



海关食品领域检测项目文集

华谱科仪（北京）科技有限公司

前言

食品安全是国际贸易的基石，也是守护国民健康的核心防线。作为全球食品供应链的关键节点，中国海关始终秉持“科学监管、精准施策”的理念，依托先进的检测技术与标准化的管理体系，为保障进出口食品安全、促进贸易便利化提供了坚实的技术支撑。

当前，全球食品工业的快速发展和消费需求的多元化，使得食品成分日趋复杂。一方面，食品添加剂（如防腐剂、色素、甜味剂等）的超范围、超限量使用可能引发健康隐患；另一方面，非法添加物（如工业染料、违禁药物）及环境污染残留（如重金属、农药残留、生物毒素）的潜在威胁，对检测技术的灵敏度、特异性和时效性提出了更高要求。与此同时，消费者对食品营养标签（如蛋白质、维生素、矿物质等）真实性的关注，也推动海关检测向更精细化、透明化的方向演进。

本文集聚焦海关食品检测的三大核心领域——食品添加剂、营养物质与有毒有害物质，系统梳理了检测标准、技术原理、仪器应用及典型案例。我们期待通过分享前沿仪器应用经验，推动检测方法与国际标准接轨，助力海关构建更高效、更智能的食品安全屏障，为全球食品贸易的可持续发展注入科技动能。

目录

一、食品添加剂

1.1 防腐剂	1
1.1.1 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定	1
1.1.2 食品中苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜及脱氢乙酸的测定	2
1.1.3 食品中丙酸的测定	4
1.2 着色剂	5
1.2.1 食品中 11 种合成着色剂的测定	5
1.2.2 豆制品中碱性嫩黄等 11 种工业染料的测定	8
1.2.3 食品中苏丹红的测定	11
1.3 甜味剂	13
1.3.1 食品中乙酰磺胺酸钾（安赛蜜）的测定	13
1.3.2 食品中三氯蔗糖的测定	15
1.3.3 食品中阿斯巴甜和阿力甜的测定	17
1.4 其他添加剂	19
1.4.1 食品中偶氮甲酰胺的测定	19
1.4.2 食品中 9 种抗氧化剂的测定	20
1.4.3 食品中乙二胺四乙酸盐的测定	23
1.4.4 饮料中咖啡因的测定	24

二、营养物质

2.1 维生素	27
2.1.1 食品中的维生素 A 和维生素 E 的测定	27
2.1.2 食品中维生素 D 的测定	29
2.1.3 在线二维液相色谱法快速测定乳制品中的维生素 A、D、E	30
2.1.4 食品中维生素 B1 的测定	34
2.1.5 食品中维生素 B2 的测定	36
2.1.6 食品中维生素 B6 的测定	37
2.1.7 食品中维生素 B12 的测定	39
2.1.8 食品中烟酸和烟酰胺的测定	40
2.1.9 食品中叶酸（VB9）的测定	42
2.1.10 食品中泛酸（VB5）的测定	44
2.1.11 食品中生物素（VB7）的测定	46
2.2 其他营养物质	48
2.2.1 乳品中 5 种核苷酸的测定	48

2.2.2 食品中牛磺酸的测定	50
-----------------------	----

三、食品安全

3.1 毒素及其他有害物质	52
3.1.1 食品中玉米赤霉烯酮的测定	52
3.1.2 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定	53
3.1.3 食品中苯并(a)芘的测定	55
3.1.4 原料乳与乳制品中三聚氰胺的测定	57
3.1.5 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定	59
3.1.6 食品中生物胺的测定	61
3.1.7 食品中赭曲霉毒素 A 的测定	63
3.1.8 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定	64
3.2 抗生素	67
3.2.1 动物源性食品中硝基咪唑类药物代谢物残留量的测定	67
3.2.2 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲矾霉素和氟苯尼考残留量的测定	69
3.2.3 动物性食品中酰胺醇类药物及其代谢物残留量的测定	71
3.2.4 动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定	73
3.3 农药残留	75
3.3.1 植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留的测定	75
3.3.2 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定	77
3.4 兽药残留	80
3.4.1 动物性食品中环丙氨嗪残留量的测定	80

附录：

仪器产品介绍	82
耗材产品介绍	85

一、食品添加剂

1.1 防腐剂

1.1.1 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定

本方法参考 GB 5009.28-2016《食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》，对食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：甲醇：20 mM 乙酸铵 = 5：95

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：230 nm

进 样 量：10.0 μL

重复性结果

进样浓度为 20 mg/L 的苯甲酸、山梨酸和糖精钠标准品混合溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD≤0.2%，峰面积 RSD≤0.1%，仪器重复性结果良好。

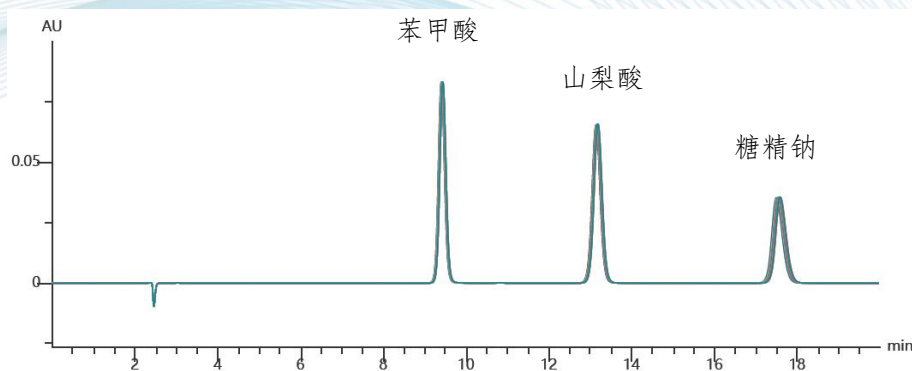


图 1-1 混合标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。苯甲酸、山梨酸和糖精钠在 0~200 mg/L

的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 1-1 线性 and 灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 g/kg	国标定量 限 g/kg	检测限 g/kg	国标检测 限 g/kg
苯甲酸	$Y=43977.06X$	0.9999	0.005	0.01	0.0025	0.005
山梨酸	$Y=45881.85X$	0.9999	0.005	0.01	0.0025	0.005
糖精钠	$Y=31410.52X$	0.9999	0.005	0.01	0.0025	0.005

样品及回收率结果

对实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为 0.5 g/kg 时，回收率结果在 96.2 ~ 99.0% 之间，回收率结果良好。

表 1-2 加标回收率结果

序号	苯甲酸	山梨酸	糖精钠
1	96.5%	99.0%	96.2%
2	98.8%	98.1%	96.8%
3	99.3%	98.5%	95.6%
平均值	98.2%	98.5%	96.2%
RSD%	1.52	0.46	0.62

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行苯甲酸、山梨酸和糖精钠的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足苯甲酸、山梨酸和糖精钠的检测需求。

1.1.2 食品中苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜及脱氢乙酸的测定

本方法参考 GB 5009.28-2016《食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》和 GB 5009.121-2016《食品中脱氢乙酸的测定》，对食品中苯甲酸、山梨酸、安赛蜜、糖精钠及脱氢乙酸进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Marsil C18, 4.6 × 150 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：甲醇：20 mM 碳酸氢铵 = 8：92

流 速：0.8 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：230 nm

进 样 量：10.0 μ L

标准品结果

采用上述方法对浓度为 5 μ g/mL 的混合标准品溶液进行检测，山梨酸、苯甲酸和糖精钠分离效果良好，分离度均在 3 以上。脱氢乙酸峰形良好，拖尾因子 < 1.5。

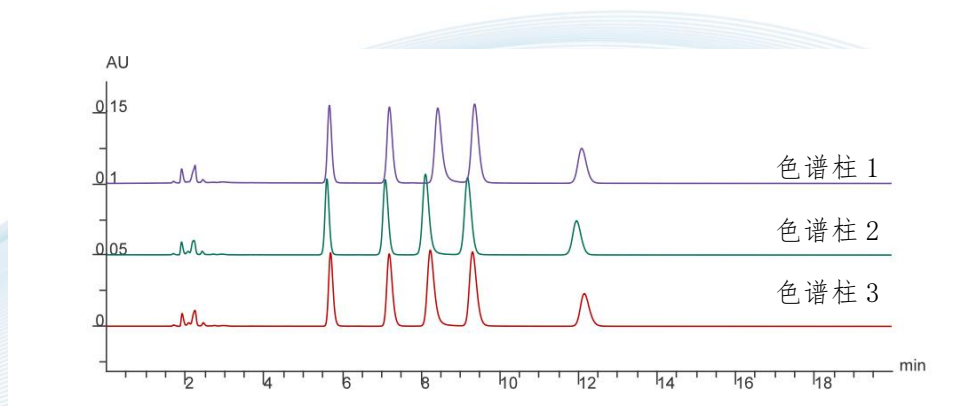


图 1-2 混合标准品溶液色谱图

(1：安赛蜜；2：苯甲酸；3：脱氢乙酸；4：山梨酸；5：糖精钠)

表 1-3 混合标准品溶液数据结果

化合物	保留时间 (min)	拖尾因子	分离度
安赛蜜	5.61	1.11	18.77
苯甲酸	7.1	1.17	6.47
脱氢乙酸	8.12	1.26	3.58
山梨酸	9.19	1.15	3.32
糖精钠	11.96	1.1	7.47

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Marsil C18 色谱柱进行苯甲酸、山梨酸、安赛蜜、糖精钠及脱氢乙酸的检测，5 种添加剂分离度良好，脱氢乙酸的拖尾因子在 1.2~1.5 之间。

1.1.3 食品中丙酸的测定

本方法参考 GB 5009.120-2016《食品中丙酸的测定》，对食品中丙酸进行测定。

色谱条件

仪 器: S6000_UV

色 谱 柱: Alphasil VC-C18AQ, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相: 磷酸氢二铵溶液

流 速: 1.0 mL/min

柱 温: 25°C

检测波长: 214 nm

进 样 量: $20.0 \mu\text{L}$

标准品结果

丙酸标准品峰形良好，空白溶液中无干扰。

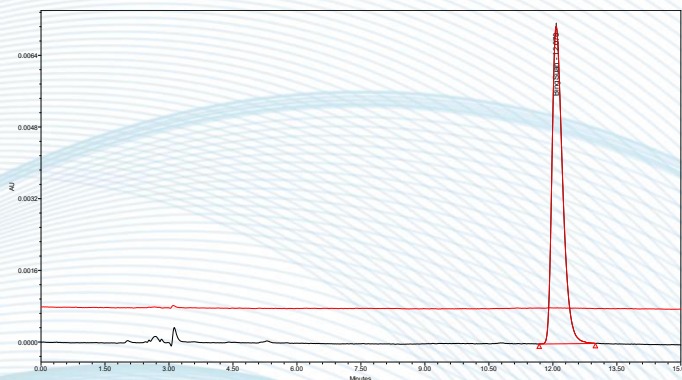


图 1-3 丙酸标准品溶液和空白溶液对比图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。丙酸在 $20\sim 500 \mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 $R^2=0.9998$ 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

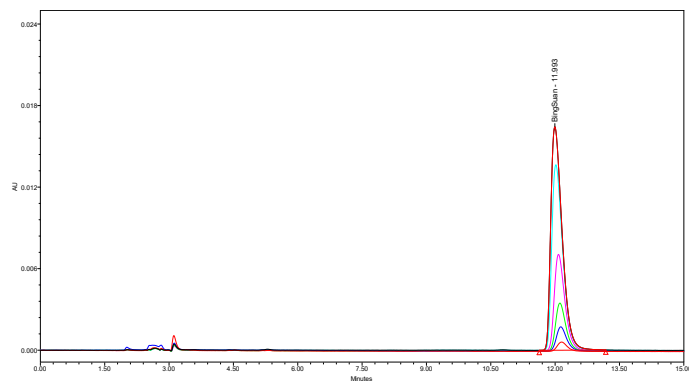


图 1-4 丙酸标准线性溶液谱图

表 1-4 线性及灵敏度结果

名称	线性方程	R ²	定量限 g/kg	国标定量 限 g/kg	检测限 g/kg	国标检测 限 g/kg
丙酸	Y=6.14E+002X-4.19E+002	0.9998	0.02	0.10	0.01	0.03

样品结果

选取某品牌饼干作为实际样品进行检测，样品基质无干扰。

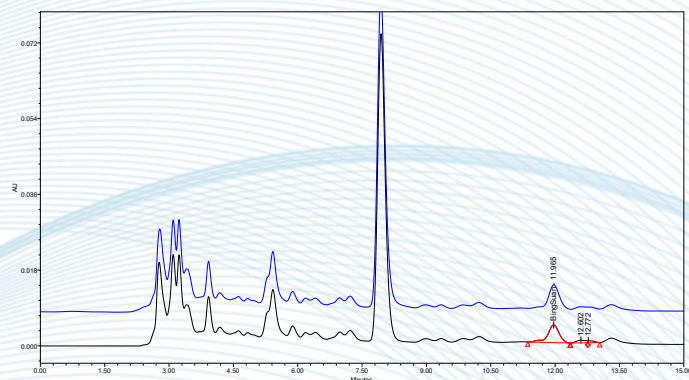


图 1-5 实际样品色谱图

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18AQ 色谱柱进行丙酸的检测，方法线性及灵敏度结果良好，本方法满足食品中丙酸检测需求。

1.2 着色剂

1.2.1 食品中 11 种合成着色剂的测定

本方法参考 GB 5009.35-2023《食品中合成着色剂的测定》，对食品中 11 种合成着色剂：柠檬黄、苋菜红、胭脂红、日落黄、诱惑红、靛蓝、亮蓝、酸性红、

新红、喹啉黄、赤藓红进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_DAD

色 谱 柱：Alphasil S-AC 色素专用柱, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：A: 20 mM 乙酸铵, B: 甲醇

流 速：1.0 mL/min

柱 温：35 °C

检测波长：415 nm、520 nm、610 nm

进 样 量：10.0 μL

梯度洗脱：

时间/min	A/%	B/%
0.0	90	10
12.0	60	40
19.0	50	50
23.0	45	55
33.0	5	95
34.0	90	10
44.0	90	10

重复性结果

进样浓度为 5 mg/L 的 11 种着色剂标准品混合溶液，连续重复 3 针考察系统稳定性。保留时间 $\text{RSD} \leq 0.2\%$ ，峰面积 $\text{RSD} \leq 1.28\%$ ，仪器重复性结果良好。

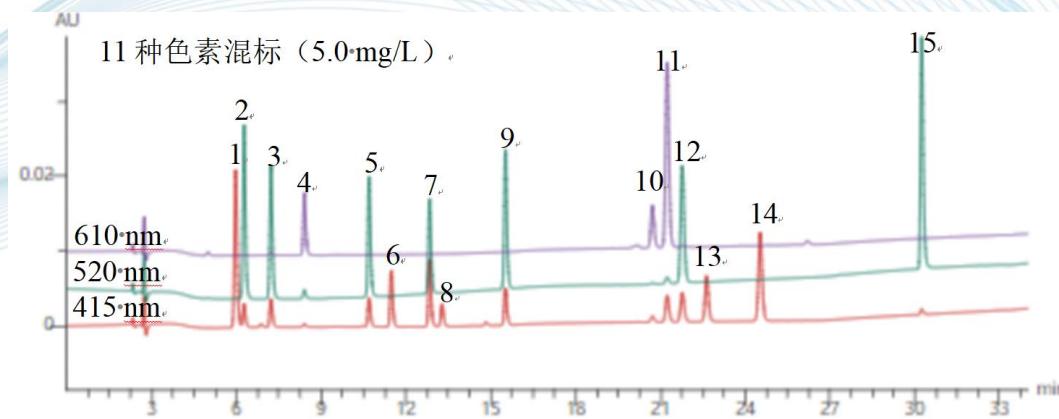


图 1-6 混合标准溶液谱图

(1: 柠檬黄、2: 新红、3: 苋菜红、4: 靛蓝、5: 胭脂红、6: 喹啉黄 1、7: 日落黄、8: 喹啉黄 2、9: 诱惑红、10: 亮蓝 1、11: 亮蓝 2、12: 酸性红、13: 喹啉黄 3、14: 喹啉黄 4、15: 赤藓红)

线性及灵敏度结果

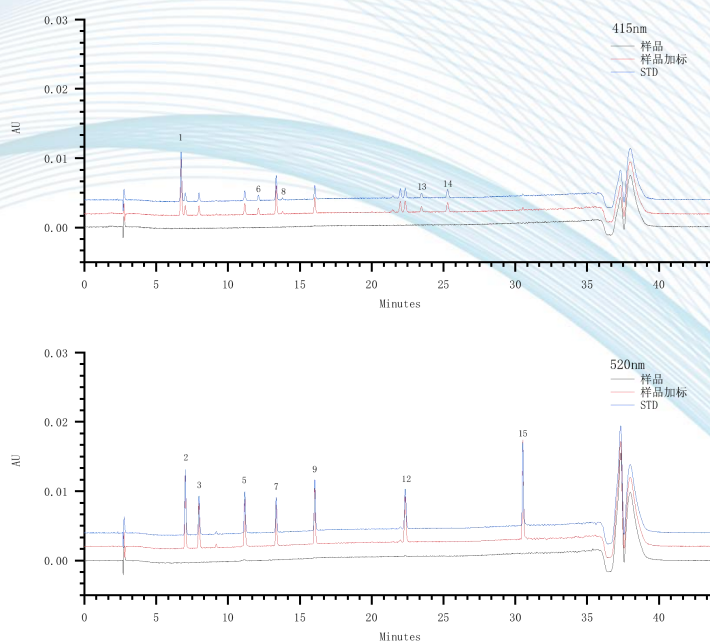
对方法进行线性和灵敏度的考察。11种着色剂在 0.2~10 µg/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。在国标定量限的浓度下，各着色剂色谱峰的 $S/N \geq 10$ ，结果满足国标要求。

表 1-5 线性结果

波长 (nm)	名称	线性方程	R^2
415	柠檬黄	$y = 26506.91x + 625.18$	0.9999
520	新红	$y = 31350.78x + (-407.65)$	0.9999
520	苋菜红	$y = 25296.06x + (-174.56)$	0.9999
610	靛蓝	$y = 10682.27x + (-220.06)$	0.9999
520	胭脂红	$y = 22241.77x + (-183.70)$	0.9999
415	喹啉黄	$y = 10135.96x + (-109.28)$	0.9999
520	日落黄	$y = 17351.86x + (-297.71)$	0.9999
520	诱惑红	$y = 25949.65x + (-417.39)$	0.9999
610	亮蓝	$y = 9826.80x + (-333.96)$	0.9999
520	酸性红	$y = 28512.99x + (-460.42)$	0.9999
520	赤藓红	$y = 44574.24x + (-2442.77)$	0.9999

样品及回收率结果

选取果汁、饼干和糕点作为实际样品，采用华谱科仪 SelectPrep WAX 固相萃取耗材进行前处理，所有样品基质无干扰，加标回收率结果在 85~110%，满足检测要求。



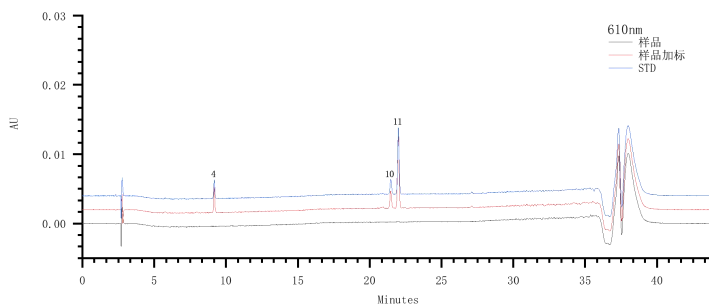


图 1-7 实际样品（果汁）色谱图

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil S-AC 色素专用柱进行 11 种着色剂的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足食品中 11 种合成色素的检测需求。

1.2.2 豆制品中碱性嫩黄等 11 种工业染料的测定

本方法参考 BJS 202204 《豆制品中碱性嫩黄等 11 种工业染料的测定》，对豆制品中分散橙 11、分散橙 1、分散橙 3、分散橙 37、分散黄 3、二甲基黄、二乙基黄、碱性橙 22、碱性橙 21、碱性嫩黄和苏丹橙 G 工业染料进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_Ultra

色 谱 柱：C18, 2.1 × 100 mm, 1.7 μm

流 动 相：A：0.1%甲酸水（含 5 mM 乙酸铵）；B：乙腈

流 速：0.25 mL/min

柱 温：40 °C

进 样 量：5.0 μL

梯度洗脱：

时间（min）	A（%）	B（%）
0~4	80→50	20→50
4~5	50→30	50→70
5~8	30→5	70→95
8~8.1	5→80	95→20
8.1~10	80	20

质谱条件

质 谱：HPMS-TQ

离 子 源：ESI+

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	5500 V
源温度 TEM	650 °C
雾化气 GS1	50 psi
辅助加热气 GS2	50 psi
气帘气	35 psi
碰撞气	8 psi

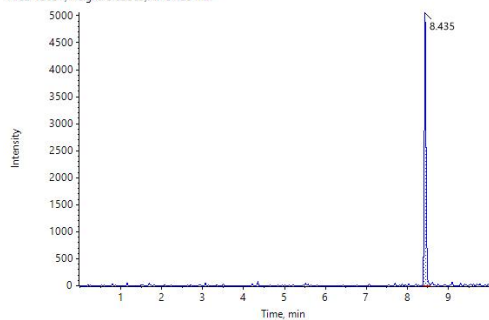
MRM 参数：

序号	化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
1	sudan orange	215	93*	100	45
		215	122	100	22
2	ethyl yellow	254	77*	90	31
		254	134	90	35
3	Disperse Orange 1	319	169*	120	32
		319	181	120	52
4	disperse yellow 3	270	107*	75	32
		270	150	75	24
5	solvent yellow	226	77*	50	28
		226	120	50	44
6	disperse Orange 11	238	165*	120	45
		238	167	120	50
7	auramine O	268	147*	100	38
		268	131	100	64
8	basic Orange 22	391	376*	100	38
		391	220	100	50
9	disperse orange 37	392	351*	60	30
		392	133	60	47
10	Basic Orange 21	315	270*	90	52
		315	300	90	33
11	disperse orange 3	243	122*	70	26
		243	92	70	32

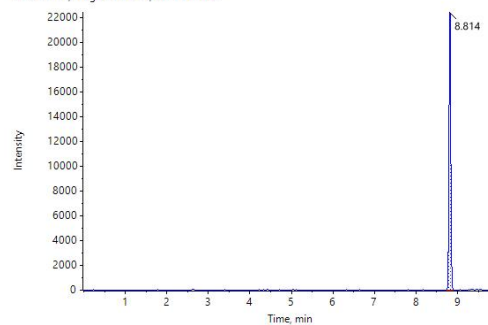
*为定量离子

标准品结果

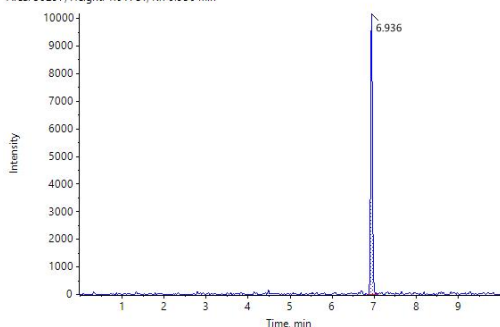
std-1 - Disperse Orange 1-1 (Standard) 319.0 / 169...cts\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 15037, Height: 5.055e3, RT: 8.435 min



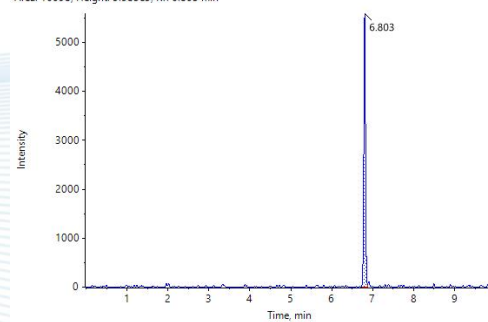
std-1 - ethyl yellow-1 (Standard) 254.0 / 77.0 - (P...ects\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 67666, Height: 2.241e4, RT: 8.814 min



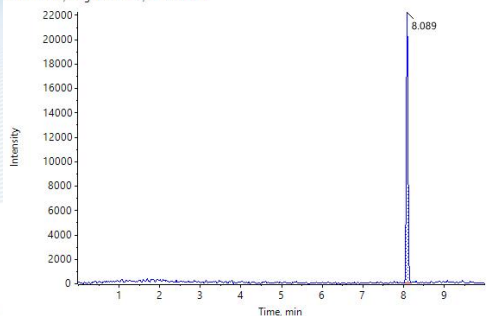
std-1 - disperse yellow 3-1 (Standard) 270.0 / 107...ects\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 30297, Height: 1.017e4, RT: 6.936 min



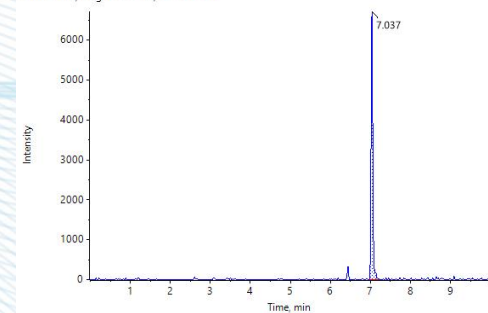
std-1 - sudan orange-1 (Standard) 215.0 / 93.0 - (...ects\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 16098, Height: 5.583e3, RT: 6.803 min



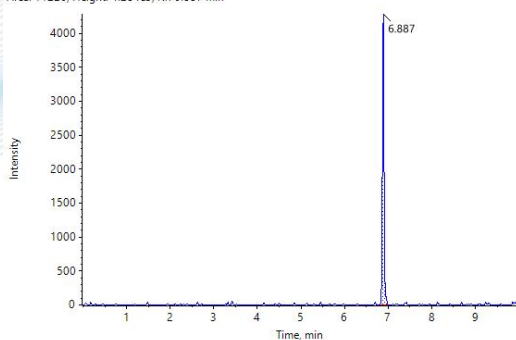
std-1 - solvent yellow 2-1 (Standard) 226.0 / 77.0 ...jects\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 66641, Height: 2.217e4, RT: 8.089 min



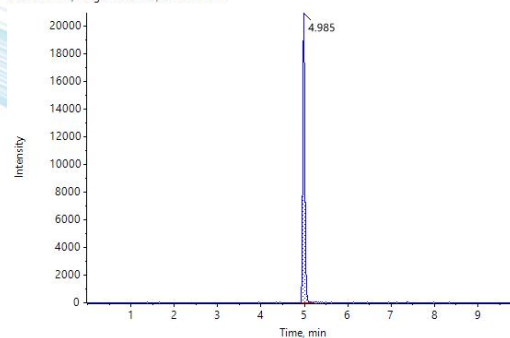
std-1 - Disperse Orange 11-1 (Standard) 238.0 / 16...cts\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 20390, Height: 6.708e3, RT: 7.037 min



std-1 - disperse orange 3-1 (Standard) 243.0 / 122...cts\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 11226, Height: 4.284e3, RT: 6.887 min



std-1 - auramine O-1 (Standard) 268.0 / 147.0 - (P...ects\BJS202204\Data\0515.wiff), (sample Index: 37)
Area: 71154, Height: 2.093e4, RT: 4.985 min



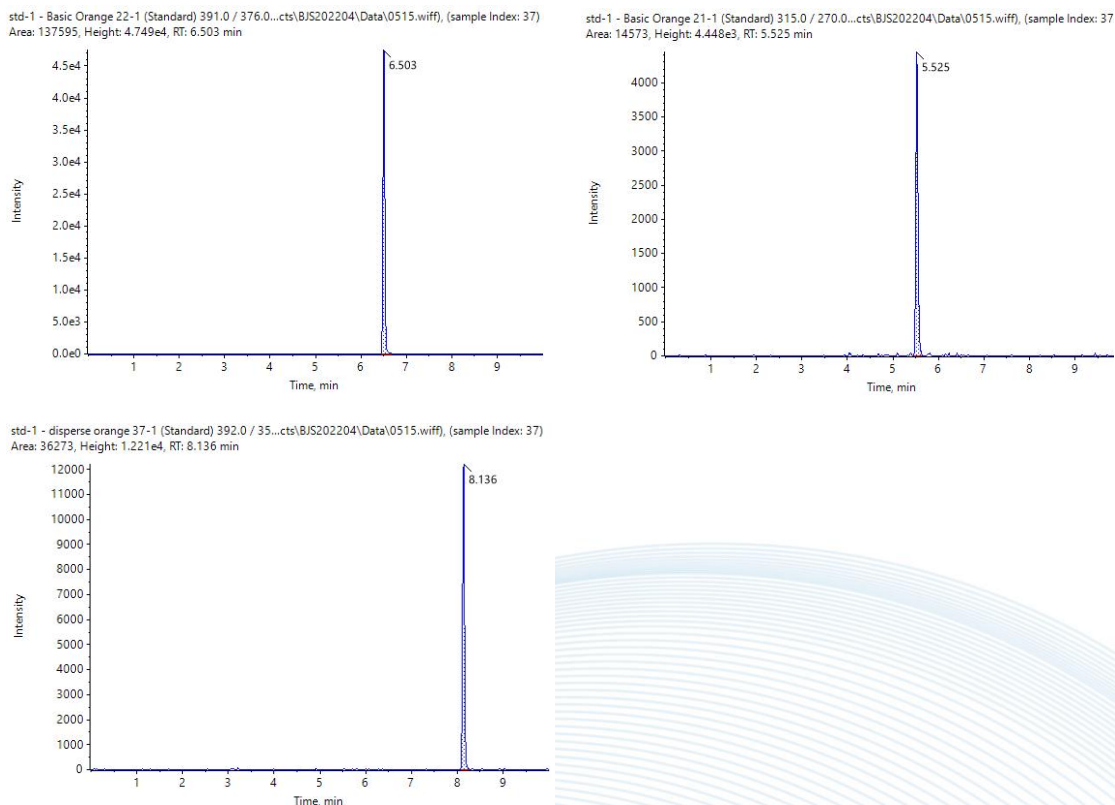


图 1-8 碱性嫩黄等 11 种工业色素典型谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性的考察,在 0~10 ng/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.998 。

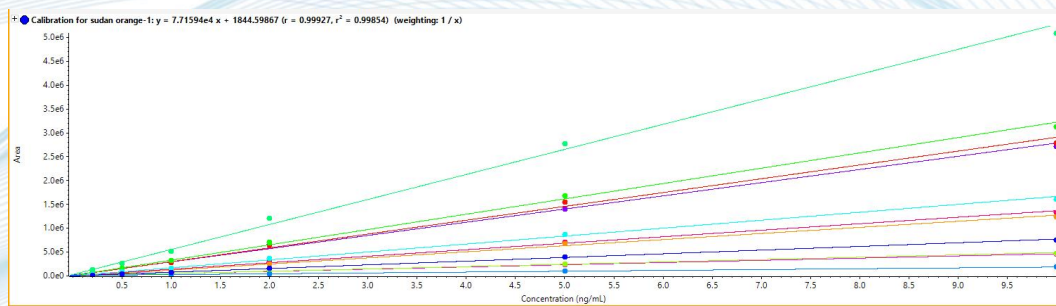


图 1-9 碱性嫩黄等 11 种工业色素标准品线性谱图

结论

采用华谱科技 HPMS-TQ 高效液相色谱串联质谱仪进行 11 种工业色素的检测,标准品色谱峰峰形良好,线性结果满足检测需求。

1.2.3 食品中苏丹红的测定

本方法参考 GB/T 19681-2005 《食品中苏丹红染料的检测方法》,对食品中

苏丹红I、苏丹红II、苏丹红III、苏丹红IV进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_DAD

色 谱 柱：Alphasil ES-C18, 4.6×150 mm, $3.5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：A：0.1%甲酸水溶液：乙腈=85:15

B：0.1%甲酸乙腈溶液：丙酮=80:20

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：苏丹红I：478 nm；苏丹红II、III、IV：520 nm

进 样 量：10.0 μL

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	40	60
10.0	40	60
25.0	0	100
32.0	0	100
35.0	40	60
40.0	40	60

重复性结果

进样浓度为 $1 \mu\text{g/mL}$ 的苏丹红标准品混合溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性，仪器重复性结果良好。

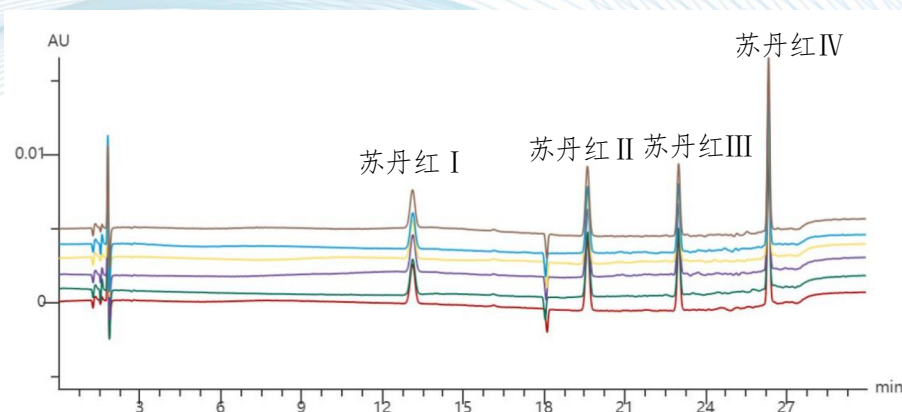


图 1-10 混合标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。苏丹红I、苏丹红II、苏丹红III、苏丹红IV在 0~2.5 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数良好。方法灵敏度结果符合国标要求。

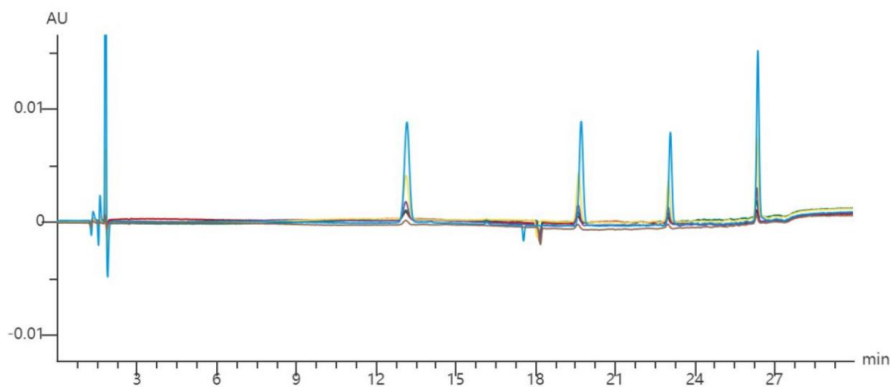


图 1-11 混合标准线性溶液谱图

表 1-6 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	方法检出限	国标检出限
		$\mu\text{g/kg}$	$\mu\text{g/kg}$
苏丹红I	$Y = 61378.76X + 389.19$	10	10
苏丹红II	$Y = 373556.00X + 1122.41$	10	10
苏丹红III	$Y = 32948.70X + 698.48$	10	10
苏丹红IV	$Y = 61378.76X + 1665.45$	10	10

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行苏丹红I、苏丹红II、苏丹红III、苏丹红IV的检测，方法重复性、线性及灵敏度结果良好，本方法满足食品中苏丹红的检测需求。

1.3 甜味剂

1.3.1 食品中乙酰磺胺酸钾（安赛蜜）的测定

本方法参考 GB5009.140-2023《食品中乙酰磺胺酸钾的测定》，对食品中乙酰磺胺酸钾（安赛蜜）进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色谱柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流动相：A: 0.02 mol/L 硫酸铵溶液, B: 甲醇: 乙腈 (体积比 1: 2)

流速: 1.0 mL/min

柱温: 30 °C

检测波长: 227 nm

进样量: 10.0 μL

梯度洗脱:

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	85	15
6	85	15
6.1	40	60
15	20	80
15.1	85	15
25	85	15

重复性结果

进样浓度为 10 mg/L 的安赛蜜标准品溶液, 连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD 为 0.03%, 峰面积的 RSD 为 0.28%, 仪器重复性结果良好。

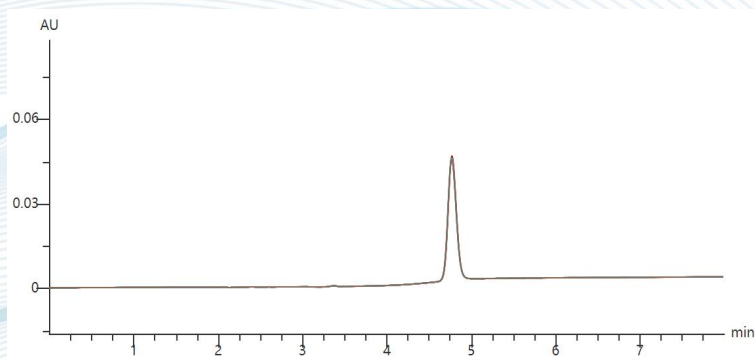


图 1-12 安赛蜜标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。安赛蜜在 0.2~100 mg/L 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限, $S/N \geq 3$ 为方法检测限, 该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 1-7 线性和灵敏度结果

化合物	线性方程	R^2	国标检测限 (g/kg)	国标定量限 (g/kg)	方法检测限 (g/kg)	方法定量限 (g/kg)
-----	------	-------	-----------------	-----------------	-----------------	-----------------

安赛蜜	$Y=30567.58X$ $+3635.42$	0.9999	0.0006	0.002	<0.0001	<0.0002
-----	-----------------------------	--------	--------	-------	---------	---------

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行安赛蜜的检测，方法重复性、线性及灵敏度结果良好，本方法满足食品中乙酰磺胺酸钾（安赛蜜）的检测需求。

1.3.2 食品中三氯蔗糖的测定

本方法参考 GB 5009.298-2023《食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定》，对食品中三氯蔗糖进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_ELSD

色 谱 柱：Alphasil ES-C18, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：乙腈：水 = 22：78

流 速：0.6 mL/min

柱 温：35 °C

蒸发温度：95 °C

载气流量：2.70 mL/min

进 样 量：20.0 μL

重复性结果

进样浓度为 0.40 mg/mL 的三氯蔗糖标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.05%，峰面积的 RSD 为 2.23%，仪器重复性结果良好。

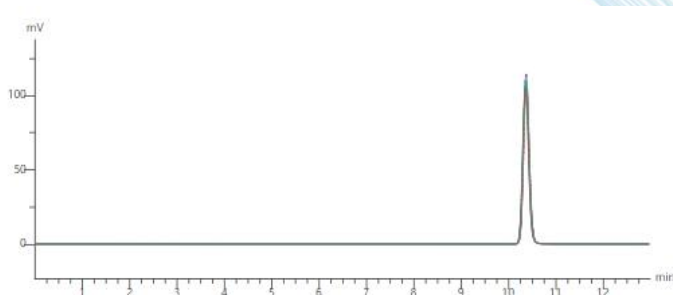


图 1-13 三氯蔗糖标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。三氯蔗糖在 0.02~1 mg/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.997$ 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 1-7 线性和灵敏度结果

名称	浓度 (mg/mL)	线性方程	R^2	方法定量限 (g/kg)	国标定量限 (g/kg)
三氯蔗糖	0.02 ~ 1.00	$Y = 1.73X + 6.62$	0.9971	0.003	0.02

样品及回收率结果

选取某品牌液态酒作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为低、中、高（0.02、0.10、0.50 g/kg）时，回收率结果在 87.3~107.0%之间，回收率结果良好。

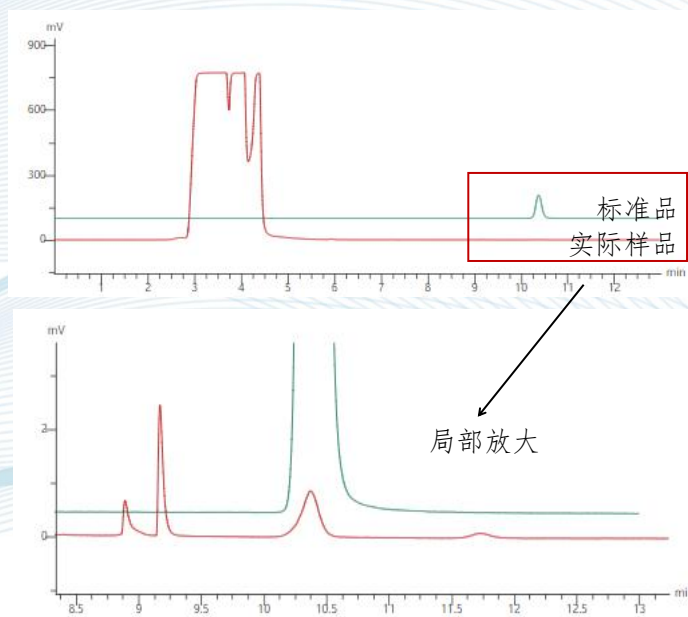


图 1-14 实际样品和标准品对比色谱图

表 1-8 加标回收率结果

加标量 (g/kg)	#1	#2	#3
0.02	105.00%	102.35%	98.91%
0.10	107.00%	100.10%	102.27%
0.50	87.30%	92.80%	94.80%

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行三氯蔗糖的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足三氯蔗糖的检测需求。

1.3.3 食品中阿斯巴甜和阿力甜的测定

本方法参考 GB 5009.263-2016《食品中阿斯巴甜和阿力甜的测定》，对食品中阿斯巴甜和阿力甜进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：水：乙腈 = 80：20

流 速：0.8 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：200 nm

进 样 量：20.0 μL

重复性结果

进样浓度为 50 μg/mL 的阿斯巴甜和阿力甜标准品混合溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD≤0.1%，峰面积 RSD≤0.3%，仪器重复性结果良好。

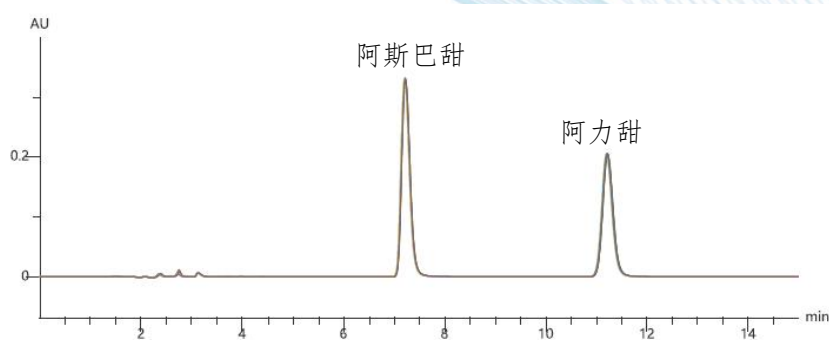


图 1-15 混合标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。阿斯巴甜和阿力甜在 5~100 mg/L 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 1-9 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 mg/kg	国标定量限 mg/kg
阿斯巴甜	$Y = 77028.53X - 5678.55$	0.9999	0.25	3
阿力甜	$Y = 60030.74X - 15394.16$	0.9999	0.25	3

备注：表格中定量限以碳酸饮料、含乳饮料、冷冻饮品、液态乳制品为例。

样品及回收率结果

选取某品牌无糖饮料作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，对样品进行低、中、高三个浓度的加标，回收率结果在 89.8 ~ 100.7%之间，回收率结果良好。

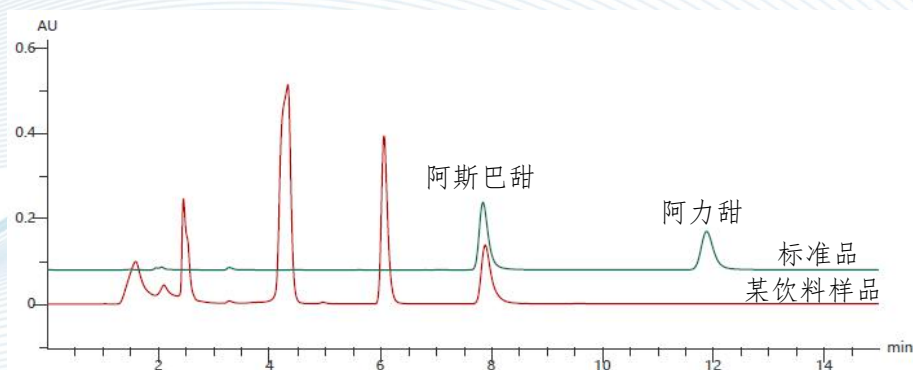


图 1-16 实际样品色谱图

表 1-10 加标回收率结果

名称	加标回收率 (%)				加标回收率 (%)				加标回收率 (%)			
	5 $\mu\text{g/L}$				10 $\mu\text{g/L}$				50 $\mu\text{g/mL}$			
	1	2	3	RSD (%)	1	2	3	RSD (%)	1	2	3	RSD (%)
阿斯巴甜	90.1	89.8	90.5	0.4	94.0	95.3	94.7	0.7	95.4	95.0	96.2	0.6
阿力甜	100.7	99.5	99.2	0.8	98.7	99.0	98.1	0.5	96.5	96.0	96.3	0.4

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行阿斯

巴甜和阿力甜的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足阿斯巴甜和阿力甜的检测需求。

1.4 其他添加剂

1.4.1 食品中偶氮甲酰胺的测定

本方法参考 GB 5009.283-2021《食品中偶氮甲酰胺的测定》，对偶氮甲酰胺进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：A：水；B：甲醇

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：230 nm

进 样 量：10.0 μL

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	45	55
7.0	45	55
9.0	5	95
15.0	5	95
16.0	45	55
22.0	45	55

重复性结果

对偶氮甲酰胺标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD 为 0.02%，峰面积 RSD 为 1.13%，仪器重复性结果良好。

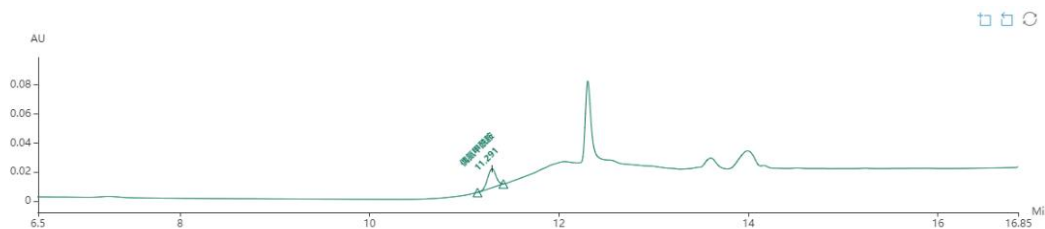


图 1-17 偶氮甲酰胺标准溶液谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。偶氮甲酰胺在 0.1~10 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 R^2 为 0.9996。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限, $S/N \geq 3$ 为方法检测限, 该方法灵敏度结果满足国标要求。

表 1-11 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 mg/kg	国标定量限 mg/kg	检测限 mg/kg	国标检测限 mg/kg
偶氮甲酰胺	$Y=4.04e+004 X - 2.93e+002$	0.9996	5.0	5.0	2.0	2.0

样品结果

对实际样品进行检测, 样品基质无干扰。

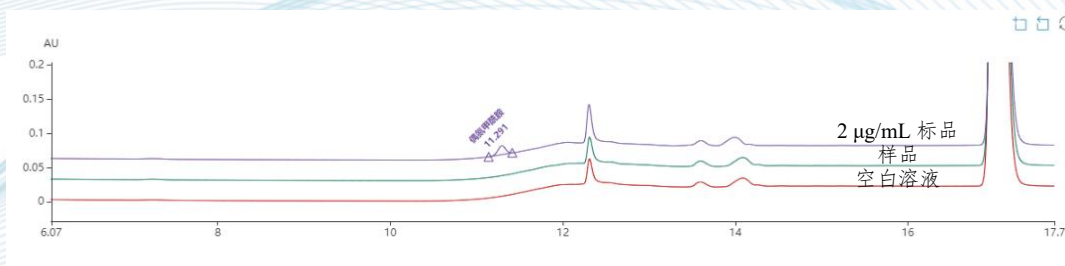


图 1-18 实际样品色谱图

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行偶氮甲酰胺的检测, 方法重复性、线性、灵敏度结果良好, 本方法满足偶氮甲酰胺的检测需求。

1.4.2 食品中 9 种抗氧化剂的测定

本方法参考 GB 5009.32-2016《食品中 9 种抗氧化剂的测定》, 对 PG、THBP、

TBHQ、NDGA、BHA、BHT、OG、Ionox-100 和 DG 抗氧化剂进行测定。

色谱条件

仪 器: S6000_UV

色 谱 柱: Alphasil ES-C18, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相: A: 0.5%甲酸水溶液, B: 甲醇

流 速: 1.0 mL/min

柱 温: 35°C

检测波长: 280 nm

进 样 量: $5.0 \mu\text{L}$

梯度洗脱:

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	50	50
5	50	50
15	20	80
20	20	80
30	10	90
32	10	90
33	50	50
43	50	50

重复性结果

进样浓度为 100 mg/L 的 9 种抗氧化剂标准品混合溶液, 连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 $\text{RSD} \leq 0.04\%$, 峰面积 $\text{RSD} \leq 0.88\%$, 仪器重复性结果良好。

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。9 种抗氧化剂在 $20 \sim 400 \text{ mg/L}$ 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9994 。以色谱峰峰高信噪比 $\text{S/N} \geq 10$ 为方法定量限, $\text{S/N} \geq 3$ 为方法检测限, 该方法灵敏度结果优于国标要求。

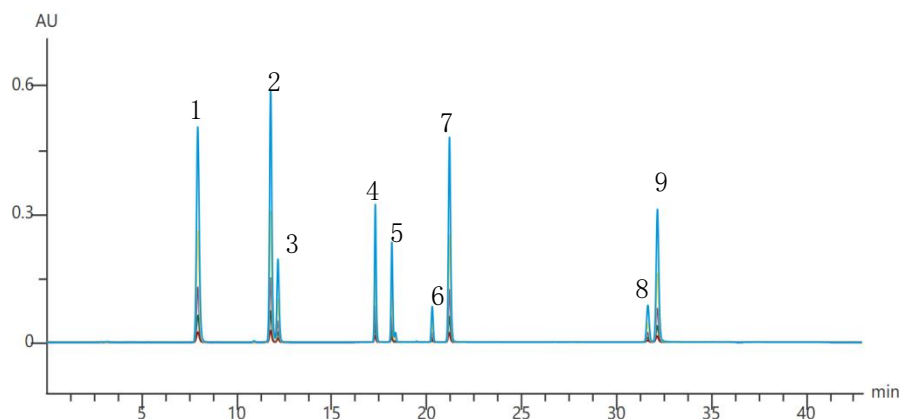


图 1-19 线性浓度的 9 种抗氧化剂标准溶液谱图

峰 1.没食子酸丙酯 (PG)、峰 2.2,4,5-三羟基苯丁酮 (THBP)、峰 3.叔丁基对苯二酚 (TBHQ)、
 峰 4.去甲二氢愈创木酸 (NDGA)、峰 5.叔丁基对羟基茴香醚 (BHA)、峰 6.2,6-二叔丁基
 对甲基苯酚 (BHT)、峰 7.没食子酸辛酯 (OG)、峰 8.2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚 (Ionox-100)、
 峰 9.没食子酸十二酯 (DG)

表 1-12 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R ²	定量限 g/kg	国标定量限 g/kg	检测限 g/kg	国标检测限 g/kg
PG	$Y = 13254.14X + 22588.79$	0.9994	0.5	20	0.1	2
THBP	$Y = 12813.91X + 16649.69$	0.9994	0.5	20	0.1	4
TBHQ	$Y = 4075.59X - 2242.36$	0.9998	0.5	20	0.1	10
NDGA	$Y = 4942.67X + 11297.80$	0.9994	0.5	20	0.1	4
BHA	$Y = 3622.23X + 6269.24$	0.9995	0.5	20	0.1	10
BHT	$Y = 1472.96X + 2036.98$	0.9995	0.5	20	0.25	4
OG	$Y = 9922.23X + 13304.65$	0.9994	0.5	20	0.1	2
Ionox-100	$Y = 2156.15X + 2253.80$	0.9994	0.5	20	0.25	20
DG	$Y = 7848.31X + 2844.27$	0.9995	0.5	20	0.1	10

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行 9 种抗氧化剂的检测，标准品峰形良好，方法重复性、线性、灵敏度满足 9 种抗氧化剂的检测需求。

1.4.3 食品中乙二胺四乙酸盐的测定

本方法参考 GB 5009.278-2016《食品中乙二胺四乙酸盐的测定》，对乙二胺四乙酸盐进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6×250 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：甲醇：四丁基溴化铵-乙酸钠混合溶液（pH4.0）=15：85

流 速：0.8 mL/min

柱 温：35 °C

检测波长：254 nm

进 样 量：10.0 μL

重复性结果

进样浓度为 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 的乙二胺四乙酸二钠络合物标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.01%，峰面积的 RSD 为 0.09%，仪器重复性结果良好。

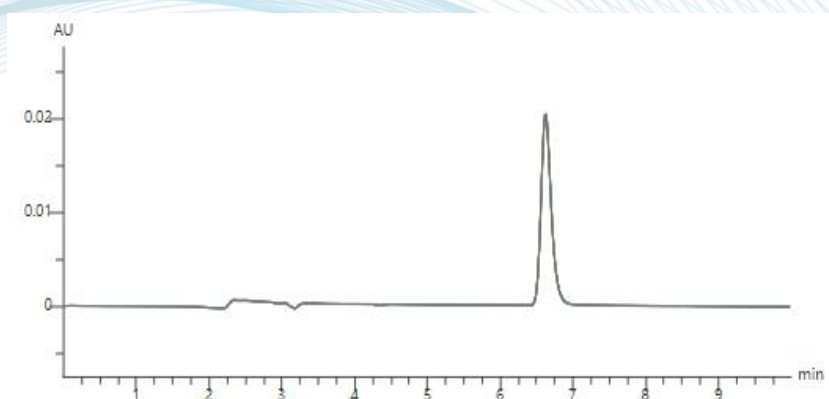


图 1-20 标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性及灵敏度的考察。乙二胺四乙酸二钠络合物在 0~50.0 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。按国标方法检测限 0.01 g/kg 与定量限 0.03 g/kg（换算为上机浓度分别为 1 $\mu\text{g/mL}$ 与 3 $\mu\text{g/mL}$ ）测试信噪比，方法灵敏度结果远优于国标要求。

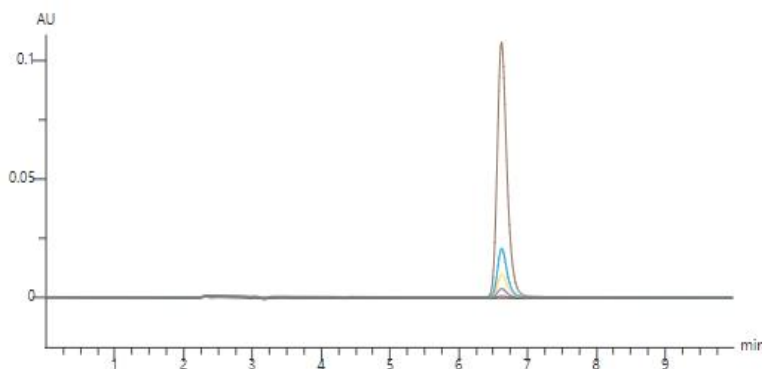


图 1-21 混合标准线性溶液谱图

表 1-13 线性及灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	国标检测限 1 $\mu\text{g/mL}$ USP s/n	国标定量限 3 $\mu\text{g/mL}$ USP s/n
乙二胺四乙酸二钠 络合物	$Y = 21249.21X - 6829.59$	0.9999	405.57	1400.35

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行乙二胺四乙酸二钠的检测，方法重复性、线性、灵敏度结果良好，本方法满足乙二胺四乙酸二钠的检测需求。

1.4.4 饮料中咖啡因的测定

本方法参考 GB 5009.139-2014《饮料中咖啡因的测定》，对饮料中咖啡因进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 $\times$ 150 mm, 5 μm , 100 $\text{\AA}$

流动相：A：水，B：甲醇（A：B=76：24）

流速：1.0 mL/min

检测波长：272 nm

进样量：10.0 μ L

重复性结果

进样浓度为 40 μ g/mL 的咖啡因标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.04%，峰面积的 RSD 为 0.18%，仪器重复性结果良好。

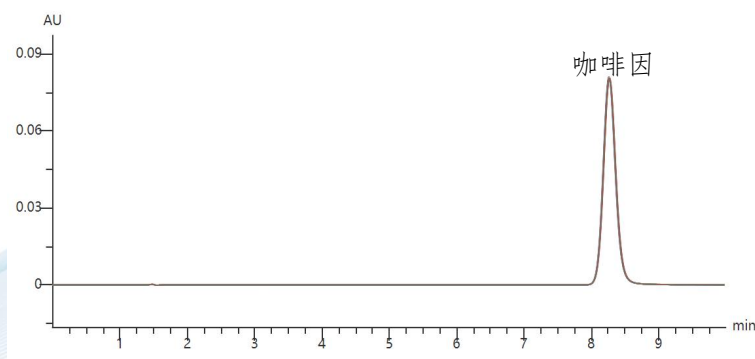


图 1-22 标准溶液重复性谱图（n=6）

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。咖啡因在 10~200 μ g/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

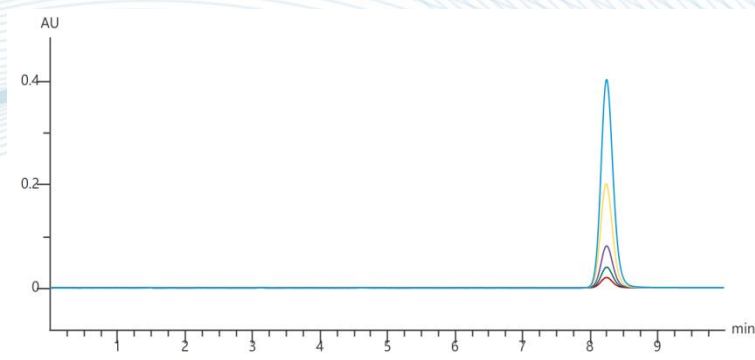


图 1-23 标准线性溶液谱图

表 1-14 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 mg/kg	国标定量 限 mg/kg	检测限 mg/kg	国标检测 限 mg/kg
----	------	-------	--------------	-----------------	--------------	-----------------

咖啡因	$Y = 25885.31X + (-2669.76)$	0.9999	0.07	0.2	0.02	0.07
-----	------------------------------	--------	------	-----	------	------

样品结果

选取某品牌的咖啡（不含乳）和碳酸饮料作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，咖啡和可乐样品中咖啡因含量分别为：192.15 mg/kg 和 48.45 mg/kg。

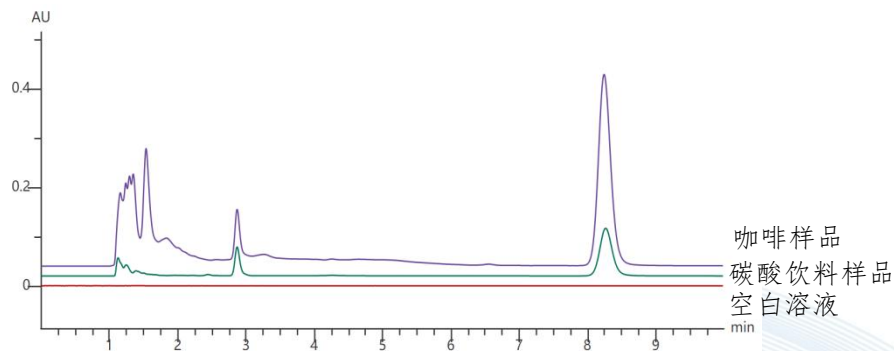


图 1-24 实际样品色谱图

结论

采用华谱科仪S6000高效液相色谱仪搭配Alphasil VC-C18色谱柱进行咖啡因的检测，方法重复性、线性、灵敏度结果良好，本方法满足饮料中咖啡因的检测需求。

二、营养物质

2.1 维生素

2.1.1 食品中的维生素 A 和维生素 E 的测定

本方法参考 GB 5009.82-2016《食品中维生素 A、D、E 测定》中第一法-维生素 A 和维生素 E 的测定-反相高效液相色谱法，对食品中维生素 A 和维生素 E 进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil S-PFP, 4.6×150 mm, 3.5 μm, 100 Å

流 动 相：A：水；B：甲醇

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：维生素 A 为 325 nm；维生素 E 为 294 nm

进 样 量：10.0 μL

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	15	85
2	15	85
2.1	10	90
17	6	94
17.1	0	100
20	0	100
20.1	15	85
25	15	85

标准品结果

采用上述方法对维生素 A 和 E 标准品溶液混标进行检测，VA 及四种 VE 峰形正常，无杂质干扰，其中β-VE 和γ-VE 分离度为 1.78，符合分离要求。

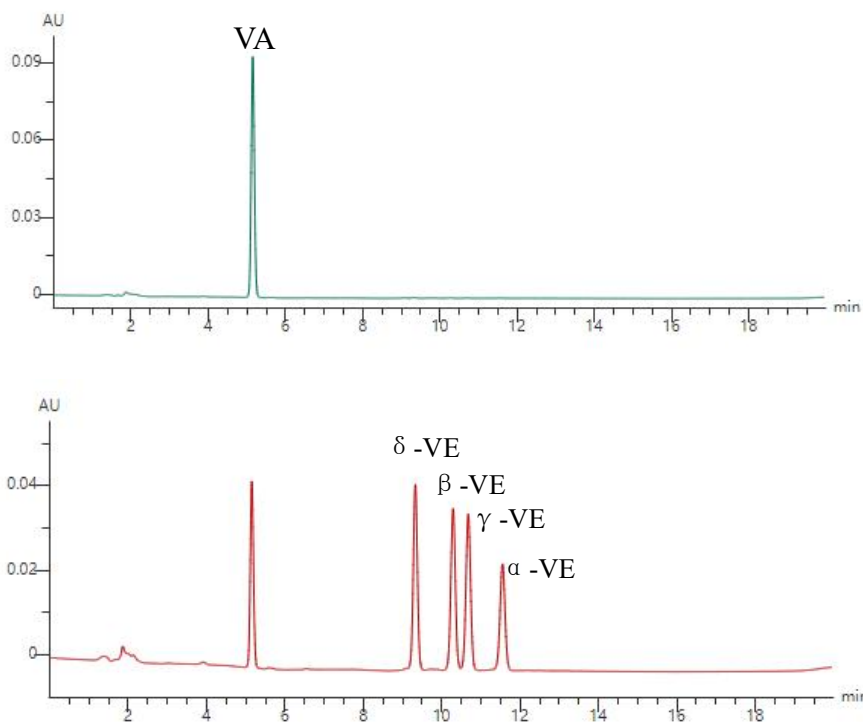


图 2-1 混合标准溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。在各化合物的线性范围内，VA 和四种 VE 的相关系数 R^2 均 ≥ 0.9996 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 2-1 线性和灵敏度结果

名称	浓度 $\mu\text{g/mL}$	线性方程	R^2	定量限 $\mu\text{g}/100\text{ g}$	国标 定量限 $\mu\text{g}/100\text{ g}$	检测限 $\mu\text{g}/100\text{ g}$	国标 检测限 $\mu\text{g}/100\text{ g}$
VA	0.2-6	$Y=1.13\text{e}+005$ $X+2.23\text{e}+003$	0.9996	12	30	4	10
δ -VE	2-60	$Y=6.48\text{e}+003$ $X+1.23\text{e}+003$	0.9997	120	120	40	40
β -VE	2-60	$Y=6.14\text{e}+003$ $X+1.18\text{e}+003$	0.9997	120	120	40	40
γ -VE	2-60	$Y=6.22\text{e}+003$ $X+3.58\text{e}+002$	0.9998	120	120	40	40
α -VE	2-60	$Y=4.44\text{e}+003$ $X-6.31\text{e}+002$	0.9996	120	120	40	40

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil S-PFP 色谱柱进行维生素 A 和 E 的检测，方法线性和灵敏度结果良好，本方法满足国标 GB 5009.82-2016 第一法中维生素 A 和 E 的检测需求。

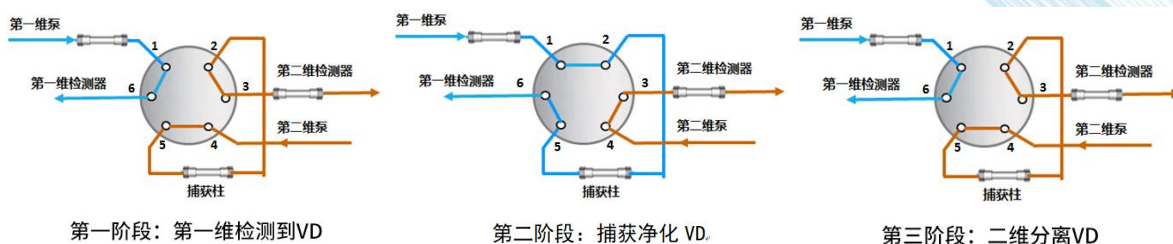
2.1.2 食品中维生素 D 的测定

本方法参考 GB 5009.296-2023《食品中维生素 D 的测定》中第二法-在线柱切换-反相液相色谱法，采用华谱科仪二维液相系统，搭配一维 C8 色谱柱、二维 PAH 色谱柱和捕获柱对维生素 D 进行测定。

色谱条件

仪器	S6000_2D	
配置	Acchrom S6000 组织器 四元泵 进样器 柱温箱（内置 6 通阀） 二极管阵列检测器	Acchrom S6000 组织器 四元泵 紫外检测器
色谱柱	Tnature C8, 4.6×150 mm, 5.0 μm	PAH, 2.1×100 mm, 3.5 μm
捕获柱	Alphasil S-AC, 4.6×10 mm	
流动相	A: 水; B: 乙腈-甲醇（3+1, 体积比）	A: 乙腈; B: 甲醇
洗脱条件	梯度洗脱	等度洗脱
流速	1.0 mL/min	0.4 mL/min
柱温	35 °C	
进样体积	100 μL	
检测波长	265 nm	
阀位置	位置 1: 1-6; 位置 2: 1-2	

在线柱切换流路示意图



线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。维生素 D 在 5~100 $\mu\text{g/L}$ 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.998 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，该方法灵敏度结果满足国标要求。

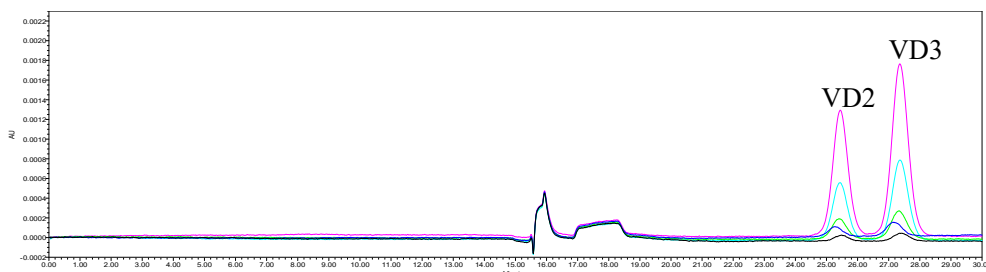


图 2-2 标准品线性溶液谱图

表 2-2 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 $\mu\text{g}/100\text{ g}$	国标定量限 $\mu\text{g}/100\text{ g}$
VD2	$y = 467.29x - 1157.20$	0.9984	2	2
VD3	$y = 671.40x - 1781.10$	0.9988	2	2

备注：当固体试样取样量为 0.50 g，定容 5.00 mL 时定量限满足国标要求。

结论

采用华谱科仪二维液相系统对维生素 D 进行测定。VD2 和 VD3 的线性和定量限结果良好，可满足国标检测要求。

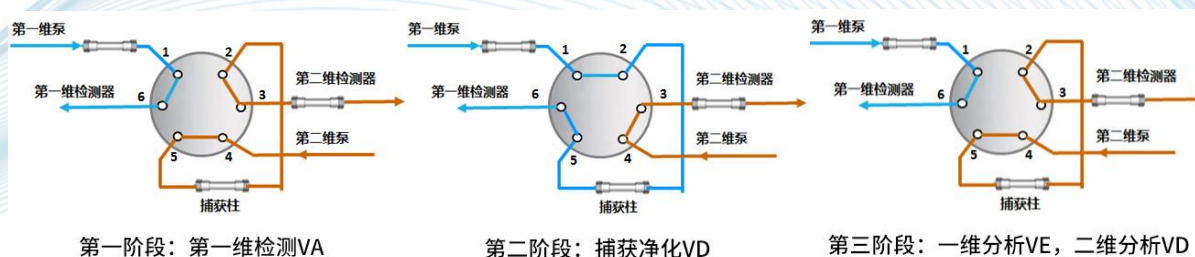
2.1.3 在线二维液相色谱法快速测定乳制品中的维生素 A、D、E

本方法参考 GB 5009.296-2023《食品中维生素 D 的测定》的检测方法中第二法-在线柱切换-反相液相色谱法，采用华谱科仪二维液相系统，搭配一维 PFP 色谱柱、二维 C18 色谱柱和捕获柱，开发了一次进样就可以快速测定乳制品中维生素 A、维生素 D 和四种维生素 E 的检测方法。

色谱条件

仪器	S6000_2D	
配置	组织器 四元泵 进样器 柱温箱（内置 2 位-6 通阀） 紫外检测器	四元泵 紫外检测器
色谱柱	Alphasil S-PFP , 4.6×150 mm, 3.5 μm	Alphasil VC-C18 , 4.6×150 mm, 3.5 μm
捕获柱	Alphasil S-AC, 4.6×10 mm	
流动相	A: 甲醇; B 水	A: 乙腈; B 甲醇
洗脱梯度	梯度洗脱	等度洗脱
流速	1.0 mL/min	1.5 mL/min
进样量	100 μL	
柱温	30 °C	
检测波长	294 nm（4 种维生素 E） 325 nm（维生素 A）	265 nm（维生素 D2 和 D3）

在线柱切换流路示意图



标准品结果

用上述方法测定维生素 A、D2、D3 和四种 E 标准品，维生素 A 和四种维生素 E 在第一维均能实现基线分离，维生素 D2、D3 在第二维实现基线分离。

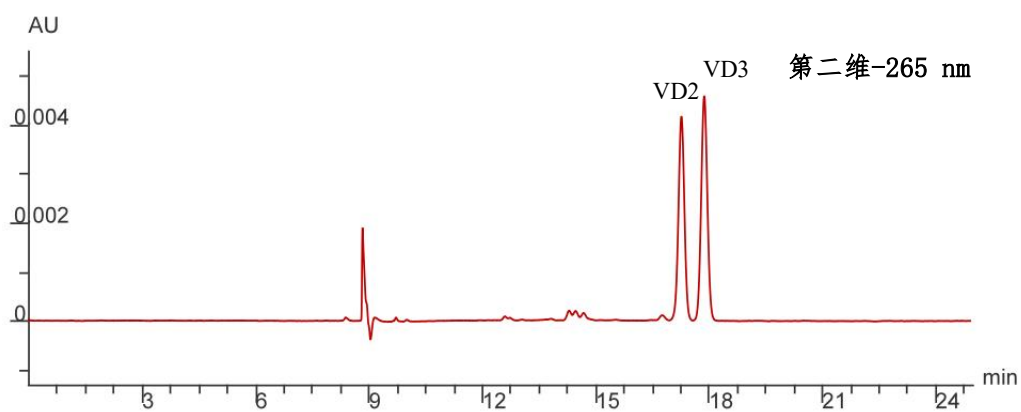
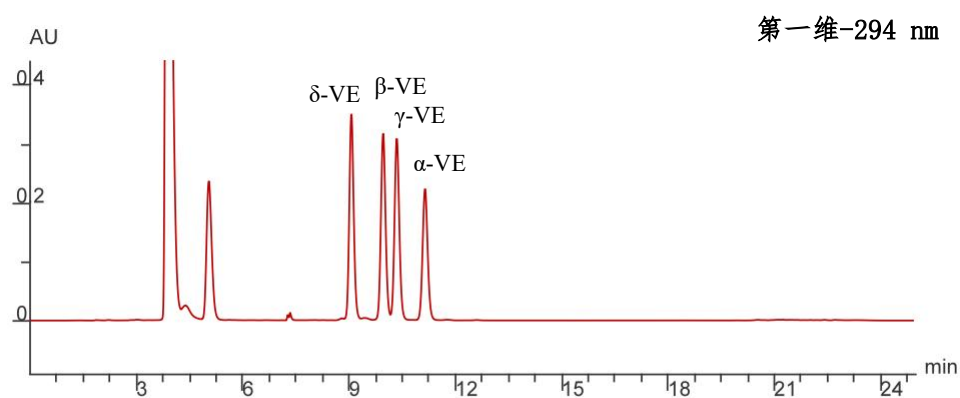
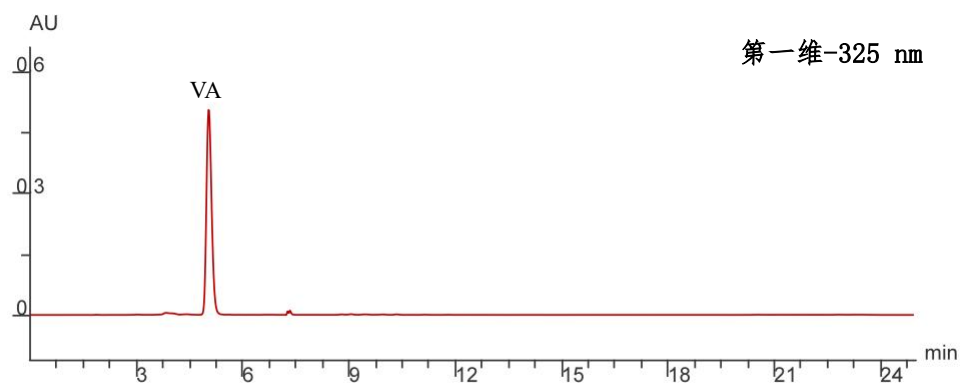


图 2-3 维生素 A、D₂、D₃ 和四种维生素 E 标准品测定结果色谱图

重复性结果

进样维生素 A、D、E 标准品混合溶液（VA：1 μg/mL；VD：0.05 μg/mL；VE：10 μg/mL），连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD≤0.2%，峰面积 RSD≤0.6%，仪器重复性结果良好。

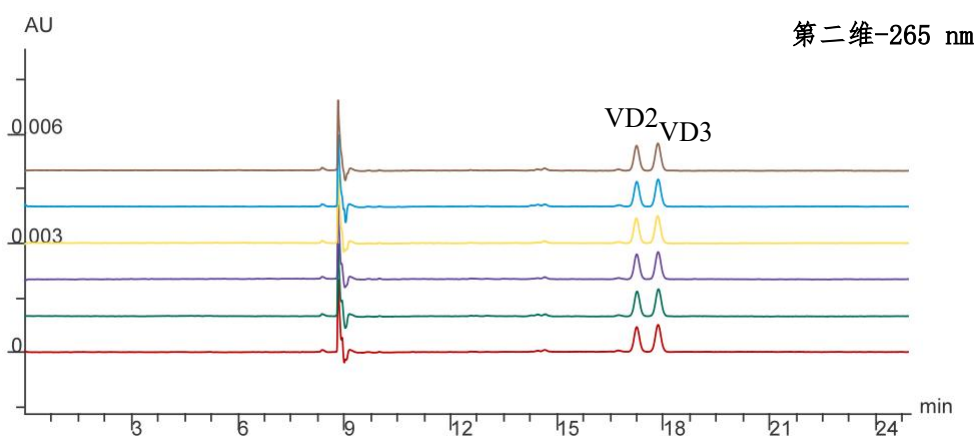
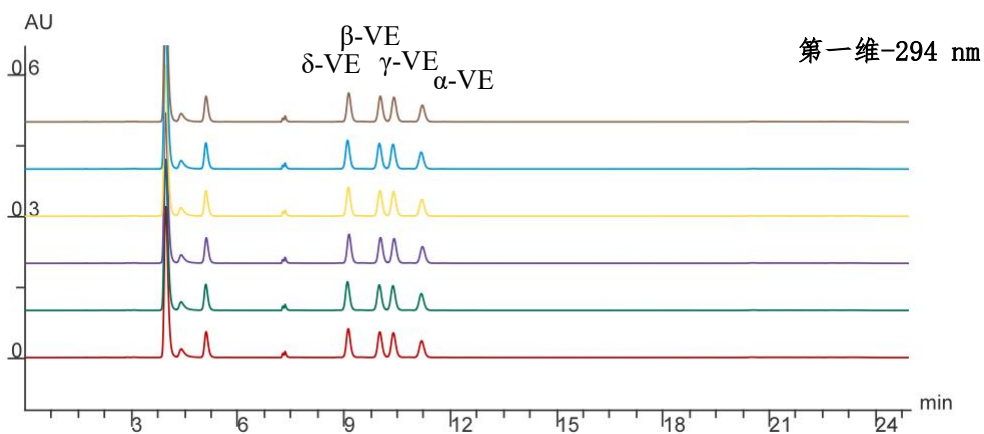
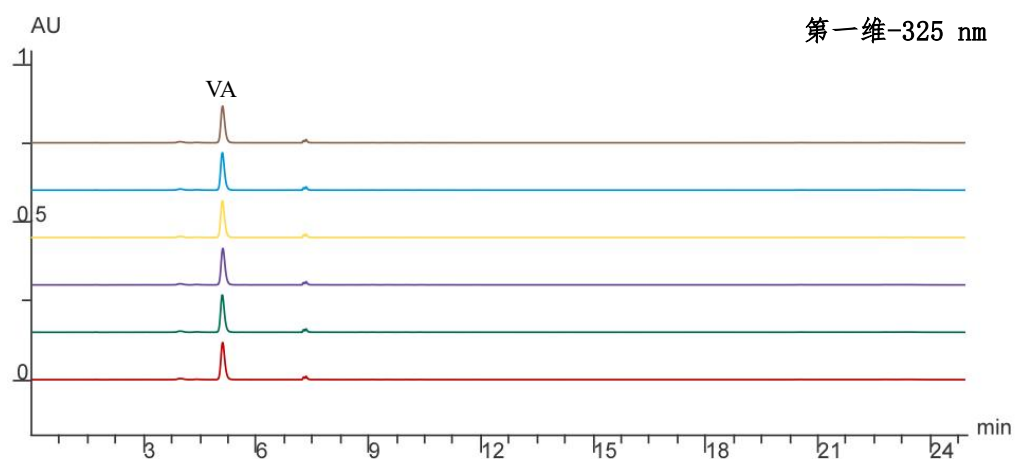


图 2-4 混合标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。维生素 A、D、E 在各自的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，该方法灵敏

度结果优于国标要求。

表 2-3 线性和灵敏度结果

名称	浓度 (μg/mL)	线性方程	R ²	国标定量限 (μg/100 g)	浓度 (μg/100 g)
VA	0.04~60	Y = 856717 X - 6098	0.9999	30	0.4
δ-VE	0.4~60	Y = 49833 X - 2550	0.9999	120	10
β-VE	0.4~60	Y = 48421 X - 4184	0.9999	120	10
γ-VE	0.4~60	Y = 48601 X - 3480	0.9999	120	10
α-VE	0.4~60	Y = 37045 X - 5819	0.9999	120	10
VD2	0.005~0.3	Y = 152077 X - 72	0.9999	2	1
VD3	0.005~0.3	Y = 173107 X - 4	0.9999	2	1

结论

采用华谱科仪二维液相系统可实现一次进样同时检测 VA、VD 及四种 VE，该方法重复性好，灵敏度高，可作为乳制品中维生素 A、D、E 快速有效的分析检测手段。

2.1.4 食品中维生素 B1 的测定

本方法参考 GB 5009.84-2016《食品中维生素 B1 的测定》，对食品中维生素 B1 进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil ES-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：0.05 mol/L 乙酸钠溶液：甲醇 =65：35

流 速：0.8 mL/min

柱 温：30 °C

激发波长：375 nm

发射波长：435 nm

进 样 量：20.0 μL

重复性结果

进样浓度为 0.2 μg/mL 的维生素 B1 标准溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.04%，峰面积的 RSD 为 0.77%，仪器重复性结果良好。

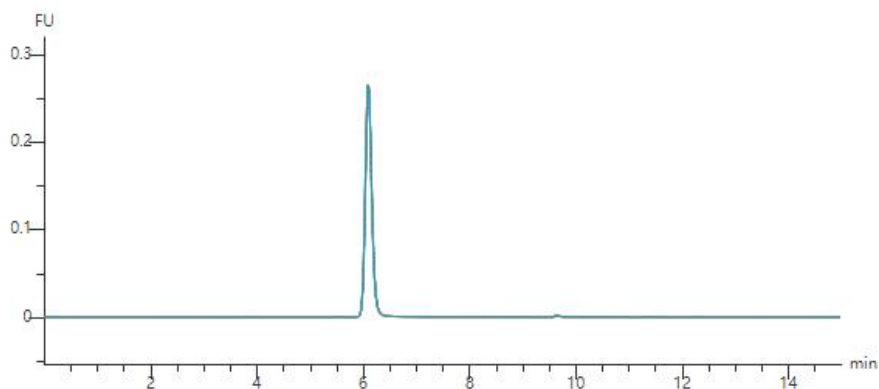


图 2-5 标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。维生素 B1 在 0~1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9997$ 。按国标方法检测限 0.03 mg/100 g 与定量限 0.10 mg/100 g（换算为上机浓度分别为 0.03 $\mu\text{g/mL}$ 与 0.1 $\mu\text{g/mL}$ ）测试信噪比，该方法灵敏度结果优于国标要求。

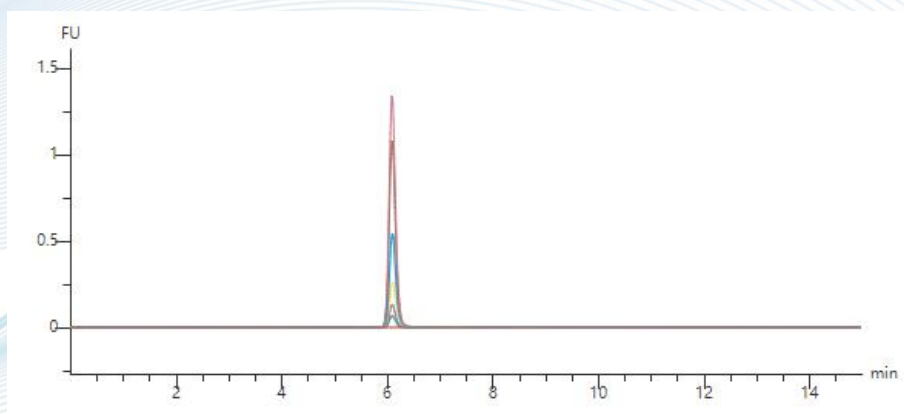


图 2-6 标准线性溶液谱图

表 2-4 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	检测限 0.03 $\mu\text{g/mL USP s/n}$	定量限 0.1 $\mu\text{g/mL USP s/n}$
维生素 B1	$Y = 5905466.56.X - 15459.98$	0.9997	1033	2835

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行维生素 B1 的测定，方法重复性、线性和灵敏度结果良好，本方法满足食品中维生素 B1 的检测需求。

2.1.5 食品中维生素 B2 的测定

本方法参考 GB 5009.85-2016《食品中维生素 B2 的测定》，对食品中维生素 B2 进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：乙酸钠溶液（ 0.05 mol/L ）：甲醇=65：35

流 速： 1.0 mL/min

柱 温： $30 \text{ }^{\circ}\text{C}$

激发波长： 462 nm

发射波长： 522 nm

进 样 量： $20.0 \mu\text{L}$

重复性结果

进样浓度为 $0.2 \mu\text{g/mL}$ 的维生素 B2 标准溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.04% ，峰面积的 RSD 为 0.06% ，仪器重复性结果良好。

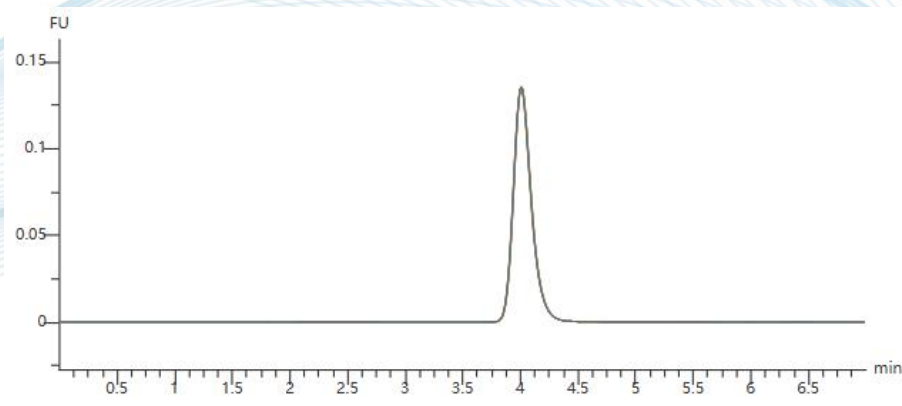


图 2-7 标准溶液重复性谱图（ $n=6$ ）

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。维生素 B2 在 $0.02 \mu\text{g/mL} \sim 0.5 \mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。国标要求当取样量为 10 g 时，方法检测限为 0.02 mg/100 g ，定量限为 0.05 mg/100 g ；换算为上机浓度，方法检测限为 $0.02 \mu\text{g/mL}$ ，

定量限为 0.05 $\mu\text{g/mL}$ ，测定该浓度的信噪比，该方法灵敏度结果优于国标要求。

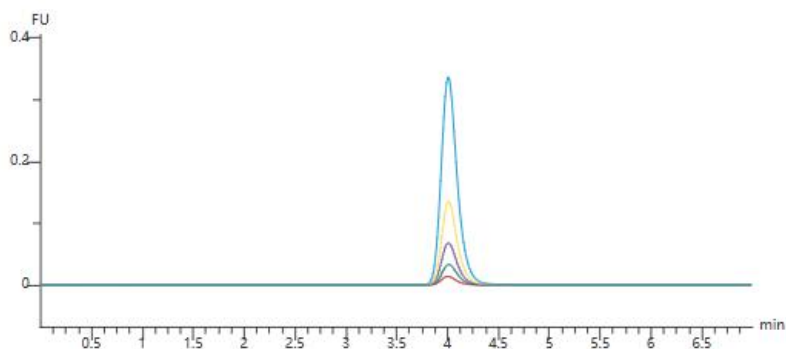


图 2-8 混合标准线性溶液谱图

表 2-5 线性 and 灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	方法检测限 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	方法检测限 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)
维生素 B2	$Y = 7478158.44X - 8772.77$	0.9999	0.02	0.05

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行维生素 B2 的检测，方法重复性、线性、灵敏度结果良好，本方法满足维生素 B2 的检测需求。

2.1.6 食品中维生素 B6 的测定

本方法参考 GB 5009.154-2023《食品中维生素 B6 的测定》，对食品中维生素 B6 进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil ES-C18, $4.6 \times 150\text{ mm}$, $5\text{ }\mu\text{m}$, $100\text{ }\text{\AA}$

流 动 相：庚烷磺酸钠与三乙胺的混合溶液+甲醇= 5:95

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 $^{\circ}\text{C}$

激发波长：293 nm

发射波长：395 nm

进样量：20.0 μL

标准品结果

采用上述方法，对混合标准工作溶液进行检测，空白溶液在出峰位置无干扰，目标化合物峰形较好。

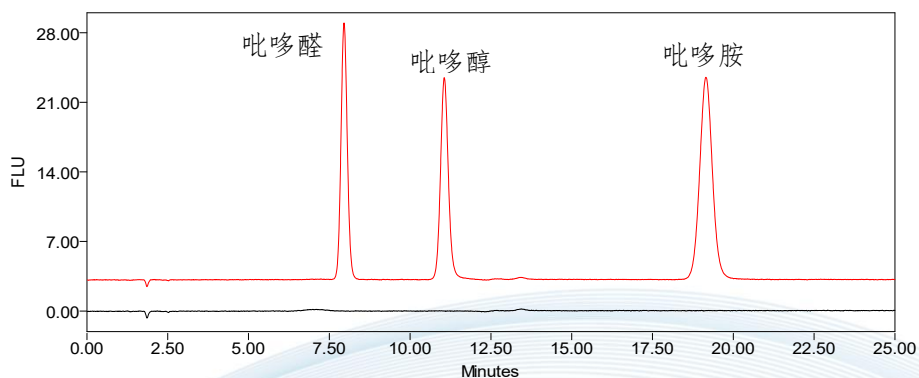


图 2-9 标准溶液谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。吡哆醛、吡哆醇和吡哆胺在 0.04~1.00 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9995 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 2-6 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 mg/kg	国标定量 限 mg/kg	检测限 mg/kg	国标检测 限 mg/kg
吡哆醛	$Y=1.67e+006X+1.44e+004$	0.99969	0.20	0.40	0.10	0.15
吡哆醇	$Y=1.70e+006X+3.18e+003$	0.99982	0.20	0.40	0.10	0.15
吡哆胺	$Y=2.63e+006X+2.42e+004$	0.99958	0.20	0.40	0.10	0.15

样品及回收率结果

选取奶粉作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为 0.4 $\mu\text{g/mL}$ 时，回收率结果良好。

表 2-7 加标回收率结果

序号	名称	加标量 ($\mu\text{g/mL}$)	回收率 (%)
1	吡哆醛	0.40	98.0
2	吡哆醇	0.40	97.3

3

吡哆胺

0.40

98.0

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行维生素 B6 的检测，方法线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足食品中维生素 B6 的检测需求。

2.1.7 食品中维生素 B12 的测定

本方法参考 GB 5009.285-2022 《食品中维生素 B12 的测定》，对食品中维生素 B12 进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil ES-C18, 4.6 × 150 mm, 3.5 μm, 100 Å

流 动 相：A 相：0.04%三氟乙酸水溶液；B 相：乙腈

流 速：0.8 mL/min

柱 温：40 °C

检测波长：361 nm

进 样 量：100.0 μL

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.0	90	10
4.0	90	10
6.0	0	100
15.0	0	100
15.1	90	10
20.0	90	10

重复性结果

进样浓度为 100 ng/mL 的维生素 B12 标准品溶液考察仪器重复性，连续进样 6 针，保留时间的 RSD < 0.03%，峰面积的 RSD < 2%，仪器重复性良好。

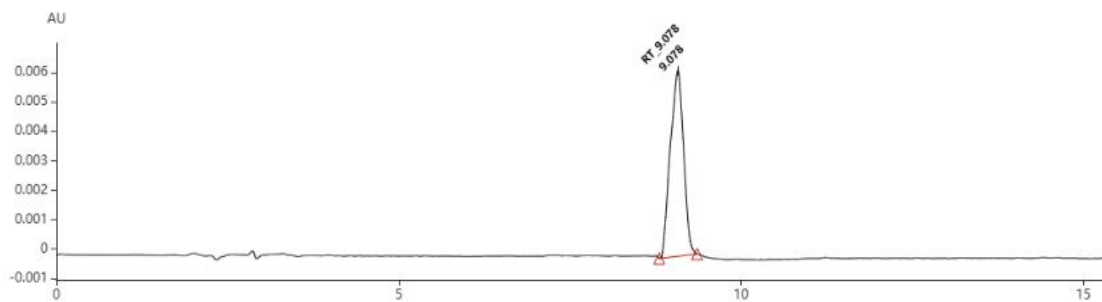


图 2-10 标准溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。维生素 B12 在 30~200 ng/mL 的线性范围内相关系数 $R^2=0.9986$ 。

表 2-8 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	方法检测限 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	国标检测限 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	方法定量限 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	国标定量限 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)
VB12	$Y = 129.89X + 6035.51$	0.9986	0.2	0.2	0.5	0.5

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行维生素 B12 的检测，方法重复性、线性、灵敏度结果良好，本方法满足维生素 B12 的检测需求。

2.1.8 食品中烟酸和烟酰胺的测定

本方法参考 GB 5009.89-2023 《食品中烟酸和烟酰胺的测定》，对食品中烟酸和烟酰胺进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18AQ, $4.6 \times 250\text{ mm}$, $5\text{ }\mu\text{m}$, $100\text{ }\text{\AA}$

流 动 相：甲醇 70 mL、异丙醇 20 mL、庚烷磺酸钠 1 g，用 910 mL 水溶解并混匀后，用高氯酸调 pH 至 2.1 ± 0.1

流 速：1.0 mL/min

柱温：25 °C

检测波长：261 nm

进样量：20.0 μ L

标准品结果

采用上述方法，对标准混合工作液进行检测，标准品峰形良好。空白溶液在出峰位置无干扰。

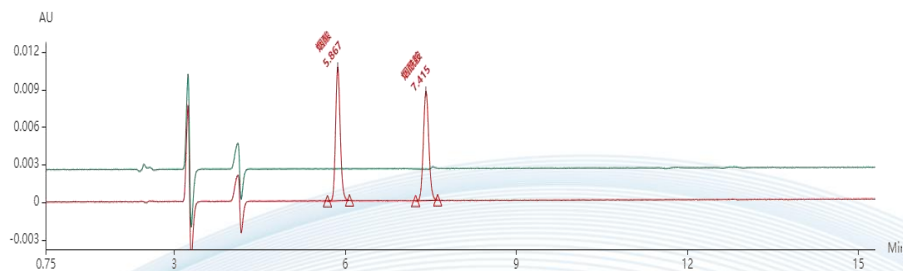


图 2-11 标准溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。烟酸和烟酰胺在 0.2~10 mg/L 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

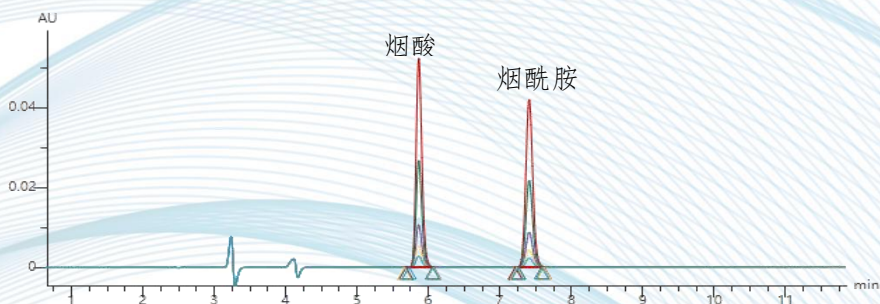


图 2-12 混合标准线性溶液谱图

表 2-9 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 μ g/100g	国标定量 限 μ g/100g	检测限 μ g/100g	国标检测 限 μ g/100g
烟酸	$Y=29784.15X+1414.82$	0.9999	50	100	30	30
烟酰胺	$Y=28555.34X+1042.77$	0.9999	50	120	30	40

样品及回收率结果

对实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为 0.5 g/kg 时，回

收率结果在 80 ~ 95%之间，回收率结果良好。

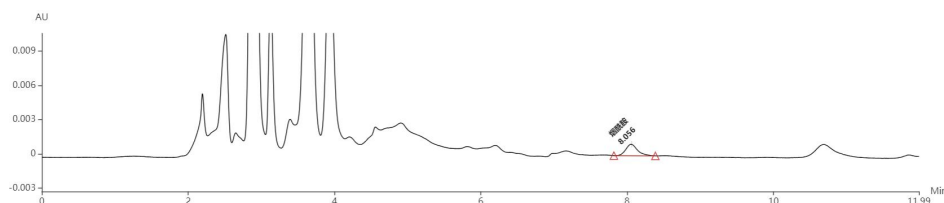


图 2-13 实际样品色谱图

表 2-9 加标回收率结果

序号	样品	样品检出值 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)
1	烟酸	N/D	1	0.834	83.4
	烟酰胺	0.146	1	1.087	94.1
2	烟酸	N/D	1	0.811	81.1
	烟酰胺	0.145	1	1.062	91.7
3	烟酸	N/D	1	0.874	83.4
	烟酰胺	0.148	1	1.129	89.8

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18AQ 色谱柱进行烟酸和烟酰胺的检测，方法线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足烟酸和烟酰胺的检测需求。

2.1.9 食品中叶酸（VB9）的测定

目前检测叶酸的国标方法为：GB 5009.211-2022《食品中叶酸的测定》微生物法，华谱科仪采用 S6000 高效液相色谱仪搭配光化学衍生器对食品中叶酸进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL + 光化学衍生器

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 3.0 × 150 mm, 2.5 μm, 100 Å

流 动 相：A:磷酸盐溶液，B:甲醇

重复性结果

向苹果样品基质中加入浓度为 20 ng/L 的叶酸标准品加标溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD 为 0.06%，峰面积 RSD 为 0.75%，仪器重复性结果良好。

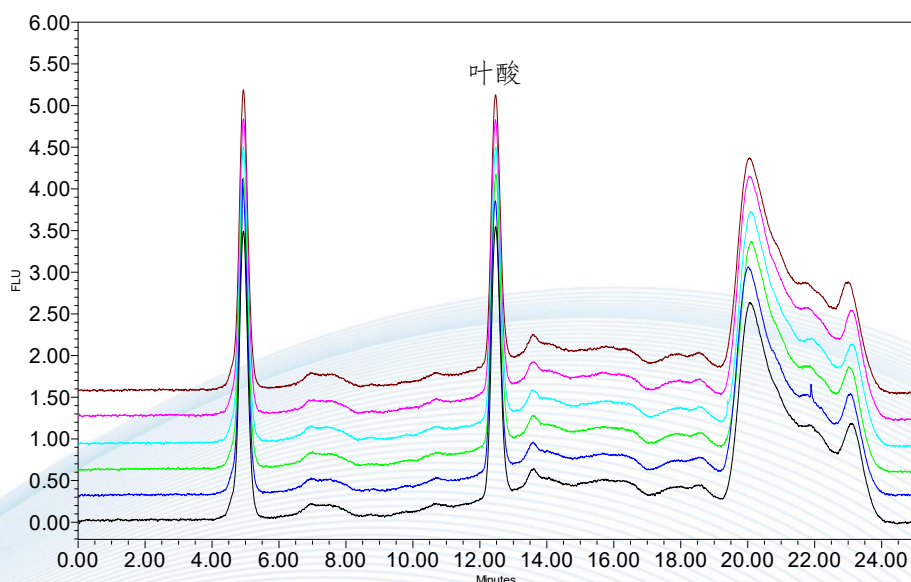


图 2-14 基质加标溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。叶酸在 1~500 ng/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9997$ 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 2-10 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	检测限 上机浓度 ng/mL	国标检测限 上机浓度 ng/mL
叶酸	$Y=2.60e+003 X - 3.99e+003$	0.9997	0.5	1.0

样品及回收率结果

选取苹果、白菜、黄豆和奶粉作为实际样品进行检测，样品基质均无干扰，当样品加标浓度为 20 $\mu\text{g}/100 \text{ g}$ 时，回收率结果良好。

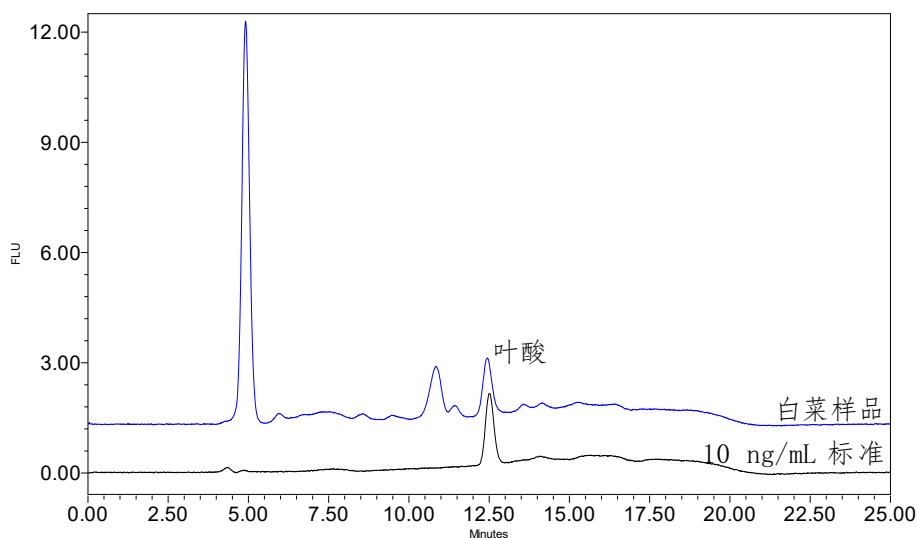


图 2-15 实际样品色谱图（白菜）

表 2-11 加标回收率结果

样品	空白样本含量 ($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	加标量($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	测定值($\mu\text{g}/100\text{ g}$)	回收率/%
白菜-01	9.78	20	25.30	77.60
白菜-02			25.57	78.95
白菜-03			25.46	78.40

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行叶酸的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法可满足食品中叶酸的检测需求。

2.1.10 食品中泛酸（VB5）的测定

本方法参考 GB 5009.210-2023《食品中泛酸的测定》，对食品中泛酸进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, $4.6 \times 150\text{ mm}$, $5\text{ }\mu\text{m}$, $100\text{ }\text{\AA}$

流 动 相：乙腈-0.02 mmol/L 磷酸二氢钾溶液 = 5:95

流 速：1.0 mL/min

柱 温：28 °C

检测波长：210 nm

进样量：20.0 μL

标准品结果

采用上述方法，对泛酸标准品溶液进行检测，泛酸出峰时间为 4 min 左右，且峰形良好。空白水溶液在出峰位置无干扰。

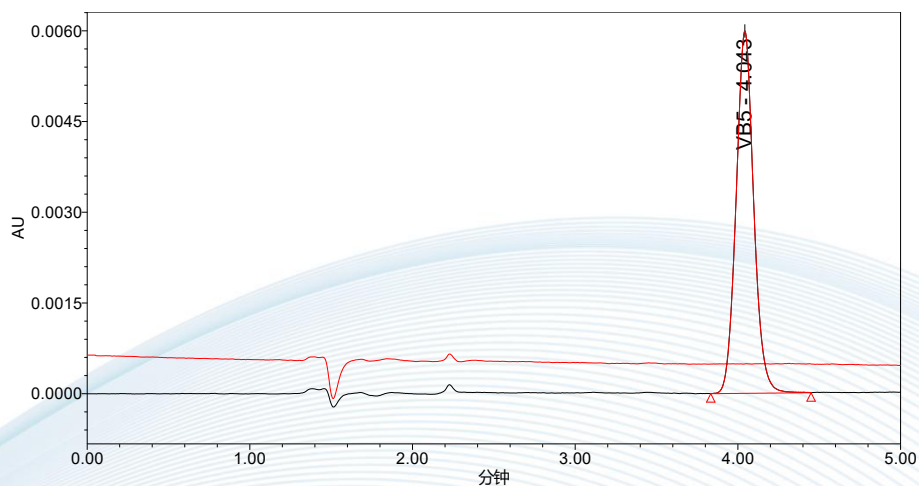


图 2-16 标准溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。泛酸在 0.5~32.0 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9998$ 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 2-12 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 $\text{mg}/100\text{g}$	国标 定量限 $\text{mg}/100\text{g}$	检测限 $\text{mg}/100\text{g}$	国标 检测限 $\text{mg}/100\text{g}$
泛酸	$Y=6.10\text{E}+003X-5.59\text{E}+002$	0.9998	0.06	0.08	0.02	0.025

样品结果

选取 4 种类型奶粉作为实际样品进行检测，样品基质均无干扰。

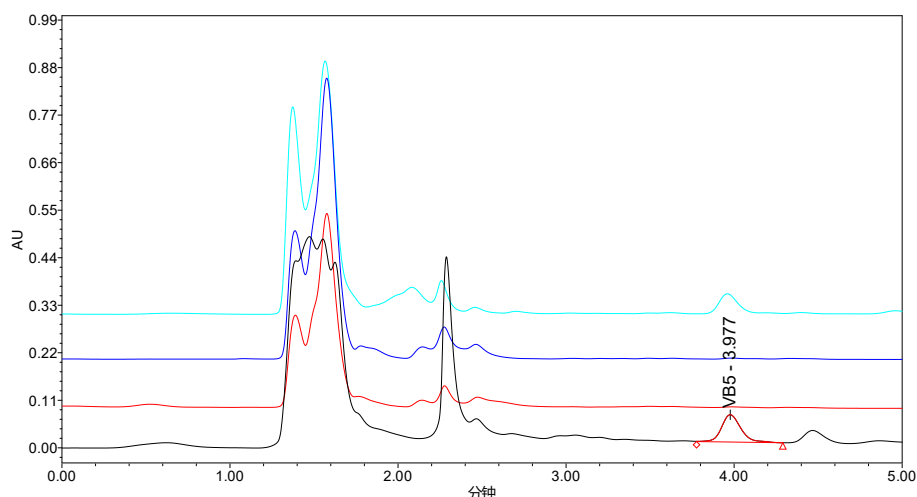


图 2-17 实际样品色谱图

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行泛酸的检测，方法线性、灵敏度及样品检测结果良好，本方法满足泛酸的检测需求。

2.1.11 食品中生物素（VB7）的测定

目前生物素常用液质法和微生物法，参考国标为 GB 5009.259-2023《食品中生物素的测定》，本方法采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配荧光检测器，对奶粉中生物素进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 150 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：甲醇-磷酸盐缓冲溶液

标准品结果

采用上述方法，对生物素标准品溶液进行检测，生物素出峰时间为 5.58 min，且峰形良好。空白溶液在出峰位置无干扰。

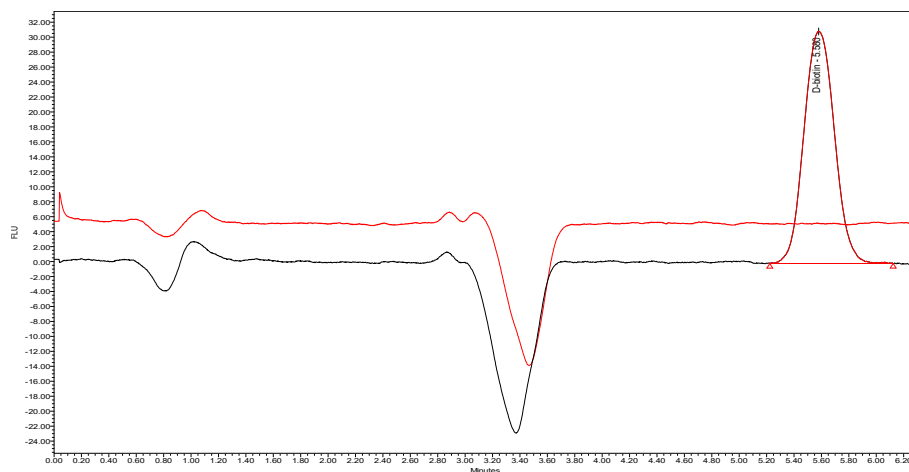


图 2-18 标准溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。生物素在 3~40 ng/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.999$ 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，该方法灵敏度结果满足检测要求。

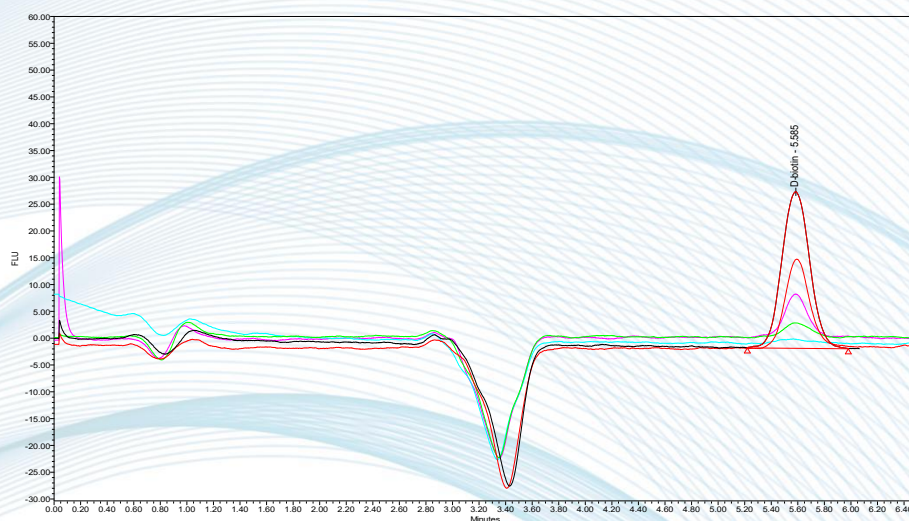


图 2-19 标准线性溶液谱图

表 2-13 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 $\mu\text{g}/100\text{g}$
生物素	$Y=1.10\text{E}+004X-8.55\text{E}+003$	0.9991	3.0

样品结果

选取某品牌奶粉作为实际样品进行检测，样品基质无干扰。

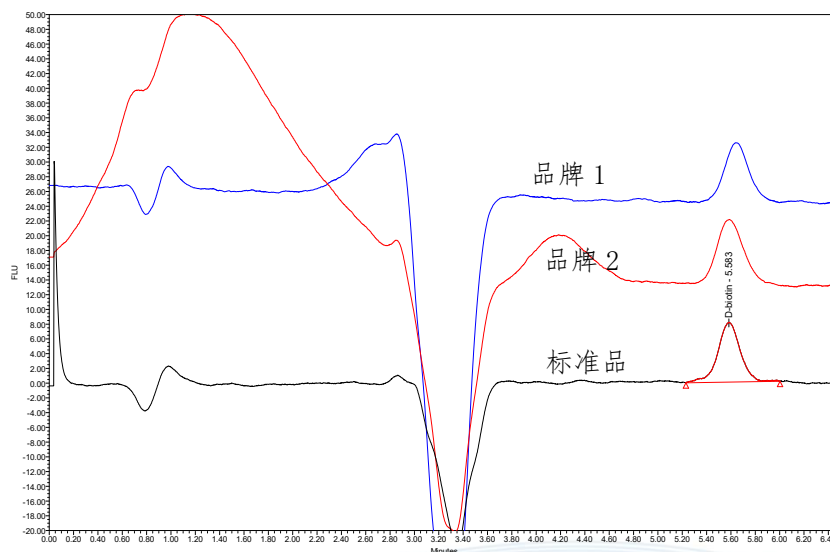


图 2-20 实际样品色谱图

结论

采用华谱科技 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行奶粉中生物素的检测，方法线性、灵敏度及样品结果良好，本方法满足生物素的检测需求。

2.2 其他营养物质

2.2.1 乳品中 5 种核苷酸的测定

本方法参考 GB 5413.40-2016《婴幼儿食品和乳品中核苷酸的测定》，采用 Alphasil S-Xion 色谱柱对 CMP、AMP、UMP、GMP 和 IMP 共 5 种核苷酸进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil S-Xion, 4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：A: 10 mM 磷酸二氢钾 (pH=3.0), B: 乙腈 (A:B=70:30)

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：254 nm

进 样 量：10.0 μL

检测结果

5 种待测核苷酸与奶粉基质样品杂质分离良好，最小分离度（UMP 与未知杂质）不低于 1.72。

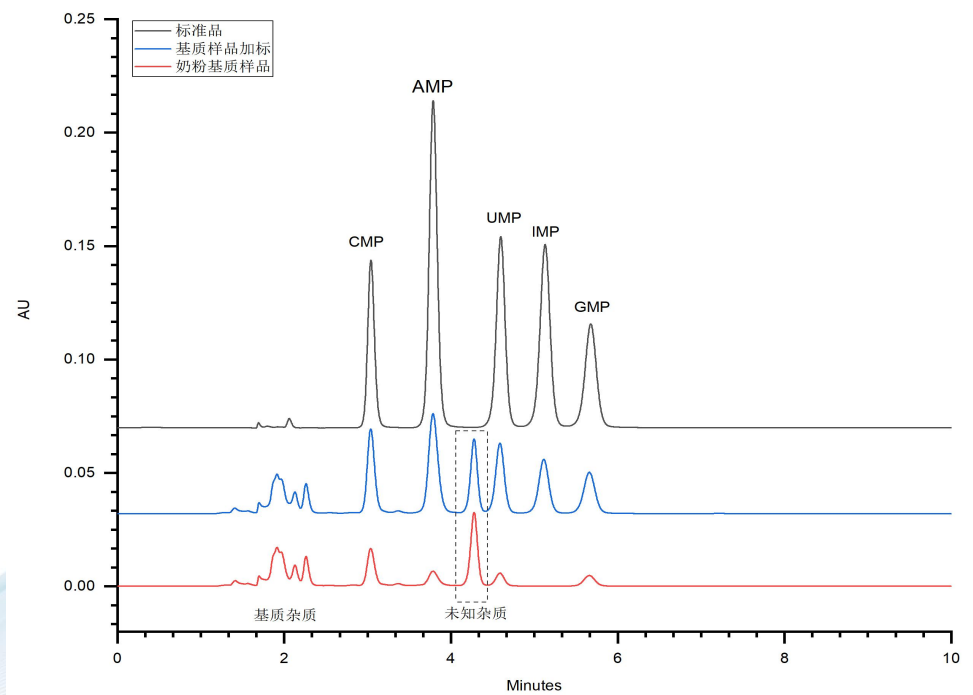


图 2-21 标准品、基质样品加标和奶粉基质样品溶液的色谱图

表 2-14 奶粉基质加标样品测试结果

加标样品	保留时间 (min)	理论塔板数	拖尾因子	分离度
CMP	3.04	5357	1.13	-
AMP	3.78	5139	1.10	3.89
未知杂质	4.28	11857	0.97	2.62
UMP	4.59	8575	0.96	1.72
IMP	5.11	8091	0.97	2.40
GMP	5.66	7655	0.97	2.21

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil S-Xion 色谱柱进行 5 种核苷酸的检测，各目标峰之间的分离度结果良好，该方法可高效分析奶粉基质中 5 种核苷酸。

2.2.2 食品中牛磺酸的测定

测定牛磺酸常用 OPA 柱后衍生或丹磺酰氯柱前衍生法，参考国标为 GB 5009.169-2016《食品中牛磺酸的测定》。本方法选用 2,4-二硝基氟苯为衍生试剂，采用柱前衍生法对牡蛎中的牛磺酸进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 150 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：50 mM 乙酸钠（用醋酸调节 pH 至 6.5）-乙腈

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：360 nm

进 样 量：10.0 μL

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	90	10
15	75	25
15.1	40	60
25	40	60
25.1	90	10
35	90	10

测定结果

牡蛎样品出峰情况良好，基质无杂峰干扰，该方法可以实现牡蛎中牛磺酸的良好检测。

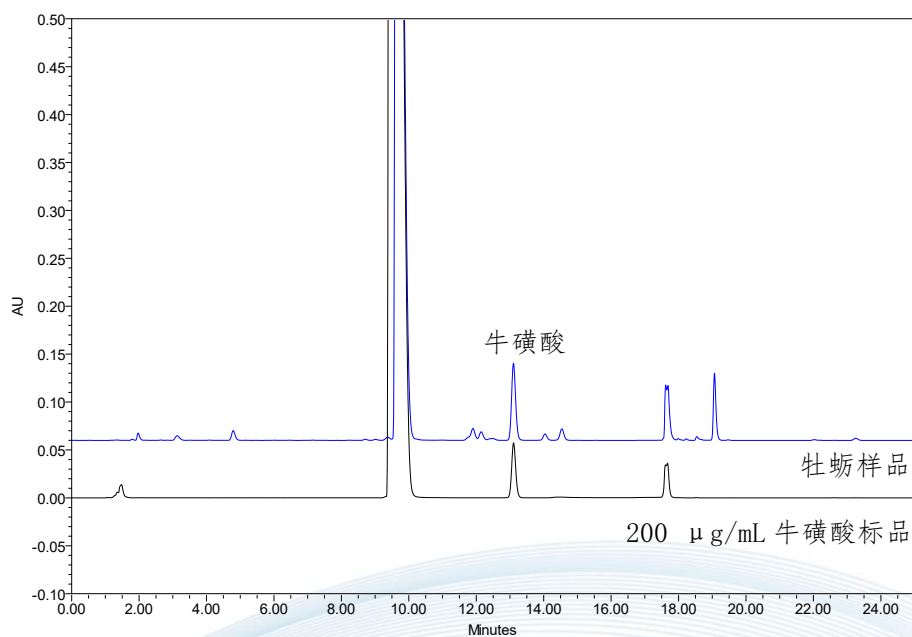


图 2-22 标准溶液和样品对比图

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱,采用 2,4-二硝基氟苯柱前衍生法,可满足牡蛎中牛磺酸的检测需求。

三、食品安全

3.1 毒素及其他有害物质

3.1.1 食品中玉米赤霉烯酮的测定

本方法参考 GB5009.209-2016《食品中玉米赤霉烯酮的测定》，对玉米赤霉烯酮进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil ES-C18, 4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：乙腈：水：甲醇=46：46：8

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

激发波长：274 nm

发射波长：440 nm

进 样 量：100.0 μL

重复性结果

进样浓度为 100.0 ng/mL 的玉米赤霉烯酮标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.04%，峰面积的 RSD 为 0.63%，仪器重复性结果良好。

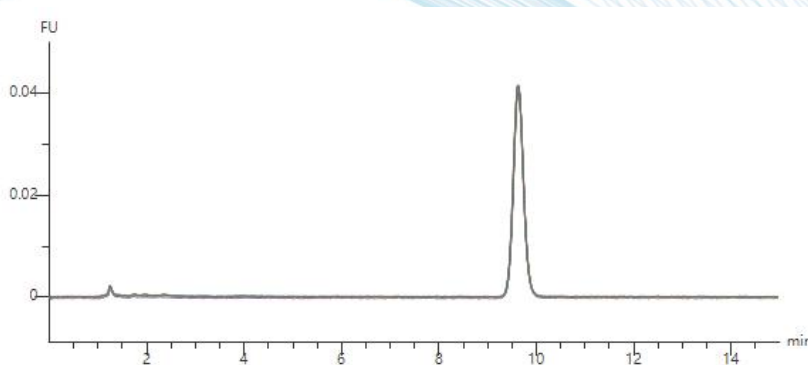


图 3-1 标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。玉米赤霉烯酮在 10~500 ng/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。国标方法最小限度要求（粮食和粮食制品）为检测限 5 $\mu\text{g/kg}$ 与定量限 17 $\mu\text{g/kg}$ （换算为上机浓度分别为 4 ng/mL 与 13.6 ng/mL），按线性最低点 10 ng/mL 计算测试定量限信噪比，国标检测限浓度 4 ng/mL 计算检测限信噪比，结果满足国标要求。

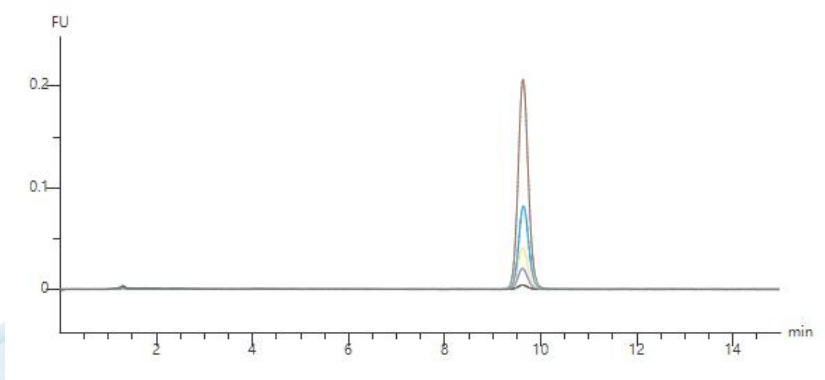


图 3-2 标准线性溶液谱图

表 3-1 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	检测限 4 ng/mL USP s/n	定量限 10 ng/mL USP s/n
玉米赤霉烯酮	$Y = 6098.64 \cdot X - 1998.72$	0.9999	16.14	37.01

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil ES-C18 色谱柱进行玉米赤霉烯酮的检测，重复性、线性及灵敏度均可满足国标要求。本方法满足玉米赤霉烯酮的检测需求。

3.1.2 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定

本方法参考 GB 5009.22-2016《食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》，采用柱后光化学衍生法对食品中 AFT B1、AFT B2、AFT G1、AFT G2 进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL_光化学衍生器

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：水：乙腈-甲醇（50+50）= 68:32

流 速：1.0 mL/min

柱 温：40 °C

激发波长：360 nm

发射波长：440 nm

进 样 量：50.0 μL

标准品结果

采用上述方法，对混合标准工作溶液进行检测，空白溶液在出峰位置无干扰。

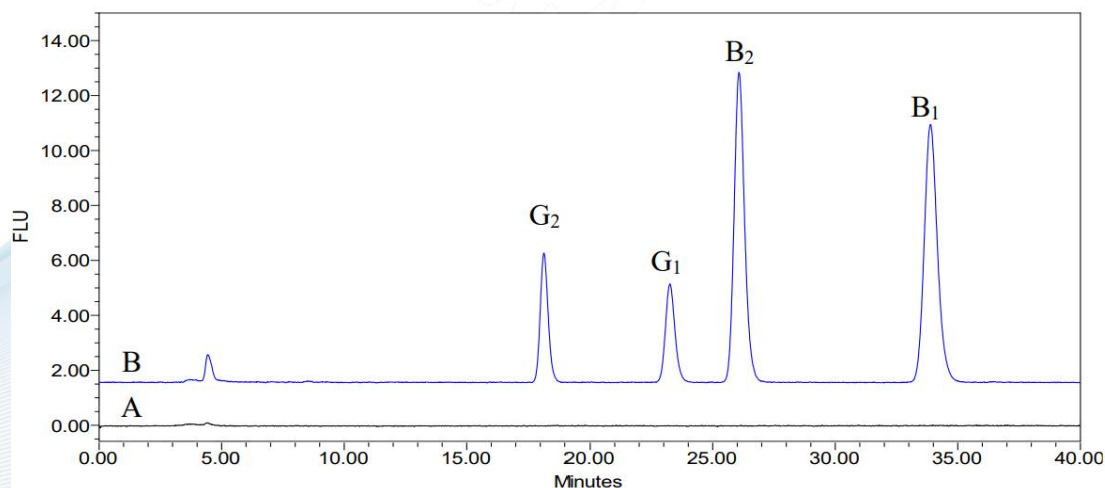


图 3-3 标准溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。各化合物在 0.1~40.0 ng/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限， $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果满足国标要求。

表 3-2 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 μg/kg	国标定量 限μg/kg	检测限 μg/kg	国标检测 限μg/kg
AFT G2	$Y=136013.835X-4064.110$	0.9999	0.03	0.03	0.01	0.01
AFT G1	$Y=37686.808X-4683.388$	0.9999	0.1	0.1	0.03	0.03
AFT B2	$Y=295606.155X-7811.550$	0.9999	0.03	0.03	0.01	0.01
AFT B1	$Y=93301.940X-9866.792$	0.9999	0.1	0.1	0.03	0.03

样品及回收率结果

选取奶粉作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为 2.5、7.5 ng/mL 时，回收率结果在 91.7 ~ 107.7% 之间，回收率结果良好。

表 3-3 加标回收率结果

序号	化合物	加标浓度 (ng/mL)	回收率 (%)
1	AFT G2	2.5	95.5
2	AFT G1	7.5	103.8
3	AFT B2	2.5	91.7
4	AFT B1	7.5	107.7

结论

采用光化学衍生法，进行黄曲霉毒素 B 族和 G 族的检测，方法线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的检测需求。

3.1.3 食品中苯并(a)芘的测定

本方法参考 GB 5009.27-2016《食品中苯并(a)芘的测定》，对食品中苯并(a)芘进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：水：乙腈=12：88

流 速：1.0 mL/min

柱 温：35 °C

激发波长：384 nm

发射波长：406 nm

进 样 量：20.0 μL

重复性结果

进样浓度为 5 ng/mL 的苯并(a)芘标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性，仪器重复性结果良好。

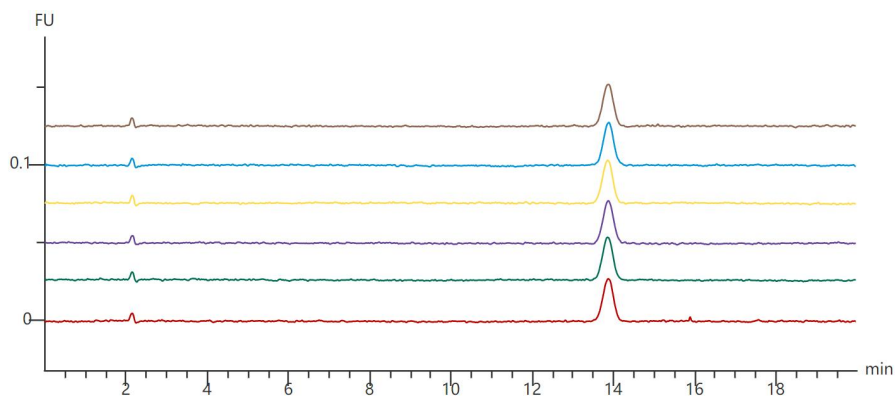


图 3-4 标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。苯并(a)芘在 0.5~20 ng/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限, $S/N \geq 3$ 为方法检测限, 该方法灵敏度结果满足国标要求。

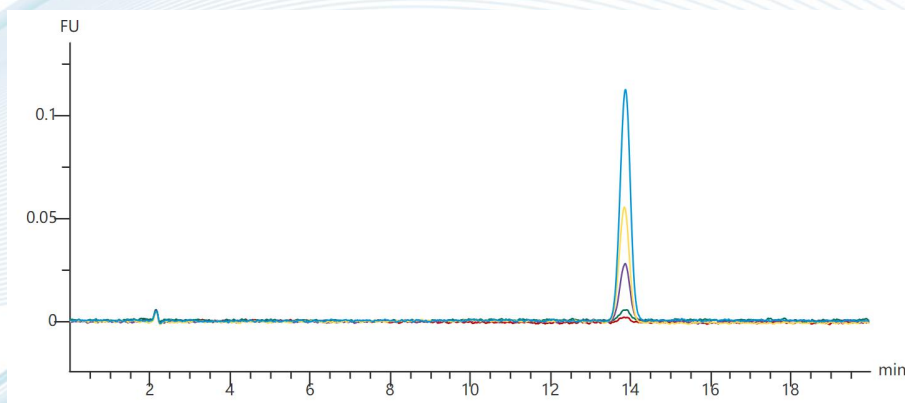


图 3-5 标准线性溶液谱图

表 3-4 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 $\mu\text{g/kg}$	国标 定量限 $\mu\text{g/kg}$	检测限 $\mu\text{g/kg}$	国标 检测限 $\mu\text{g/kg}$
苯并(a)芘	$Y = 103914.75X + (-7097.71)$	0.9999	0.5	0.5	0.2	0.2

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行苯并(a)芘的检测, 方法重复性、线性及灵敏度结果良好, 本方法满足食品中苯并(a)芘的检测需求。

3.1.4 原料乳与乳制品中三聚氰胺的测定

本方法参考 GB/T 22388-2008 《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》，采用 SelectPrep MCX 固相萃取柱净化提取液，对奶粉中三聚氰胺进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6 × 250 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相：10 mM 庚烷磺酸钠-柠檬酸离子对缓冲液-乙腈（93：7，体积比）

流 速：1.0 mL/min

柱 温：40 °C

检测波长：240 nm

进 样 量：20.0 μL

重复性结果

进样浓度为 50 μg/mL 的三聚氰胺标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间的 RSD 为 0.05%，峰面积的 RSD 为 0.25%，仪器重复性结果良好。

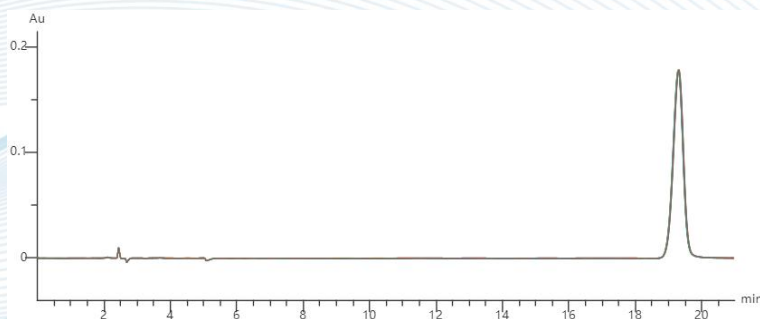


图 3-6 标准溶液重复性谱图（n=6）

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。三聚氰胺在 0.8~80 μg/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.9999$ 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

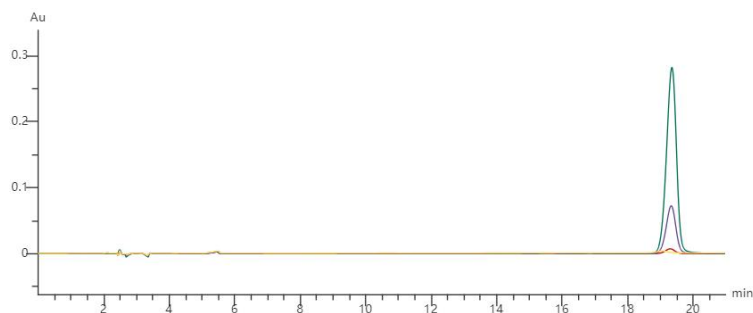


图 3-7 标准线性溶液谱图

表 3-5 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 mg/kg	国标定量限 mg/kg
三聚氰胺	$Y = 5828.45X + 4987.13$	0.9999	0.5	2

样品及回收率结果

选取某品牌奶粉作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为高、中、低（2、5、10 mg/kg）三个添加水平时，回收率结果在 93 ~ 103% 之间，回收率结果良好。

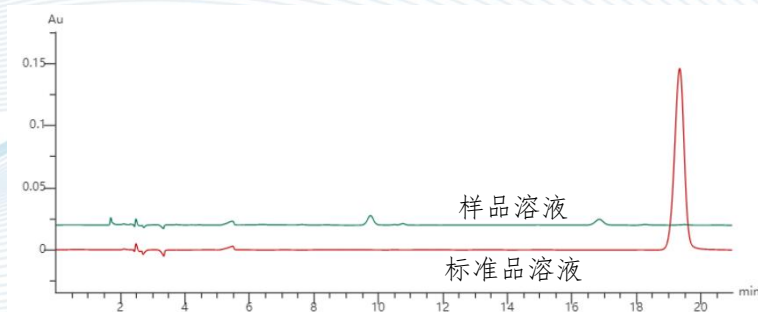


图 3-8 实际样品与标准品溶液色谱图

表 3-6 加标回收率结果

名称	加标量 2 mg/kg			加标量 5 mg/kg			加标量 10 mg/kg		
	1	2	3	1	2	3	1	2	3
三聚氰胺	102.38	97.25	101.18	95.50	96.33	93.05	92.57	94.02	97.32

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行三聚氰胺的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足乳制品中三聚氰胺的检测需求。

3.1.5 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定

本方法参考 GB/T 19857-2005 《水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量》，对水产品中孔雀石绿和结晶紫进行测定。

色谱条件

液 相：S6000 Ultra

分 析 柱：Alphasil VC-C18AQ, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å

流 速：0.2 mL/min

柱 温：35 °C

流 动 相：A：5 mmol/L 乙酸铵；B：乙腈，A:B=5：95

进 样 量：10 μL

质谱条件

质 谱：HPMS-TQ

离 子 源：ESI+

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	5500 V
源温度 TEM	550 °C
雾化气 GS1	50 psi
辅助加热气 GS2	50 psi
气帘气	35 psi
碰撞气	9 psi

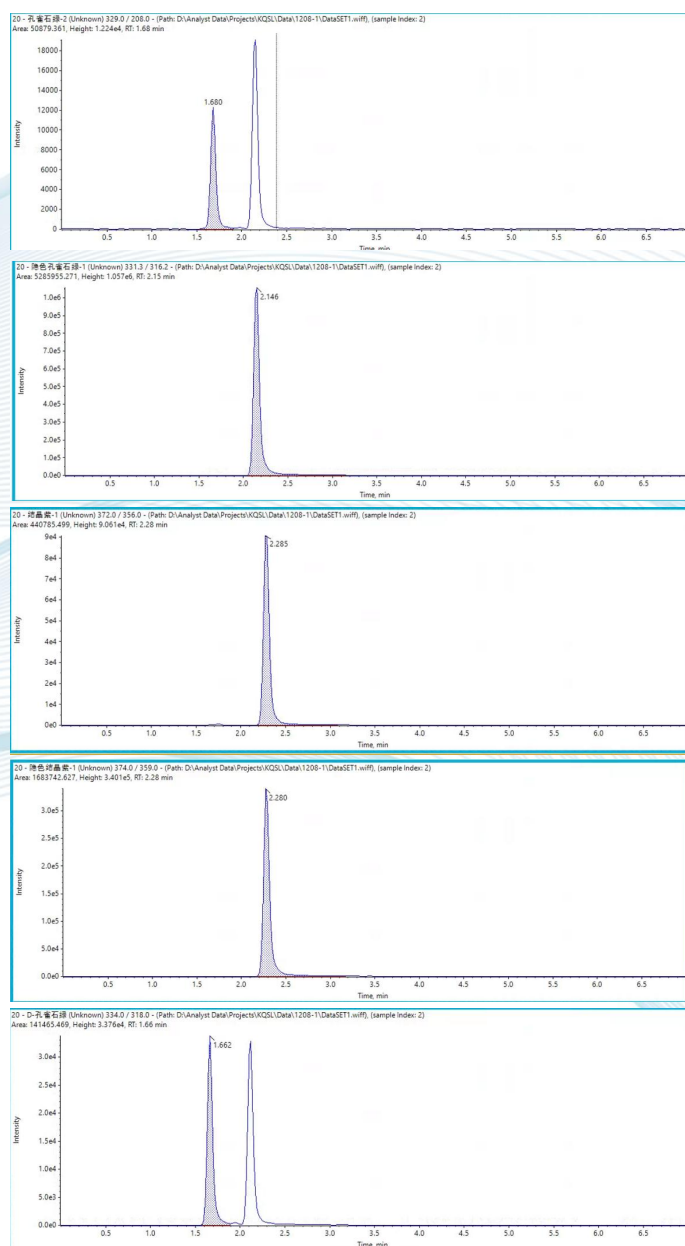
MRM 参数：

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
孔雀石绿	329	313	50	50
		208		63
隐色孔雀石绿	331.3	316.2	30	31

		239.2		43
结晶紫	372	356	60	55
		251		50
隐色结晶紫	374	359	50	30
		238		39
D-孔雀石绿	334	318	60	51
D-隐色孔雀石绿	337	322	60	30

典型谱图结果

使用上述方法进行标准品和内标溶液的检测，各化合物典型谱图如下。



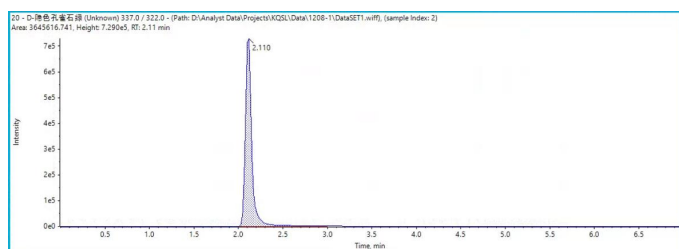


图 3-9 各化合物检测典型图谱

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。结晶紫化合物在 0.1-20 ng/mL 的线性范围内相关系数 $R^2 \geq 0.99$ ，其余化合物在 0.1-50 ng/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.99 。进样 0.1 ng/mL 混标，各化合物信噪比均能够满足定量需求。

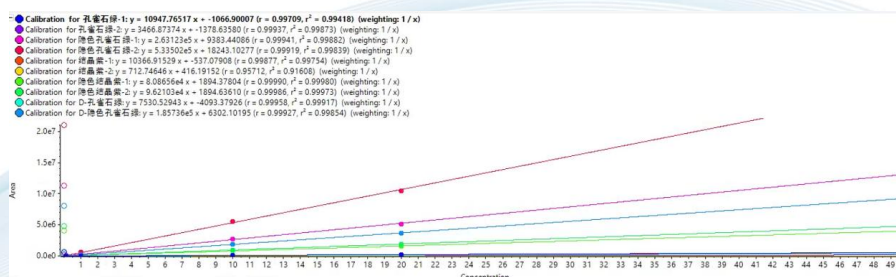


图 3-10 标准线性溶液谱图

表 3-7 灵敏度结果

方法最低限度	国标方法最低限度
0.1 $\mu\text{g/kg}$	0.5 $\mu\text{g/kg}$

结论

采用华谱科技 HPMS-TQ 三重四极杆液质联用仪进行孔雀石绿和结晶紫的检测，方法线性和灵敏度结果良好，本方法满足孔雀石绿和结晶紫的检测需求。

3.1.6 食品中生物胺的测定

本方法参考 GB 5009.208-2016《食品中生物胺的测定》，对食品中生物胺进行测定。

色谱条件

仪 器: S6000_UV

色 谱 柱: Alphasil XD-C18CH, 4.6 $\times$ 250 mm, 5 μm , 100 $\text{\AA}$

流动相：A为90%乙腈 / 10%（含0.1%乙酸的0.01 mol/L 乙酸铵溶液）

B为10%乙腈 / 90%（含0.1%乙酸的0.01 mol/L 乙酸铵溶液）

流速：1.0 mL/min

柱温：35 °C

检测波长：254 nm

进样量：10.0 μ L

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	60	40
22.0	85	15
25.0	100	0
32.0	100	0
32.1	60	40
37.0	60	40

重复性结果

进样浓度为1.0 μ g/mL的生物胺标准品溶液，连续重复6针考察系统稳定性。保留时间RSD为0.01~0.05%，峰面积RSD为0.22~1.12%，仪器重复性结果良好。

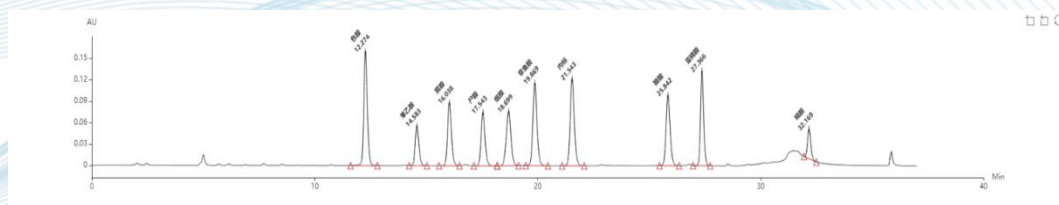


图 3-11 生物胺标准谱图

(1 色胺、2 苯乙胺、3 腐胺、4 尸胺、5 组胺、6 章鱼胺、7 内标、8 酪胺、9 亚精胺、10 精胺)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。各化合物在1.0~50 mg/L的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.99 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 3$ 为方法检测限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 3-8 线性和灵敏度结果

序号	名称	线性方程	R^2	检测限 mg/L	国标检测限 mg/L
----	----	------	-------	-------------	---------------

1	色胺	$Y = 1.417X - 0.203$	0.9971		5
2	苯乙胺	$Y = 0.526X - 0.062$	0.9969		2
3	腐胺	$Y = 0.859X - 0.081$	0.9969		2
4	尸胺	$Y = 0.742X - 0.092$	0.9969		2
5	组胺	$Y = 0.901X - 0.064$	0.9971	1	2
6	章鱼胺	$Y = 1.203X - 0.184$	0.9969		5
7	酪胺	$Y = 1.017X - 0.133$	0.9969		2
8	亚精胺	$Y = 1.040X - 0.090$	0.9967		5
9	精胺	$Y = 0.337X + 0.053$	0.9941		5

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil XD-C18CH 色谱柱进行生物胺类化合物的检测，方法重复性、线性、灵敏度结果良好，本方法满足食品中生物胺的检测需求。

3.1.7 食品中赭曲霉毒素 A 的测定

本方法参考 GB 5009.96-2016《食品中赭曲霉毒素 A 的测定》，对赭曲霉毒素 A 进行检测。

色谱条件

仪 器：S6000_FL

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：量取 495 mL 乙腈，加入 10 mL 乙酸，用水定容至 1 L。

流 速：1.0 mL/min

柱 温：25 °C

激发波长：333 nm

发射波长：477 nm

进 样 量：20.0 μL

标准品结果

赭曲霉毒素 A 标准溶液用流动相稀释，配制 0.5 $\mu\text{g/L}$ 、2.5 $\mu\text{g/L}$ 、10 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 浓度的赭曲霉毒素 A 标准工作液。线性相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。

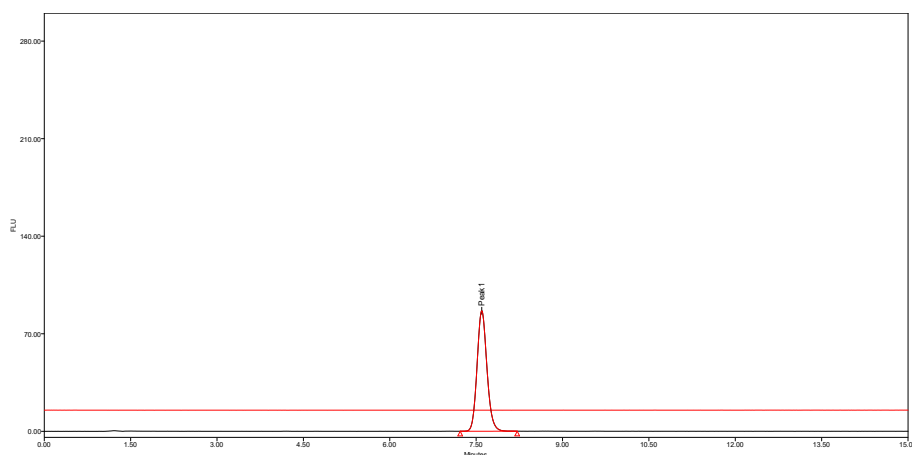


图 3-12 赭曲霉毒素 A 标准品及空白溶液色谱图

表 3-9 标准曲线数据

名称	回归方程	R ²
赭曲霉毒素 A	$Y=1.03e+004X-4.62e+002$	0.9999

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱,参考 GB 5009.96-2016《食品中赭曲霉毒素 A 的测定》对赭曲霉毒素 A 进行检测,标准品峰形及线性结果良好。

3.1.8 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定

本方法参考 GB 5009.24-2016《食品中黄曲霉毒素 M 族的测定》,对食品中黄曲霉毒素 M 族进行测定。

色谱条件

仪 器: S6000_FL

色 谱 柱: Alphasil VC-C18, 4.6 × 150 mm, 5 μm, 100 Å

流 动 相: A: 水; B: 乙腈; C: 甲醇 (A: B: C=70: 15: 15)

流 速: 1.0 mL/min

柱 温: 40 °C

激发波长: 360 nm

发射波长：430 nm

进样量：50.0 μ L

线性结果

对方法进行线性考察。各化合物在 0.05~5 ng/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均 $\geq$ 0.999。

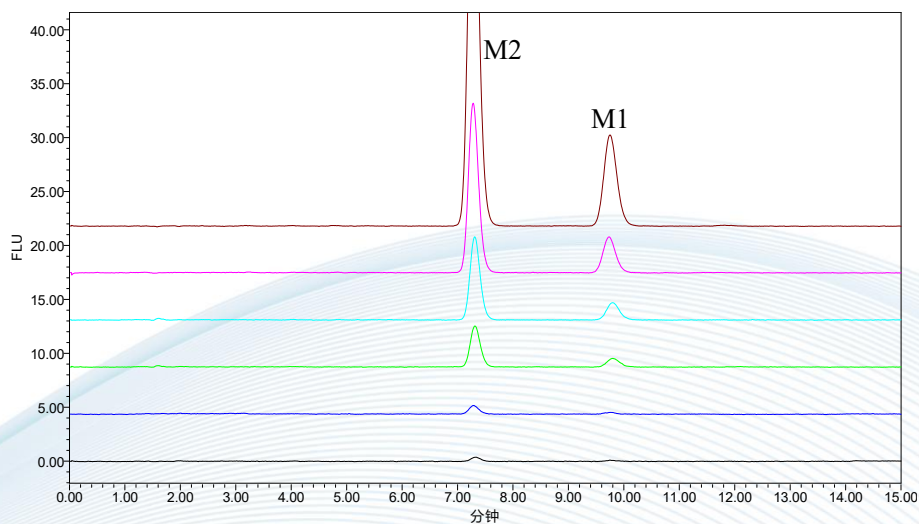


图 3-13 线性浓度标准品重叠图

表 3-10 线性数据结果

名称	线性方程	R^2
黄曲霉毒素 M2	$y=1.09e+005x - 4.89e+003$	0.9993
黄曲霉毒素 M1	$y=2.89e+004x - 1.59e+003$	0.9993

样品结果

奶粉样品中无检出，向奶粉中加入 0.5 ng/mL 黄曲霉毒素 M 族标准品，进行回收率测试，其中黄曲霉毒素 M2 平均回收率为 92.9%，黄曲霉毒素 M1 的平均回收率为 103.5%，符合国标要求。

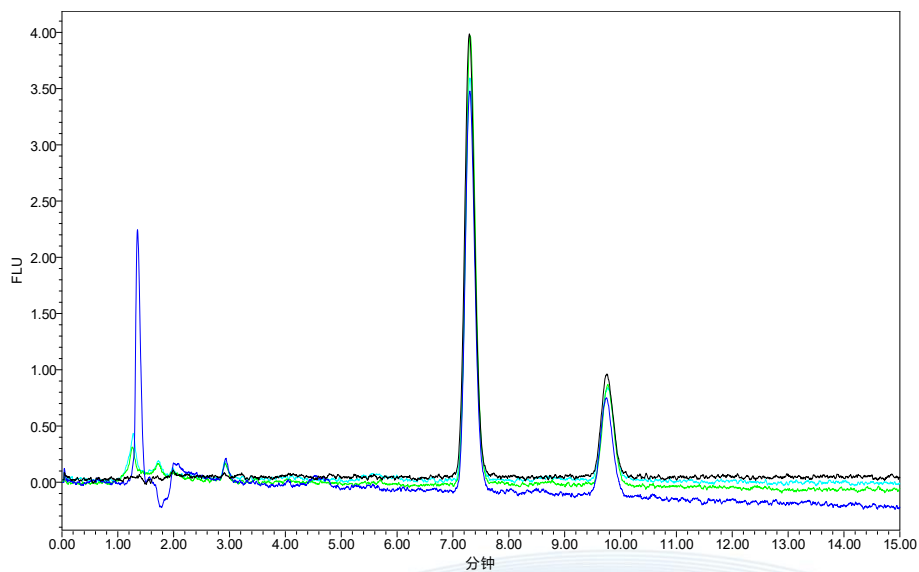


图 3-14 奶粉样品加标色谱图

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-C18 色谱柱进行黄曲霉毒素 M 族的检测，方法线性及回收率检测结果良好，本方法满足 GB 5009.24-2016《食品中黄曲霉毒素 M 族的测定》的检测需求。

3.2 抗生素

3.2.1 动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物残留量的测定

本方法参考 GB/T 21311-2007 《动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物残留量检测方法》，对 4 种硝基呋喃代谢物：AOZ、AMOZ、AHD 和 SEM 进行测定。

色谱条件

液 相：S6000 Ultra

分 析 柱：Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å

流 速：0.2 mL/min

柱 温：30 °C

流 动 相：A：0.1%甲酸水（含 0.5 mmol/L），B：乙腈

进 样 量：10 μL

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.0	90	10
7.0	10	90
10.0	10	90
10.1	90	10
12.0	90	10

质谱条件

质 谱：HPMS-TQ

离 子 源：ESI+

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	5500 V
源温度 TEM	600 °C
雾化气 GS1	55 psi
辅助加热气 GS2	55 psi
气帘气	35 psi
碰撞气	9 psi

MRM 参数：

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
呋喃它酮代谢物(AMOZ)	335.2	291.1	80	17
	335.2	262.2	80	23
呋喃西林代谢物 (SEM)	209.2	166.2	80	16

	209.2	192.1	80	14
呋喃妥因代谢物（AHD）	249.2	134.1	80	17
	249.2	104.1	80	27
呋喃唑酮代谢物（AOZ）	236.1	133.9	80	17
	236.1	103.9	80	31

重复性结果

在鸡肉基质中加入一定浓度的 4 种硝基呋喃代谢物溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。峰面积 RSD≤3.3%，仪器重复性结果良好。

XIC from Xiaojifunan_0329.wiff (sample 34) - Xiaojifuna...: AHD 1 (249.2 / 134.1), Gaussian smoothed (1.0 points)

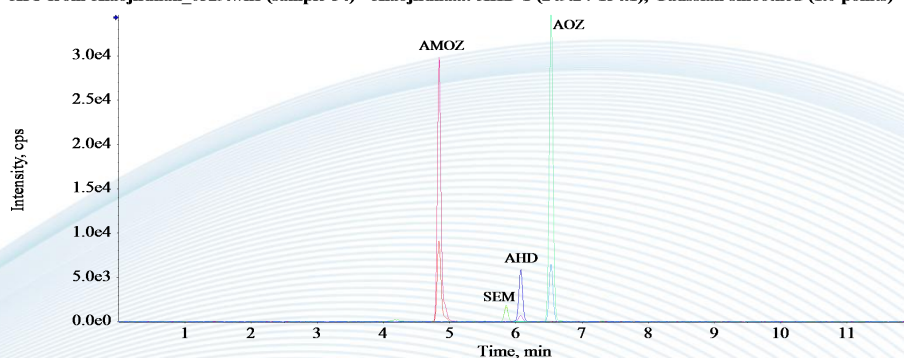


图 3-15 鸡肉基质加标溶液 XIC 图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。硝基呋喃代谢物在 1.0~20 ng/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均≥0.99。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，该方法灵敏度结果优于国标要求。

表 3-11 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	方法定量限 $\mu\text{g/kg}$
AMOZ	$Y=7.32e+004 X + 4.12e4$	0.9968	<0.5
SEM	$Y=1.19e+004 X + 6.05e2$	0.9992	
AHD	$Y=2.77e+004 X + 6.70e3$	0.9991	
AOZ	$Y=1.88e+005 X + 3.91e4$	0.9998	

样品及回收率结果

选取鸡肉作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，当样品加标浓度为 3 个浓度水平（0.5 $\mu\text{g/kg}$ 、1 $\mu\text{g/kg}$ 、10 $\mu\text{g/kg}$ ）的 4 种硝基呋喃代谢物混合标准品溶液时，回收率结果在 87.3 ~ 101.2%之间，回收率结果良好。

表 3-12 加标回收率结果

名称	加标回收率 (%) 0.5 μg/kg	加标回收率 (%) 1 μg/kg	加标回收率 (%) 5 μg/kg
AMOZ	92.5	93.4	98.6
SEM	87.3	95.4	90.5
AHD	93.7	101.2	96.8
AOZ	91.6	99.7	97.3

结论

采用华谱科仪 HPMS-TQ 三重四极杆液质联用仪进行 4 种硝基呋喃代谢物的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，满足动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物残留量的检测需求。

3.2.2 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定

本方法参考 GB/T20756-2006《可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定》，对氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考进行测定。

色谱条件

液 相：S6000 Ultra

分 析 柱：Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å

流 速：0.3 mL/min

柱 温：40 °C

流 动 相：A：水；B：甲醇

进 样 量：20 μL

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0.0	70	30
10.0	20	80
10.1	70	30
12.0	70	30

质谱条件

质 谱：HPMS-TQ

离子源：ESI-

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	-4500 V
源温度 TEM	700 °C
雾化气 GS1	60 psi
辅助加热气 GS2	60 psi
气帘气	30 psi
碰撞气	9 psi

MRM 参数：

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
甲砒霉素	354.0	290.0	-55	-18
	354.0	185.0	-55	-27
氟苯尼考	356.0	336.0	-55	-14
	356.0	185.0	-55	-27
氯霉素	321.1	152.0	-55	-24
	321.1	256.9	-55	-15
氘代氯霉素	326.0	157.0	-55	-26

重复性结果

在鸡肉基质中加入 1 倍定量限浓度（氯霉素 0.3 µg/kg、甲砒霉素和氟苯尼考 3 µg/kg）的标准品溶液，连续重复 9 针考察系统稳定性。峰面积 RSD 在 1.36%-2.97%之间，仪器重复性结果良好。

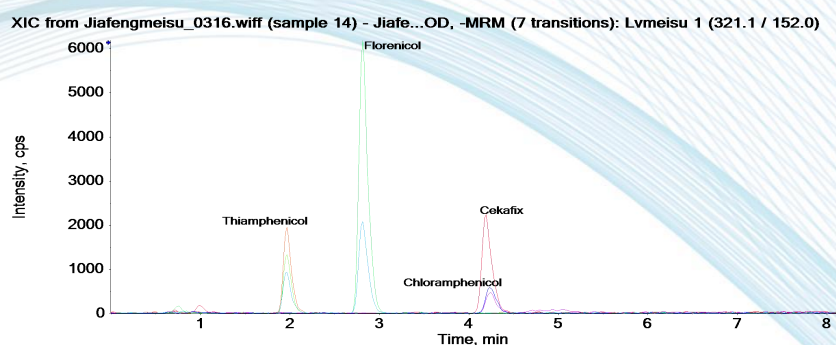


图 3-16 化合物及内标溶液色谱图

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。用空白样品提取液配制线性溶液，甲砒霉素和氟苯尼考线性范围为 0.5-10.0 ng/mL，氯霉素线性范围为 0.05-1.0 ng/mL，添加内标浓度均为 0.1 ng/mL，线性相关系数 R^2 均 ≥ 0.99 。在国标定量限浓度下，氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考响应值均满足检测要求。

表 3-13 线性结果

名称	线性方程	R^2
甲砒霉素	$Y=1.27X+0.028$	0.9980
氟苯尼考	$Y=6.29X+0.032$	0.9979
氯霉素	$Y=8.35X+0.052$	0.9959

样品及回收率结果

以鸡肉作为实际样品进行检测，样品基质无干扰，在鸡肉样品处理前添加 1 倍、2 倍和 10 倍定量限浓度，回收率范围为 92.1%-111.1%，回收率结果良好。

表 3-14 加标回收率结果

名称	加标回收率 (%)		
	1LOQ	2LOQ	10LOQ
甲砒霉素	08.8	106.2	96.1
氟苯尼考	93.0	101.2	98.2
氯霉素	111.1	92.1	102.3

结论

采用华谱科仪 HPMS-TQ 三重四极杆液质联用仪进行氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残的检测，方法重复性、线性、灵敏度及回收率结果良好，本方法满足氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残的检测需求。

3.2.3 动物性食品中酰胺醇类药物及其代谢物残留量的测定

本方法参考 GB 31658.20-2022《动物性食品中酰胺醇类药物及其代谢物残留量的测定》，对酰胺醇类药物及其代谢物进行测定。

色谱条件

液 相：S6000 Ultra

分 析 柱：Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μ m, 100 Å

流 速：0.25 mL/min

柱 温：35 °C

流动相：A：0.2%氨水；B：乙腈

洗脱条件：

时间/min	A/%	B/%
0	95	5
1	95	5
3	65	35
7	5	95
7.1	95	5
10	95	5

质谱条件

质 谱：HPMS-TQ

离 子 源：ESI+/ESI-

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	5500 V/-4500 V
源温度 TEM	550 °C
雾化气 GS1	50 psi
辅助加热气 GS2	55 psi
气帘气	30 psi
碰撞气	9 psi

MRM 参数：

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
氯霉素	321	152	-75	-24
		257		-17
甲砒霉素	354	290	-75	-18
		185		-28
氟苯尼考	356	119	-80	-23
		185		-16
氟苯尼考胺	248	230	50	16
		130		30

典型图谱结果

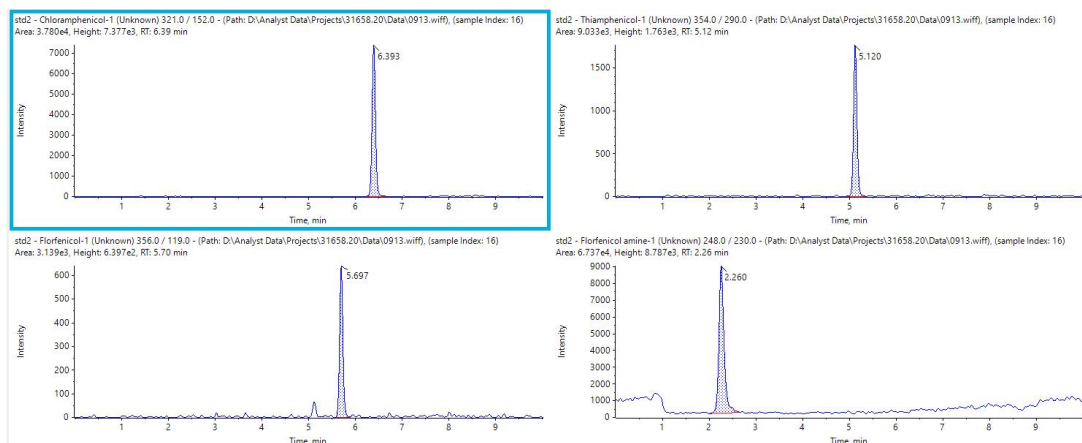


图 3-17 酰氨醇类药物的典型谱图

线性结果

对方法进行线性考察。酰氨醇类药物在 0.2 -50 ng/mL 的线性范围内相关系数 R^2 均 $\geq$ 0.995。

结论

采用华谱科仪 HPMS-TQ 三重四极杆液质联用仪进行酰氨醇类药物的检测，方法线性、目标物峰形结果良好，整体满足国标检测要求。

3.2.4 动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定

本方法参考 GB 31658.23-2022 《动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定》，对动物食品中甲硝唑、地美硝唑、羟基地美硝唑和羟基甲硝唑进行测定。

色谱条件

液 相: S6000 Ultra

分 析 柱: Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μ m, 100 Å

流 速: 0.4 mL/min

柱 温: 35 °C

流 动 相: A: 0.1%甲酸溶液; B: 甲醇

洗脱条件:

时间/min	A/%	B/%
0	95	5

1	95	5
5	5	95
7	5	95
7.1	95	5
10	95	5

质谱条件

质 谱：HPMS-TQ

离 子 源：ESI+

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	5500 V
源温度 TEM	600 °C
雾化气 GS1	60 psi
辅助加热气 GS2	60 psi
气帘气	30 psi
碰撞气	9 psi

MRM 参数：

序号	化合物名称	母离子	子离子	去簇电压 (DP)	碰撞能 (CE)
1	甲硝唑	172	128	40	21
		172	82	40	35
2	地美硝唑	142	96	40	24
		142	81	40	35
3	羟基地美硝唑	158.1	140.1	30	18
		158.1	55	30	28
4	羟基甲硝唑	188.2	123	30	19
		188.2	126	30	24

典型谱图结果

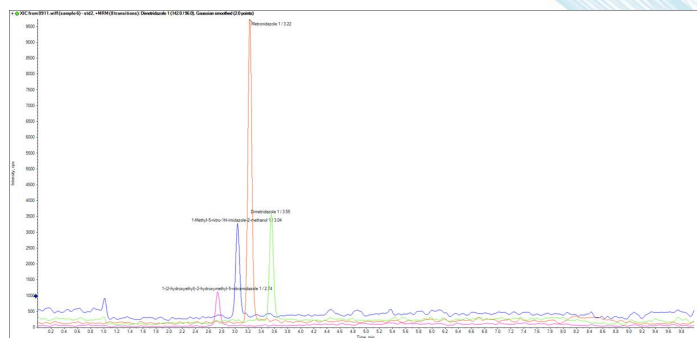


图 3-18 硝基咪唑类药物的典型色谱图（定量限浓度）

线性结果

硝基咪唑类药物在 1.0~100 ng/mL 范围内线性良好， R^2 均大于 0.995。

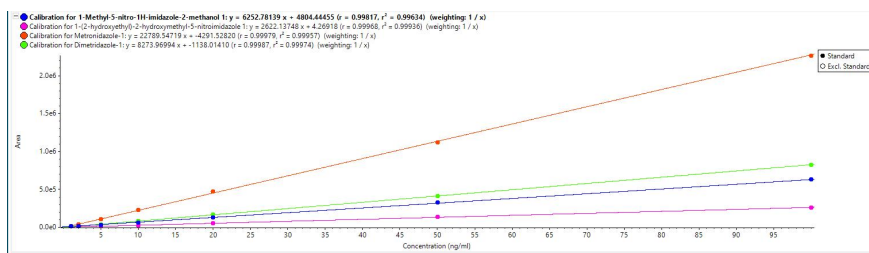


图 3-19 标准溶液线性谱图

结论

采用华谱科仪 HPMS-TQ 三重四极杆液质联用仪进行硝基咪唑类药物的检测，方法线性和标准品峰形结果良好，本方法满足动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的检测需求。

3.3 农药残留

3.3.1 植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留的测定

本方法参考 GB23200.112-2018《植物源性食品中 9 种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留的测定》中液相色谱-柱后衍生法，对涕灭威亚砷、涕灭威砷、灭多威、三羟基克百威、涕灭威、速灭威、残杀威、克百威、甲萘威、异丙威、混杀威、仲丁威进行测定。

色谱条件

仪器：S6000_FL_柱后化学衍生器

色谱柱：AlphaHybrid C18, 4.6 × 150 mm, 5 μm, 150 Å

流动相：A：水，B：甲醇

流速：1.4 mL/min

柱温：40 °C

激发波长：330 nm

发射波长：460 nm

进样量：50.0 μL

水解条件：0.05 mol/L 氢氧化钠：流速：0.3 mL/min，100 °C

衍生条件：OPA 溶液：流速：0.3 mL/min，室温

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	85	15
6	80	20
10	65	35
25	65	35
30	40	60
37.5	40	60
37.6	85	15
50	85	15

重复性结果

进样浓度为 200 $\mu\text{g/L}$ 的氨基甲酸酯混合溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间重复性小于 0.1%，峰面积重复性小于 0.2%，重复性结果良好。

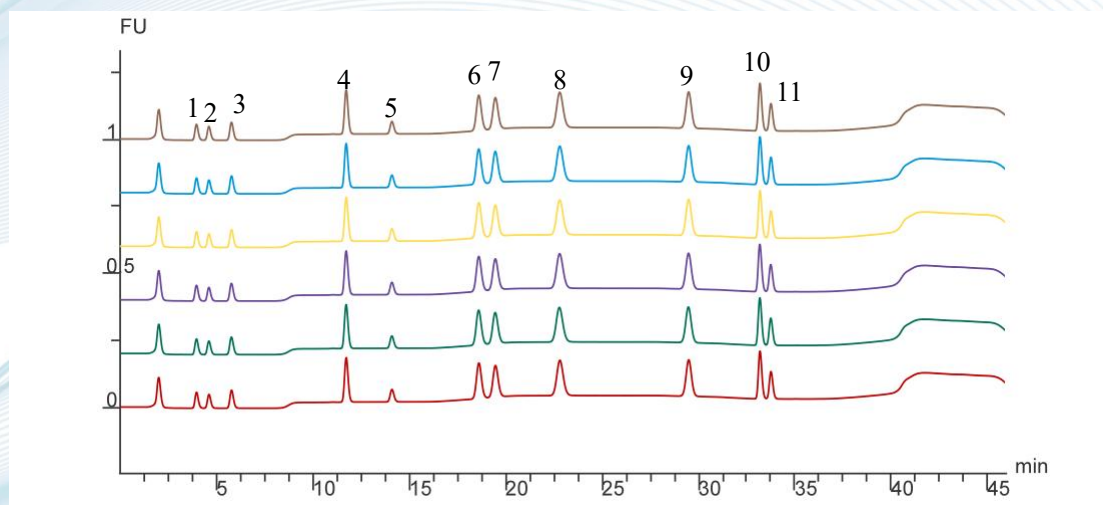


图 3-20 重复性分析结果

(1-涕灭威亚砷, 2-涕灭威砷, 3-灭多威, 4-3-羟基克百威, 5-涕灭威, 6-残杀威, 7-克百威, 8-甲萘威, 9-异丙威, 10-仲丁威, 11-灭虫威)

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。9 种氨基甲酸酯类农药在 10~1000 $\mu\text{g/L}$ 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.9999 。进样低浓度的标准品溶液考察仪器灵敏度，以色谱峰信噪比 $S/N \geq 3$ 作为仪器检测限，以四倍检测限作为测定下限，灵敏度结果如下。

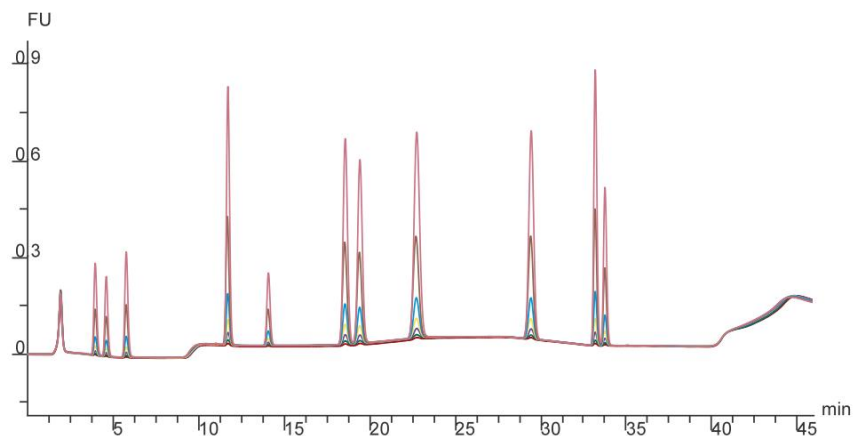


图 3-21 混合标准线性溶液谱图

表 3-15 线性及灵敏度结果

序号	化合物名称	线性方程	R ²	检测限/μg/L	测定下限/μg/L
1	涕灭威亚砷	$y = 3409.73x + 5874.82$	0.9999	2	8
2	涕灭威砷	$y = 2988.05x + 4602.98$	0.9999	2	8
3	灭多威	$y = 4187.90x + 9003.31$	0.9999	2	8
4	3-羟基克百威	$y = 10373.42x + 6204.45$	0.9999	1	4
5	涕灭威	$y = 3081.05x + 5385.36$	0.9999	2	8
6	残杀威	$y = 11555.05x + 16965.88$	0.9999	1	4
7	克百威	$y = 10777.95x + 24586.72$	0.9999	1	4
8	甲萘威	$y = 14926.82x + 8286.45$	0.9999	1	4
9	异丙威	$y = 13161.49x + 19619.47$	0.9999	1	4
10	仲丁威	$y = 10944.81x + 35943.51$	0.9999	1	4
11	灭虫威	$y = 6397.99x + 35602.21$	0.9998	1	4

结论

采用高效液相色谱-柱后衍生法进行 9 种氨基甲酸酯类农药的检测，方法重复性、线性及灵敏度结果良好。

3.3.2 植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定

本方法参考 GB 23200.121-2021《植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的测定》，对植物源性食品中 331 种农药进行测定。

色谱条件

液 相：S6000 Ultra

色 谱 柱：Alphasil VC-C18, 2.1 × 100 mm, 2.5 μm, 100 Å

流动相：A：水（含 2 mM 甲酸铵和 0.01%甲酸）

B：甲醇（含 2 mM 甲酸铵和 0.01%甲酸）

流速：0.3 mL/min

柱温：40 °C

进样量：2.0 μ L

梯度洗脱：

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	97	3
1	97	3
1.5	85	15
2.5	50	50
18	30	70
23	2	98
27	2	98
27.1	97	3
35	97	3

质谱条件

质谱：HPMS-TQ 系列

离子源：ESI+/ESI-

离子源参数：

名称	参数
IS 电压	5500V/-4500 V
源温度 TEM	350 °C
雾化气 GS1	50 psi
辅助加热气 GS2	50 psi
气帘气	35 psi
碰撞气	9 psi

典型谱图结果

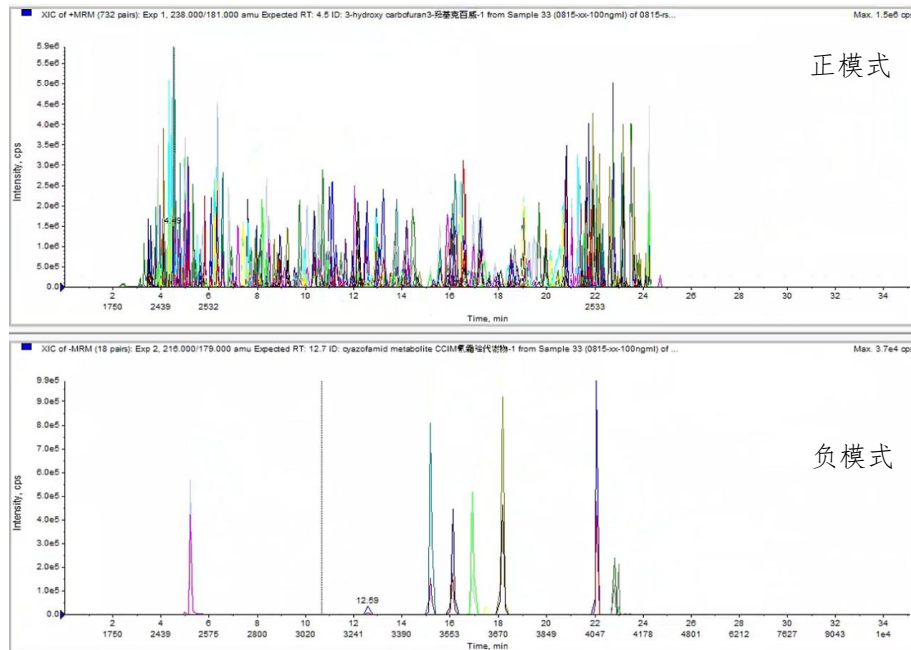


图 3-22 331 种农残及其代谢物的 XIC 图结果

重复性结果

进样浓度为 40 ng/L 的 331 种农残及其代谢物混标溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD 在 0.06~0.47%之间，峰面积 RSD 在 0.84~9.58%之间，仪器重复性结果良好。

线性及灵敏度结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。331 种农药及其代谢物在 0.002~0.2 mg/L 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.99 。以色谱峰峰高 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，各农药及其代谢物的上机最低检测浓度为 0.005~10 ng/mL。

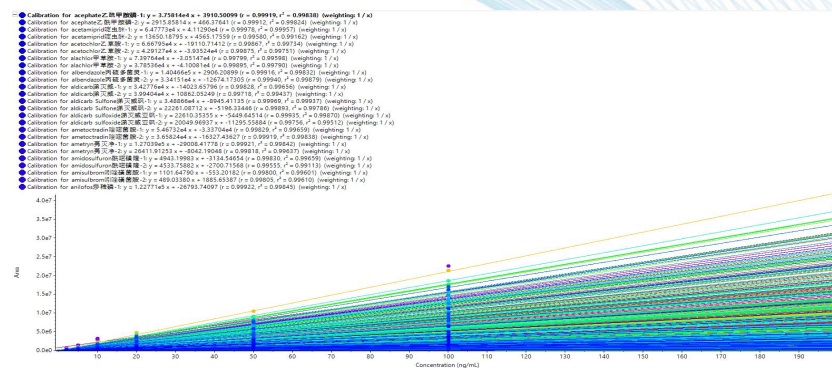


图 3-23 混合标准线性溶液谱图

结论

采用华谱科仪 HPMS-TQ 系列三重四极杆液质联用仪进行植物源性食品中 331 种农药及其代谢物残留量的检测，方法重复性、线性及灵敏度结果良好，本方法满足 331 种农药及其代谢物残留量的测定需求。

3.4 兽药残留

3.4.1 动物性食品中环丙氨嗪残留量的测定

本方法参考 GB31658.12-2021《动物性食品中环丙氨嗪残留量的测定》，对食品中环丙氨嗪残留量进行测定。

色谱条件

仪 器：S6000_UV

色 谱 柱：Alphasil VC-HILIC, 4.6×150 mm, $5 \mu\text{m}$, $100 \text{ \AA}$

流 动 相：25 mmol/L 乙酸铵溶液：取乙酸铵 0.19 g，加水 950 mL 使溶解，用乙酸调节 pH 至 5.0，加水稀释至 1000 mL。再取 25 mmol/L 乙酸铵溶液 40.0 mL，用乙腈定容至 1000 mL。

流 速：1.0 mL/min

柱 温：30 °C

检测波长：214 nm

进 样 量：20.0 μL

重复性结果

进样浓度为 0.4 $\mu\text{g/L}$ 的环丙氨嗪标准品溶液，连续重复 6 针考察系统稳定性。保留时间 RSD 为 0.04%，峰面积 RSD 为 0.26%，仪器重复性结果良好。

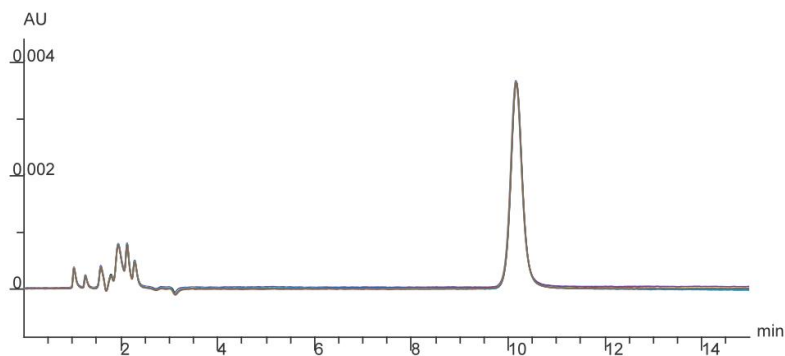


图 3-24 标准溶液重复性谱图 (n=6)

线性结果

对方法进行线性和灵敏度的考察。环丙氨嗪在 0.05~2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的线性范围内相关系数 R^2 均 ≥ 0.995 。以色谱峰峰高信噪比 $S/N \geq 10$ 为方法定量限，本方法灵敏度优于国标。

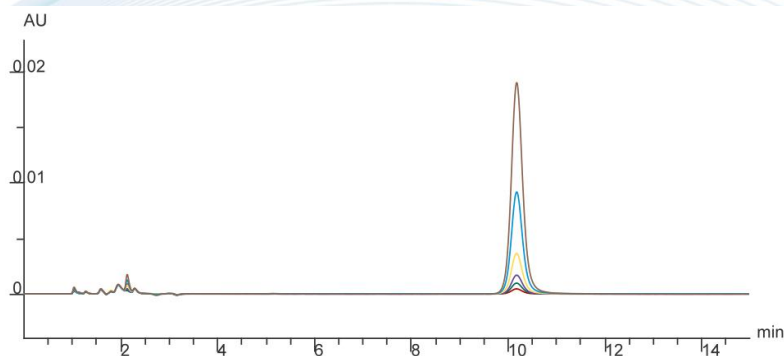


图 3-25 混合标准线性溶液谱图

表 3-16 线性和灵敏度结果

名称	线性方程	R^2	定量限 $\mu\text{g/kg}$	国标定量限 $\mu\text{g/kg}$
环丙氨嗪	$Y = 163346.30X - 2466.77$	0.9996	10	25

结论

采用华谱科仪 S6000 高效液相色谱仪搭配 Alphasil VC-HILIC 色谱柱进行环丙氨嗪的检测，重复性、线性和灵敏度结果良好，本方法满足环丙氨嗪的检测需求。

附录：

仪器产品介绍

旗舰级液相色谱平台 S6000



- 帕尔贴温控
- 溶剂预热功能
- 可扩展阀位
- 四元梯度系统
- 高频混合模式
- 串级进出口阀
- 高速反馈、实时控制
- 全品类检测器
- DAD 灵敏度与 UV 相当
- FL 灵敏度高、灯寿命长
- 优化的进样口设计
- FTN 进样方式
- 独立自动的针清洗单元
- 可控的样品单元

S6000 多维色谱系统



根据需求可自由搭配二维或者三维配置

典型应用

- 自动样品前处理
- 样品净化功能
- 样品富集功能
- 食品及饲料中维生素 ADE 的测定一次进样实现复杂基质中维生素 A、D2、D3 及四种维生素 E 的同时检测，简化前处理方法，提高效率和方法的可靠性
- 药物溶出检测
- 血液中药物浓度的检测

LC/MS



与全球质谱技术研发的开拓者 SCIEX 联袂打造

耗材产品介绍

国家食品安全监督抽查项目色谱柱及前处理耗材配置一览表

项目	化 合 物 名 称	推荐检测方法	色谱柱规格和货号	SPE 规格和货号	备注
食 品 添 加 剂/防 腐 剂	苯甲酸、 山梨酸、 糖精钠	GB5009.28-201 食品中苯甲酸、山 梨酸和糖精钠的测 定 第一法 液相色 谱法	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	/	
	苯甲酸、 山梨酸、 糖精钠、 安赛蜜 及脱氢 乙酸	GB5009.121-2016 食品中脱氢乙酸的 测定 第二法 液相 色谱法	MarsilC18, 4.6×150mm,5μm, M1146150510	/	山梨酸、苯 甲酸、糖精 钠、脱氢乙 酸和安赛蜜 可同时测 定
	丙酸	GB5009.120-2016 食品中丙酸钠、丙 酸钙的测定 第一 法 液相色谱法	AlphasilVC-C18AQ, 4.6×250mm,5μm, A1346250510	/	
食 品 添 加 剂/着 色 剂	11 种 合 成 着 色 剂： 柠檬 黄、新 红、苋 菜红、 靛蓝、 胭脂红、 日落黄、 诱惑红、 亮蓝、酸 性红、喹 啉黄和 赤藓红	GB5009.35-2023 食品中合成着色剂 的测定	AlphasilS-AC 色 素 专用柱, 4.6×250mm,5μm, A3546250510	SelectPrep WAX, 150mg/6mL,S1506 0061015	
	苏丹红	GB/T19681-2005 食品中苏丹红染料 的检测方法高效液 相色谱法	AlphasilES-C18, 4.6×150mm,3.5μm, A4146150310	氧化铝层析柱	
食 品 添 加 剂/甜 味 剂	安赛蜜	GB5009.140-2023 食品中乙酰磺胺酸 钾的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	SelectPrep AL-N, 500mg/6mL,S4315 0061050	
	三 氯 蔗 糖	GB5009.298-2023 食品中三氯蔗糖	AlphasilES-C18, 4.6×250mm,5μm,	SelectPrep HLB, 200mg/6mL,S1106	

		（蔗糖素）的测定 第一法 高效液相 色谱法	A4146250510	0061020	
	阿斯巴甜、阿力甜	GB5009.263-2016 食品中阿斯巴甜和阿力甜的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	/	
食 品 添 加 剂/其 他 添 加 剂	偶氮甲酰胺	GB5009.283-2021 食品中偶氮甲酰胺的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	/	
	9种抗氧化剂	GB5009.32-2016 食品中9种抗氧化剂的测定	AlphasilES-C18, 4.6×250mm,5μm, A4146250510	SelectPrep HLB, 2000 mg/12 mL, S22060061200	
	乙二胺四乙酸二钠	GB5009.278-2016 食品中乙二胺四乙酸盐的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	/	
	咖啡因	GB5009.139-2014 饮料中咖啡因的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	
食 品 添 加 剂/营 养 强 化 剂	维生素A和维生素E	GB5009.82-2016 食品中维生素A、D、E的测定	AlphasilS-PFP, 4.6×150mm,3.5μm, A3246150310	/	
	维生素A、D、E	GB5009.296-2023 食品中维生素D的测定	一维： AlphasilS-PFP, 4.6×150mm,3.5μm, A3246150310; 二维： AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,3.5μm, A1246150310 在线捕集柱套装 (AC): CLG1-1003	/	采用二维液相分析，一次进样完成维生素ADE的测定。
	维生素B1	GB5009.84-2016 食品中维生素B1的测定（含第1号修改单）第一法 高效液相色谱法	AlphasilES-C18, 4.6×250mm,5μm, A4146250510	/	
	维生素B2	GB5009.85-2016 食品中维生素B2的测定 第一法 高效液相色谱法	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	
	维生素B6	GB5009.154-2023 食品中维生素B6的测定 第三法 高效液相色谱	AlphasilES-C18, 4.6×150mm,5μm, A4146150510	/	

	维 生 素 B12	GB5009.285-2022 食品中维生素 B12 的测定 第一法液相色谱	AlphasilES-C18, 4.6×150mm,3.5μm, A4146150310	/	
	烟酸(尼克酸)和烟酰胺	GB5009.89-2023 食品中烟酸和烟酰胺的测定 第一法高效液相色谱法	AlphasilVC-C18AQ, 4.6×250mm,5μm, A1346250510	/	
	叶 酸 (VB9)	GB5009.211-2022 食品中叶酸的测定	AlphasilVC-C18, 3.0×150mm,2.5μm, A1230150210	/	开发了液相方法。
	泛 酸 (VB5)	GB5009.210-2023 食品中泛酸的测定 第一法液相色谱法	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	
	生 物 素 (VB7)	GB5009.259-2023 食品中生物素的测定 第一法液相色谱-串联质谱法	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	开发了液相方法。
	核苷酸	GB5413.40-2016 婴幼儿食品和乳品中核苷酸的测定	AlphasilS-Xion, 4.6×150mm,5μm, A3146150510	/	改变了色谱柱和分析条件,改善了杂质对 CMP 的干扰。
	牛磺酸	GB5009.169-2016 食品中牛磺酸的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	开发了新的方法,采用的是 2,4-二硝基氟苯进行衍生。
食 品 安全/毒 素 及 其 有 害 物 质	玉 米 赤 霉 烯 酮	GB5009.209-2016 食品中玉米赤霉烯酮的测定	AlphasilES-C18, 4.6×150mm,5μm, A4146150510	玉米赤霉烯酮免疫亲和柱, CLG2-3008	
	黄 曲 霉 毒 素 B 族 和 G 族	GB5009.22-2016 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定 第三法高效液相色谱柱后衍生法	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	黄曲霉毒素总量免疫亲和柱, CLG2-3003	柱后光化学衍生。
	苯 并 (a) 芘	GB5009.27-2016 食品中苯并(a)芘的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	/	
	三 聚 氰 胺	GB/T22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法	AlphasilVC-C18, 4.6×250mm,5μm, A1246250510	SelectPrep MCX, 60mg/3mL,S12060 031006	

		第一法高效液相色谱法			
	孔雀石绿和结晶紫	GB/T19857-2005 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定	AlphasilVC-C18AQ, 2.1×100mm,2.5μm, A1321100210	SelectPrep AL-A, 1000mg/3mL, S43150031100	
	生物胺	GB5009.208-2016 食品中生物胺的测定	AlphasilXD-C18CH, 4.6×250mm,5μm, A2246250510	/	
	赭曲霉毒素 A	GB5009.96-2016 食品中赭曲霉毒素 A 的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	
	黄曲霉毒素 M 族	GB5009.24-2016 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定	AlphasilVC-C18, 4.6×150mm,5μm, A1246150510	/	
食 品 安 全/ 抗 生 素	硝基呋喃类代谢物	GB/T21311-2007 动物源性食品中硝基呋喃类药物代谢物残留量检测方法 高效液相色谱/串联质谱法	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	/	
	氯霉素	GB/T20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	/	
	甲砒霉素	GB/T20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	/	
	氟苯尼考	GB/T20756-2006 可食动物肌肉、肝脏和水产品中氯霉素、甲砒霉素和氟苯尼考残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	/	

	酰胺醇类药物及其代谢物	GB31658.20-2022 动物性食品中酰胺醇类药物及其代谢物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	/	
	硝基咪唑类药物	GB31658.23-2022 动物性食品中硝基咪唑类药物残留量的测定 液相色谱-串联质谱法	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	SelectPrep MCX, 60 mg/3mL,S1206003 1006	
食 品 安 全/ 农 药 残 留	植物源性食品中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留的测定	GB23200.112-2018 植物源性食品中9种氨基甲酸酯类农药及其代谢物残留量的测定 液相色谱-柱后衍生法	AlphaHybridC18, 4.6×150mm,5μm, H1146150515	1)蔬菜、水果、食用菌和谷物: SelectPrep NH ₂ ,500mg/6mL, S24060061050; 2)茶叶和香辛料: SelectPrep GCB/NH ₂ , 500mg/500mg/6mL, S51060061050; 3)油料、坚果和植物油: 15mL 净化管: Q0150803	
	植物源性食品中331种农药及其代谢物残留量的测定	GB23200.121-2021 植物源性食品中331种农药及其代谢物残留量的测定	AlphasilVC-C18, 2.1×100mm,2.5μm, A1221100210	1)一般蔬菜、水果、食用菌和糖料: 提取盐: QSTC02; 2mL 净化管: Q0020301; 15mL 净化管: Q0150301 2) 颜色较深的蔬菜、水果、食用菌和糖料 提取盐: QSTC02; 2mL 净化管: Q0021001; 15mL 净化管: Q0151001 3) 谷物、油料和坚果 提取盐: QSTC01; 2mL 净化管: Q0020802; 15mL 净化管: Q0150803	

				4) 茶叶和香辛料 提取盐: QSTC01; 2 mL 净化管: Q0021402; 15 mL 净化管: Q0151402 5) 植物油 提取盐: QSTC02; 2mL 净化管: Q0020802	
食品 安全/ 兽药 残留	环丙氨 嗪	GB31658.12-2021 动物性食品中环丙 氨嗪残留量的测定 高效液相色谱法	AlphasilVC-HILIC, 4.6×150mm,5μm, A1546150510	SelectPrep MCX, 60mg/3mL, S12060031006	