

乳品中双氰胺检测的沃特世完整解决方案

近日，新西兰牛奶及奶制品被检测出含有少量的有毒物质双氰胺，新西兰政府已经下令禁售含有双氰氨的奶类产品。国内的奶制品生产企业和政府监管部门也已开始着手建立相应的分析方法。

双氰胺的检测方法主要难点在于：

- 前处理：三聚氰胺的方法完全不适用，双氰胺极性很大，一般的小柱无法保留；
- LCMS方法：C18无保留，HILIC方法开发困难；基质干扰严重，干扰定量和定性。

沃特世（Waters®）公司现推出对应的完整解决方案，包括样品前处理和LCMS方法，可快速实现乳品中残留双氰胺的检测。

- 仪器：Waters ACQUITY UPLC® /Xevo® TQ-S
- 质谱条件：

目标物	电离模式	MRM	碰撞能量 (eV)	锥孔电压 (v)
双氰胺	ESI+	85>43	20	22
		85>68	12	22

- 色谱柱：BEH Amide色谱柱，2.1 × 150 mm
- 流动相A：0.05%乙酸水溶液
- 流动相B：0.05%乙酸乙腈
- 流速：0.3 mL/min; 梯度洗脱
- 柱温：30 °C

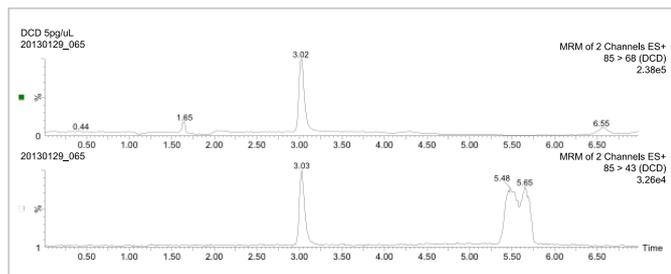


图. 标准品5ppb质谱图

固相萃取条件

取1g奶粉加10 mL 1%三氯乙酸溶解并沉淀蛋白，12,000转高速离心10 min；取2 mL上清液上样到Sep-Pak® AC2小柱上（Sep-pak AC2上接30 mL储液器，wat011390），方法回收率91%。

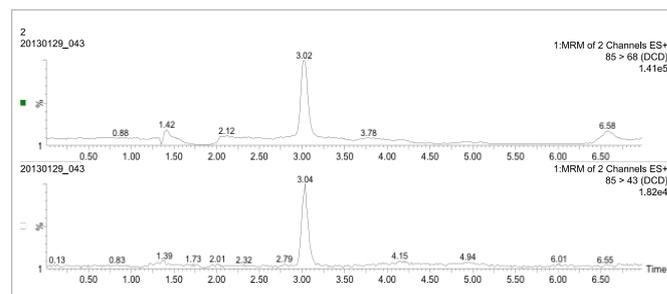
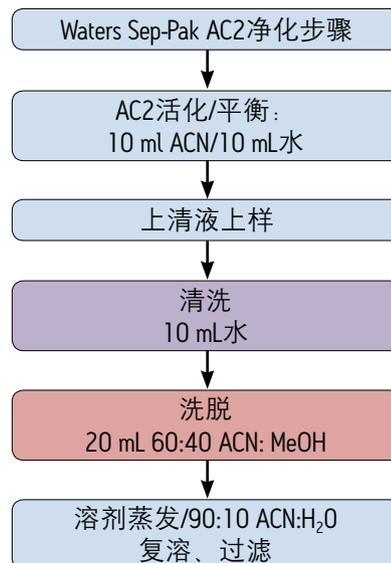


图. 基质加标 (8ppb) 过柱后质谱图

结论

乳制品基质较复杂，通过Sep-Pak AC2固相萃取柱可以净化、富集样品；双氰胺极性分子极性很大，传统的C18柱无法保留，沃特世公司的BEH Amide色谱柱为丙基酰胺固定相，在亲水作用色谱HILIC模式下可以使得双氰胺具有很好的保留和峰形；同时ACQUITY UPLC结合Xevo TQ-S MS可实现快速、高灵敏度的分析结果。

订货信息

方法包	订货号	描述
乳品中双氰胺UPLC®方法包，包括：	186004802	BEH Amide, 1.7 µm, 2.1 × 150 mm
	JJAN20229	Sep-Pak AC2
	WAT011390	30mL储液器
乳品中双氰胺HPLC方法包，包括：	186006724	XBridge Amide XP, 2.5 µm, 2.1 × 150 mm
	JJAN20229	Sep-Pak AC2
	WAT011390	30 mL储液器
过滤膜和样品瓶：	WAT097962	GHP过滤膜
	186000307C	LCMS 认证样品瓶

欲了解更多信息，请联系沃特世公司应用技术专员：
纪英华 021-61562612；丁娟娟 021-61562604。



Waters

THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

©2013年 沃特世公司。印制于中国。
2013年01月

沃特世中国有限公司
沃特世科技（上海）有限公司

北京：010-5209 3866
上海：021-6156 2666
广州：020-2829 6555
成都：028-6554 5999
香港：852-2964 1800

免费售后服务热线：800 (400) 820 2676
www.waters.com