件

色谱柱： C₁₈色谱柱 4.6×150mm，5μm，或具同等性能的色谱柱；

流速： 1.0mL /min.

进样体积： 10μL

检测波长： 激发波长 Ex=243nm，
反射波长 Em=430nm

流动相：

■ 甲醇 900mL，二氯甲烷100mL，冰醋酸0.3mL，氯化锌 1.5g，无水乙酸钠0.5g，混合溶解后用0.45μm滤膜过滤。

锌还原柱：

■ 将锌粉（50~70mm）干法装填入不锈钢柱（4.6mm×50mm，WAT084550）中。

标准工作溶液

■ 维生素 K₁正己烷溶液浓度：

■ 0.00, 0.40, 0.80, 1.20, 1.60, 2.00μg/mL。

推荐使用

■ Waters Alliance e2695系统配2475荧光检测器。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中维生素K₁的测定 (GB5413.10-2010)
2. Indyk, H.E. and Woollard, D.C. Determination of vitamin K in milk and infant formulas by LC: collaborative study, J. AOAC. Int. 83 121-132 (2000)
3. Chromatographic separation of fat-soluble vitamins including the two isomers: D₂ and D₃, Waters literature code: 720002154en
4. Analysis of fat-soluble vitamins using UPLC-PDA-SQD, Waters literature code: 720002021en

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

维生素 B₁

简介

国家食品安全标准GB 5413.11-2010规定了对婴儿食品和乳品中维生素B₁的液相色谱测定方法。该法包括水解、衍生、液液萃取等样品前处理，以及经C₁₈柱等度洗脱分离后经荧光检测定量分析。

沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配UPLC荧光检测器适合该检测方法。

样品制备

称取5g~10g (精确至0.01g) 试样，加60mL 0.1M盐酸，放入高压灭菌锅内，在121°C下保持30min

冷却至40°C以下后取出，用2.0M乙酸钠溶液调pH值至4.0，加入2.0mL混合酶液（含93.8mg木瓜蛋白酶和47mg淀粉酶），置于37°C的培养箱中过夜

将酶解液转移至100mL容量瓶中，用水定容至刻度，滤纸过滤，取滤液备用。

取上述滤液10.00mL于25mL具塞比色管中，加入5mL碱性铁氰化钾溶液，充分混匀后，加10.00mL正丁醇（或异丁醇），强烈振荡后静置约10min，使之充分分层。

吸取正丁醇（或异丁醇）相（上层）于4000转/分钟~6000转/分钟离心5min，取上清液经有机微孔滤膜过滤，供进样用。

注：
操作过程应在避光环境下进行。
室温条件下衍生产物在4h内稳定。
详细制备资料请参阅国标GB5413.11-2010。

GB参考色谱条件

色谱柱： C₁₈柱4.6×250mm，5μm，或具同等性能的色谱柱；
流动相： 50mM乙酸钠溶液/甲醇（65/35 体积比）
流速： 1.00mL/min
进样量： 20μL
检测波长： 激发波长 Ex 375nm；
发射波长 Em 435nm。

标准工作溶液

- 标准储备液：维生素B₁（硫胺素）在0.01M盐酸的浓度为500μg/mL。
- 标准工作液：用水稀释储备液至0，0.05，0.10，0.20，0.50，1.00μg/mL。

推荐使用

- 沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配UPLC荧光检测器。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中维生素B₁的测定（GB5413.11-2010）
2. The Rapid, simultaneous analysis of 12 water-soluble vitamin compounds, Waters literature code: 720003052en

维生素 B₂

简介

国家食品安全标准GB 5413.12-2010规定了对婴儿食品和乳品中维生素B₂的液相色谱测定方法。该法先进行水解，酶解，过滤等样品前处理，再经C₁₈柱等度洗脱分离待测物后经荧光检测定量分析。

沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配UPLC荧光检测器适合该检测方法。

样品制备

称取5g~10g (精确至0.01g) 试样，加60mL 0.1M盐酸，放入高压灭菌锅内，在121°C下保持30min



冷却至40°C 以下后取出；用2.0M乙酸钠溶液调 pH 值至4.0，加入2.0mL混合酶液（含93.8mg木瓜蛋白酶和47mg淀粉酶），置于37°C的培养箱中过夜



将酶解液转移至100mL容量瓶中，用水定容至刻度，



用定量滤纸过滤，再经0.45μm水相滤膜过滤，取滤液备用。

GB参考色谱条件

色谱柱： C₁₈柱 4.6×250mm， 5μm， 或具同等性能的色谱柱；

流动相： 50mM 乙酸钠溶液/甲醇（65/35 体积比）

流速： 1.0mL/min

进样量： 20μL

检测波长： 激发波长 E×462nm；
发射波长 Em 522nm.

标准工作溶液

■ 维生素B₂（核黄素）水溶液浓度： 0， 0.05， 0.10， 0.20， 0.50， 1.00μg/mL。

推荐使用

■ 沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配UPLC荧光检测器。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准： 婴幼儿食品和乳品中维生素B₁的测定（GB5413.12-2010）
2. The Rapid, simultaneous analysis of 12 water-soluble vitamin compounds, Waters literature code: 720003052en

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

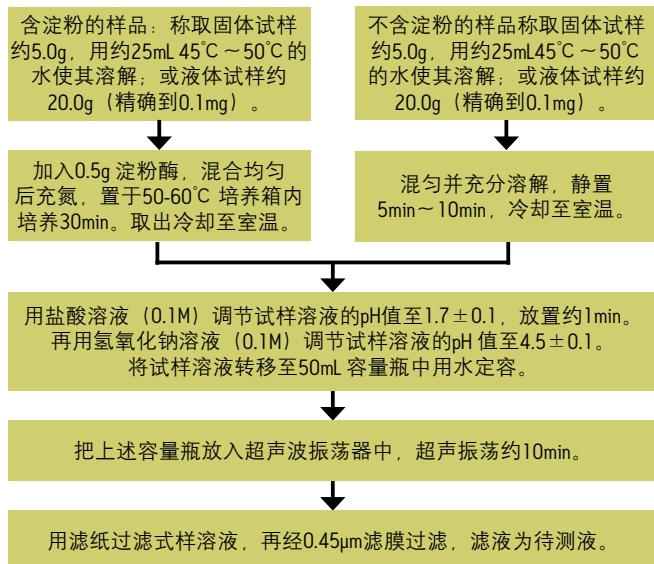
维生素 B₆

简介

国家食品安全标准GB 5413.13-2010规定了对婴儿食品和乳品中维生素B₆（吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺）的液相色谱测定方法。该法包括酶解（对含淀粉样品），蛋白质沉淀，过滤等样品前处理，以及经C₁₈柱等度洗脱分离待测物后经荧光检测器定量分析。

沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配UPLC荧光检测器适合该检测方法。

样品制备



GB参考色谱条件

色谱柱： C₁₈柱4.6×150mm 5μm，或同等性能的色谱柱

流速： 1.0mL/min

进样量： 10mL

检测波长： 激发波长 293nm，
发射波长 395nm。

流动相：

甲醇50mL，辛烷磺酸钠2.0g，三乙胺2.5mL，用水溶解并定容到1000mL后，用冰乙酸调pH至3.0±0.1，再经0.45μm微孔滤膜加压过滤。

标准工作溶液

■ 维生素B₆（吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺）混合水溶液浓度均为0，0.20，0.40，0.60，1.00μg/mL。

推荐使用

■ 沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配UPLC荧光检测器。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中维生素B₆的测定（GB5413.13-2010）。
2. The Rapid, simultaneous analysis of 12 water-soluble vitamin compounds, Waters literature code: 720003052en

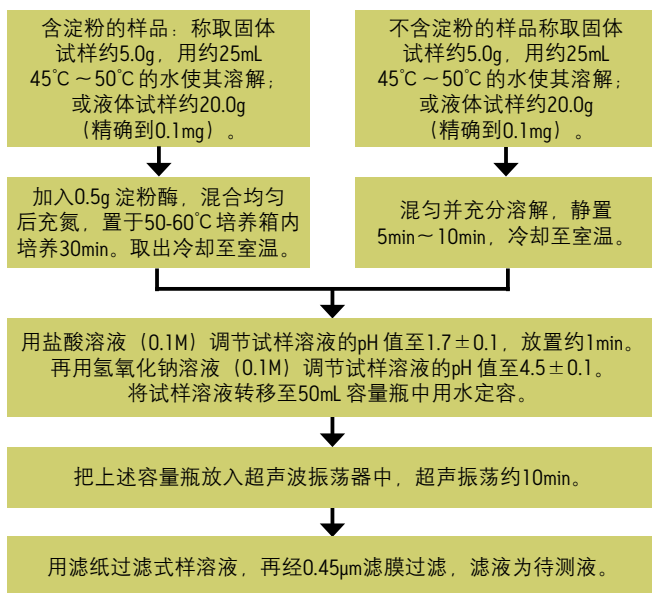
烟酸和烟酰胺

简介

国家食品安全标准GB 5413.15-2010规定了两种对婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺（维生素B₃）的测定方法。第一法为液相色谱法。该法包括酶解（对含淀粉样品），蛋白质沉淀，和过滤等样品前处理，以及经C₁₈柱等度洗脱分离待测物后经紫外检测器定量分析。

沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统适合该检测方法。该系统的优点还包括可以进行UPLC色谱分析。图一和图二展示了用UPLC H-Class系统在两种色谱条件下（HPLC和UPLC）得到的结果。在UPLC条件下的分析时间大大缩短。

样品制



注：详细制备资料请参阅国GB5413.15-2010。

GB参考色谱条件

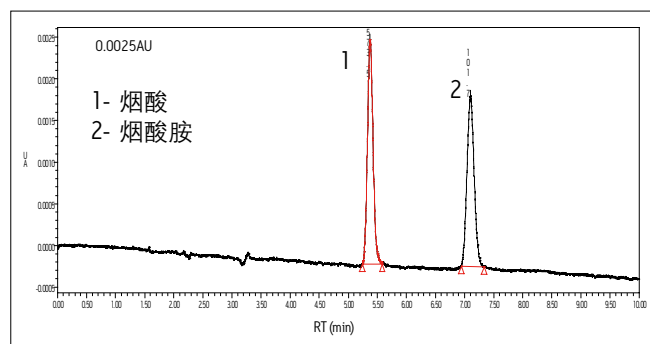
色谱柱： C₁₈柱 4.6×150mm，5μm，或同等性能的色谱柱。
流动相： 甲醇70mL，异丙醇20mL，庚烷磺酸钠1g，用910mL水溶解并混匀后，用高氯酸调pH至2.1±0.1，经0.45μm膜过滤。
柱温： 30°C
流速： 1.00mL/min
进样量： 10μL
检测波长： 26nm

标准工作溶液

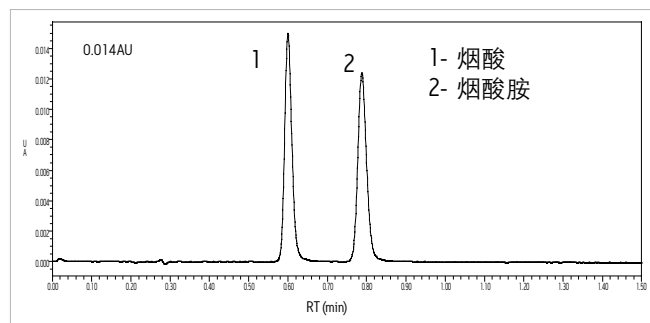
■ 烟酸和烟酰胺混合物水溶液浓度均为0.00，0.80，1.60，4.00，and 8.00μg/mL。

推荐使用

■ 沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配 ACQUITY TUV 检测器（or PDA 检测器）。



图一 用UPLC H-Class系统在GB参考色谱条件下得到的烟酸和烟酰胺标准溶液色谱图。运行时间：10分钟。



图二 用UPLC H-Class系统在UPLC色谱条件下得到的烟酸和烟酰胺标准溶液（同图一）的色谱图。运行时间：1.5分钟。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺的测定(GB5413.15-2010)
2. The Rapid, simultaneous analysis of 12 water-soluble vitamin compounds, Waters literature code: 720003052en

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

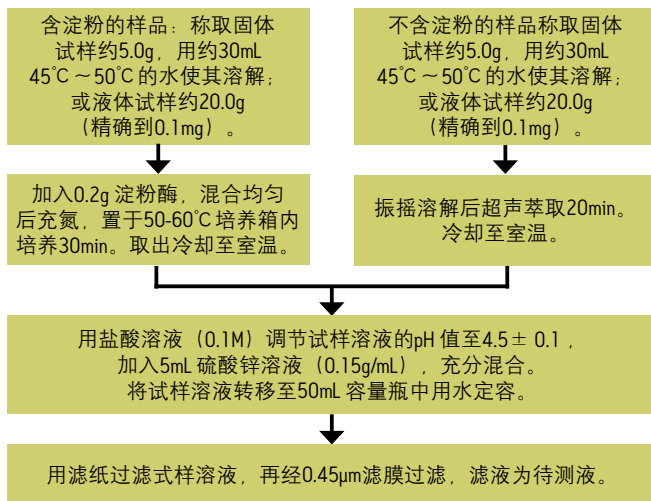
泛酸

简介

国家食品安全标准GB 5413.17-2010规定了两种对婴儿食品和乳品中泛酸的测定方法。第二法为液相色谱法。该法包括酶解（对含淀粉样品），蛋白质沉淀，和过滤等样品前处理，以及经C₁₈柱等度洗脱分离待测物后经紫外检测器定量分析。

沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统适合该检测方法。该系统的优点还包括可以进行UPLC色谱分析。图一和图二展示了用UPLC H-Class系统在两种色谱条件下（HPLC和UPLC）得到的结果。在UPLC条件下的分析时间大大缩短。

样品制备



注：详细制备资料请参阅国GB5413.17-2010。

GB参考色谱条件

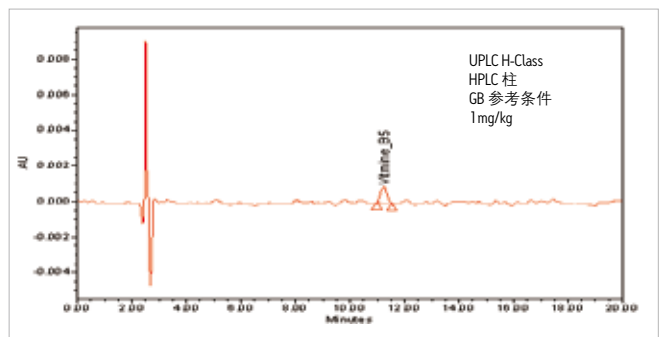
色谱柱： C₁₈柱4.6×250mm，5µm，或同等性能的色谱柱
柱温： 30°C ± 1°C
流动相： 取磷酸二氢钾溶液900mL，甲100mL，混匀后经0.45µm微孔滤膜加压过滤。
流速： 1.00mL/min
进样量： 10µL
检测波长： 200nm

标准工作溶液

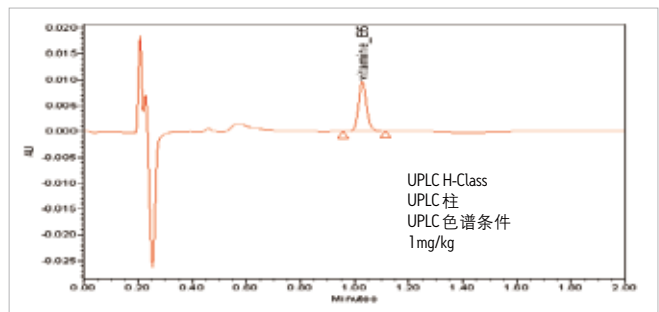
■ 用泛酸钙制备泛酸标准水溶液，浓度为1.0，2.0，4.0，8.0and 12.0µg/mL。（泛酸浓度是泛酸钙浓度的92.0%）。

推荐使用

■ 沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配 ACQUITY TUV检测器（or PDA 检测器）。



图一 用UPLC H-Class系统在GB参考色谱条件下得到的泛酸标准溶液（1.0ug/mL）色谱图。运行时间：20分钟。



图二 用UPLC H-Class系统在UPLC色谱条件下得到的泛酸标准溶液（1.0ug/mL）色谱图。运行时间：2分钟。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中泛酸的测定（GB5413.17-2010）。
2. The Rapid, simultaneous analysis of 12 water-soluble vitamin compounds, Waters literature code: 720003052en

牛磺酸

简介

国家食品安全标准GB 5413.26-2010规定了两种对婴儿食品和乳品中牛磺酸的液相色谱测定方法。第一法为柱后衍生法（用邻苯二甲醛，OPA）。第二法为柱前衍生法（用丹磺酰氯）。

柱后衍生法使用钠离子色谱柱，在等度洗脱条件下分离待测物后用荧光检测。该法适合用沃特世的Alliance e2695系统配2475荧光检测器和柱后衍生装置进行分析。

柱前衍生法使用C₁₈柱，在等度洗脱条件下分离待测物后用荧光（或紫外光）检测。该法适合用沃特世的ACQUITY UPLC H-Class系统配ACQUITY荧光检测器，或ACQUITY紫外检测器进行分析。

沃特世的氨基酸分析法提供了另一种牛磺酸柱前衍生分析方法。该法快速，简单，并可同时分析其它各种氨基酸。详细情况请阅读替代方法部分（21页）。

柱后衍生法

样品制备

称取固体样品1g~5g，液体样品5g~20g（精确至0.01g，试样中含牛磺酸5μg以上），加30mL 偏磷酸溶液（10g/L）；溶解，充分摇匀，移入100mL容量瓶中。

放入超声波振荡器中振荡10min~15min，取出冷却至室温后，用水定容至刻度。

样液在5000转/分钟条件下离心10min，取上清液经0.45μm微孔膜过滤，接取中间滤液以备进样。

注：详细制备资料请参阅国GB5413.26-2010。

GB参考色谱条件

色谱柱：钠离子氨基酸分析专用柱（250mm×4.6mm）或同等性能的色谱柱
流动相：柠檬酸缓冲液
流速：0.30mL/min
荧光衍生剂流速：0.30 mL/min。
柱温：55℃
进样量：20μL
检测波长：激发波长：338nm，发射波长：425nm

标准工作溶液

■ 牛磺酸水溶液浓度为0, 5, 10, 15, 20μg/mL。

推荐使用

■ Alliance e2695系统配2475荧光检测器和柱后衍生装置。

柱前衍生法

样品制备

称取固体样品1g~5g，液体样品5g~30g 试样（精确至0.01g）于100mL容量瓶中，加入80mL温水（50℃~60℃）溶解，充分混匀，置超声波振荡器上振荡10min，冷却到室温。

加1.0mL 沉淀剂I（0.150g/mL K₄Fe(CN)₆溶液），涡旋混合，1.0mL 沉淀剂II（0.300g/mL Zn(CH₃COO)₂溶液），涡旋混合，用水定容至刻度，充分混匀。

试液于5000转/分钟下离心10min，取上清液备用。（上清液在4℃暗处保存放置24h稳定。）

取1.00mL上述上清液到10mL具塞玻璃试管中，加入1.00mL 碳酸钠缓冲液（pH9.5），1.00mL丹磺酰氯溶液（1.5mg/mL），充分混合，室温避光衍生反应2h（1h后需摇晃1次）。

加入0.10 mL 盐酸甲胺溶液（20mg/mL）涡旋混合以终止反应，避光静置至沉淀完全。取上清液经0.45μm微孔滤膜过滤，取滤液待测。衍生物在4℃可避光保存48h。

注：详细制备资料请参阅国GB5413.26-2010。

GB参考色谱条件

色谱柱：C₁₈柱 4.6mm×250mm, 5μm, 或同等性能色谱柱
柱温：室温
流速：1.00mL/min
流动相：乙酸钠缓冲溶液（10mM, pH=4.2）/乙腈（70/30 v/v）
进样量：20μL
检测波长：UV（TUV or PDA）：254nm；
FLR：激发波长 330nm；发射波长 530nm

标准工作溶液

- 若用紫外光检测，牛磺酸水溶液浓度为0, 5, 10, 15, 20μg/mL
- 若用荧光检测，牛磺酸水溶液浓度为0, 0.05, 0.10, 0.15, 0.20μg/mL

推荐使用

ACQUITY UPLC H-Class系统配ACQUITY荧光检测器，或ACQUITY紫外检测器。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中牛磺酸的测定（GB5413.26-2010）。
2. Enhancement of the UPLC amino acid analysis solution with flexible detector options, Waters literature code: 720002913en
3. Amino acid analysis, Waters literature code: 720001946en
4. UPLC amino acid analysis solution, Waters literature code: 720001683en

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

β-胡萝卜素

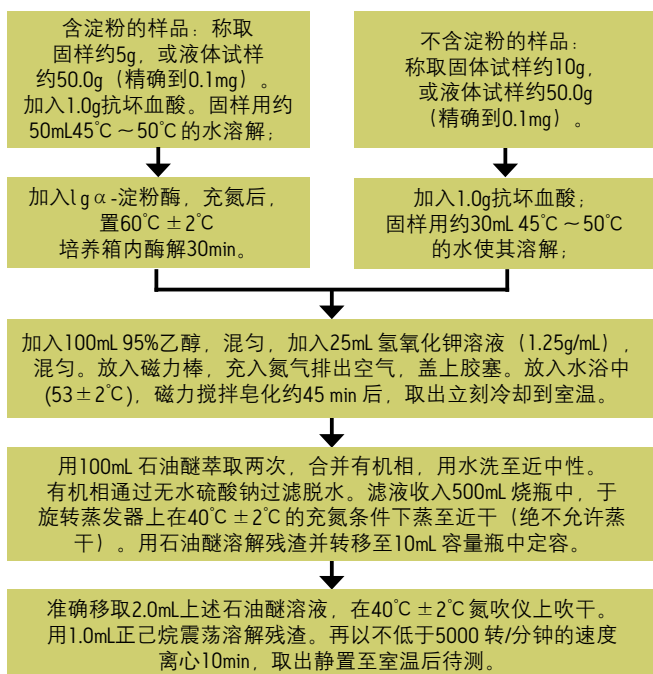
简介

国家食品安全标准GB 5413.35-2010规定了对婴儿食品和乳品中β-胡萝卜素的液相色谱测定方法。该法包括酶解（对含淀粉样品），皂化，液液萃取等样品前处理，以及经C₁₈柱等度洗脱分离待测物后用紫外检测器定量分析。

该法适合用沃特世Alliance e2695系统配2489 TUV检测器，或PDA二极管阵列检测器进行检测。

另外一种使用ACQUITY UPLC系统的检测条件也一并给出供读者参考。该法可分离α-和β-胡萝卜素（如图一所示）。

样品制备



注：实验操作过程中应注意避光。详细制备资料请参阅国标GB5413.35-2010。

GB参考色谱条件

色谱柱：C₁₈柱，4.6mm×250mm，5μm，或具同等性能的色谱柱。
柱温：35°C ± 1°C
流速：2.00mL/min
流动相：三氯甲烷/乙腈/甲醇（3/12/85体积比）含抗坏血酸0.4g/L，经0.45μm膜过滤。
进样体积：20μL
检测波长：450nm

标准工作溶液

■ β-胡萝卜素在正己烷溶液的浓度为0.5，1.0，2.0，3.0 and 4.0μg/mL。

注：β-胡萝卜素标准储备液浓度需经特定波长紫外吸光值校正。

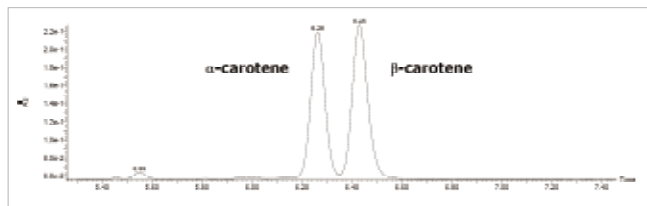
推荐使用

■ 沃特世Alliance e2695系统配2489 TUV检测器，或PDA二极管阵列检测器。

UPLC色谱条件

系统：ACQUITY UPLC 系统配 ACQUITY PDA检测器。
色谱柱：ACQUITY UPLC BEH C₁₈柱，2.1×150 mm，1.7μm
柱温：50°C
流速：0.5 mL/min
流动相 A：98:2 水/甲醇（体积比）
流动相 B：甲醇
进样体积：10.0μL full loop
样品温度：5°C
弱洗：600μL 98:2水/甲醇
强洗：200μL 异丙醇（IPA）
检测波长：450nm，或PDA 250-500nm
梯度洗脱：

| 时间 (分钟) | %B | 曲线 |
|---------|----|----|
| 0.00 | 10 | -- |
| 2.00 | 10 | 6 |
| 2.01 | 0 | 6 |
| 12.00 | 0 | 6 |
| 12.10 | 10 | 6 |



图一 α-和β-胡萝卜素在参考方法条件下的分离色谱图

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中β-胡萝卜素的测定（GB5413.35-2010）。

黄曲霉毒素M₁乳和乳制品中黄曲霉毒素M₁的测定 (LC-MS)

简介

国家食品安全标准GB 5413.37-2010规定了四种对婴儿食品和乳品中黄曲霉毒素M₁的测定方法。第一法使用免疫亲和柱净化样品，用液相色谱-质谱 (LC-MS) 对黄曲霉毒素M₁进行定量分析。

该法适合用沃特世ACQUITY UPLC系统配TQ质谱仪进行检测。

样品制备

乳样：称取50g（精确至0.01g）混匀的试样，在水浴中加热到35°C~37°C。在6000转/分钟下离心15min。收集全部上清液，供净化用。

按照免疫亲和柱的使用说明书要求，将50mL上述提取液以2mL/分钟~3mL/分钟稳定的流速过柱。用10mL水以稳定的流速洗柱。然后，抽干亲和柱。用4mL乙腈洗脱黄曲霉毒素M₁。

然后用氮气缓缓地在30°C下将洗脱液蒸发至近干（如果蒸发至干，会损失黄曲霉毒素M₁），用乙腈-水溶液（1+9）稀释至1mL。

注：其它样品的制备，如发酵乳、乳粉和粉状婴幼儿配方食品、干酪、奶油等，请参考食品安全国家标准 GB5413.37-2010。

GB参考色谱条件

色谱柱：ACQUITY UPLC HSS T3柱，2.1×100 mm 1.8μm

柱温：35°C

样品温度：20°C

流动相 A：0.1% 甲酸水溶液

流动相 B：乙腈/甲醇（50/50 v/v）

流速：300μL/min

进样体积：10μL

| 梯度洗提： | 时间（分钟） | A% | B% | 曲线 |
|-------|--------|------|------|----|
| | 0 | 68.0 | 32.0 | |
| | 4.20 | 55.0 | 45.0 | 6 |
| | 5.00 | 0 | 100 | 6 |
| | 5.70 | 0 | 100 | 1 |
| | 6.00 | 68.0 | 32.0 | 6 |

质谱条件

离子化模式：ESI+

MRM 参数

化合物：黄曲霉毒素M₁

MRM1 (m/z)：329.0>273.5

碰撞能量 (V)：22

MRM2 (m/z)：329.0>259.5

碰撞能量 (V)：22

标准工作溶液

■ 黄曲霉毒素M₁在空白基质中浓度为0.5, 0.8, 1.0, 2.0, 4.0, 6.0 and 8.0 ng/mL。

推荐使用

■ 沃特世ACQUITY UPLC系统配TQ质谱仪。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中黄曲霉毒素M₁的测定 (GB5413.37-2010)。
2. Rapid analysis of rapid analysis of aflatoxins without derivatization using ultra performance liquid chromatography and fluorescence detection, Waters literature code: 720002644en
3. Vicam A aTest® Affinity column, p/n G1024
4. ACQUITY UPLC HSS T3 column, 2.1x100mm, 1.8mm, p/n 186003533

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

黄曲霉毒素M₁乳和乳制品中黄曲霉毒素M₁的测定 (LC-FLR)

简介

国家食品安全标准GB 5413.37-2010中的第二法使用LC-FLR技术对婴儿食品和乳品中黄曲霉毒素M₁进行测定。样品经使用免疫亲和柱净化，C₁₈柱等度洗提，用荧光检测器对黄曲霉毒素M₁进行定量分析。

该法适合用沃特世ACQUITY UPLC 系统（或UPLC H-Class系统）进行检测。

样品制备

乳样：称取50g（精确至0.01g）混匀的试样，在水浴中加热到35°C ~ 37°C。在6000转/分钟下离心15min。收集全部上清液，供净化用。

按照免疫亲和柱的使用说明书要求，将50mL上述提取液以2mL/分钟~3mL/分钟稳定的流速过柱。用10mL水以稳定的流速洗柱。然后，抽干亲和柱。用4mL乙腈洗脱黄曲霉毒素M₁。

然后用氮气缓缓地在30°C下将洗脱液蒸发至50mL-500mL（如果蒸发至干，会损失黄曲霉毒素M₁），再用水稀释10倍至最终体积（即500-5000mL）。

注：其它样品的制备，如发酵乳、乳粉和粉状婴幼儿配方食品、干酪、奶油等，请参考食品安全国家标准 GB5413.37-2010。

GB参考色谱条件

色谱柱： C₁₈柱 4.6×250 mm 5μm（或3μm）带保护柱

流速： 1mL/min.

流动相： 乙腈/水（25/75体积比）

进样体积： 50μL

检测波长： 激发波长 365nm，发射波长 435nm。

标准工作溶液

■ 黄曲霉毒素M₁在空白基质中浓度为1.0, 2.0, 4.0 and 8.0ng/mL

注：黄曲霉毒素M₁三氯甲烷标准溶液浓度需要校正。具体方法请参考国标GB5413.37-2010。

推荐使用

■ 沃特世ACQUITY UPLC 系统（或UPLC H-Class系统）配ACQUITY 荧光检测器（大体积流通池）。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准：婴幼儿食品和乳品中黄曲霉毒素M₁的测定 (GB5413.37-2010)。
2. Rapid analysis of rapid analysis of aflatoxins without derivatization using ultra performance liquid chromatography and fluorescence detection, Waters literature code: 720002644en
3. Rapid analysis of a atoxins with the ACQUITY UPLC H-Class system, Waters literature code: 720003286en
4. Vicam A aTest® Af nity column, p/n G1024

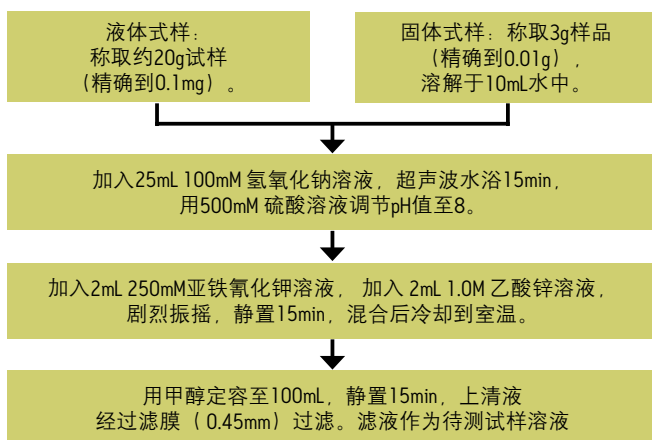
苯甲酸和山梨酸 乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定

简介

国家食品安全标准GB 21703-2010规定了对乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的液相色谱测定方法。该法先去除试样中的脂肪和蛋白质，再采用C₁₈柱等度洗脱分离待测物后经紫外光检测定量分析。

该法适合用沃特世ACQUITY UPLC H-Class系统配紫外（TUV或PDA）检测器进行检测。该系统还可满足UPLC条件的测定。图一和图二展示了用H-Class系统分别在GB参考条件下和UPLC条件下得到的结果。

样品制备



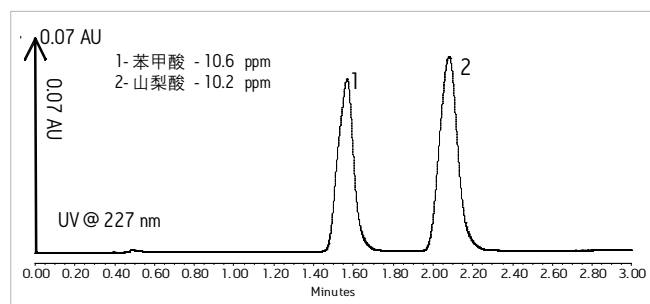
注: 详细制备资料请参阅国GB21703-2010。

标准工作溶液

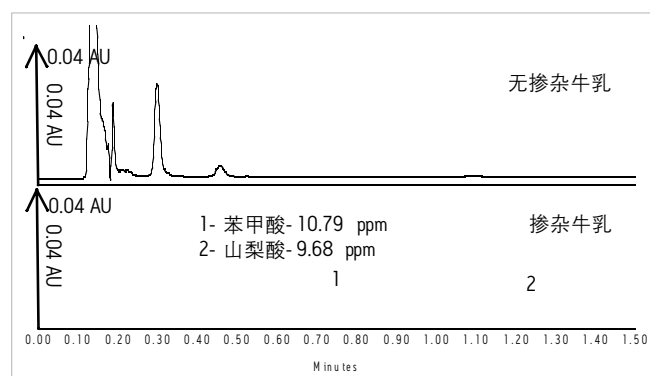
苯甲酸和山梨酸混合物在甲醇水 (50/50) 溶液的浓度为 10 μ g/mL (单个组分浓度)。

GB参考色谱条件

色谱柱: C₁₈柱, 4.6 \times 250mm, 5mm
柱温: 室温
流动相: 甲醇/磷酸盐缓冲溶液 (pH=6.7; 18mM一元碱/11mM 二元碱) (10/90 体积比)
流速: 1.2mL/min
进样体积: 10 μ L
检测波长: 227nm



图一 GB参考色谱条件下在ACQUITY UPLC H-Class系统上得到的标准液色谱图。色谱柱: 沃特世 HSS T3 柱 (4.6 \times 50mm, 3.5 μ m); 柱温 30 $^{\circ}$ C。



图二 替代色谱条件下在ACQUITY UPLC H-Class系统上得到的牛乳样品色谱图。色谱柱: 沃特世 HSS T3 柱 (2.1 \times 50mm, 1.8 μ m); 柱温 40 $^{\circ}$ C。

UPLC色谱条件

色谱柱: UPLC HSS T3 柱, 2.1 \times 50mm, 1.8 μ m
柱温: 40 $^{\circ}$ C
流动相: 乙酸钠缓冲溶液 (10mM 乙酸钠/10mM 乙酸) / 无水乙醇 (90/10 体积比)
流速: 0.9mL/min
进样体积: 2 μ L
检测波长: 227nm

推荐使用

沃特世ACQUITY UPLC H-Class 系统配紫外 (TUV或PDA) 检测器。

如需详细资料

1. 国家食品安全标准: 乳和乳制品中苯甲酸和山梨酸的测定 (GB21703-2010)

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

乳糖和蔗糖

简介

中国国家食品安全标准GB 5413.5-2010规定了一种测定食品和乳品中乳糖和蔗糖的液相色谱方法。该方法使用粒径为5 μ m的氨基柱。

我们这里给出了一种基于沃特世ACQUITY UPLC系统和UPLC BEH Amide 酰胺基柱（粒径1.7 μ m）的超高效液相色谱（UPLC）替代检测方法。与国家标准方法相比，此方法的性能表现稳定，消耗较少溶剂。

UPLC 色谱条件

仪器： 配备ELSD的沃特世®ACQUITY UPLC®
色谱柱： ACQUITY UPLC BEH Amide酰胺基柱，
2.1×100 mm， 1.7 μ m
流动相： 75/25 乙腈/水， 包含0.2%三乙胺（TEA）
流速： 130 μ L/min
进样量： 1.3 μ L（PLNO）
柱温： 30°C
进样针强洗： 20/80乙腈/水（800 μ L）
进样针弱洗： 75/25乙腈/水（500 μ L）
密封垫冲洗： 50/50乙腈/水

ELSD条件

增益： 200
压力： 40psi
漂移管温度： 40°C
喷雾器： 冷却
采样率： 10/秒
过滤时间常数： 正常

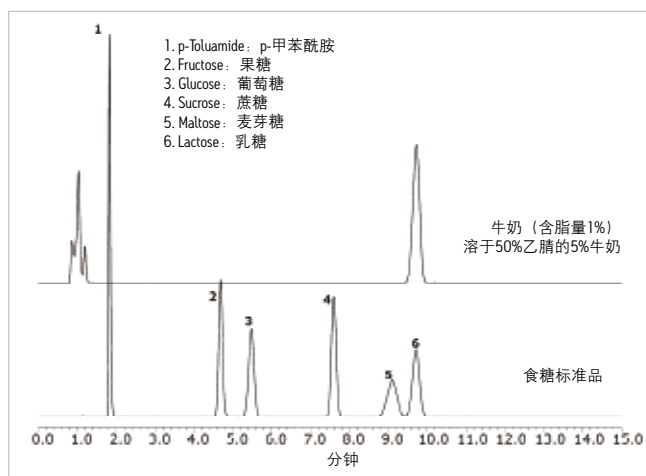


图1 ACQUITY UPLC BEH酰胺基柱给出的含脂1%牛奶和食糖标准品的色谱图

| 相关部件 | 部件编号 |
|--|-------------|
| ACQUITY UPLC BEH胺柱, 2.1x100mm, 1.7 μ m | 186004801 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| ACQUITY UPLC BEH胺柱的应用手册 | WA64081 |
| 糖类物质的UPLC分析 | 720003214en |

脂溶性维生素应用UPLC-PDA-SQD对脂溶性维生素的分析

简介

本例介绍了一项对脂溶性维生素（A、D、E和K）的5分钟快速反相液相色谱分析技术。该方法使用沃特世ACQUITY UPLC BEH C₁₈柱，可同时检测维生素A₁、维生素K₁和K₂、维生素D₂和D₃、维生素E和维生素E醋酸酯进行分析。紫外检测参数和质谱检测参数也被同时列出。

UPLC 色谱条件

液相色谱系统： 配备PDA和SQ检测器的ACQUITY UPLC

溶剂A： 水:乙腈（90:10体积比）

溶剂B： 乙腈:甲醇（50:50体积比）

流速： 0.7mL/min

柱温： 35°C

进样体积： 3 μ l

色谱柱： ACQUITY BEH C₁₈, 2.1 \times 100mm, 1.7 μ m

| 梯度洗脱： | 时间（分钟） | %A | %B | 梯度曲线 |
|-------|--------|----|-----|------|
| | 初值 | 10 | 90 | 初值 |
| | 0.10 | 10 | 90 | 9 |
| | 2.00 | 0 | 100 | 6 |
| | 3.00 | 0 | 100 | 6 |
| | 3.50 | 10 | 90 | 6 |
| | 5.00 | 10 | 90 | 6 |

ACQUITY UPLC PDA

波长范围： 205-450nm

分辨率： 1.2nm

采样率： 20谱图 / 秒

SQ检测器的设置值

单四极杆质谱在APCI模式下运行。

电晕电流： 15.0 μ A

锥孔电压： 35.0 V

源温度： 145°C

探针温度： 575°C

锥孔气体流速： 200 L/Hr

脱溶剂气体： 600 L/Hr

表一 脂溶性维生素的保留时间、紫外检测峰值，质谱SIR保留时间窗口和质荷比。

| 保留时间 | 维生素 | UVmax | SIR-保留时间窗 | SIR-质荷比 |
|------|-------------------|------------|-----------|---------|
| 0.98 | 维生素A ₁ | 325 | 0.00-1.40 | 269 |
| 2.25 | 维生素K ₂ | 265 245 | 1.20-2.70 | 445 |
| 2.37 | 维生素D ₂ | 265 | 2.10-2.60 | 397 |
| 2.43 | 维生素D ₃ | 265 | 2.20-2.80 | 385 |
| 2.77 | 维生素E | 291 | 2.60-3.10 | 431 |
| 3.02 | 维生素E 醋酸酯 | 285 | 2.80-3.40 | 473 |
| 3.24 | 维生素K ₁ | 265 240 | 3.10-3.60 | 451 |

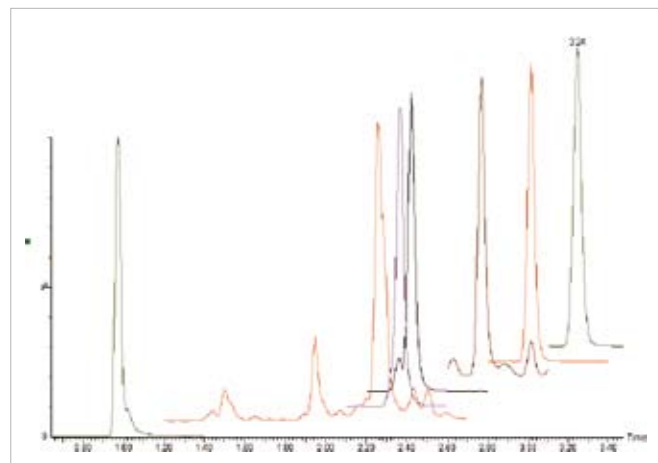


图1 脂溶性维生素的标准品混合物。色谱峰的分配情况见表1

| 相关部件 | 部件编号 |
|--|-------------|
| UPLC BEH C ₁₈ 2.1 \times 100mm, 1.7 μ m | 186002352 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 脂溶性维生素及其两个异构体（D ₂ 和D ₃ ）的色谱分离 | 720002154en |
| 使用UPLC-PDA-SQD分析脂溶性维生素 | 720002021en |

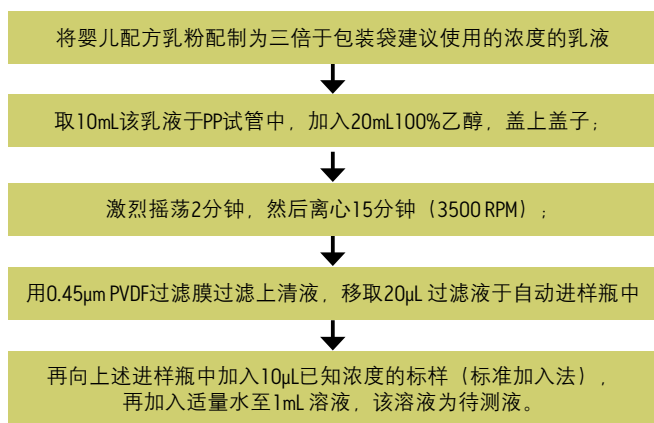
[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

水溶性维生素应用UPLC-MS/MS对婴儿配方食品中水溶性维生素的快速、同时分析

简介

中国国家标准 (GB5413.11-2010至GB5413.19-2010) 规定了水溶性维生素的分离分析方法。在本文中, 我们使用沃特世UPLC技术和ACQUITY Xevo® TQ检测器, 在时长仅为5分钟的一次运行中可同时对12种水溶性维生素化合物进行快速分析。检测的水溶性维生素包括抗坏血酸 (维生素C)、硫胺素 (维生素B₁)、烟酸 (维生素B₃)、吡哆醛 (维生素B₆)、吡多醇 (维生素B₆)、烟酰胺 (维生素B₃)、泛酸钙 (维生素B₅)、氰钴胺素 (维生素B₁₂)、叶酸 (维生素B₉)、核黄素-5'-磷酸盐 (维生素B₂)、生物素 (维生素B₇)和核黄素 (维生素B₂)。该方法可对较宽浓度范围内 (ppm级至ppb级) 的多种维生素进行同步分析, 有助于提高食品检测实验室的分析效率, 并降低成本。这种液相色谱方法已应经婴儿配方奶粉的验证, 应能适用于包括膳食补充剂和饮料在内的其它食物基质的检测。

样品制备



UPLC 色谱条件

仪器: 配备ACQUITY Xevo® TQ检测器的ACQUITY UPLC系统
色谱柱: ACQUITY UPLC HSS T3, 2.1×50mm, 1.8µm
柱温: 40°C
样品温度: 4°C
流速: 0.6mL/min
流动相 A: 10mM甲酸铵的水溶液+0.1%甲酸
流动相 B: 10mM甲酸铵的甲醇溶液+ 0.1%甲酸
总运行时间: 5.0分钟
进样体积: 10µL, 满定量环进样
进样针类型: 不锈钢 (关键清洗) 进样针

| 梯度洗脱: | 时间 (分钟) | %A | %B | 梯度曲线 |
|-------|---------|----|----|------|
| | 0.00 | 99 | 1 | 6 |
| | 2.00 | 99 | 1 | 6 |
| | 3.00 | 45 | 55 | 6 |
| | 3.10 | 1 | 99 | 6 |
| | 4.00 | 99 | 1 | 6 |
| | 5.00 | 99 | 1 | 6 |

质谱条件

离子化模式: ESI +
毛细管电压: 1.0 kV
源温度: 150°C
脱溶剂温度: 600°C
脱溶剂气体: 氮气, 1200 L/Hr
采集模式: 配备RADAR全面扫描功能的多反应监测 (MRM)
碰撞气体: 氩气, 3.5×10⁻³ mBar

表1 维生素化合物、预计的保留时间、MRM跃迁的质荷比和质谱仪的参数

| 分析物 | 母体 (质荷比) | 气化物1 / 气化物2 (质荷比) | CV (V) | CE 1 / CE 2 (eV) | 保留时间 (分钟) |
|------------|-----------------|-------------------------|--------|------------------|-----------|
| 抗坏血酸 | C | 177 141 95 | 16 | 8 12 | 0.37 |
| 硫胺素 | B ₁ | 265.2 122 244 | 18 | 16 12 | 0.42 |
| 烟酸 | B ₃ | 124 80.2 53 | 34 | 20 22 | 0.51 |
| 吡哆醛 | B ₆ | 168 150 94 | 14 | 14 24 | 0.64 |
| 吡多醇 | B ₆ | 170 152 134 | 20 | 12 20 | 0.86 |
| 烟酰胺 | B ₃ | 123 80 106 | 32 | 18 12 | 0.92 |
| 泛酸 | B ₅ | 220.1 90 202.1 | 20 | 14 12 | 2.73 |
| 氰钴胺素 | B ₁₂ | 678.6 147.1 359.2 | 30 | 36 24 | 2.98 |
| 叶酸 | B ₉ | 442.2 295.1 439.2 | 18 | 16 36 | 2.99 |
| 核黄素-5'-磷酸盐 | B ₂ | 457.2 439.2 359.2 | 30 | 16 20 | 3.04 |
| 生物素 | B ₇ | 245.1 227 97 | 20 | 14 30 | 3.1 |
| 核黄素 | B ₂ | 377.2 243.1 172.1 | 36 | 24 42 | 3.15 |

水溶性维生素应用UPLC-MS/MS对婴儿配方食品中水溶性维生素的快速、同时分析

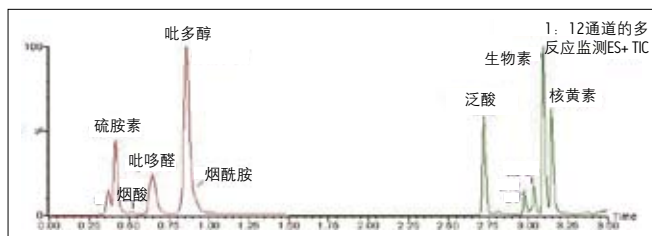


图1 使用UPLC-MS/MS分离12种水溶性维生素

表2 两种婴儿配方产品的加标样品中的水溶性维生素化合物回收率和相对标准差 (%)

| 分析物 | 加标水平 (ng/g) | 配方产品A | | 配方产品B | |
|--------------------------|-------------|-----------|---------------|-----------|---------------|
| | | 平均回收率 (%) | %相对标准偏差 (n=6) | 平均回收率 (%) | %相对标准偏差 (n=6) |
| 抗坏血酸 C | 1000 | 100.4 | 1.1 | 99.4 | 1.1 |
| 硫胺素 B ₁ | 10 | 98.7 | 1.6 | 118.6 | 2.2 |
| 烟酸 B ₃ | 10 | 90.3 | 4.0 | 96.4 | 4.2 |
| 吡哆醛 B ₆ | 10 | 83.5 | 1.2 | 88.0 | 1.1 |
| 吡多醇 B ₆ | 10 | 98.9 | 0.7 | 100.1 | 0.7 |
| 烟酰胺 B ₃ | 10 | 101.6 | 0.5 | 98.7 | 0.6 |
| 泛酸 B ₅ | 10 | 104.2 | 1.9 | 112.6 | 0.8 |
| 氰钴胺素 B ₁₂ | 10 | 111.4 | 1.0 | 106.2 | 0.9 |
| 叶酸 B ₉ | 100 | 86.6 | 3.7 | 82.0 | 2.4 |
| 核黄素-5'-磷酸 B ₂ | 100 | 77.6 | 2.2 | 75.1 | 2.8 |
| 生物素 B ₇ | 10 | 95.4 | 2.2 | 98.7 | 2.4 |
| 核黄素 B ₂ | 10 | 102.7 | 1.8 | 103.3 | 2.2 |

| 相关部件 | 部件编号 |
|--|-------------|
| ACQUITY UPLC HSS T3 2.1x50mm, 1.8μm | 186003538 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 快速而同步地分析12种水溶性维生素化合物 | 720003052en |
| 使用配备紫外检测功能的ACQUITY UPLC快速分析10种水溶性维生素、咖啡因和6种常用的食用色素 | 720003188en |
| 快速分析加标型婴儿配方奶粉中的水溶性维生素 | 720003694en |

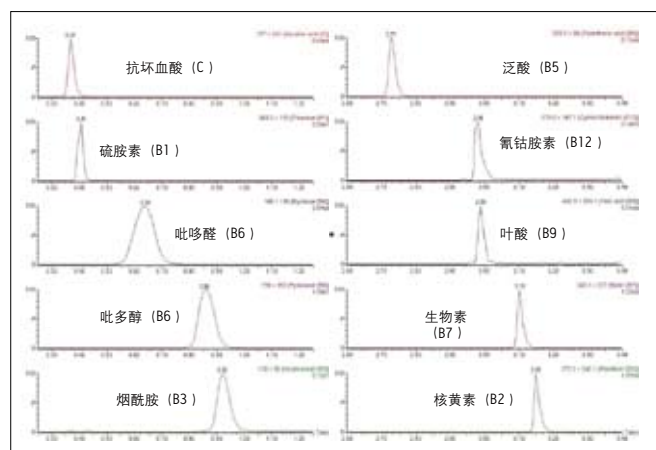


图2 婴儿配方奶粉分析的离子色谱图片段 (显示定量跃迁)

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

牛磺酸牛乳和婴幼儿配方食品中氨基酸的检测

简介

沃特世UPLC氨基酸分析方案将成熟的AccQ·Tag柱前衍生技术与ACQUITY UPLC系统合二为一，可以确保对氨基酸的精准测定。该方法可作为测定婴儿配方奶粉和乳制品中牛磺酸（及其它氨基酸）的一种简单而可靠的解决方案。

本例展示了牛奶和婴儿配方奶粉中的结合氨基酸和游离氨基酸的分析过程。样品先进行水解，然后使用AccQ·Tag试剂进行衍生处理，再经AccQ·Tag Ultra色谱柱分离，用紫外或荧光检测器定量分析。如果只分析牛磺酸，那么无需样品水解处理。

该方法的优点是可简单、快速且可靠地进行衍生化，快速的液相色谱分离，以及能对氨基酸进行全分析。

UPLC条件

| | |
|--------|--|
| 仪器: | 沃特世ACQUITY UPLC系统 |
| 色谱柱: | AccQ·Tag Ultra, 2.1×100mm, 1.7µm |
| 柱温: | 55°C |
| 样品温度: | 20°C |
| 流速: | 700µL/min |
| 流动相 A: | AccQ·Tag Ultra浓缩洗脱液A的1:20倍稀释液 |
| 流动相 B: | AccQ·Tag Ultra洗脱液B |
| 进样针冲洗: | 弱洗-95:5 水:乙腈 强洗-5:95 水:乙腈 |
| 梯度洗脱: | AccQ·Tag Ultra水解产物法（参见UPLC氨基酸分析解决方案指南） |
| 总运行时间: | 9.5min |
| 进样量: | 1µL |
| 检测: | 紫外检测（TUV或PDA）260nm; |
| 荧光检测: | 激发波长266nm 发射波长473nm |

样品制备

牛乳和婴儿配方奶粉分别按1:25和1:100用0.1M盐酸稀释。吸取10mL 稀释后的样品，转移到装有90mL6N浓盐酸的水解试管中，在105°C条件下水解24小时。

用移液管准确吸取10mL水解后样品，转移到装有60mL硼酸盐缓冲液和10mL 0.1N 氢氧化钠溶液的样品瓶中，混合均匀。

加入20mL AccQ·Tag 试剂， 盖上瓶盖， 混合均匀

在55°C下加热10分钟

取1mL反应液进样

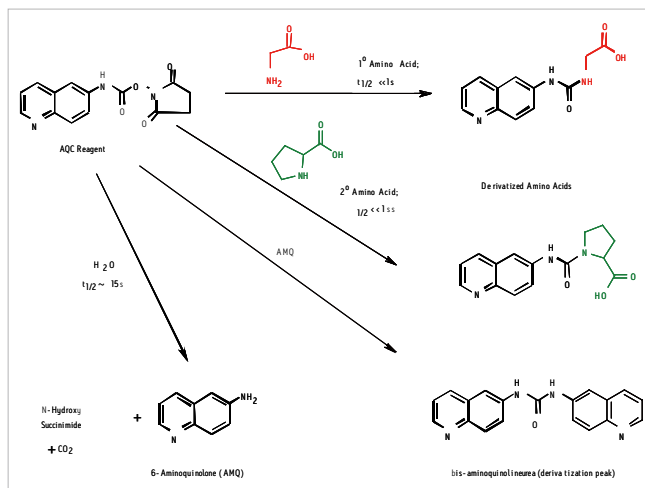


图1 在AccQ·Tag衍生过程中，AQC试剂可在以水为主的环境中与未质子化的一级氨基酸和二级氨基酸快速反应，进而形成易被紫外检出的稳定衍生物。多余的试剂可在较慢的时标下与水反应形成易与所分析氨基酸分离开来的副产物。

牛磺酸牛乳和婴幼儿配方食品中氨基酸的检测

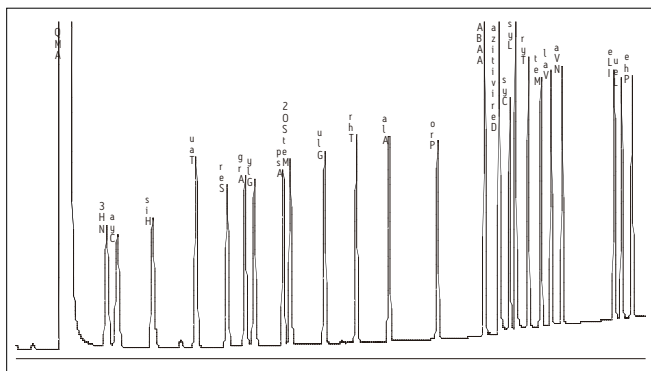


图2 10 pmol标准品的色谱图

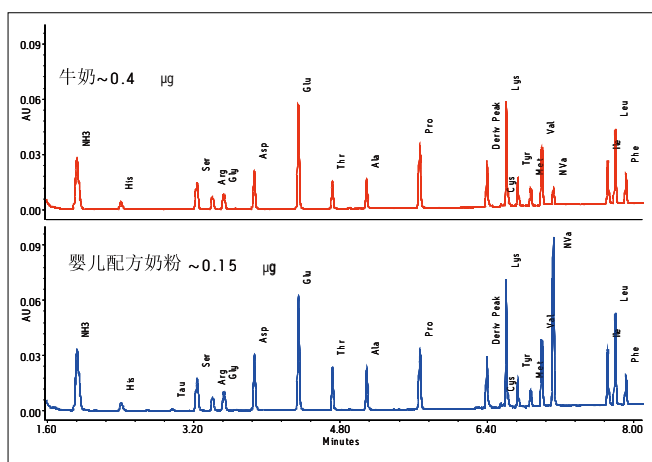


图3 水解后牛奶和婴儿配方奶粉中的氨基酸分离。对于牛磺酸分析，不需对样品进行水解。

| 相关部件 | 部件编号 |
|-----------------------------|-------------|
| UPLC氨基酸分析的附加产品套装 | 176001279 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 灵活的检测器选择增强了UPLC氨基酸分析解决方案的效能 | 720002913en |
| 沃特世UPLC氨基酸分析解决方案的系统指南 | 71500129702 |
| 食品和饲料中的结合氨基酸和游离氨基酸的分析解决方案 | 720003226en |
| 氨基酸分析 | 720001946en |
| UPLC氨基酸分析解决方案 | 720001683en |

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

三聚氰胺婴幼儿配方、营养食品和蛋白粉中三聚氰胺及三聚氰酸的测定

简介

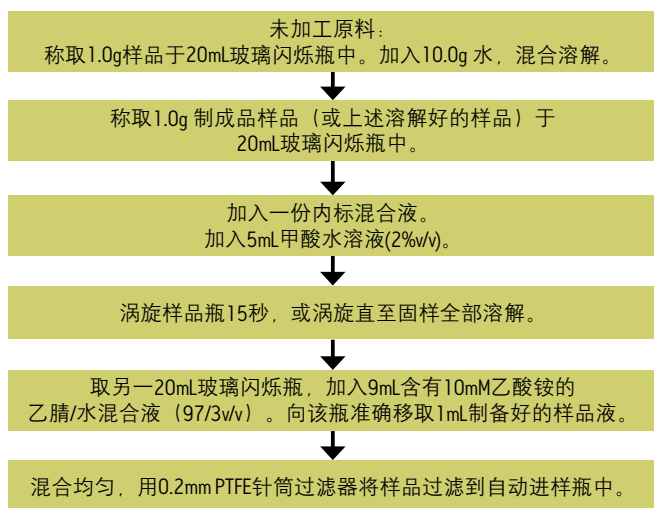
三聚氰胺曾被非法用于提高牛奶和动物饲料中的表观蛋白含量，并造成严重伤害事故。人们普遍认为，三聚氰胺和三聚氰酸（三聚氰胺的一种杂质）可导致肾毒性。许多监管机构已经建议将婴儿配方奶粉中的限量定为1.0ppm (µg/g)，将成人食品中的限量定为2.5ppm (µg/g)。

有两种国标方法用于对三聚氰胺的检测 (GB/T22388-2008 和GB/T22400-2008)。它们使用固相萃取配合各种分离和检测技术 (LC/UV、LC/MS和GS/MS) 来测定牛奶、婴儿配方奶粉和其它食品中的三聚氰胺。

本例介绍了一种对婴儿配方奶粉、营养品和蛋白粉中的三聚氰胺和三聚氰酸进行快速而灵敏的测定方法。该方法不需进行固相萃取，采用沃特世ACQUITY UPLC系统和ACQUITY TQ串联质谱仪即可满足对这些化合物的快速液相色谱分离和灵敏检测要求。同位素内标的使用可对样品制备过程中的微小偏差，以及质谱仪器对目标化合物检测过程中的基质效应进行校正。

另外，沃特世大气压固相分析探针 (ASAP) 技术提供了另一种对食品中三聚氰胺进行快速筛查的方案。详情请参考下页的“相关文件”部分。

样品制备



LC 色谱条件

| | | | | |
|--------|--|------|------|------|
| 仪器: | 沃特世ACQUITY UPLC系统 | | | |
| 色谱柱: | ACQUITY UPLC BEH HILIC, 2.1×150mm, 1.7µm | | | |
| 流动相 A: | 10mM醋酸铵的水溶液 | | | |
| 流动相 B: | 溶于97/3乙腈/水 (体积比) 的10mM醋酸铵 | | | |
| 进样针弱洗: | 甲醇 | | | |
| 进样针强洗: | 水 | | | |
| 进样针类型: | PEEK | | | |
| 样品环: | 10µL | | | |
| 进样类型: | 满定量环 | | | |
| 流速: | 700µL/min | | | |
| 梯度洗提: | 时间 (分钟) | %A | %B | 梯度曲线 |
| | 0.00 | 0 | 100 | 6 |
| | 1.00 | 0 | 100 | 6 |
| | 3.20 | 6.0 | 94.0 | 6 |
| | 3.50 | 50.0 | 50.0 | 6 |
| | 4.00 | 50.0 | 50.0 | 8 |
| | 4.10 | 0 | 100 | 6 |
| | 6.00 | 0 | 100 | 6 |

质谱条件

| | |
|----------|-------------------|
| 质谱系统: | 沃特世ACQUITY TQ检测器 |
| 软件: | 沃特世MassLynx v.4.1 |
| 源温度: | 50°C |
| 脱溶剂温度: | 400°C |
| 锥孔气体流速: | 50L/hr |
| 脱溶剂气体流速: | 900L/Hr |
| 碰撞气体流速: | 0.15mL/min |

三聚氰胺

| | |
|--------|--------|
| 极性: | ESI+ |
| 毛细管电压: | 3.50kV |

三聚氰酸

| | |
|--------|--------|
| 极性: | ESI- |
| 毛细管电压: | 3.00kV |

三聚氰胺婴幼儿配方、营养食品和蛋白粉中三聚氰胺及三聚氰酸的测定

表1 分析物和内标的MRM跃迁以及仪器条件

| 化合物 | 模式 | 开始时间 (分钟) | 结束时间 (分钟) | MRM跃迁 | | 典型的 保留时间 (分钟) | 锥孔电压 (V) | 碰撞能量 (ev) | 驻留时间 (毫秒) |
|---|--------|--------------|--------------|---------------|---------------|---------------------|-------------|--------------|--------------|
| | | | | 分子离子 (质荷比) | 跃迁离子 (质荷比) | | | | |
| 三聚氰酸 | ESI(-) | 0.3 | 1.1 | 128.0 | 42.0 | 0.8 | 30 | 10 | 50 |
| | | | | | 85.0 | | 30 | 13 | 50 |
| 13C ₃ , 15N ₃ - 三聚氰酸 | | | | 134.0 | 44.0 | | 30 | 10 | 50 |
| | | | | | 89.0 | | 30 | 13 | 50 |
| 三聚氰酸 | ESI(+) | 1.1 | 6.0 | 127.0 | 68.0 | 2.95 | 40 | 25 | 75 |
| | | | | | 85.0 | | 40 | 17 | 75 |
| 13C ₃ , 15N ₃ - 三聚氰酸 | | | | 133.0 | 71.0 | | 40 | 25 | 50 |
| | | | | | 89.0 | | 40 | 17 | 50 |

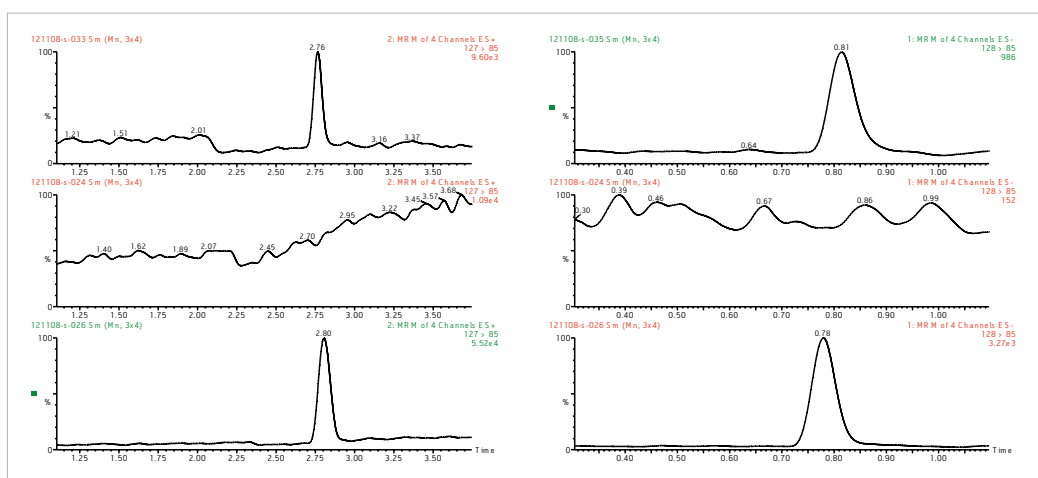


图1 三聚氰胺（左侧）和三聚氰酸（右侧）的示例色谱图。给出了0.25ng/mL的三聚氰胺校准标样和2.0ng/mL的三聚氰酸校准标样（顶图）、非强化型婴儿配方奶粉（中图）以及强化型婴儿配方奶粉（0.083 μg/g三聚氰胺和0.568μg/g三聚氰酸）的色谱图。

| | |
|--|-------------|
| 相关部件 | 部件编号 |
| UPLC BEH C ₁₈ 2.1x150mm, 1.7μm柱 | 186002353 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 一种用于同步测定婴儿配方奶粉、成人营养品和蛋白粉中的三聚氰胺和三聚氰酸的快速而灵敏的方法 | 720002889en |
| 使用UPLC/MS/MS快速而特异性分析婴儿配方奶粉和液态奶中的三聚氰胺污染物 | 720002823en |
| 使用GC-MS/MS分析盒装乳制品中的三聚氰胺及其降解产物 | 720002887en |
| 快速筛选食品中的三聚氰胺（使用ASAP） | 720003274en |
| 测定原料奶和乳制品中的三聚氰胺（GB/T 22388-2008） | |
| 用HPLC方法快速测定原料奶中的三聚氰胺（GB/T22400-2008） | |

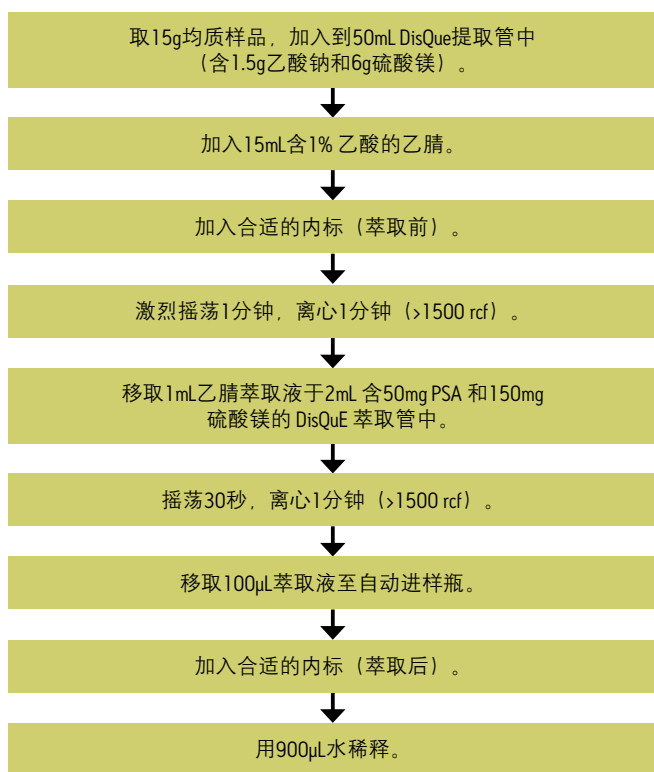
[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

农药残留婴幼儿食品中优先农药残留的确认及测定

简介

食品中的农药及其代谢残留物已经成为公众日常关注的焦点之一。为确保食品安全，有关法规强制规定了食品中农药残留物的最大残留限量（MRL）。下例介绍了一种对水果类和肉类婴幼儿食品提取物中的农药残留物的快速分析方案。本例使用一种通用样品制备技术（DisQuE）提取食品中的多种残留物，并用LC-MS/MS分离和定量分析重点农药。该方法的灵敏度高于世界各国的现行法规要求。

样品制备



注：根据需要选择萃取前或萃取后加入内标。

LC 色谱条件

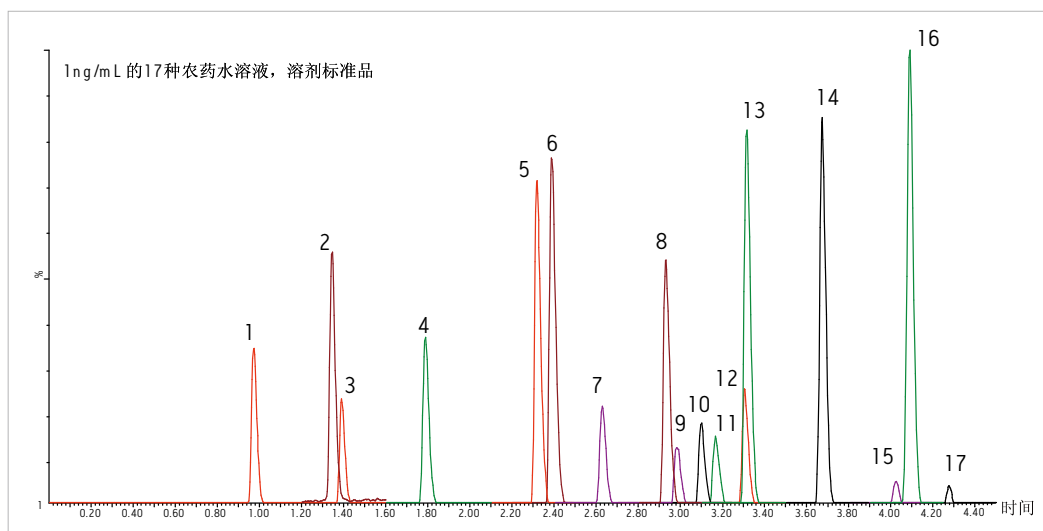
| | | | |
|--------|--|----|----|
| 仪器: | 沃特世ACQUITY UPLC系统 | | |
| 色谱柱: | ACQUITY UPLC BEH C ₁₈ , 2.1×50mm, 1.7μm | | |
| 柱温: | 40°C | | |
| 样品温度: | 4°C | | |
| 流速: | 0.7mL/min | | |
| 进样体积: | 50μL满定量环进样 | | |
| 总运行时间: | 8分钟 | | |
| 流动相 A: | 0.1%甲酸的水溶液 | | |
| 流动相 B: | 0.1%甲酸的甲醇溶液 | | |
| 梯度洗脱: | 时间 (分钟) | A% | B% |
| | 0.00 | 99 | 1 |
| | 5.00 | 1 | 99 |
| | 6.00 | 1 | 99 |
| | 6.10 | 99 | 1 |
| | 8.00 | 99 | 1 |

质谱条件

| | |
|--------|-------------------------------|
| 质谱系统: | 沃特世Xevo™ TQ四极杆质谱仪 |
| 离子化模式: | 正离子电喷雾 (ESI+) |
| 锥孔气体: | 氮气, 25 L/Hr |
| 源温度: | 120°C |
| 毛细管电压: | 0.6 kV |
| 采集: | MRM |
| 脱溶剂气体: | 氮气, 1000 L/Hr, 400°C |
| 碰撞气体: | 氩气, 3.5×10 ⁻³ mBar |

| 相关部件 | 部件编号 |
|--|-------------|
| UPLC BEH C ₁₈ 2.1x50mm, 1.7μm 色谱柱 | 186002350 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 测定和确认婴幼儿食品中的重点农药残留物 | 720002812en |
| 一种用于快速筛选和确认食品中400多种农药残留物的方法 | 720002628en |
| 尽可能减低食品中农药残留物常规分析的样品基质效应 | 720003627en |

农药残留婴幼儿食品中优先农药残留的确认及测定



| 色谱峰 | 农药 | 保留时间 | MRM跃迁 | 驻留时间 (秒) | 锥孔电压 (V) | 碰撞能量(eV) |
|-----|--------|------|--------------------|----------|----------|----------|
| 1 | 氧乐果 | 0.97 | 214>183 214>155 | 0.08 | 16 | 12 15 |
| 2 | 砒吸磷 | 1.35 | 247>169 247>109 | 0.04 | 18 | 14 28 |
| 3 | 磷吸磷 | 1.39 | 263>169 263>121 | 0.04 | 20 | 16 16 |
| 4 | 乐果 | 1.79 | 230>125 230>171 | 0.10 | 12 | 20 14 |
| 5 | 丰索磷-氧 | 2.32 | 293>237 293>265 | 0.04 | 22 | 18 13 |
| 6 | 丰索磷氧化砒 | 2.39 | 309>253 309>175 | 0.04 | 19 | 15 25 |
| 7 | 甲基内吸磷 | 2.63 | 231>89 231>61 | 0.10 | 12 | 12 22 |
| 8 | 乙拌磷亚砒 | 2.93 | 291>185 291>97 | 0.04 | 15 | 13 32 |
| 9 | 乙拌磷砒 | 2.98 | 307>97 307>115 | 0.02 | 16 | 28 23 |
| 10 | 丰索磷 | 3.10 | 309>281 309>157 | 0.02 | 25 | 14 24 |
| 11 | 丰索磷砒 | 3.17 | 325>269 325>297 | 0.02 | 19 | 15 11 |
| 12 | 特丁磷砒 | 3.30 | 321>171 321>115 | 0.03 | 19 | 11 28 |
| 13 | 特丁硫磷亚砒 | 3.32 | 305>187 305>131 | 0.03 | 10 | 11 27 |
| 14 | 灭线磷 | 3.68 | 243>131 243>173 | 0.10 | 18 | 19 14 |
| 15 | 乙拌磷 | 4.03 | 275>89 275>61 | 0.08 | 14 | 10 32 |
| 16 | 硫线磷 | 4.09 | 271>159 271>131 | 0.02 | 16 | 14 22 |
| 17 | 特丁磷 | 4.28 | 289>103 289>233 | 0.06 | 12 | 9 5 |

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

黄曲霉毒素 使用UPLC和荧光检测器，无需衍生反应的黄曲霉毒素快速分析

简介

黄曲霉毒素由一组由黄曲霉和寄生曲霉真菌所产生的代谢物霉菌毒素组成。它们存在于各种食品中，如谷物、干果、食用香料和乳制品。天然存在的黄曲霉毒素有四种：B₁、B₂、G₁和G₂。另有两种，M₁和M₂，是当奶牛食入受到黄曲霉毒素B类污染的谷物时，所产生的代谢副产物。这些代谢副产物可造成乳制品的污染。

国家标准5009.24-2010规定了一种使用液-液萃取和薄层色谱（TLC）测定食品中的黄曲霉毒素M₁和B₁的方法。本例介绍了利用免疫亲和柱（Vicam AflaTest[®]净化柱）制备样品，使用配有大流量池的ACQUITY[™]荧光检测器，对麦片粥、谷物、干果和其它食品中的黄曲霉毒素含量（M₁、M₂、B₁、B₂、G₁和G₂）进行测定的方法。与国家标准相比，本方法可同时分析各种黄曲霉毒素，且分析过程更简单、更快速、更可靠。

样品制备



LC 色谱条件

液相色谱系统： 配备ACQUITY UPLC荧光检测器的沃特世 ACQUITY UPLC[®] H-Class系统
流通池： 大体积荧光流通池（部件编号205000609）
色谱柱： ACQUITY UPLC BEH C₁₈柱2.1HDCP100mm，1.7 μm（186002352）
柱温： 30°C
流速： 400 μL/min
流动相： 水/甲醇/乙腈（体积比64:18:18）
进样体积： 20 μL（使用50 μL定量环）
运行时间： 4.0分钟
检测： 荧光
激发波长： 365nm
反射波长： 429nm，适用于M₁、M₂、B₁和B₂
455nm，适用于G₁和G₂

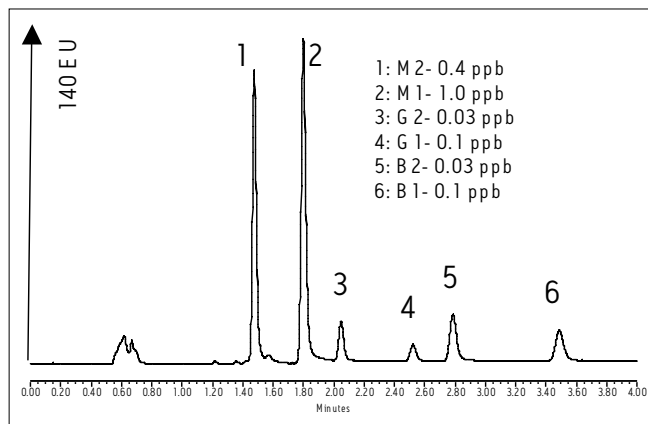


图1 使用配备荧光检测器和大体积流通池的ACQUITY UPLC H-Class系统得出的黄曲霉毒素标准品混合物的色谱图

| 相关部件 | 部件编号 |
|-----------------------------------|-------------|
| Vicam A aTest [®] 亲和柱 | G1024 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 用ACQUITY UPLC H-类系统快速分析黄曲霉毒素 | 720003286en |
| 使用UPLC和荧光检测器快速分析未经衍生化处理的黄曲霉毒素 | 720002644en |
| 说明Xevo TQ-S用于毒枝菌素分析的优点（不包括灵敏度的提高） | 720003664en |

兽药残留对动物源食品的多种兽药残留筛查UPLC-QToF MS法

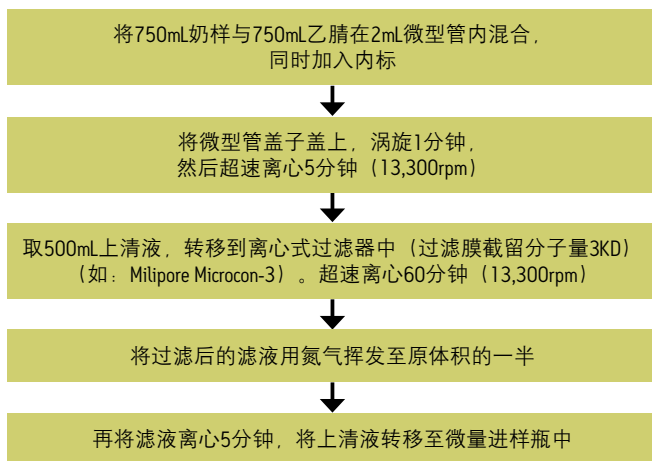
简介

兽药在广泛应用于对动物疾病的治疗或预防的同时，可能造成痕量兽药残留于肉、鱼、奶、蛋或蜂蜜中。食用受污染的动物制品可使人体出现过敏反应，或者因细菌抗药性的增强而引起间接的临床治疗问题。为保护消费者健康，并确保动物制品的高品质，世界各国均已确立了动物制品中兽药残留物的最大残留限量（MRL）。

本例介绍了如何使用配备Xevo™ Q-ToF™四极杆飞行时间质谱的ACQUITY UPLC系统对150多种兽药残留物和代谢物进行目标化合物筛查，其中包括阿维菌素、苯并咪唑、-激动剂、-内酰胺、皮质类固醇、大环内酯物、硝基咪唑、喹诺酮、磺胺、四环素以及其它兽药制品。该数据用POSITIVE™软件进行处理，从而实现了在单次处理中同时对精确质量数据进行定性和定量分析，进而直接得出阳性检出化合物的重要定量结果。

沃特世的串联四极杆质谱仪（例如Xevo TQ-S）可为兽药残留物的常规定量和确认工作提供切实可行的解决方案。关于这些解决方案的更多信息可参阅相关参考文献。

样品制备



说明：关于肝脏、血液、鱼和肉制品的样品制备，请参见沃特世的应用文献720003189en。

UPLC 色谱条件

| | |
|--------|---|
| 系统： | ACQUITY UPLC |
| 色谱柱： | ACQUITY UPLC BEH C ₁₈ 1.7μm, 2.1×100mm |
| 柱温： | 40°C |
| 流动相 A： | 0.1%甲酸（水溶液） |
| 流动相 B： | 乙腈 + 0.1%甲酸 |
| 流速： | 0.40 mL/min |
| 进样量： | 20μL满定量环 |
| 梯度洗脱： | 时间（分钟） 组分A% 梯度曲线 |
| | 0.00 95% 6 |
| | 0.25 95% 6 |
| | 6.00 5% 6 |
| | 7.00 5% 6 |
| | 7.20 95% 6 |
| | 9.00 95% 6 |

质谱条件

| | |
|-------------|----------------|
| 仪器： | XEVO QToF MS |
| 采集模式： | MSE |
| 离子化模式： | ESI+ |
| 毛细管电压： | 2.4 kV |
| 锥孔电压： | 30 V |
| 质谱碰撞能量： | 6 V |
| MSE 碰撞能量阶梯： | 25–35 V |
| 源温度： | 120°C |
| 脱溶剂温度： | 400°C |
| 脱溶剂气体流速： | 800 L/hr |
| 锥孔气体流速： | 20 L/hr |
| 采集范围（质荷比）： | 50–1000，时长0.1秒 |

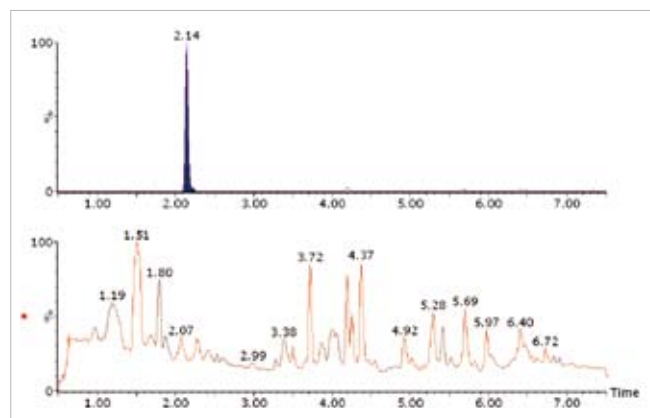


图1 一种肝脏提取物的总离子色谱图（TIC）和摘取的单谱沙星质谱图

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

兽药残留对动物源食品的多重兽药残留筛查UPLC-QToF MS法

化合物列表

| | | | | |
|--------|--------|-----------|---------|---------------------|
| 6a-甲强龙 | 氯四环素 | 异丙硝哒唑 | 青霉素G | 磺胺硝苯 |
| 阿苯达唑 | 塞布特罗 | 异丙硝哒唑-羟基 | 青霉素V | 磺胺嘧啶 |
| 阿苯达唑砒 | 西诺沙星 | 交沙霉素 | 吡嗪酮 | 磺胺喹噁啉 |
| 阿苯达唑亚砒 | 环丙沙星 | 酮洛芬 | 泼尼松龙 | 磺胺塞唑 |
| 阿莫西林 | 克伦特罗 | 白霉素 A1 | 普鲁卡因 | 磺胺曲沙唑 |
| 氨苄西林 | 克伦丙罗 | 左旋咪唑 | 异丙嗪 | 磺胺索嘧啶 |
| 阿奇霉素 | 氯吡多 | 林可霉素 | 乙胺嘧啶 | 磺胺异噁唑 |
| 苯佐卡因 | 氯唑西林 | 洛美沙星 | 噻嘧啶 | 特硝唑 |
| 倍他米松 | 环苯达唑 | 马波沙星 | 利福昔明 | 四环素 |
| 溴布特罗 | 达氟沙星 | 甲苯达唑 | 罗硝唑 | 四咪唑 |
| 溴己新 | 氨苯砒 | 甲苯达唑-5-羟基 | 罗沙肺 | 噻苯咪唑 |
| 卡拉洛尔 | 地美环素 | 甲苯达唑-胺 | 罗红霉素 | 噻苯咪唑-5-羟基 |
| 卡巴多司 | 地塞米松 | 美洛昔康 | 沙丁胺醇 | 硫姆林 |
| 羧苄青霉素 | 二氢藜芦啶 | 甲硝唑 | 沙氟沙星 | 噻氯匹啶 |
| 头孢克洛 | 双氯西林 | 甲硝唑-羟基 | 螺旋霉素 I | 替米考星 |
| 头孢羟氨苄 | 乙胺嗪 | 米诺环素 | 磺胺苯酰 | 甲苯磺丁脲 |
| 头孢氨苄 | 二氟沙星 | 莫仑太 | 磺胺醋酰 | 托灭酸 |
| 头孢洛宁 | 迪美唑 | 萘夫西林 | 磺胺氯吡嗪 | 三氯苯咪唑 |
| 头孢孟多 | 迪美唑-羟基 | 萘啶酸 | 磺胺氯 | 三氯苯咪唑砒 |
| 头孢唑啉 | 多西环素 | 萘普生 | 磺胺嘧啶 | 三氯苯咪唑亚砒 |
| 头孢哌酮 | 依诺沙星 | 游霉素 | 磺胺地托辛 | 三氟丙嗪 |
| 头孢噻肟 | 恩氟沙星 | 诺氟沙星 | 磺胺多辛 | 甲氧苄啶 |
| 头孢西丁 | 红霉素 | 新生霉素 | 磺胺乙二唑 | 三乙酰竹桃霉素 |
| 头孢噻肟 | 非班太 | 氧氟沙星 | 磺胺胍 | 妥布特罗 |
| 头孢磺啶 | 芬苯达唑 | 奥喹多司 | 磺胺甲嘧啶 | 泰乐菌素 |
| 头孢喹啉 | 芬苯达唑砒 | 磷酸竹桃霉素 | 磺胺对甲氧嘧啶 | 维及霉素 M ₁ |
| 头孢曲松 | 氟罗沙星 | 苯唑西林 | 磺胺二甲嘧啶 | 甲苯噻嗪 |
| 头孢唑辛 | 氟苯达唑 | 奥芬达唑 | 磺胺甲二唑 | 折仑诺 |
| 头孢乙腈 | 氟苯达唑胺 | 奥苯达唑 | 新诺明 | |
| 头孢噻吩 | 氟甲喹 | 奥索利酸 | 磺胺甲氧嗪 | |
| 头孢匹林 | 氟尼辛 | 土霉素 | 磺胺间甲氧嘧啶 | |
| 头孢拉定 | 氯化可的松 | 培氟沙星 | 磺胺噁唑 | |

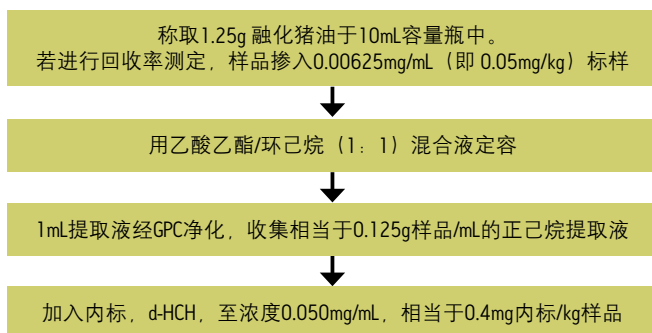
| 相关部件 | 部件编号 |
|---|-------------|
| ACQUITY UPLC BEH C ₁₈ 1.7μm, 2.1 x 100mm | 186002352 |
| 相关文件 | 文献代码 |
| 动物源产品中的兽药筛选 (UPLC-QToF) | 720003189en |
| 符合定量分析肝脏和牛奶中的受控型生长促进剂地塞米松和倍他米松的苛刻要求 (UPLC-TQ) | 720003378en |
| 使用ACQUITY UPLC和Quattro Premier XE分析硝基咪唑类兽药残留物 | 720001951en |
| 一种用于测定牛奶中的磺胺和β-内酰胺残留物的快速、多残留分析方法 (LC-TQ) | 720001065en |

六六六和滴滴涕食品中多种有机氯农药残留的测定

简介

国家标准GB 2763-2005规定了食品中农药的最大残留限量 (MRL)。牛奶中六六六 (HCH) 和滴滴涕 (DDT) 的最大残留限量分别被设定为10ppb (林丹) 和20ppb (DDT和HCH)。国家标准GB/T 5009.19-2008规定了一种使用电子俘获检测器 (GC/ECD) 分析食品中有机氯 (OC) 农药的气相色谱方法。本文给出了用GC/MS分析有机氯农药的一个实例。除了有机氯农药之外, 多氯联苯 (PCB) 和合成除虫菊酯 (SO) 也可通过GC/MS同时进行分析。本例虽选用动物脂肪样品进行分析, 该方法应同样适用于其它样品基质的分析。

样品制备



气相色谱方法

系统: 沃特世Quattro Micro GC系统
色谱柱: DB-17MS 30m×0.25mm, 0.25µm (J & W Scientific 公司)
进样器: 不分流; 4µL; 250°C; 2.1分钟后, 在30 mL/min 下进行清洗
载气: 氦气, 流速1mL/min
进样温度: 260°C
柱温程控值: 100°C (1分钟) 至200°C (6分钟), 20°C/min; 至280°C (15分钟), 10°C/min
运行时间: 35分钟

质谱方法

系统: 沃特世Quattro Micro GC质谱仪
软件: 沃特世MassLynx
离子化模式: EI+
离子源: 180°C
电子能量: 70eV
捕集电流: 200µA
采集: MRM
碰撞气体: 氩气, 3.0×10^{-3} mBar

表1 列出了农药残留物及其MRM Transition以及碰撞能量和保留时间 (见下页)。

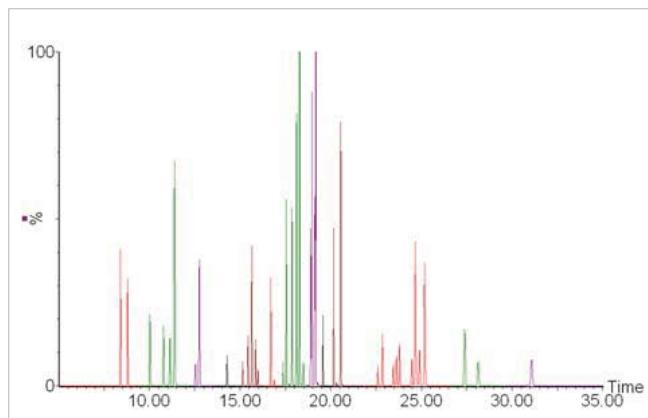


图1 OC、PCB和SP的重构离子色谱图

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

六六六和滴滴涕食品中多种有机氯农药残留的测定

表1 列出了农药残留物及其MRM跃迁以及碰撞能量和保留时间。

| 农药 | 保留时间 (分钟) | 定量跃迁 | | | 20确认跃迁 | | |
|------------|--------------|---------------|---------------|--------|---------------|---------------|--------|
| | | 前体离子 (质荷比) | 产物离子 (质荷比) | CE(eV) | 前体离子 (质荷比) | 产物离子 (质荷比) | CE(eV) |
| 六氯苯 | 8.38 | 284 | 249 | 15 | 286 | 251 | 15 |
| α-HCH | 8.78 | 219 | 183 | 5 | 181 | 145 | 15 |
| γ-HCH | 10.00 | 219 | 183 | 5 | 181 | 145 | 15 |
| β-HCH | 10.75 | 219 | 183 | 5 | 181 | 145 | 15 |
| 七氯 | 11.12 | 272 | 237 | 13 | 274 | 239 | 15 |
| PCB 28 | 11.37 | 256 | 186 | 15 | 258 | 186 | 15 |
| Δ-HCH (内标) | 12.20 | 219 | 183 | 5 | 181 | 145 | 15 |
| 艾氏剂 | 12.53 | 263 | 193 | 25 | 263 | 191 | 25 |
| PCB 52 | 12.74 | 290 | 220 | 23 | 292 | 220 | 23 |
| 氧化氯丹 | 14.26 | 185 | 149 | 5 | 185 | 121 | 15 |
| 环氧七氯 | 15.12 | 183 | 155 | 10 | 217 | 182 | 15 |
| 反氯丹 | 15.42 | 373 | 266 | 15 | 375 | 266 | 15 |
| PCB 101 | 15.64 | 326 | 256 | 25 | 328 | 256 | 25 |
| 顺氯丹 | 15.84 | 373 | 266 | 15 | 375 | 266 | 15 |
| α-硫丹 | 15.96 | 241 | 206 | 12 | 241 | 170 | 20 |
| pp-DDE | 16.68 | 246 | 176 | 21 | 318 | 248 | 18 |
| 狄氏剂 | 16.87 | 241 | 206 | 12 | 237 | 143 | 20 |
| PCB 118 | 17.54 | 326 | 256 | 25 | 328 | 256 | 25 |
| 异狄氏剂 | 17.82 | 263 | 193 | 30 | 263 | 191 | 30 |
| PCB 153 | 17.86 | 360 | 290 | 25 | 362 | 290 | 25 |
| Op-DDT | 18.10 | 235 | 165 | 20 | 237 | 165 | 20 |
| pp-DDT | 18.27 | 235 | 165 | 20 | 237 | 165 | 20 |
| β-硫丹 | 18.47 | 241 | 206 | 12 | 241 | 170 | 20 |
| PCB 138 | 18.89 | 360 | 290 | 25 | 362 | 290 | 25 |
| pp-DDT | 18.95 | 235 | 165 | 20 | 237 | 165 | 20 |
| 灭虫菊 | 19.12 | 171 | 143 | 5 | 171 | 128 | 15 |
| 联苯菊酯 | 19.18 | 181 | 166 | 15 | 181 | 165 | 20 |
| 硫丹硫酸酯 | 19.57 | 272 | 237 | 11 | 272 | 235 | 11 |
| PCB 180 | 20.16 | 394 | 324 | 22 | 396 | 324 | 22 |
| λ-三氟氯氰菊酯 | 20.57 | 197 | 141 | 10 | 181 | 152 | 20 |
| 氯菊酯 | 22.70 | 163 | 127 | 5 | 163 | 91 | 10 |
| 氟氯氰菊酯 | 23.70 | 163 | 127 | 5 | 163 | 91 | 10 |
| 氯氰菊酯 | 24.70 | 163 | 127 | 5 | 163 | 91 | 10 |
| 氟氰戊菊酯 | 25.00 | 199 | 157 | 9 | 157 | 107 | 10 |
| 氰戊菊酯 | 28.00 | 167 | 125 | 10 | 125 | 89 | 15 |
| 溴氰菊酯 | 31.20 | 253 | 93 | 15 | 181 | 152 | 20 |

| 相关文件 | 文献代码 |
|---------------------------|-------------|
| 测定动物脂肪中的有机氯农药、多氯联苯和合成除虫菊酯 | 720001329en |

特色系统



ACQUITY UPLC H-Class系统

沃特世ACQUITY UPLC系统

ACQUITY UPLC系统是首款商用的超高效液相色谱（UPLC）系统，是基于亚2微米固定相的新一代先进液相色谱科技成果。该系统得益于其高压液体流动相控制模块、快速响应检测器和整合型数据分析软件，可提供具有更短运行时间、更好分辨率和更高灵敏度的液相色谱分离。



ACQUITY UPLC系统



Alliance HPLC系统

沃特世Alliance HPLC系统

Alliance基于2695型液相分离模块，可提供整合型的溶剂和样品操控管理。2695型分离模块可与沃特世的各种HPLC色谱柱化学产品、多种溶剂以及沃特世各类高效检测器和模块配合使用。借助便于各种配置的仪器模块，Alliance HPLC系统可灵活满足多种工业应用的需求。

[中国乳制品和婴幼儿食品检测方法指南]

特色系统



沃特世ACQUITY TQD及ACQUITY UPLC系统

沃特世ACQUITY TQ检测器

ACQUITY TQ 检测器是一款经济型的，专为UPLC而设计的快速串联四极杆质谱检测系统。它的优点是性能可靠耐用，便于开放式（walk-up）操作。它的互动式IntelliStart诊断软件可自动实现系统参数优化和性能检查，提高了仪器使用效率，便于操作者上手使用。

沃特世Xevo TQ和 Xevo TQ-S系统

Xevo TQ和TQ-S是为复杂样品中目标化合物的准确定量分析提供一流的灵敏度的串联四极杆质谱仪。Xevo TQ和TQ-S均采用ScanWave™碰撞室技术（有助于MRM的快速采集并增强MS/MS质谱数据灵敏度）和RADARTM技术（实现定量MRM数据和谱图数据的同时收集）。Xevo TQ-S的额外特色是StepWave™离子源技术。该技术进一步地提高了Xevo TQ-S的灵敏度，能测定超乎您想象的极低浓度化合物。



沃特世Xevo TQ-S系统



沃特世Xevo G2 QTof系统

沃特世Xevo G2 QTof系统

Xevo G2 QTof系统可为力求提高筛查效率的实验室提供快速、准确、重现性好的精确质量测定数据。该系统的特色包括可一次处理定性和定量筛查数据的Positive软件，以及使用一个简单通用的方法便可俘获所有保留时间段内各种数据的数据MSE操作模式。

Oasis® 家族固相提取产品的设计将适当的吸附化学技术、产品形式与方法学相结合、旨在简化与改善样品前处理过程。该结合使实验室可以获得耐用的、可重现的和灵敏的 SPE 方法。包含九项美国专利的 Oasis 固相提取吸附剂在纯度、稳定性和保留性质方面是别具一格的，可大大改善分析系统的性能。

欲了解更多最新的 Oasis 应用，敬请访问
www.waters.com/oasis

更干净的提取

消除基质效应

减少离子抑制

[SPE 净化]

Waters
OASIS®
SAMPLE EXTRACTION PRODUCTS

© 2008 沃特世公司。 Waters, Oasis 和 The Science of What's Possible 是沃特世公司的商标。

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

北京分公司

北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路
15号院2号楼9层
电话: 010 - 5209 3866
传真: 010 - 5293 2298

广州分公司

广州市荔湾区中山七路50号西门口
广场1707-08室
电话: 020 - 2829 6555
传真: 020 - 2829 6556

沃特斯中国有限公司

香港新界沙田香港科学园科技大道
西2号生物资讯中心6楼608室
电话: 852 - 2964 1800
传真: 852 - 2549 6802

免费售后服务热线:

800 (400) 820 2676

沃特世科技（上海）有限公司

上海市浦东新区张东路1387号41栋
电话: 021 - 6156 2666
传真: 021 - 6879 4588
www.waters.com

Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™



©2010 沃特世公司 中国印刷
2010年12月 720003794ZH