

乳品，奶制品等食品及畜禽饲料中三聚氰胺的定量分析必然使用高效液相色谱法，液质联用法(LC-MS/MS)或气质联用法(GC-MS)。其中高效液相色谱法简单，便宜，而且不必要担心液质联用和气质联用中的介质效应。另一方面，液质联用快速，信息明确，灵敏度和选择性非常高，在消除介质效应后使用标准曲线于全部同一种食品中全部样品三聚氰胺检测，最大程度优化了检测方法！气质联用也有液质联用的许多优点，但是样品需要衍生后才能做GC/MS分析。

无论使用哪个方法，样品预处理是第一而且是最关键的步骤。

三聚氰胺首先从食品及畜禽饲料中用有机溶剂萃取。食品种类不同，萃取方法稍微有些不同。有机溶剂萃取后必须应用固相萃取柱！在应用高效液相色谱法做三聚氰胺的定量分析时，固相萃取柱的功能是清扫杂质，浓缩回收三聚氰胺。如此硅胶基质的C8+SCX或SCX固相萃取柱是首选！另一方面，在应用液质联用法(LC-MS/MS)或气质联用法(GC-MS)做三聚氰胺的定量分析时，清扫杂质，消除介质效应是固相萃取柱最重要的任务。这时PSA或SCX固相萃取柱是首选！这时用如此硅胶基质的C8+SCX可能有轻微的介质效应(Matrix Effect)。用聚合物混合床将导致严重的介质效应(Matrix Effect)。

最简单的LC-MS/MS分析方法是：

乳品，奶制品等食品及畜禽饲料用有机溶剂例如乙腈萃取后，0.5mL萃取液穿过一根PSA(500mg/3cc)固相萃取柱(先用5mL乙腈淋洗；淋洗液扔掉)，用2mL乙腈淋洗，收集全部流出液，用1%甲酸酸化，定容。样品直接用LC-MS/MS分析。

三聚氰胺的LC-MS/MS MRM图如下：



CHROM
MATRIX

Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

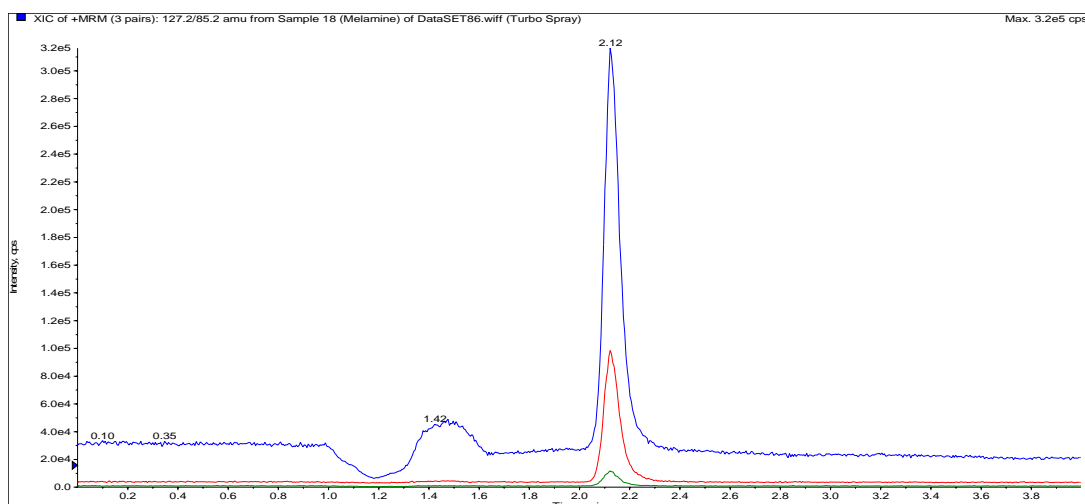
无锡市惠山区文惠路18-1号 邮政编码：214174

电话：(86) -0510-83596276

传真：(86) -0510-83596176

美国免费电话：4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com



LC-MS/MS 测试条件:

色谱柱: Innovation™ WCX 3um 15cm x 2.1mm

流动相 A: 乙腈(0.1%甲酸); 流动相 B: 水(0.1%甲酸); 流速: 300 uL/min 注射量: 10uL;

梯度: 55% A + 45% B (等梯度)

仪器: Perkin-Elmer 200 series HPLC

ABI API 4000 tandem mass spectrometer

Leap Technologies Autosampler

测试样品: 100ng/mL 三聚氰胺

MRM 转换(ESI 正离子模式): 127.2 → 85.20 (DP: 42; CE: 28; CXP: 5)

127.2 → 68.10 (DP: 42; CE: 42; CXP: 11)

127.2 → 110.30 (DP: 42; CE: 26; CXP : 8)



Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

三聚氰胺在 Innovation™ PFPP LC-MS/MS 分析柱上的保留是亲水正相色谱模式(hydrophilic Interaction chromatography)。乙腈是弱溶剂，水是强溶剂。如果需要延长保留时间，只需增加乙腈的比率。三聚氰胺在 Innovation™ PFPP LC-MS/MS 分析柱上峰形很好，没有遗留效应，质谱测试灵敏度高。每个萃取样品测试时间 4 分钟(5cm 长 PFPP LC-MS/MS 分析柱 1 分钟)，没有杂峰干扰。使用 Innovation™ PSA 或 SCX 固相萃取柱彻底消除定量分析中的介质效应(Matrix effect) 后，用同一流动相标准校准曲线对不同品牌，不同产地，不同成分乳品和

奶制品中三聚氰胺检测精确，正确，快速，便宜，可信！GLP 认证证明三聚氰胺回收率 85 -105%，CV <10%。因为萃取样品不要浓缩干燥，LC-MS/MS 分析 1-2 分钟，每天可以做 400 - 600 个样品。



Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码：214174

电话：(86) -0510-83596276

传真：(86) -0510-83596176

美国免费电话：4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

PSA

键合相分析数据:

| 技术参数 | 参数范围 |
|----------------------------|---------|
| 碳含量(%) | > 6.5 |
| 氮含量(%) | > 3 |
| 键合密度(umol/m ²) | > 2 |
| PSA 硅烷泄漏 (ug/g) | <3 |
| GC 清洁度 | <0.001% |
| 乙酰甲胺磷回收率(%) | > 85 |
| 菠菜脱色(和石墨碳黑联用) | 成功 |



CHROM
MATRIX

Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

Innovation™ PSA 固相萃取柱编号:

| 床体积 | 重量 | 编号 |
|-------|--------|----------|
| 1 毫升 | 50 毫克 | 310101-U |
| 1 毫升 | 100 毫克 | 310102-U |
| 3 毫升 | 300 毫克 | 310303-U |
| 3 毫升 | 500 毫克 | 310304-U |
| 6 毫升 | 500 毫克 | 310605-U |
| 6 毫升 | 1 克 | 310606-U |
| 12 毫升 | 2 克 | 311207-U |
| 20 毫升 | 5 克 | 312008-U |

Innovation™ PSA 固相萃取 96-well 盘编号:

| 每孔吸附剂重量 | 编号 |
|---------|----------|
| 25 毫克 | 963101-U |
| 50 毫克 | 963102-U |
| 100 毫克 | 963103-U |



Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

Innovation™ C18/PSA 双层固相萃取柱编号:

| 床体积 | 每种吸附剂重量 | 编号 |
|-------|---------|----------|
| 1 毫升 | 50 毫克 | 310109-U |
| 1 毫升 | 100 毫克 | 310110-U |
| 3 毫升 | 300 毫克 | 310311-U |
| 3 毫升 | 500 毫克 | 310312-U |
| 6 毫升 | 500 毫克 | 310613-U |
| 6 毫升 | 1 克 | 310614-U |
| 12 毫升 | 2 克 | 311215-U |
| 20 毫升 | 5 克 | 312016-U |

Innovation™ 石墨碳黑可颠倒固相萃取柱编号:

| 床体积 | 重量 | 编号 |
|------|-----|----------|
| 1 毫升 | N/A | 310117-U |
| 2 毫升 | N/A | 310118-U |
| 3 毫升 | N/A | 310119-U |



Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

PSA

键合相分析数据:

| 技术参数 | 参数范围 |
|----------------------------|---------|
| 碳含量(%) | > 6.5 |
| 氮含量(%) | > 3 |
| 键合密度(umol/m ²) | > 2 |
| PSA 硅烷泄漏 (ug/g) | <3 |
| GC 清洁度 | <0.001% |
| 乙酰甲胺磷回收率(%) | > 85 |
| 菠菜脱色(和石墨碳黑联用) | 成功 |



CHROM
MATRIX

Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

Innovation™ PSA 固相萃取柱编号:

| 床体积 | 重量 | 编号 |
|-------|--------|----------|
| 1 毫升 | 50 毫克 | 310101-U |
| 1 毫升 | 100 毫克 | 310102-U |
| 3 毫升 | 300 毫克 | 310303-U |
| 3 毫升 | 500 毫克 | 310304-U |
| 6 毫升 | 500 毫克 | 310605-U |
| 6 毫升 | 1 克 | 310606-U |
| 12 毫升 | 2 克 | 311207-U |
| 20 毫升 | 5 克 | 312008-U |

Innovation™ PSA 固相萃取 96-well 盘编号:

| 每孔吸附剂重量 | 编号 |
|---------|----------|
| 25 毫克 | 963101-U |
| 50 毫克 | 963102-U |
| 100 毫克 | 963103-U |



Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com

Innovation™ C18/PSA 双层固相萃取柱编号:

| 床体积 | 每种吸附剂重量 | 编号 |
|-------|---------|----------|
| 1 毫升 | 50 毫克 | 310109-U |
| 1 毫升 | 100 毫克 | 310110-U |
| 3 毫升 | 300 毫克 | 310311-U |
| 3 毫升 | 500 毫克 | 310312-U |
| 6 毫升 | 500 毫克 | 310613-U |
| 6 毫升 | 1 克 | 310614-U |
| 12 毫升 | 2 克 | 311215-U |
| 20 毫升 | 5 克 | 312016-U |

Innovation™ 石墨碳黑可颠倒固相萃取柱编号:

| 床体积 | 重量 | 编号 |
|------|-----|----------|
| 1 毫升 | N/A | 310117-U |
| 2 毫升 | N/A | 310118-U |
| 3 毫升 | N/A | 310119-U |



Breakthrough Technologies for Better Separations™

Chrom-Matrix 无锡公司

无锡市惠山区文惠路 18-1 号 邮政编码: 214174

电话: (86) -0510-83596276

传真: (86) -0510-83596176

美国免费电话: 4006768015 (4006768016, 4006768017), 分机号 8991159872

Email: yyang@chrom-matrix.com