



國立聯合大學
NATIONAL UNITED UNIVERSITY

液相層析質譜儀(LCMS) 應用分析

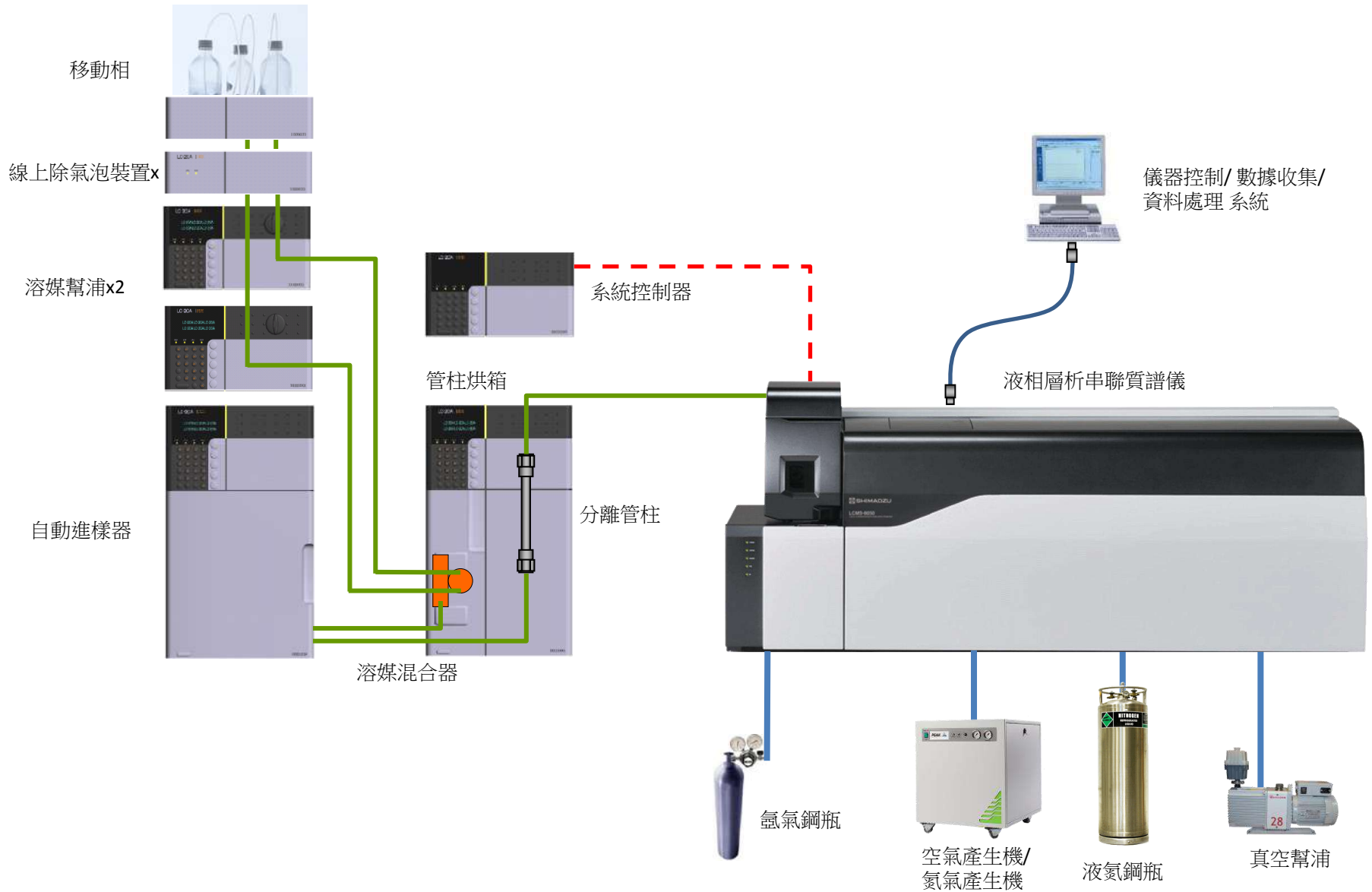
Slam Wang

SanKing Technology Co., LTD.



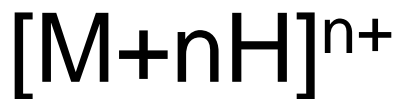
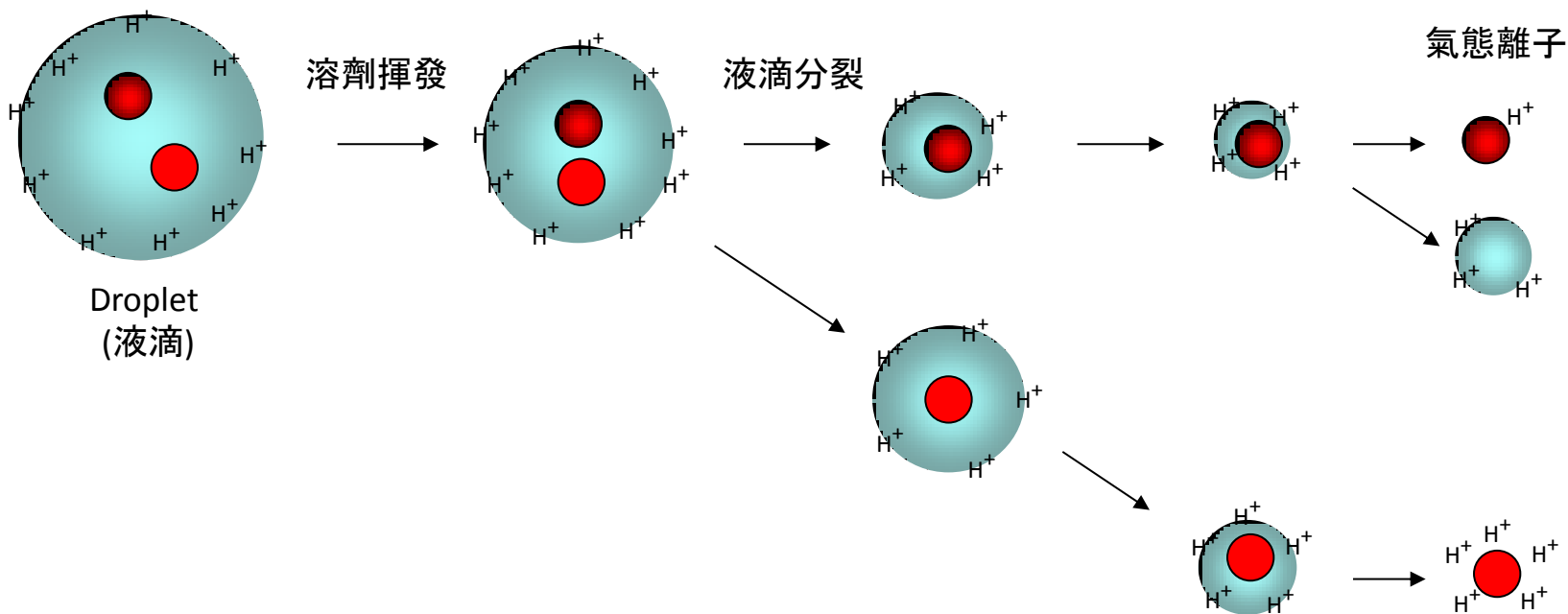
三津科技股份有限公司

LCMS組成



ESI (ElectroSpray Ionization)

- ◆ 溶劑揮發
- ◆ 電子間斥力大於液滴表面張力



M: 分子量

LCMS常用的移動相

Mobile phase 移動相	Methanol, Ethanol, Propanol, Isopropanol Acetonitrile, Water 主要為揮發性的溶劑
Additive 添加劑	<p> <u>“ + ion”</u> Acetic acid, Formic acid. Trifluoroacetic acid (TFA, < 0.1%) </p> <div> $H A \rightarrow H^+ + A^-$ $M + H^+ \rightarrow [M+H]^+$ </div> <p> <u>“ - ion”</u> Ammonium hydroxide (0.1~1%) </p> <p> <u>“Buffer”</u> Ammonium acetate Ammonium formate </p>
Limit	<u>Non-volatile salt</u> Phosphate, Borate, Citrate, Sulfate <u>Surfactant</u>

LCMS 樣品限制

Slam, SanKing Tech.,



三津科技股份有限公司

鹽類

- 一般生物體內存在有許多的鹽類，如血液中含有鈉離子與氯離子，除了生化樣品本身所存在的鹽類外，而在樣品的萃取分離等過程也會添加鹽類以增進效能。而在來自生物體或者經人工合成的**DNA**、蛋白質之生化樣品中，也會添加相當量的鹽類以保持樣品的酵素活性，因此生化樣品中常常存在大量的鹽類。這些鹽類包含各式離子型的界面活性劑（**surfactant**）與緩衝溶液（**buffer**）。
- 這些鹽類的存在除了會造成電噴灑現象不穩定、背景訊號提昇、分析物離子訊號減弱或消失外，也易和分析物分子形成加成離子造成質譜圖判讀的困難

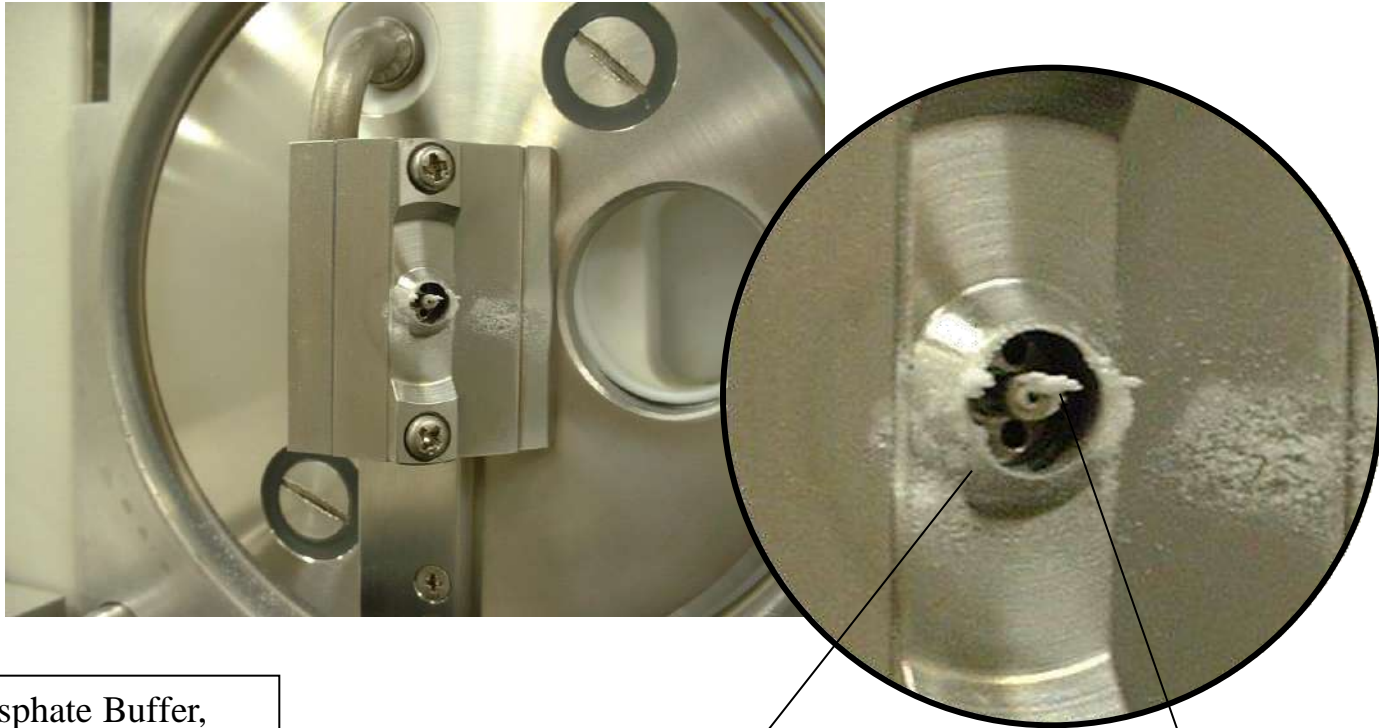
界面活性劑

- 樣品前處理的過程中添加鹽類或界面活性劑來進行純化
- 欲分析的樣品中若含有鹽類, 界面活性劑, 會嚴重的干擾分析物的訊號

磷酸、硫酸, 無機酸鹼鹽類, 非揮發性鹽類

- HPLC分離時添加緩衝溶液, 控制pH, 增進分離效率
- 磷酸、硫酸, 具有腐蝕性
- 非揮發性鹽類: 磷酸鹽, 硼酸鹽, 檸檬酸鹽
- 欲分析的樣品中若含有非揮發性鹽類, 除了會干擾分析物的訊號, 揮發過程會殘留於離子源, 阻塞進樣口毛細管.

Interface after using Phosphate buffer



Nonvolatile Phosphate Buffer, which is widely used for HPLC analysis, is well recognized that it is unsuitable for application for LC/MS because of the troubles on nonvolatile mobile phase and precipitation of salt.

Maintenance Required

Cleaning of sampling cone

Get rid of salt on the edge of CDL

Maintenance Required (In case terrible contamination)

Exchange the CDL valve

臺大生農學院共儀中心

A05_LC-MS-MS 管理辦法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(B) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多媒體 注釋

2 / 3 143% 尋找

五、 送樣注意事項

1. 此游離源雖適合分析較高極性之樣品，但樣品中禁止含有界面活性劑、磷酸、硫酸、無機酸鹽類、放射性、易揮發、光敏感、空氣敏感、濕氣敏感、腐蝕性或非揮發性鹽類。
2. 送測樣品需經純化及 0.45 μm 過濾或 SPE 固相萃取等前處理，若因送測樣品中含夾雜物而造成機器污染或損害時，送測者必須負相關儀器清理費用或賠償責任。

六、 服務項目

(一) 一般服務：

1. 正負離子電灑游離法質譜($\pm\text{ESI}$)：高極性化合物之高解析度精確質量測定。
2. 質譜串聯法(MS/MS)：包含全質譜掃描及子離子掃描，可分析各化合物的結構資訊。

儀器設備中心

二維線性離子阱式傅立葉轉換電場軌道多次 質譜儀-蛋白質身分鑑定與小分子高解分析

11月起開始服務囉

GO!!GO!!

CID
HCD
PQD
ETD

校內服務項目與收費：

- 分子量測定(高解).....250元/件
- 小分子之分析(純化過).....1200元/件
- LC/MS/MS for蛋白質身份鑑定.....1000元/件
- LC/MS/MS for蛋白質身份鑑定
(incl. in-gel digestion).....1800元/spot
- 自行上機訓練課程(尚在規劃中)

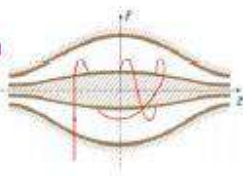
注意事項：

送測樣品中禁止含有以下物質~

界面活性劑、磷酸、硫酸、無機酸鹽類或非揮發性鹽類

服務時間與地點：

- 週一至週四早上9:00至17:00
(週五為儀器定期保養與清潔)
- 儀器設備大樓1樓0102室



儀器聯絡與管理員：陳明烽先生(z9807078@email.ncku.edu.tw) TEL:06-2757575 ext. 31361-212

儀器規格與收費管理辦法網址：<http://idc.ord.ncku.edu.tw/files/11-1080-7095-1.php>

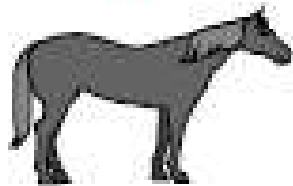
帳號申請與預約送樣網址：<http://140.116.234.4/Default.aspx>

應用分析

動物用藥

Drugs,
antibiotics, etc.

Veterinary

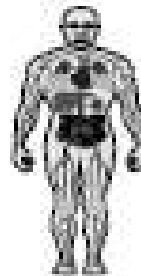


Agriculture &
Food

農產品/食品

Vitamins, food additives,
sugars, organic acids,
amino acids, etc

Environmental



Biomedical and Clinical

生物醫學/臨床

Sugars, lipids, nucleic acids,
amino acids, proteins, peptides,
steroids, amines, etc

環境

Inorganic ions

Hazardous organic
substances, etc.



Chemistry 化學

Synthetic polymers,
additives,
surfactants, etc.

TFDA 殘留農藥方法(五)

衛授食字第1061901690號附件(檢驗方法).pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(D) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 30

95% 尋找

日期: 106年8月31日

106年8月31日衛授食字第1061901690號公告修正
MOHWP0055.03

食品中殘留農藥檢驗方法—多重殘留分析方法(五)

Method of Test for Pesticide Residues in Foods- Multiresidue Analysis (5)

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於蔬果類、穀類、乾豆類、茶類、香辛植物及其他草本植物等食品中阿巴汀(abamectin)等373項農藥多重殘留分析。
2. 檢驗方法：檢體採用 QuEChERS方法(Quick, Easy, Cheap, Effective, Rugged, Safe) 前處理後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)及氣相層析串聯質譜儀(gas chromatograph/tandem mass spectrometer, GC/MS/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：CORTECS UPLC, C18, 1.6 μ m, 內徑2.1 mm \times 10 cm, 或同級品。
 - 2.1.1.3. 保護管柱：CORTECS UPLC, C18, 1.6 μ m, 內徑2.1 mm \times 5 mm, 或同級品。
 - 2.1.2. 氣相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.2.1. 離子源：電子撞擊游離(electron impact ionization, EI)。
 - 2.1.2.2. 層析管：DB-5MS UI毛細管，內膜厚度0.25 μ m, 內徑0.25 mm \times 30 m, 或同級品。

106年8月31日

方法(五)：373項農藥

檢驗方法

方法(五)

樣品前處理

QuEChERS

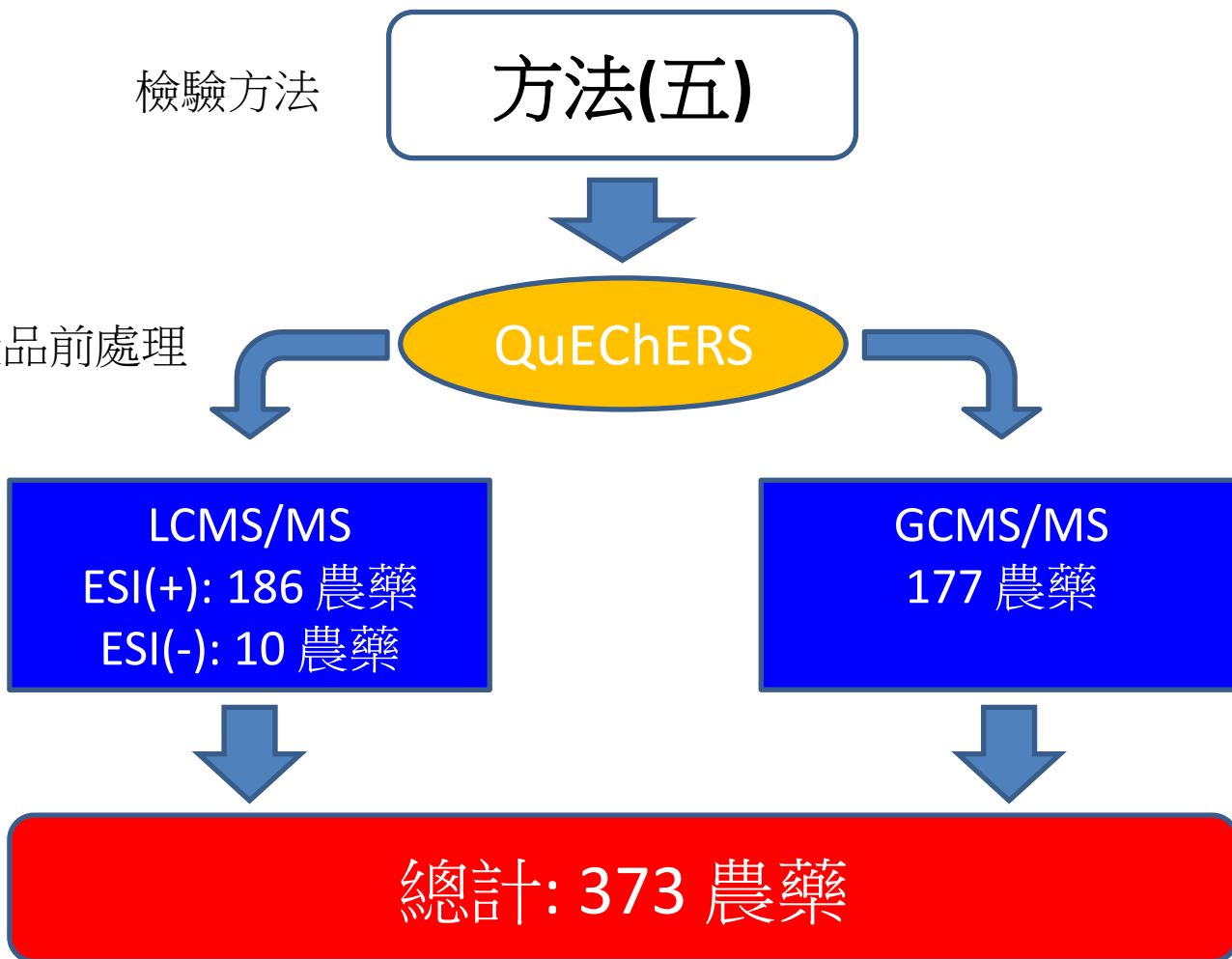
儀器設備

LCMS/MS
ESI(+): 186 農藥
ESI(-): 10 農藥

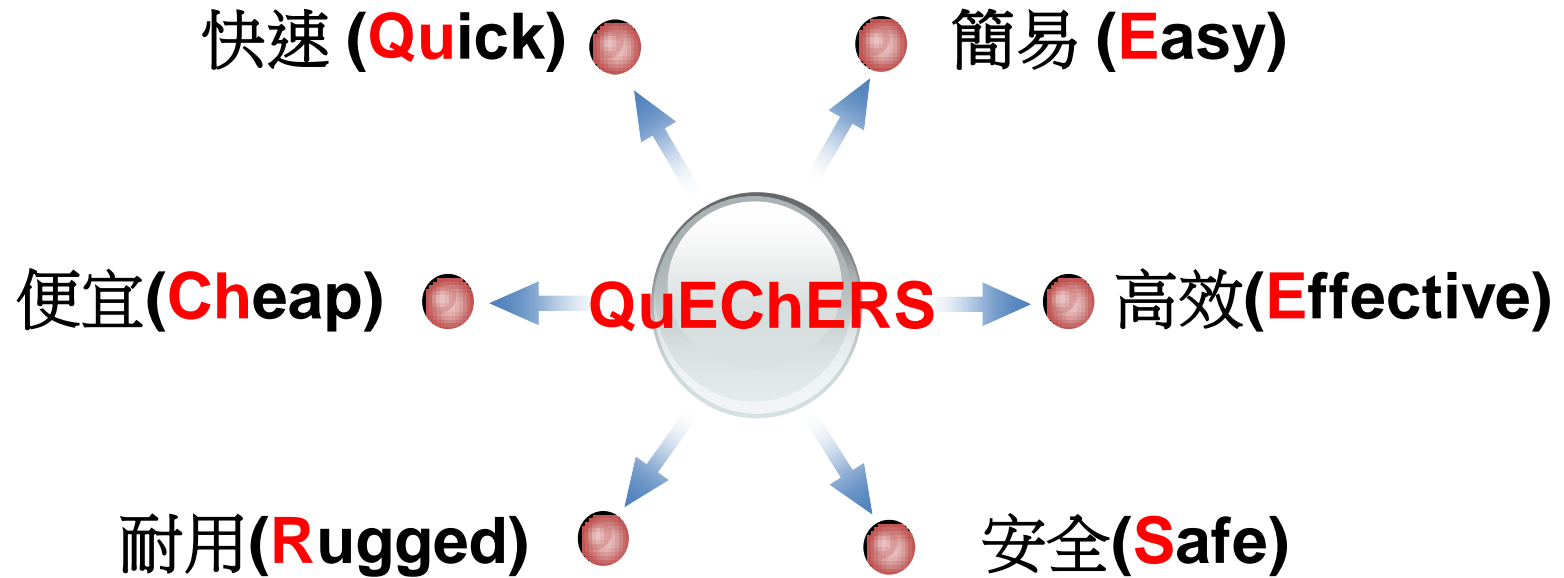
GCMS/MS
177 農藥

農藥數量

總計：373 農藥



QuEChERS



溶劑使用量少、價格便宜、
所花費時間較短及操作簡單

QuEChERS

萃取



樣品



加入
萃取用粉劑

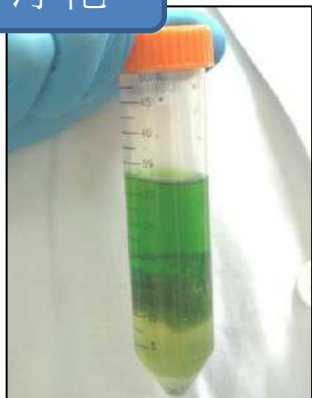


震盪



離心

淨化



離心後上清液



置於
淨化用離心管



震盪



離心



檢液

農殘檢驗方法(五)

蔬果類、香辛植物及其他
草本植物(鮮食)類檢體10 g

穀類及乾豆類檢體5 g，
加入冷去離子水10 mL

茶類、香辛植物及其
他草本植物(乾燥)檢體2 g，
加入冷去離子水10 mL

靜置20分鐘

加入10 mL 含1% 醋酸之乙腈溶液及內部標準溶液(50ug/mL)10uL

加入萃取用粉劑及(陶瓷均質石)

激烈震盪數次, 防止鹽類結塊

高速組織研磨振盪均質機於1000 rpm 振盪或以手激烈振盪1 分鐘，
離心1 分鐘(15°C，3000 X g)

取6 mL 上清液，置於
淨化用離心管I

取6 mL 上清液，置於
淨化用離心管II

取6 mL 上清液，置於
淨化用離心管III

高速組織研磨振盪均質機以1000 rpm 振盪或以手激烈振盪1 分鐘，
離心2 分鐘(15°C，3000 X g)

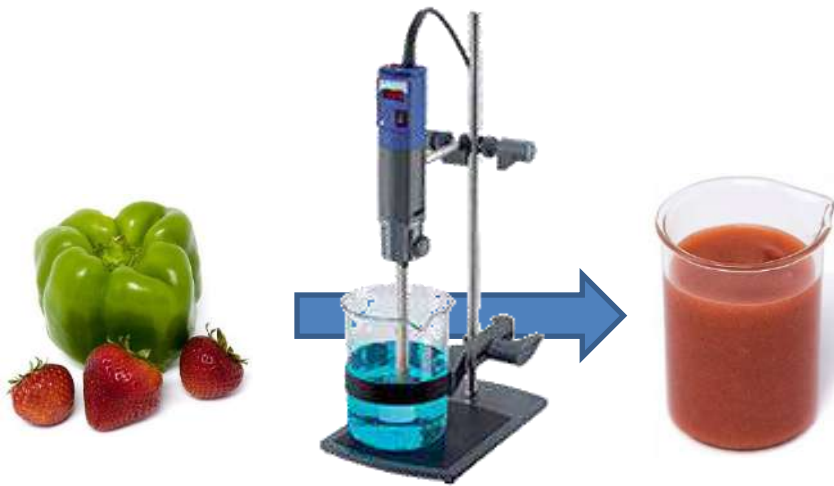
取淨化完的上清液1 mL，氮氣吹至剛乾，
以甲醇定容至1 mL

取淨化完的上清液1 mL，氮氣吹至剛乾，
以丙酮：正己烷(1:1, v/v)溶液定容至1 mL

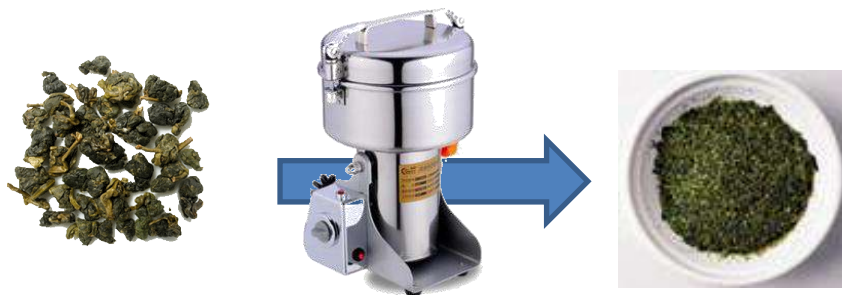
濾膜過濾後，供作檢液I，以LC/MSMS 分析

濾膜過濾後，供作檢液II，以GC/MSMS 分析

樣品均質化



均質機

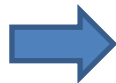


均質粉碎機

萃取



均質後樣品



樣品置於離心管
秤重,取 10g



加入10ml
1%醋酸之乙腈溶液



加入**萃取用粉劑**



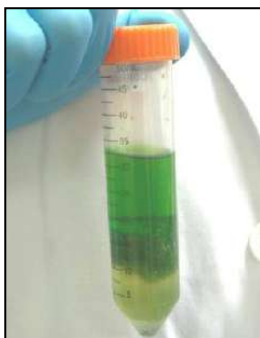
手搖1min



離心前



離心 15°C, 3000g, 1min



離心後

分層

萃取用粉劑



加入10ml
1%醋酸之乙腈溶液



乙腈為萃取溶劑



無水硫酸鎂**4 g**
及無水醋酸鈉**1 g**



使水與乙腈分層

淨化



取上清液6 mL
置於淨化用離心管



手搖1min



離心 15°C, 3000g, 2min



取上清液1 mL x2



N₂濃縮裝置吹乾



← 甲醇定容1mL

← 丙酮:正己烷(1:1)
定容1mL



濾膜過濾

檢液I



LCMS/MS



檢液II



GCMS/MS



淨化用離心管



蔬果類

PSA **300** mg
無水硫酸鎂**900** mg



穀類, 乾豆類

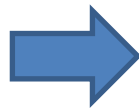
PSA **300** mg
無水硫酸鎂**900** mg
C18 EC **300** mg



茶類

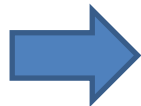
PSA **450** mg
無水硫酸鎂**900** mg
C18 EC **300** mg
GCB **50** mg

PSA 一級和二級胺吸附劑
(Primary Secondary Amine)



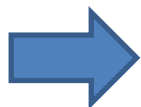
移除有機酸, 色素等

無水硫酸鎂



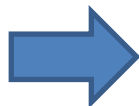
去除水分

C18 EC



移除脂質與蠟 (非極性化合物)

GCB 石墨化炭黑



移除色素及固醇



QuEChERS 前處理 設備



均質粉碎機



均質機



震盪器



N2濃縮裝置



萃取用粉劑



淨化用離心管



離心機

UPLC 層析管柱

衛授食字第1061901690號附件(檢驗方法).pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(D) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多

1 / 30



1061901690 號公告修正
MOHWP0055.03

食品中列

Method of Test for

1. 適用範圍：本檢驗

其他草

留分析

2. 檢驗方法：檢體採

Safe) 前

chroma

析串聯

GC/MS



(五)

Analysis (5)

茶類、香辛植物及

373項農藥多重殘

Effective, Rugged,

質譜儀 (liquid

/MS/MS)及氣相層

nass spectrometer,

2.1. 裝置：

2.1.1. 液相層析串

2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。

2.1.1.2. 層析管：CORTECS UPLC, C18, 1.6 μ m, 內徑2.1 mm \times 10 cm, 或同級品。

2.1.1.3. 保護管柱：CORTECS UPLC, C18, 1.6 μ m, 內徑2.1 mm \times 5 mm, 或同級品。

2.1.2. 氣相層析串聯質譜儀：

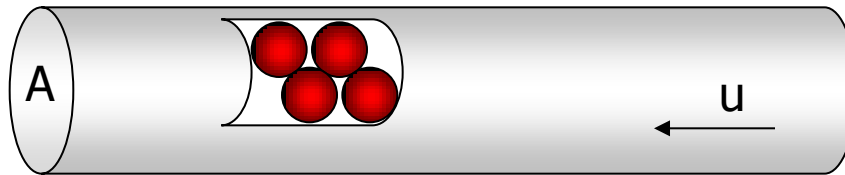
2.1.2.1. 離子源：電子撞擊游離(electron impact ionization, EI)。

2.1.2.2. 層析管：DB-5MS UI毛細管，內膜厚度0.25 μ m, 內徑0.25 mm \times 30 m, 或同級品。

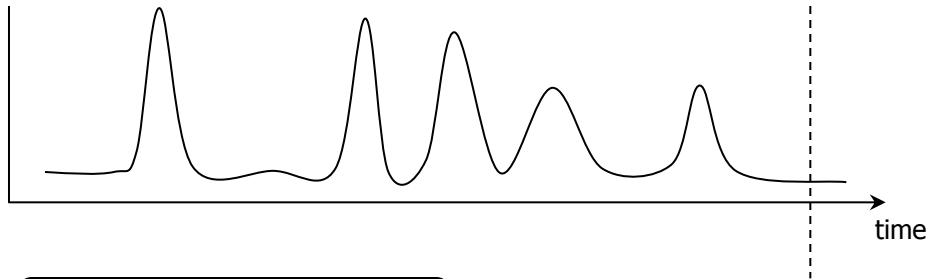
LC 相關名詞

Classic	LC	HPLC (<u>H</u> igh <u>P</u> erformance)	UHPLC (<u>U</u> ltra <u>H</u> igh <u>P</u> erformance LC)
Pressure	-	<70MPa (10,000psi)	>70MPa (10,000psi)
Particle size	-	2-5um	Sub-2um
Similar Product		UFLC™ (<u>U</u> ltra <u>F</u> ast LC)	UPLC™ (<u>U</u> ltra <u>P</u> ressure LC)

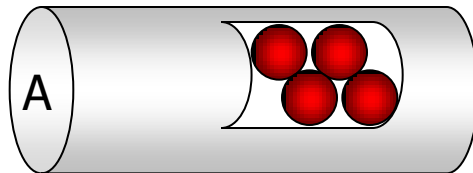
UHPLC column



150 mm
5 µm

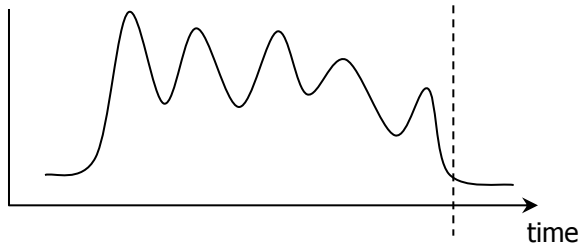


$$\text{Flow} = A * u$$

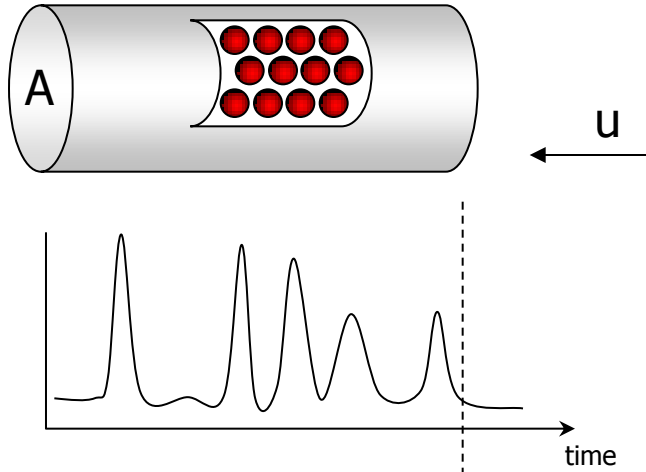


Smaller column Length

50 mm
5 µm



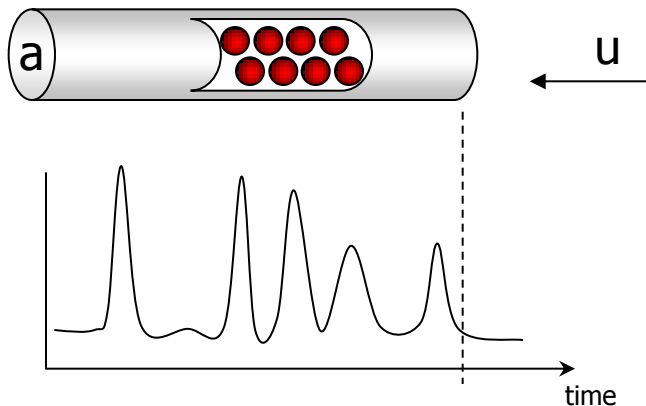
UHPLC column



Smaller particle size

50 mm
1.8 μ m (sun-2 μ m)

$$\text{Flow} = A * u$$

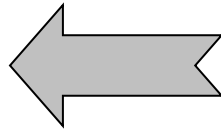
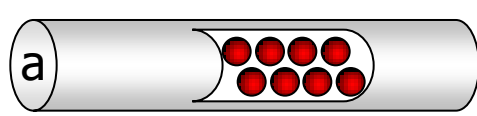


Smaller column id

=> Reduce solvent & sample

$$\text{Flow} = a * u$$

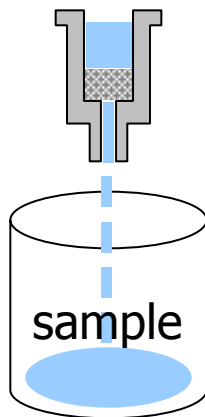
Disadvantages of UHPLC



High resistance => high pressure

Life time of

1. Consumable parts (pump, tube)
2. Column



filter

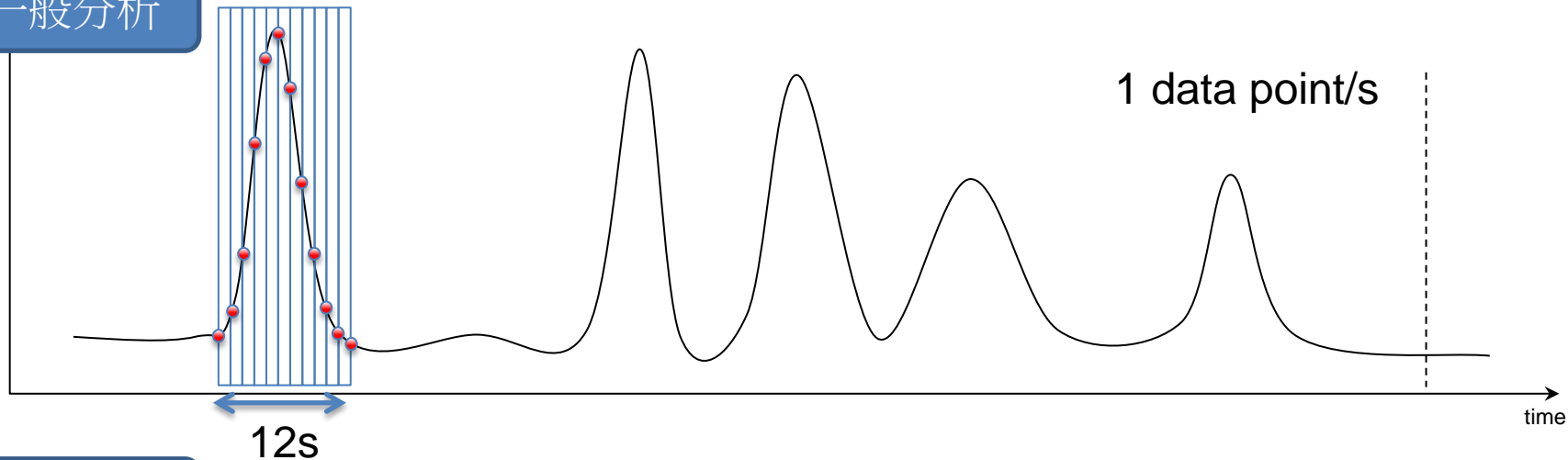


Sample loss => low concentration

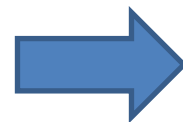
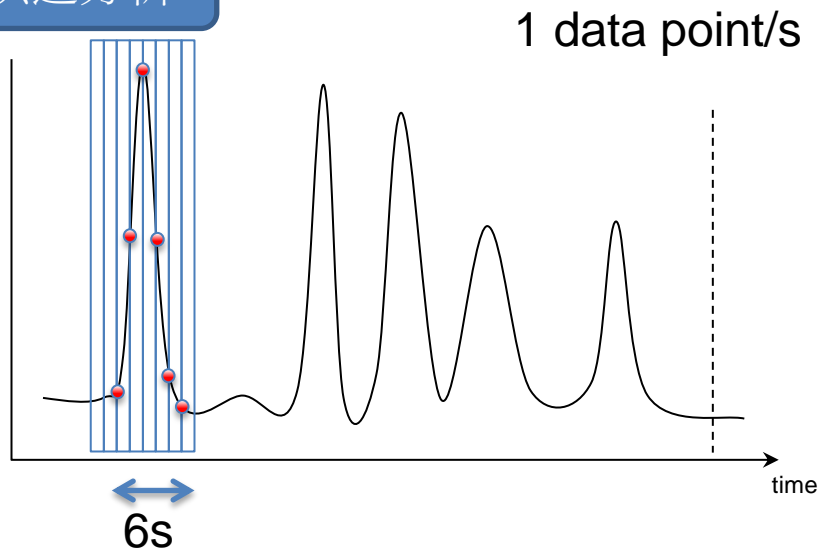
trace sample => High sensitivity detector

掃描速度 vs 資料擷取點數

一般分析

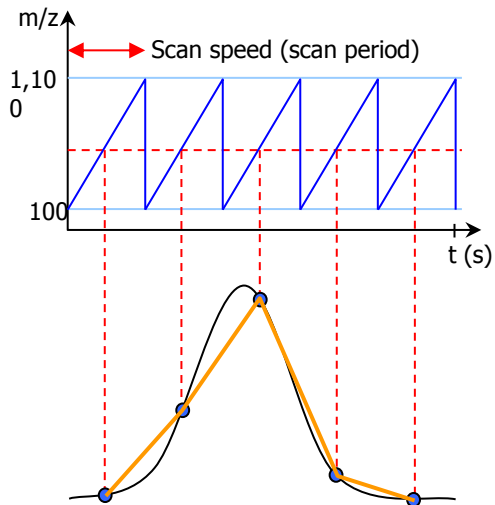


快速分析

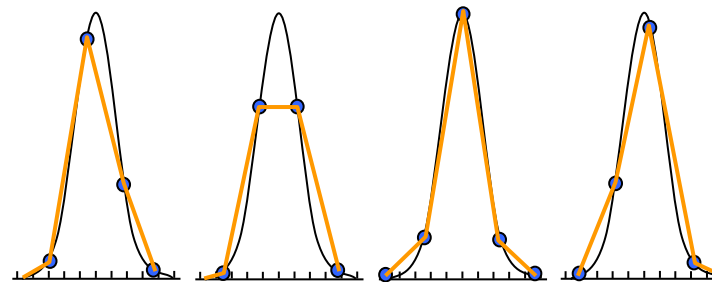


面積再現性變差

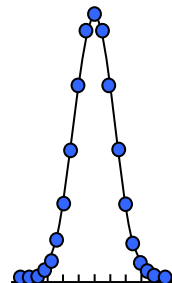
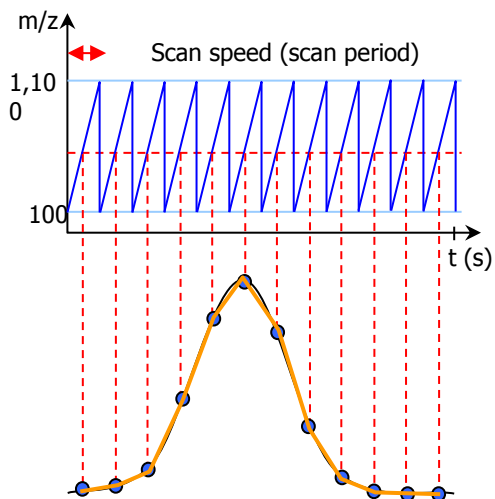
Scan Speed (掃描速度)



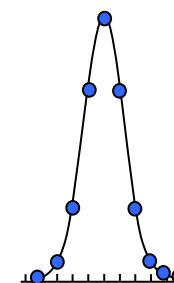
Quantitation



Number of acquisition points: 4 to 5

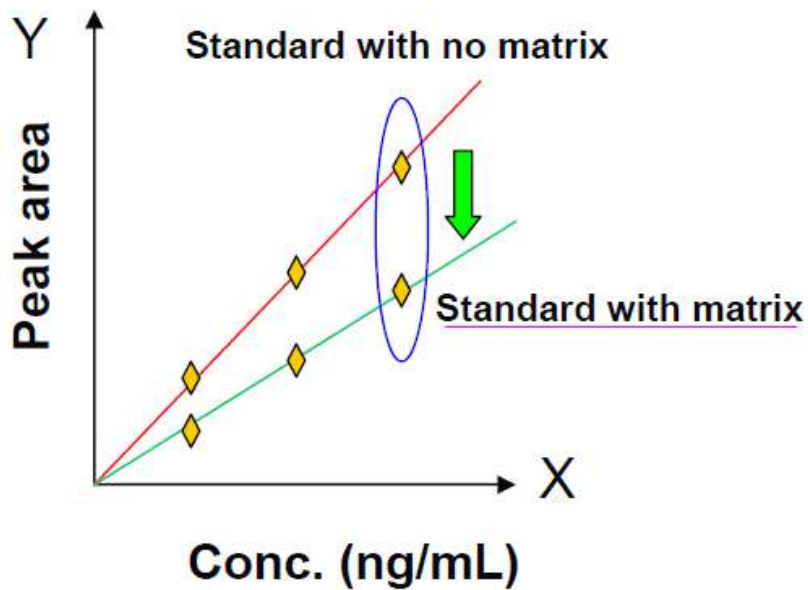


Number of acquisition points: 20

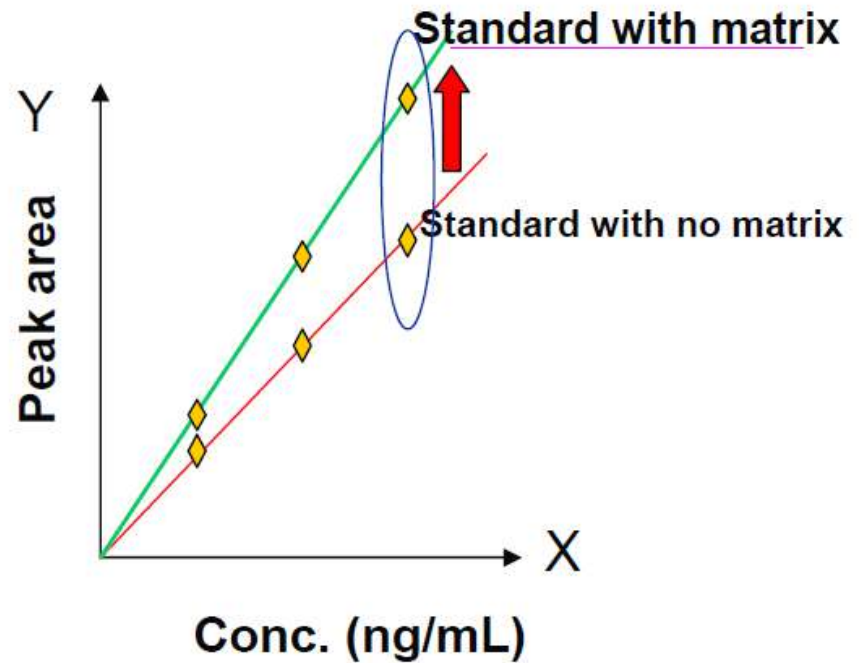


Number of acquisition points: 10

基質效應



Inhibition

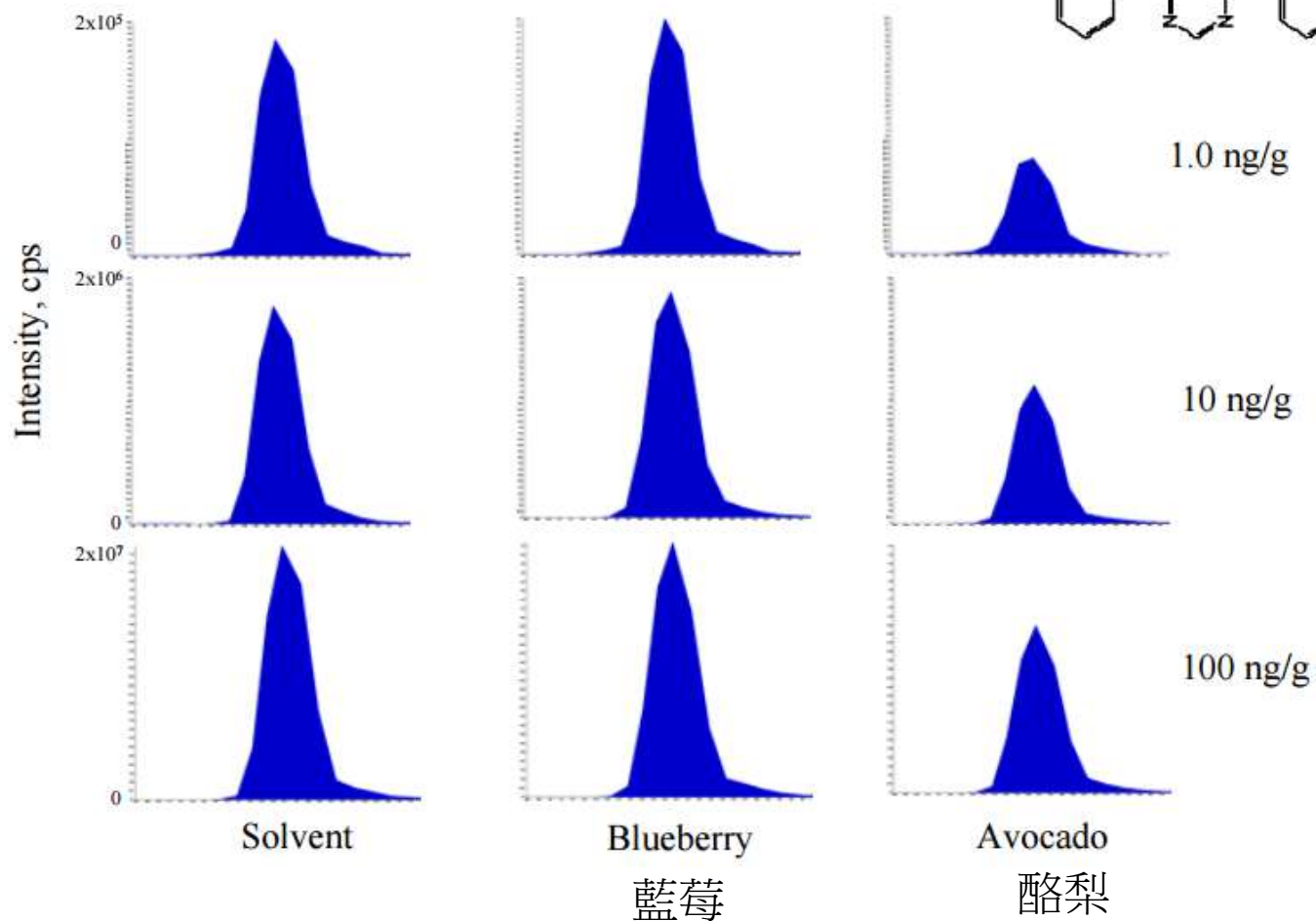
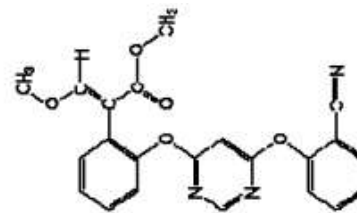


Enhancement

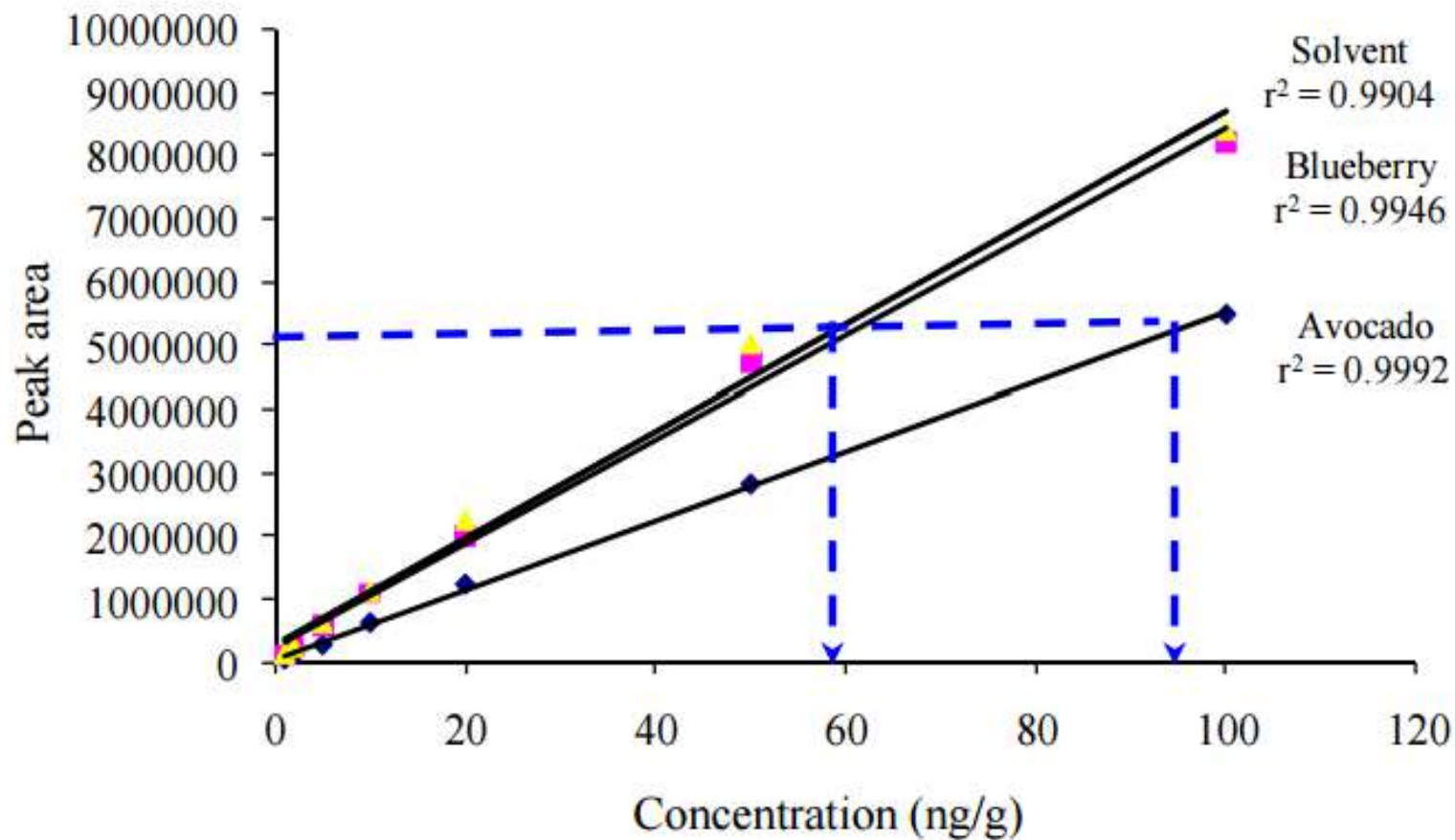
基質效應

Azoxystrobin (404.1→372.1)

亞托敏



基質效應對定量的影響



Calibration

- External standard: 無法去除基質效應
- Internal standard:
Isotopically labeled standard
- Matrix-matched Calibration Curve
(基質匹配檢量線)
- Standard addition (標準品添加法)

基質匹配檢量線

衛生字第1061901690號附件(檢驗方法).pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(D) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多媒體 注釋

4 / 30 150% 尋找

2.9. 基質匹配檢量線製作：

2.9.1. LC/MS/MS：

取空白檢體，依2.8.節調製未添加內部標準品之淨化後上清液，分別量取1 mL，以氮氣吹至剛乾，分別加入適量甲醇、1 $\mu\text{g/mL}$ 標準溶液2~200 μL ^(註3)及5 $\mu\text{g/mL}$ 內部標準溶液10 μL ，使體積為1 mL，混合均勻，供作基質匹配檢量線溶液。依下列條件進行分析，就各農藥與內部標準品波峰面積比，與對應之各農藥濃度，製作0.002~0.2 $\mu\text{g/mL}$ (芬普尼為0.0004~0.04 $\mu\text{g/mL}$)之基質匹配檢量線。

液相層析串聯質譜分析測定條件^(註4)：

層析管：CORTECS UPLC，C18，1.6 μm ，內徑2.1 mm × 10 cm。

保護管柱：CORTECS UPLC，C18，1.6 μm ，內徑2.1 mm × 5 mm。

移動相溶液：A液與B液以下列條件進行梯度分析

8.27 x 11.69 英吋

MRM 參數

衛授食字第1061901690號附件(檢驗方法).pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(D) 注釋(C) 表格(R) 工具(I) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

11 / 30 110% clomaz

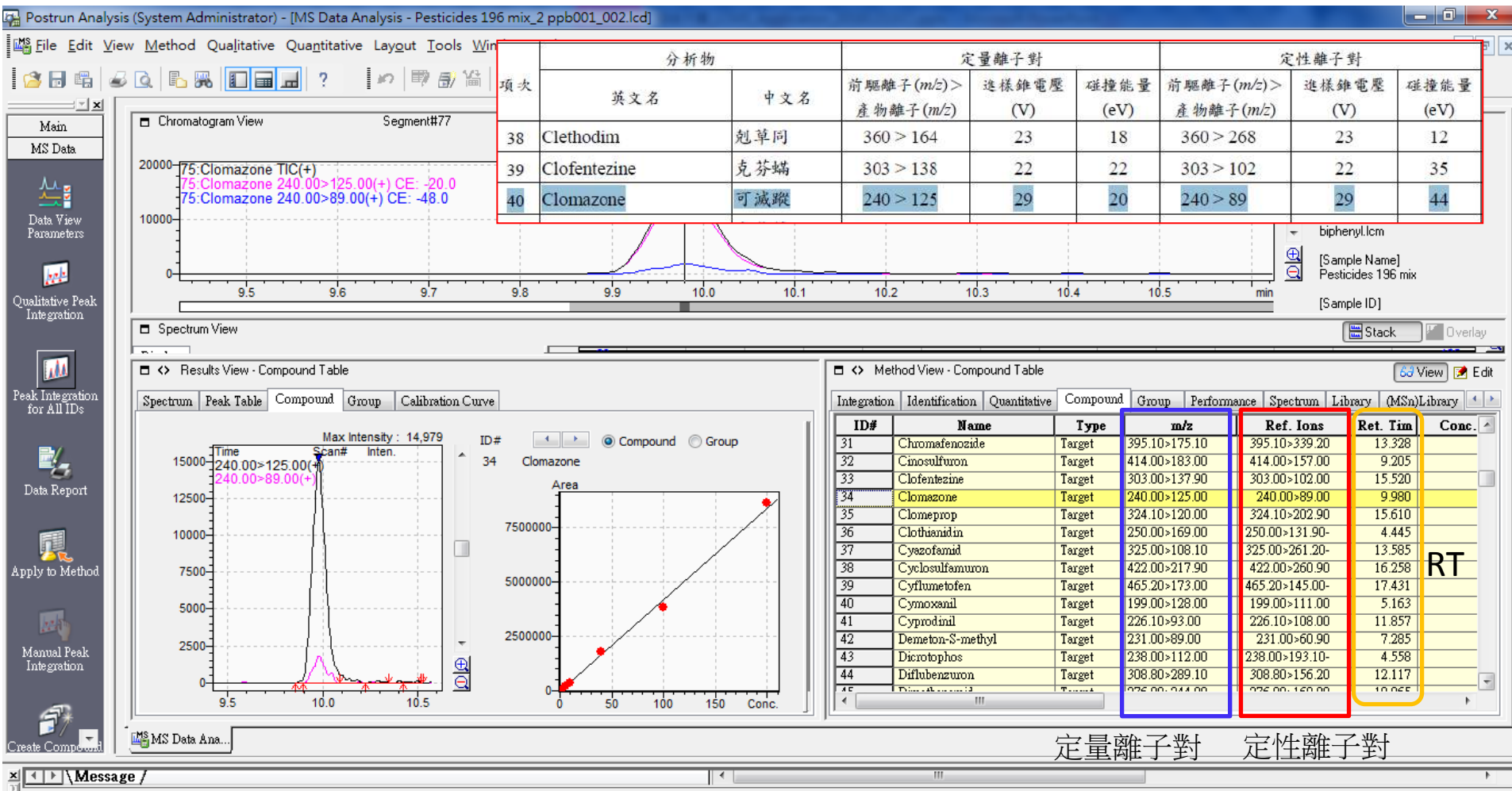
101 年 7 月 10 日署授食字第 1011902376 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正
103 年 7 月 3 日部授食字第 1031900615 號公告修正
106 年 8 月 31 日衛授食字第 1061901690 號公告修正
MOHWP0055.03

表一、阿巴汀等186項農藥及內部標準品之多重反應偵測模式參數及定量極限(LC/MS/MS正離子模式)(續)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			定量極限(ppm)		
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	蔬果類 ^a	穀類 ^b	茶類 ^c
38	Clethodim	剋草同	360 > 164	23	18	360 > 268	23	12	0.01	0.02	0.05
39	Clofentezine	克芬蟊	303 > 138	22	22	303 > 102	22	35	0.01	0.02	0.05
40	Clomazone	可滅蹤	240 > 125	29	20	240 > 89	29	44	0.01	0.02	0.05
41	Clomeprop	克普草	324 > 203	25	17	324 > 120	25	15	0.01	0.02	0.05
42	Clothianidin	可尼丁	250 > 169	20	20	250 > 132	20	30	0.01	0.02	0.05
43	Cyanazine	氰乃淨	241 > 214	30	18	241 > 104	30	34	0.01	0.02	0.05
44	Cyazofamid	賽座滅	325 > 108	15	15	325 > 261	15	9	0.01	0.02	0.05
45	Cyclosulfamuron	環磺隆	422 > 261	24	16	422 > 218	24	27	0.01	0.02	0.05
46	Cycloxydim	環殺草	326 > 280	23	16	326 > 180	23	22	0.01	0.02	0.05
47	Cyflufenamid	賽芬胺	413 > 295	30	18	413 > 241	30	25	0.01	0.02	0.05
48	Cyflumetofen	賽芬蟊	448 > 173	28	28	448 > 249	28	8	0.01	0.02	0.05
49	Cymoxanil	克絕	199 > 128	17	8	199 > 111	17	18	0.01	0.02	0.05

11.69 x 8.27 英吋

定量參數



定量離子對/定性離子對 容許範圍

Postrun Analysis (System Administrator) - [MS Data Analysis - Pesticides 196 mix_2 ppb001_002.lcd]

File Edit View Method Qualitative Quantitative Layout Tools Window Help

Chromatogram View Segment#77

75: Clomazone TIC(+)
75: Clomazone 240.00>125.00(+) CE: -20.0
75: Clomazone 240.00>89.00(+) CE: -48.0

Spectrum View

Results View - Compound Table

Method View - Compound Table

Reference Ion Ratio - ID#34: Clomazone

Type	m/z	Area	Set%	Act.%	Allowance
Target	240.00>125.00	75238	100.00	100.00	---
Ref. Ion1	240.00>89.00	8328	14.82	11.07	30
Ref. Ion2					
Ref. Ion3					
Ref. Ion4					

ID# 34

Close Help

Max Intensity: 14,979

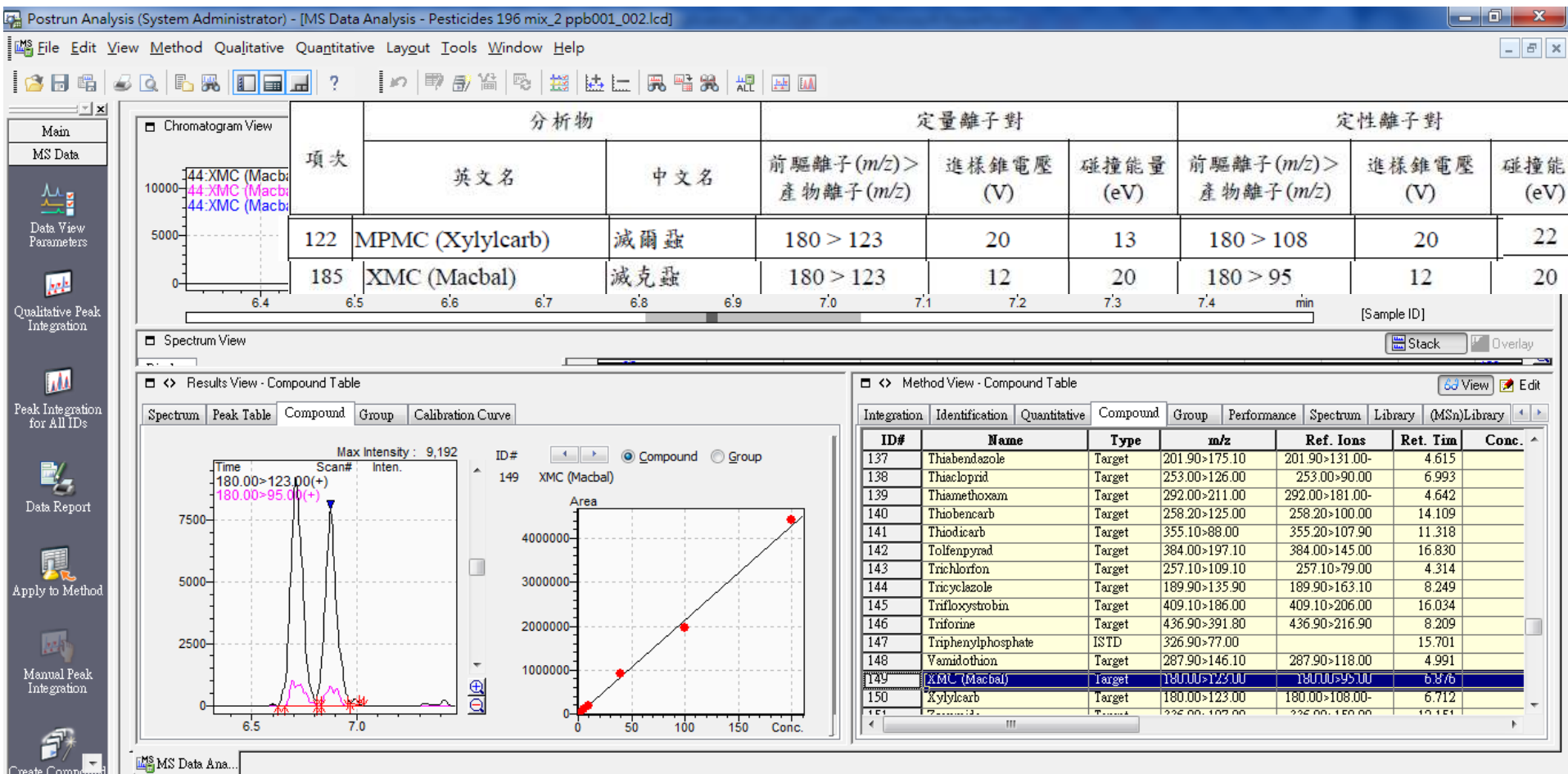
Time 240.00>125.00(+) Scan# Inten.

240.00>89.00(+)

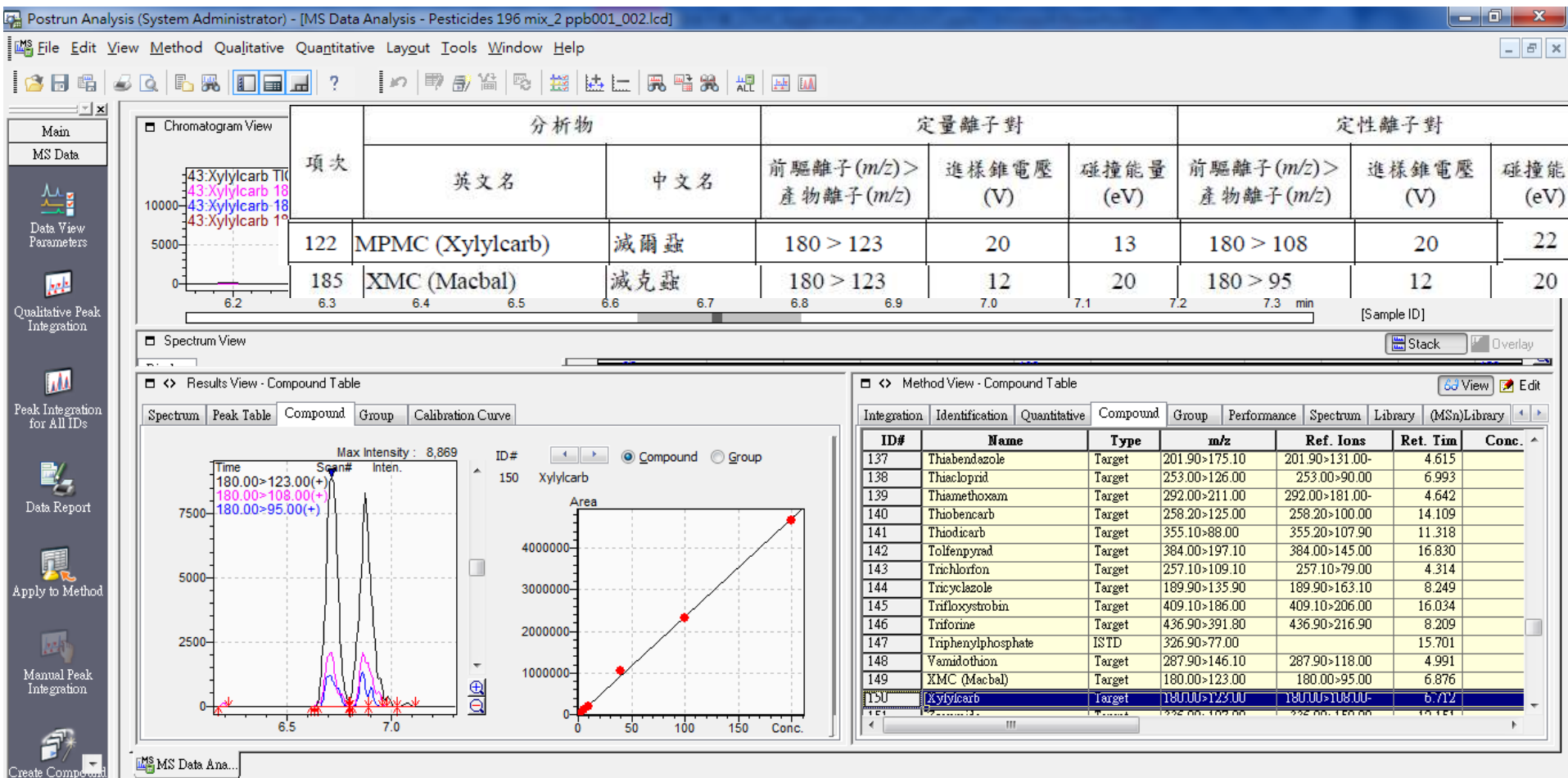
MS Data Ana...

Message /

XMC



MPMC



DINP 標準品

相對離子強度(%)

容許範圍(%)

> 50

± 20

> 20 ~ 50

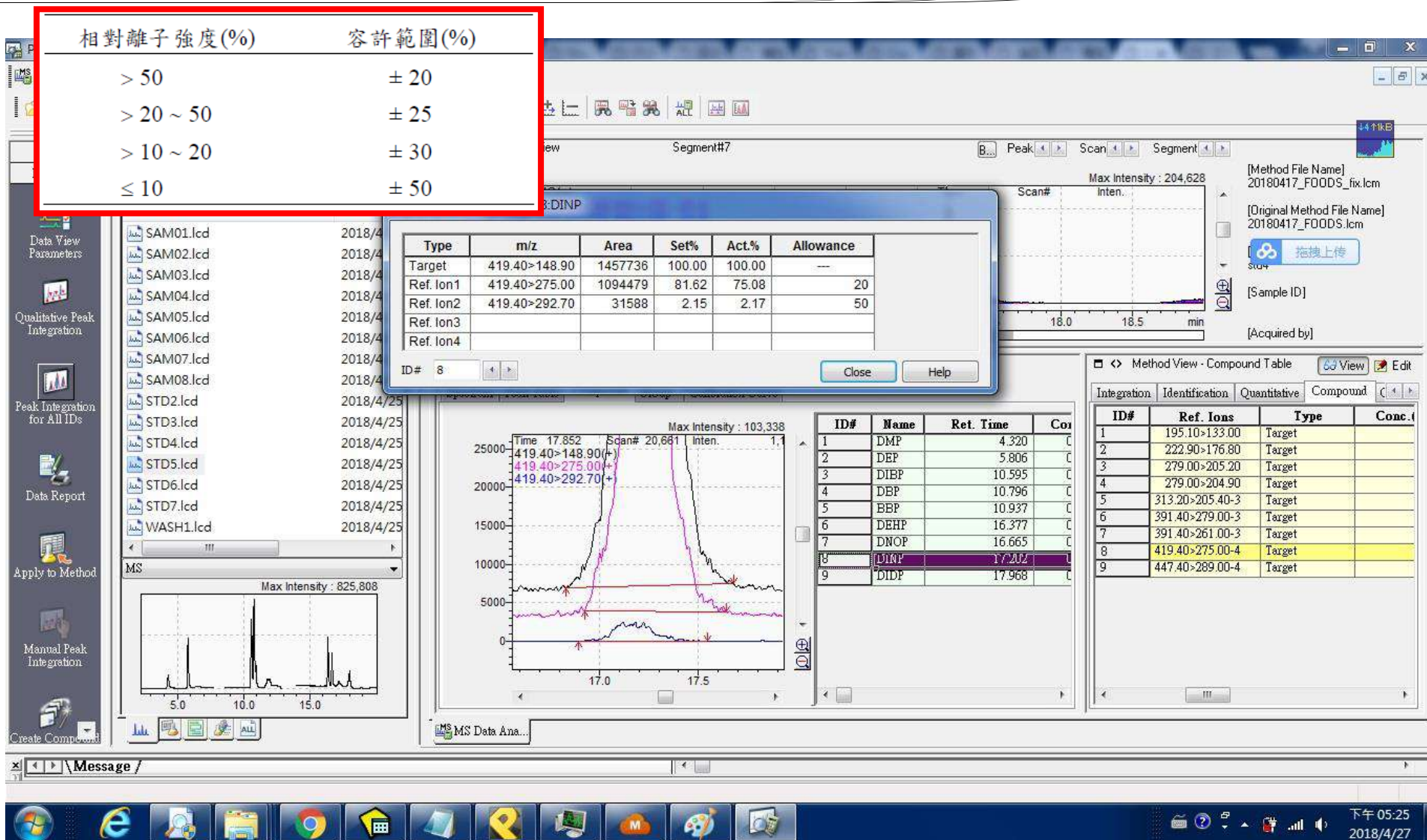
± 25

> 10 ~ 20

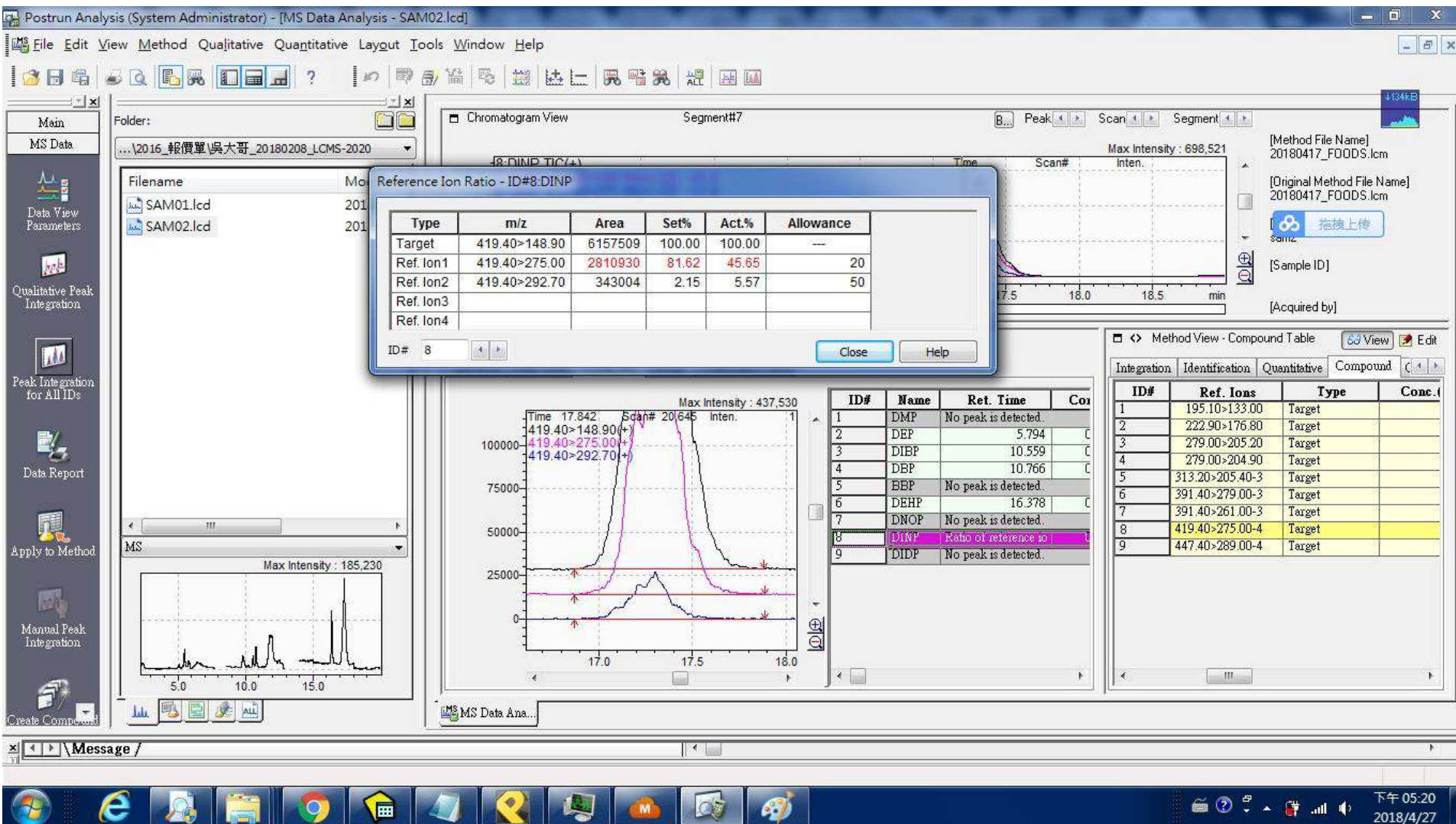
± 30

≤ 10

± 50



樣品



農藥資料庫

SHIMADZU
Excellence in Science

For LabSolutions LCMS Software

LC/MS/MS Method Package for Residual Pesticides Ver. 3

- Database compatible with LabSolutions Connect, a tool that automates MRM tuning and optimization
- Encompasses the components listed in the Japanese Multiresidue Method for Agricultural Chemicals by LC/MS
- Compatible with the components subject to the Chinese GB standards
- Compatible with the components subject to (EC) Directive No. 396/2005
- Contains 6557 MRM transitions for 836 components
- Pretreatment program for improving the peak shape of polar pesticides
- Easy data analysis with LabSolutions Insight, a powerful data mining and analytics program

Create Methods Easily from the Database

The MRM information in this method package is controlled by LabSolutions Connect (optional). With LabSolutions Connect, you can call up the information needed from the database by loading a text file, and then easily create an analysis method. In addition, this method package contains text files (search lists) of components subject to the regulations, enabling the easy creation of an analysis method file for these components. The database and search lists can be customized for use in conjunction with components to be analyzed by the user.

- Load the 836 component database using LabSolutions Connect.
- Load the search list and specify the target compounds and the number of reference ions.
- Create a method file to suit your application.

836農藥

SHIMADZU
Excellence in Science

Smart Pesticides Database Ver. 2

GC/MS Residual Pesticides Database

Supports the Creation of Methods for MRM and SIM Mode Analysis of Residual Pesticides in Foods

Supports the Simultaneous Analysis of 530 Residual Pesticides in Foods via GC-MS/MS

Smart Pesticides Database contains the retention indices and transitions for 530 pesticides. Ver. 2 additionally contains measurement ions for SIM mode, so it can be applied to both SIM and MRM analyses. Thanks to the retention indices contained in the database and the AART function, retention times can be revealed automatically without the use of pesticide standards. Furthermore, the Smart MRM/SIM function allows automatic creation of the optimal measurement programs for multicomponent simultaneous analysis using MRM and SIM modes. Lastly, the database can be customized to the GC conditions and the addition of new components.

Compound Name	Ret. Time	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass	Ion	Mass
Chlorpyrifos	10.1	198	198	10.1	198	198	198	10.1	198	198	198	10.1	198	198	198	10.1	198	198	198
Imidacloprid	12.5	258	258	12.5	258	258	258	12.5	258	258	258	12.5	258	258	258	12.5	258	258	258
Thiophanate-methyl	14.2	270	270	14.2	270	270	270	14.2	270	270	270	14.2	270	270	270	14.2	270	270	270
Dimethoate	15.8	169	169	15.8	169	169	169	15.8	169	169	169	15.8	169	169	169	15.8	169	169	169
Acetamiprid	17.3	228	228	17.3	228	228	228	17.3	228	228	228	17.3	228	228	228	17.3	228	228	228
Permethrin	18.9	281	281	18.9	281	281	281	18.9	281	281	281	18.9	281	281	281	18.9	281	281	281
Spinetoram	20.5	289	289	20.5	289	289	289	20.5	289	289	289	20.5	289	289	289	20.5	289	289	289
Chlorantraniliprole	22.1	289	289	22.1	289	289	289	22.1	289	289	289	22.1	289	289	289	22.1	289	289	289
Flupyradifurone	23.7	289	289	23.7	289	289	289	23.7	289	289	289	23.7	289	289	289	23.7	289	289	289
Chlorantraniliprole	25.3	289	289	25.3	289	289	289	25.3	289	289	289	25.3	289	289	289	25.3	289	289	289
Flupyradifurone	26.9	289	289	26.9	289	289	289	26.9	289	289	289	26.9	289	289	289	26.9	289	289	289
Chlorantraniliprole	28.5	289	289	28.5	289	289	289	28.5	289	289	289	28.5	289	289	289	28.5	289	289	289
Flupyradifurone	30.1	289	289	30.1	289	289	289	30.1	289	289	289	30.1	289	289	289	30.1	289	289	289
Chlorantraniliprole	31.7	289	289	31.7	289	289	289	31.7	289	289	289	31.7	289	289	289	31.7	289	289	289
Flupyradifurone	33.3	289	289	33.3	289	289	289	33.3	289	289	289	33.3	289	289	289	33.3	289	289	289
Chlorantraniliprole	34.9	289	289	34.9	289	289	289	34.9	289	289	289	34.9	289	289	289	34.9	289	289	289
Flupyradifurone	36.5	289	289	36.5	289	289	289	36.5	289	289	289	36.5	289	289	289	36.5	289	289	289
Chlorantraniliprole	38.1	289	289	38.1	289	289	289	38.1	289	289	289	38.1	289	289	289	38.1	289	289	289
Flupyradifurone	39.7	289	289	39.7	289	289	289	39.7	289	289	289	39.7	289	289	289	39.7	289	289	289
Chlorantraniliprole	41.3	289	289	41.3	289	289	289	41.3	289	289	289	41.3	289	289	289	41.3	289	289	289
Flupyradifurone	42.9	289	289	42.9	289	289	289	42.9	289	289	289	42.9	289	289	289	42.9	289	289	289
Chlorantraniliprole	44.5	289	289	44.5	289	289	289	44.5	289	289	289	44.5	289	289	289	44.5	289	289	289
Flupyradifurone	46.1	289	289	46.1	289	289	289	46.1	289	289	289	46.1	289	289	289	46.1	289	289	289
Chlorantraniliprole	47.7	289	289	47.7	289	289	289	47.7	289	289	289	47.7	289	289	289	47.7	289	289	289
Flupyradifurone	49.3	289	289	49.3	289	289	289	49.3	289	289	289	49.3	289	289	289	49.3	289	289	289
Chlorantraniliprole	50.9	289	289	50.9	289	289	289	50.9	289	289	289	50.9	289	289	289	50.9	289	289	289
Flupyradifurone	52.5	289	289	52.5	289	289	289	52.5	289	289	289	52.5	289	289	289	52.5	289	289	289
Chlorantraniliprole	54.1	289	289	54.1	289	289	289	54.1	289	289	289	54.1	289	289	289	54.1	289	289	289
Flupyradifurone	55.7	289	289	55.7	289	289	289	55.7	289	289	289	55.7	289	289	289	55.7	289	289	289
Chlorantraniliprole	57.3	289	289	57.3	289	289	289	57.3	289	289	289	57.3	289	289	289	57.3	289	289	289
Flupyradifurone	58.9	289	289	58.9	289	289	289	58.9	289	289	289	58.9	289	289	289	58.9	289	289	289
Chlorantraniliprole	60.5	289	289	60.5	289	289	289	60.5	289	289	289	60.5	289	289	289	60.5	289	289	289
Flupyradifurone	62.1	289	289	62.1	289	289	289	62.1	289	289	289	62.1	289	289	289	62.1	289	289	289
Chlorantraniliprole	63.7	289	289	63.7	289	289	289	63.7	289	289	289	63.7	289	289	289	63.7	289	289	289
Flupyradifurone	65.3	289	289	65.3	289	289	289	65.3	289	289	289	65.3	289	289	289	65.3	289	289	289
Chlorantraniliprole	66.9	289	289	66.9	289	289	289	66.9	289	289	289	66.9	289	289	289	66.9	289	289	289
Flupyradifurone	68.5	289	289	68.5	289	289	289	68.5	289	289	289	68.5	289	289	289	68.5	289	289	289
Chlorantraniliprole	70.1	289	289	70.1	289	289	289	70.1	289	289	289	70.1	289	289	289	70.1	289	289	289
Flupyradifurone	71.7	289	289	71.7	289	289	289	71.7	289	289	289	71.7	289	289	289	71.7	289	289	289
Chlorantraniliprole	73.3	289	289	73.3	289	289	289	73.3	289	289	289	73.3	289	289	289	73.3	289	289	289
Flupyradifurone	74.9	289	289	74.9	289	289	289	74.9	289	289	289	74.9	289	289	289	74.9	289	289	289
Chlorantraniliprole	76.5	289	289	76.5	289	289	289	76.5	289	289	289	76.5	289	289	289	76.5	289	289	289
Flupyradifurone	78.1	289	289	78.1	289	289	289	78.1	289	289	289	78.1	289	289	289	78.1	289	289	289
Chlorantraniliprole	79.7	289	289	79.7	289	289	289	79.7	289	289	289	79.7	289	289	289	79.7	289	289	289
Flupyradifurone	81.3	289	289	81.3	289	289	289	81.3	289	289	289	81.3	289	289	289	81.3	289	289	289
Chlorantraniliprole	82.9	289	289	82.9	289	289	289	82.9	289	289	289	82.9	289	289	289	82.9	289	289	289
Flupyradifurone	84.5	289	289	84.5	289	289	289	84.5	289	289	289	84.5	289	289	289	84.5	289	289	289
Chlorantraniliprole	86.1	289	289	86.1	289	289	289	86.1	289	289	289	86.1	289	289	289	86.1	289	289	289
Flupyradifurone	87.7	289	289	87.7	289	289	289	87.7	289	289	289	87.7	289	289	289	87.7	289	289	289
Chlorantraniliprole	89.3	289	289	89.3	289	289	289	89.3	289	289	289	89.3	289	289	289	89.3	289	289	289
Flupyradifurone	90.9	289	289	90.9	289	289	289	90.9	289	289	289	90.9	289	289	289	90.9	289	289	289
Chlorantraniliprole	92.5	289	289	92.5	289	289	289	92.5	289	289	289	92.5	289	289	289	92.5	289	289	289
Flupyradifurone	94.1	289	289	94.1	289	289	289	94.1	289	289	289	94.1	289	289	289	94.1	289	289	289
Chlorantraniliprole	95.7	289	289	95.7	289	289	289	95.7	289	289	289	95.7	289	289	289	95.7	289	289	289
Flupyradifurone	97.3	289	289	97.3	289	289	289	97.3	289	289	289	97.3	289	289	289	97.3	289	289	289
Chlorantraniliprole	98.9	289	289	98.9	289	289	289	98.9	289	289	289	98.9	289	289	289	98.9	289	289	289
Flupyradifurone	100.5	289	289	100.5	289	289	289	100.5	289	289	289	100.5	289	289	289	100.5	289	289	289
Chlorantraniliprole	102.1	289	289	102.1	289	289	289</												

25農藥在 9秒內出峰

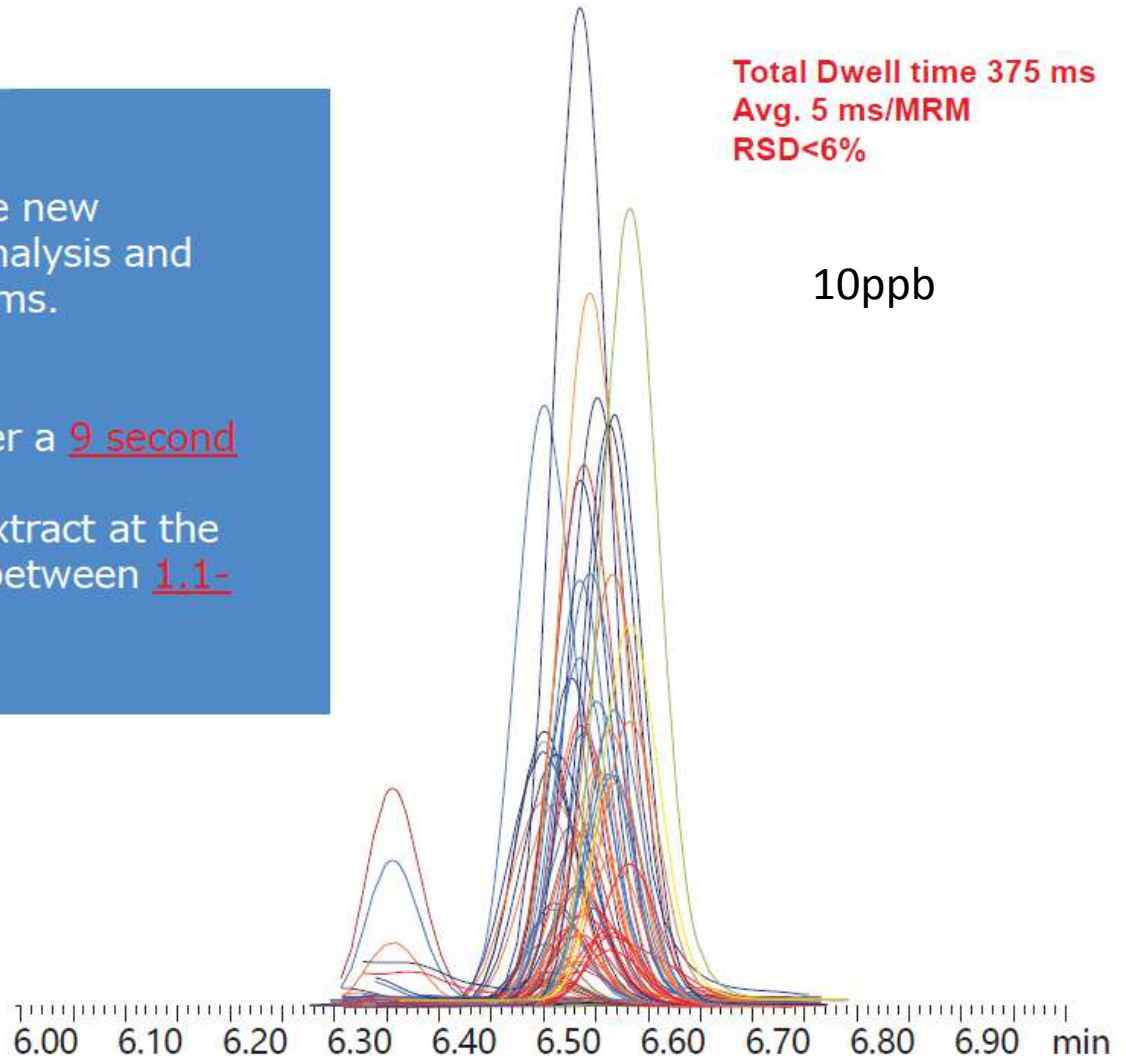
Robust detection








The LCMS-8050/8060 systems create new opportunities for high data density analysis and expanded pesticide screening programs.

For example, the peak area variation for 25 pesticides eluting over a 9 second time window (6.45-6.60 minutes) spiked into a mint matrix extract at the reporting limit of 0.01mg/kg varied between 1.1-5.9% (%RSD; n=6)

Total Dwell time 375 ms
Avg. 5 ms/MRM
RSD<6%

10ppb

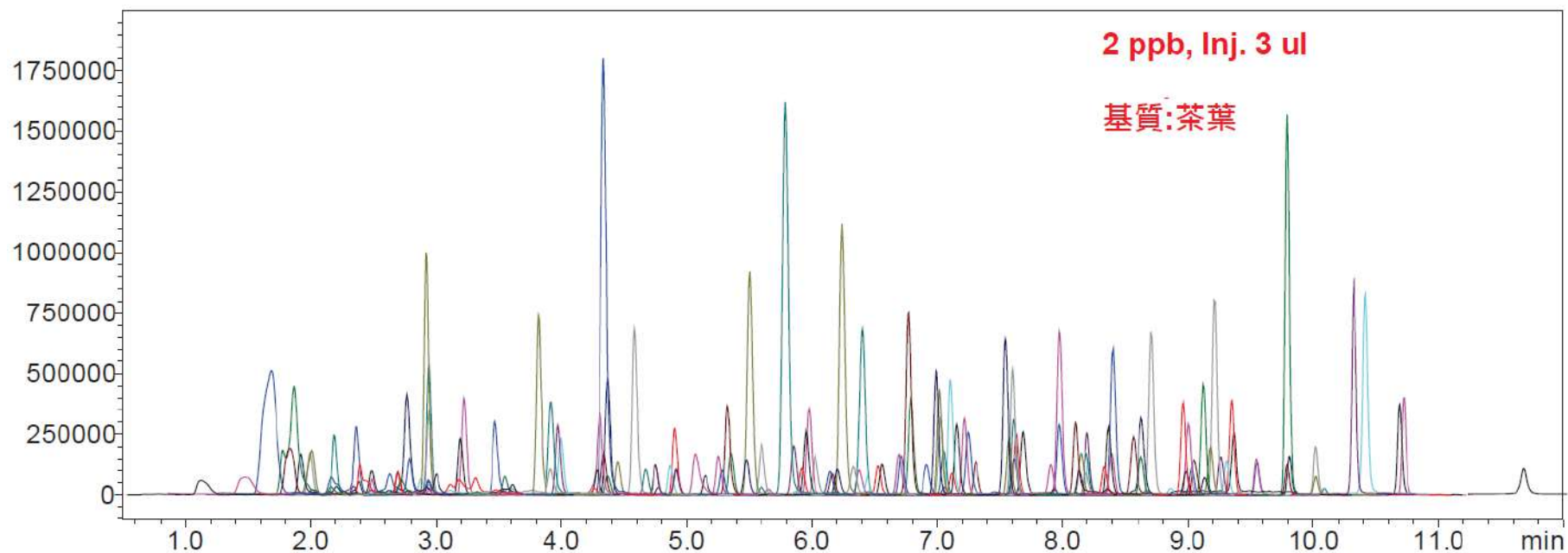


Autosampler		AutoPurge		Baseline Check Parameters			Comment	
MS	Interface	Data Acquisition	LC Time Prog.	Pump	PDA	Column Oven	Controller	
<input checked="" type="radio"/> Positive <input type="radio"/> Negative		End Time: 21.236 min		<input type="checkbox"/> MS Program <input type="button" value="Edit Valve and MS Program..."/>				
<input <="" <input="" td="" type="button" value="Scan(+)"/> <td colspan="7"></td>								
<input checked="" type="checkbox"/> CID Gas <input type="button" value="CID Gas..."/> <input type="button" value="Attenuation..."/>				<input type="button" value="Loop Time..."/>				
Type	Event#	+/-	Compound Name	m/z	Time (1.828 min - 21.236 min)			
MRM	192	-	Diffubenzuron	308.80>289				
MRM	193	-	Flubendiamide	681.00>25				
MRM	194	-	Hexaflumuron	458.80>4				
MRM	195	-	Fluazinam	462.90>415.90				
MRM	196	-	Lufenuron	508.90>326.10				
MRM	197	-	Teflubenzuron	378.90>33				
MRM	198	-	Acequinocyl Hydroxyl	341				
<div> <div>MRM</div> <div>Acq. Time: 19.058 - 20.258 min</div> <div>Compound Name: Acequinocyl Hydroxyl</div> </div>								
Ch	Precursor m/z	Product m/z	Pause Time (msec)	Dwell Time (msec)	Q1 Pre Bias(V)	CE	Q3 Pre Bi	
Ch1	341.10	186.20	1.0	18.0	24.0	31.0	11.0	
Ch2	341.20	313.30	1.0	18.0	25.0	30.0	15.0	
Ch3								
<div> <div>Event Time: 0.038 sec</div> <div>Q1 Resolution: Unit</div> <div>Q3 Resolution: Unit</div> <div> <input type="checkbox"/> Survey Event <input type="button" value="Survey Event Settings..."/> </div> <div> <div>Dependent Event: Product Ion Scan</div> <div><input type="button" value="Add"/></div> </div> </div>								

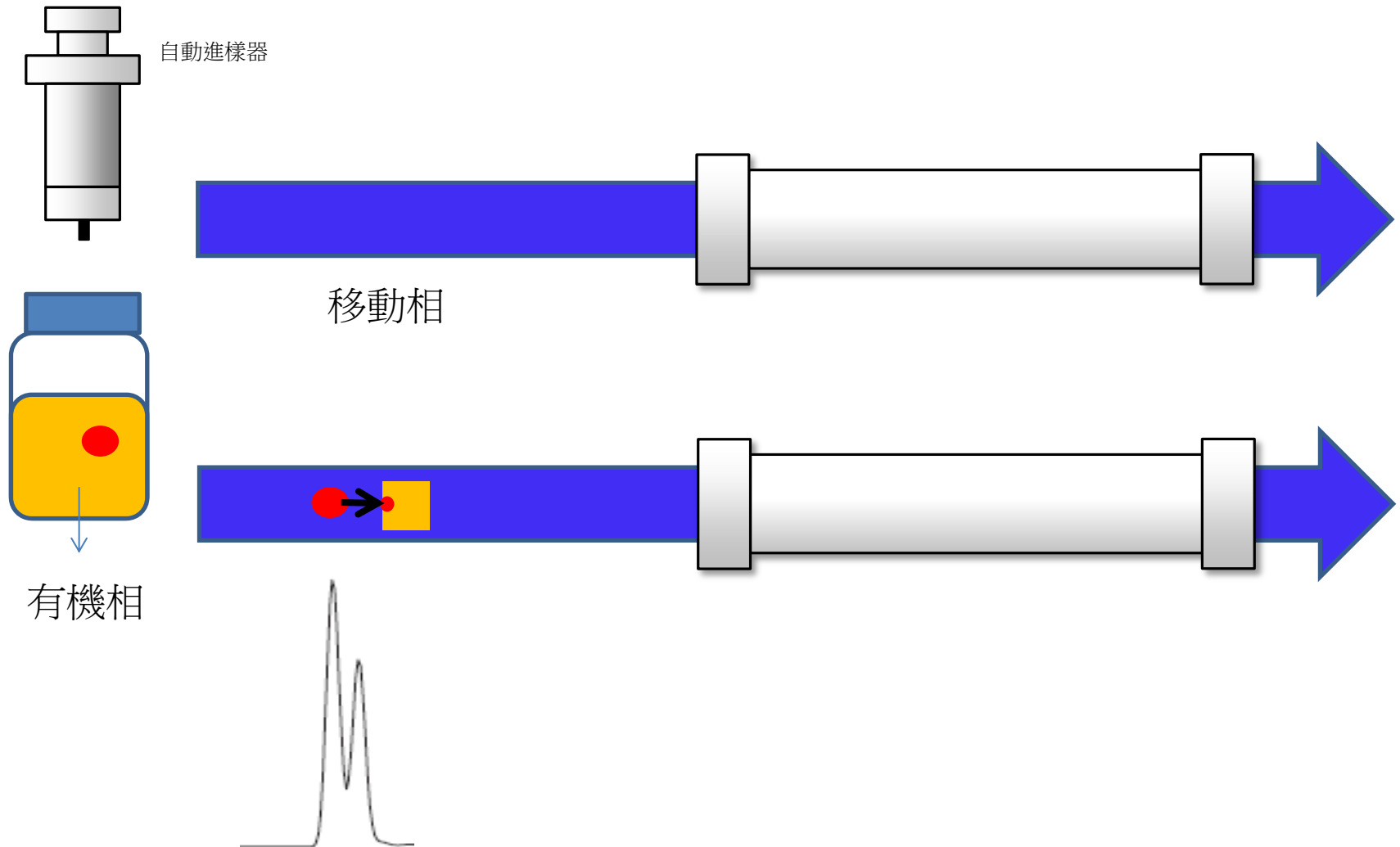
關閉

說明

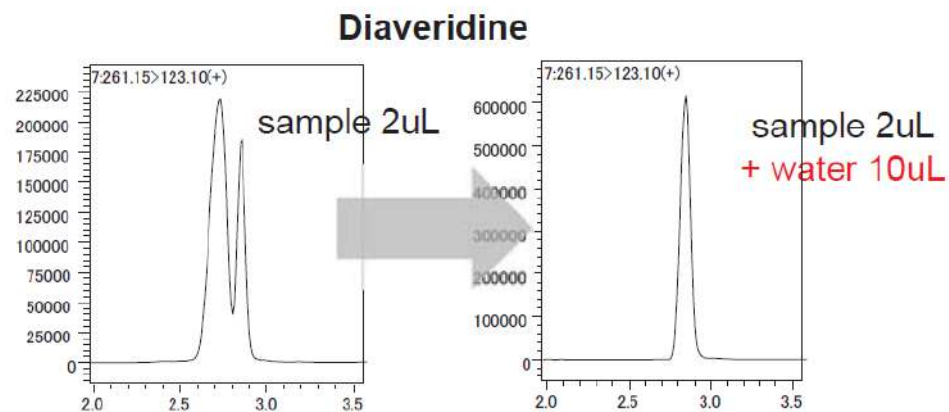
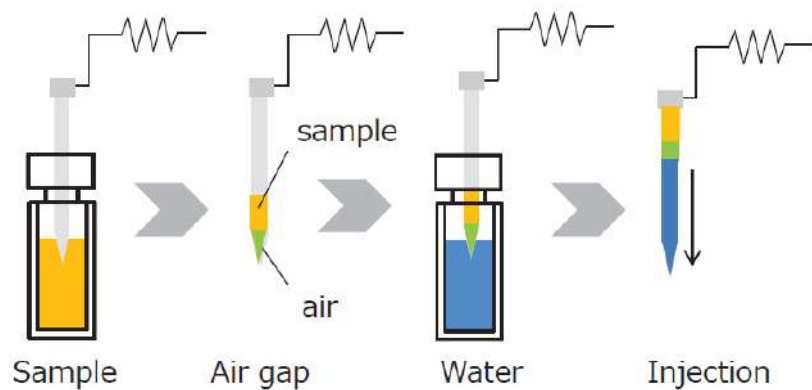
方法(五) 196農藥



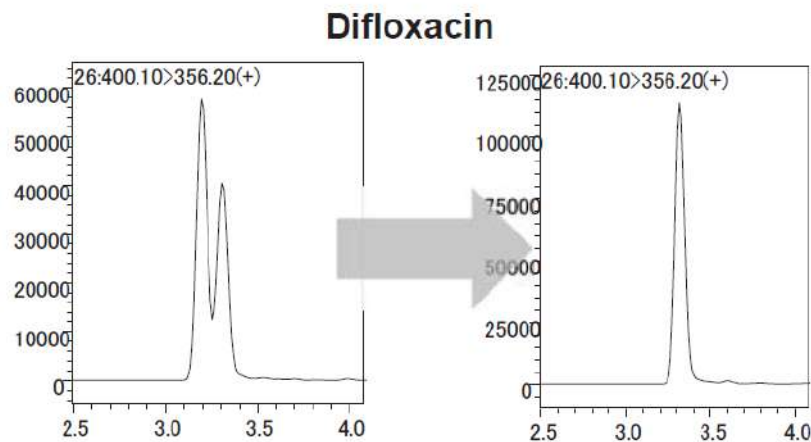
樣品溶劑與移動相



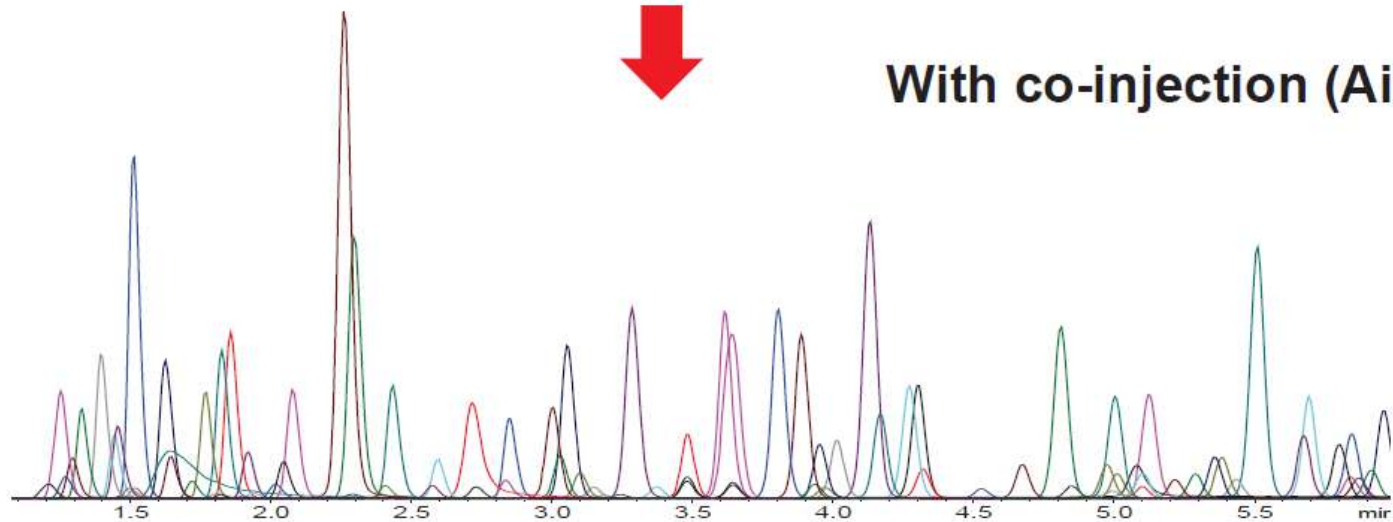
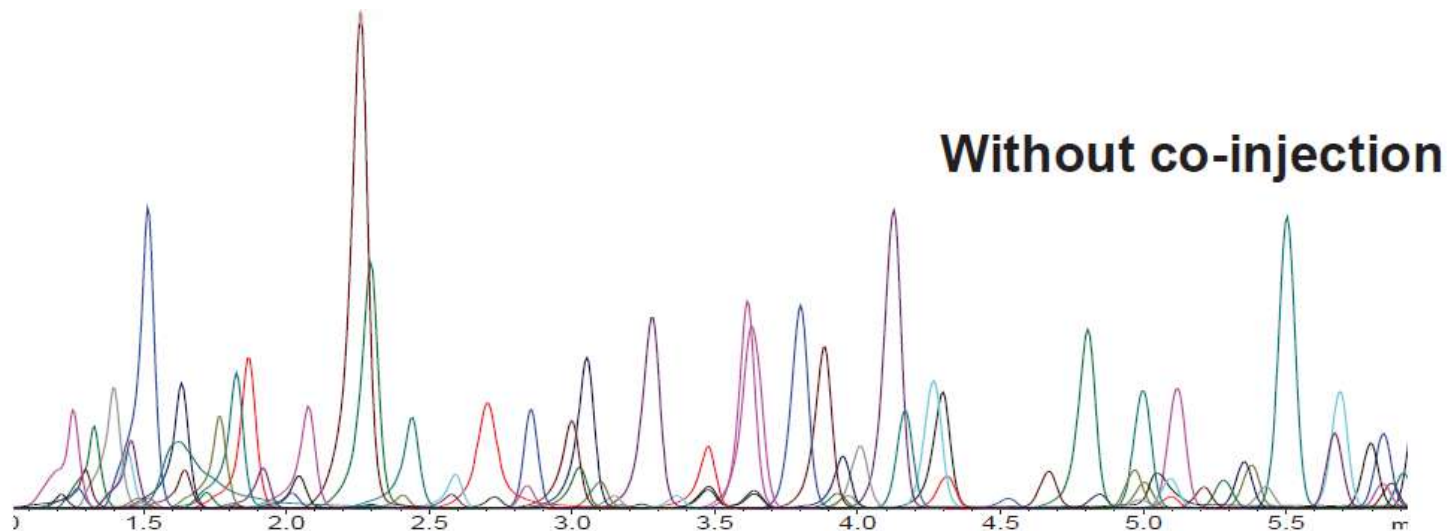
Co-injection 改善峰型



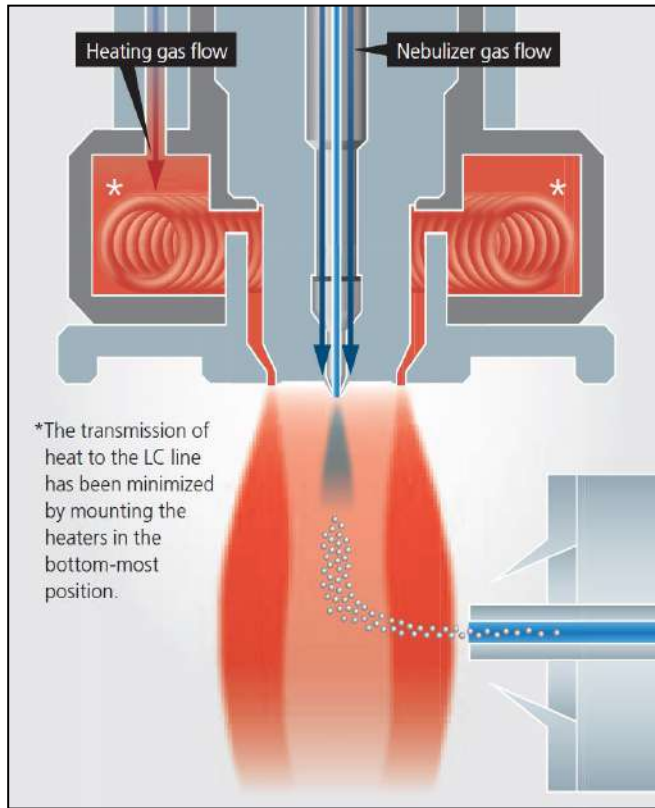
* Sample solvent was 100% MeCN



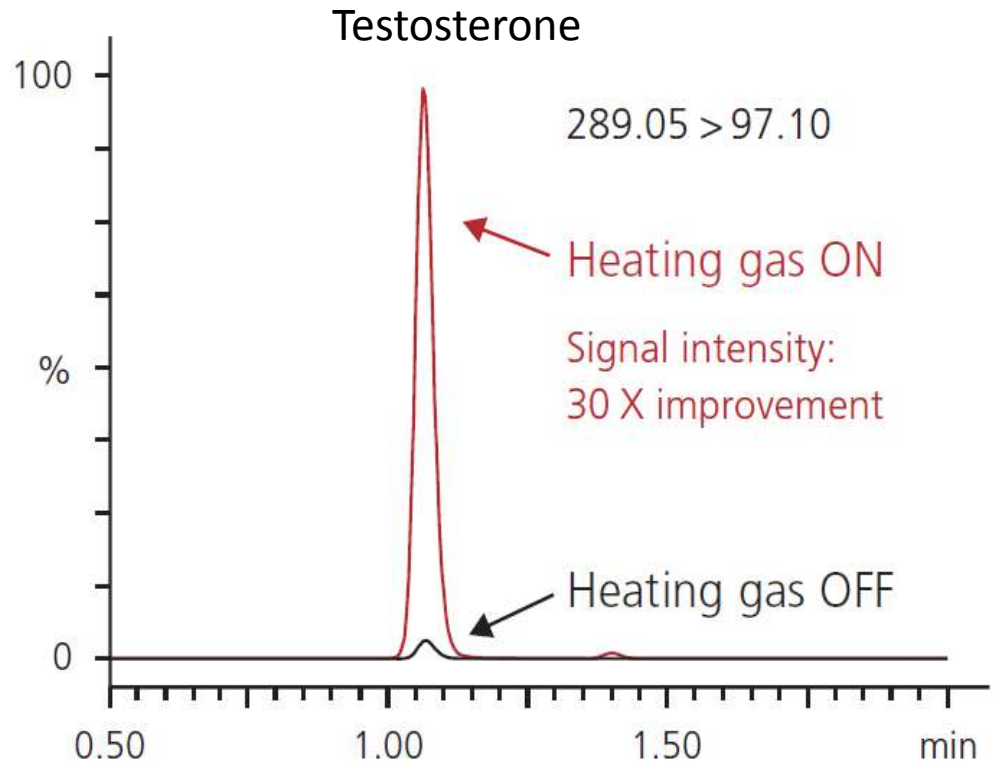
Co-injection 改善峰型



離子源溫度對農藥的影響

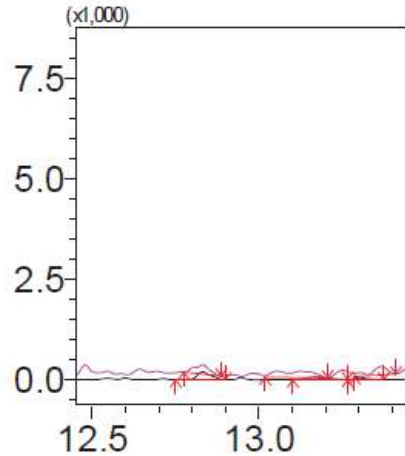


Heated ESI

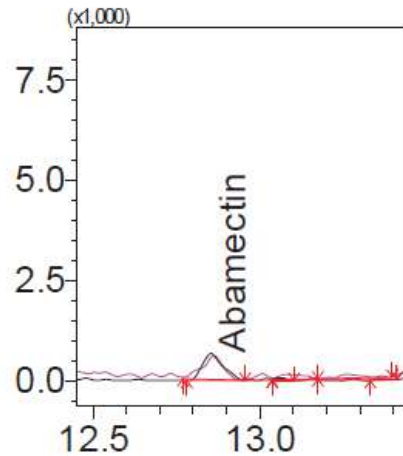


離子源溫度對農藥的影響

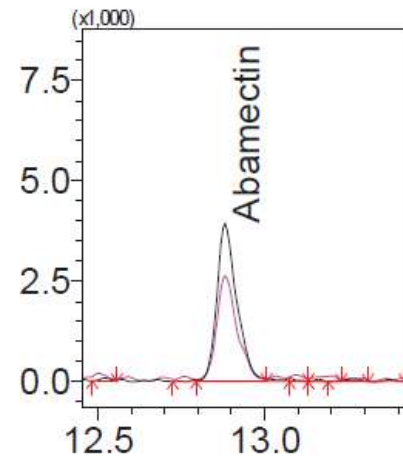
350 °C



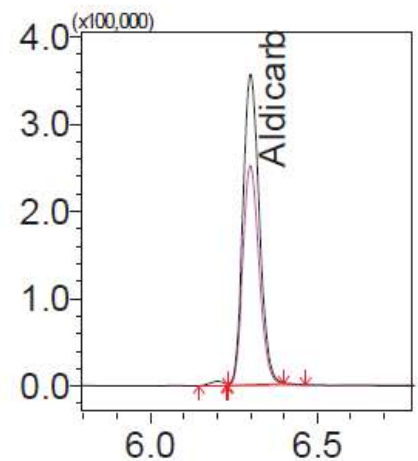
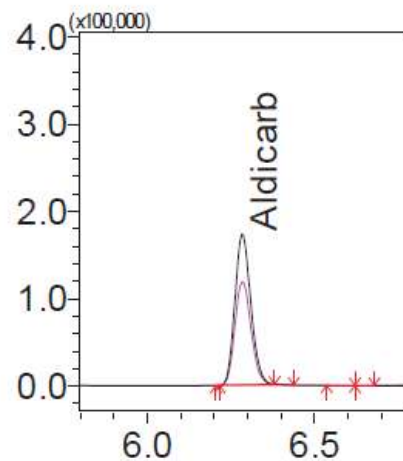
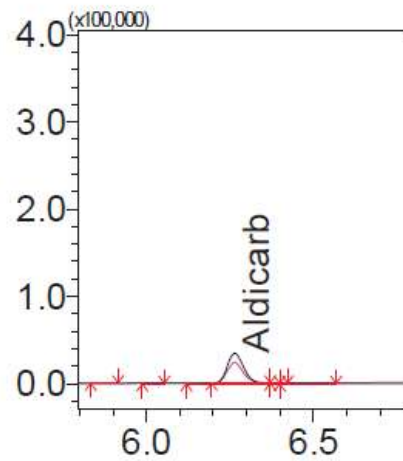
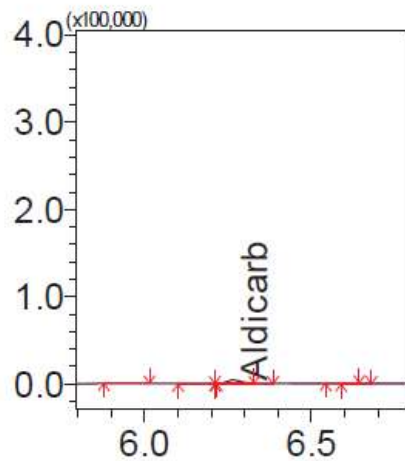
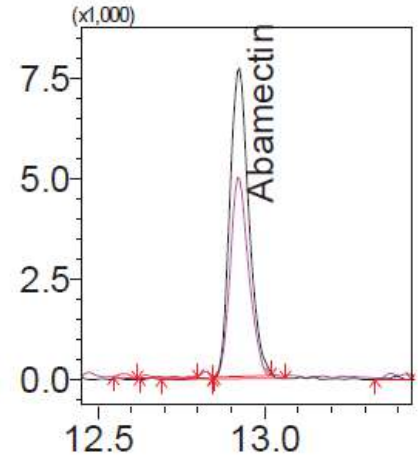
300 °C



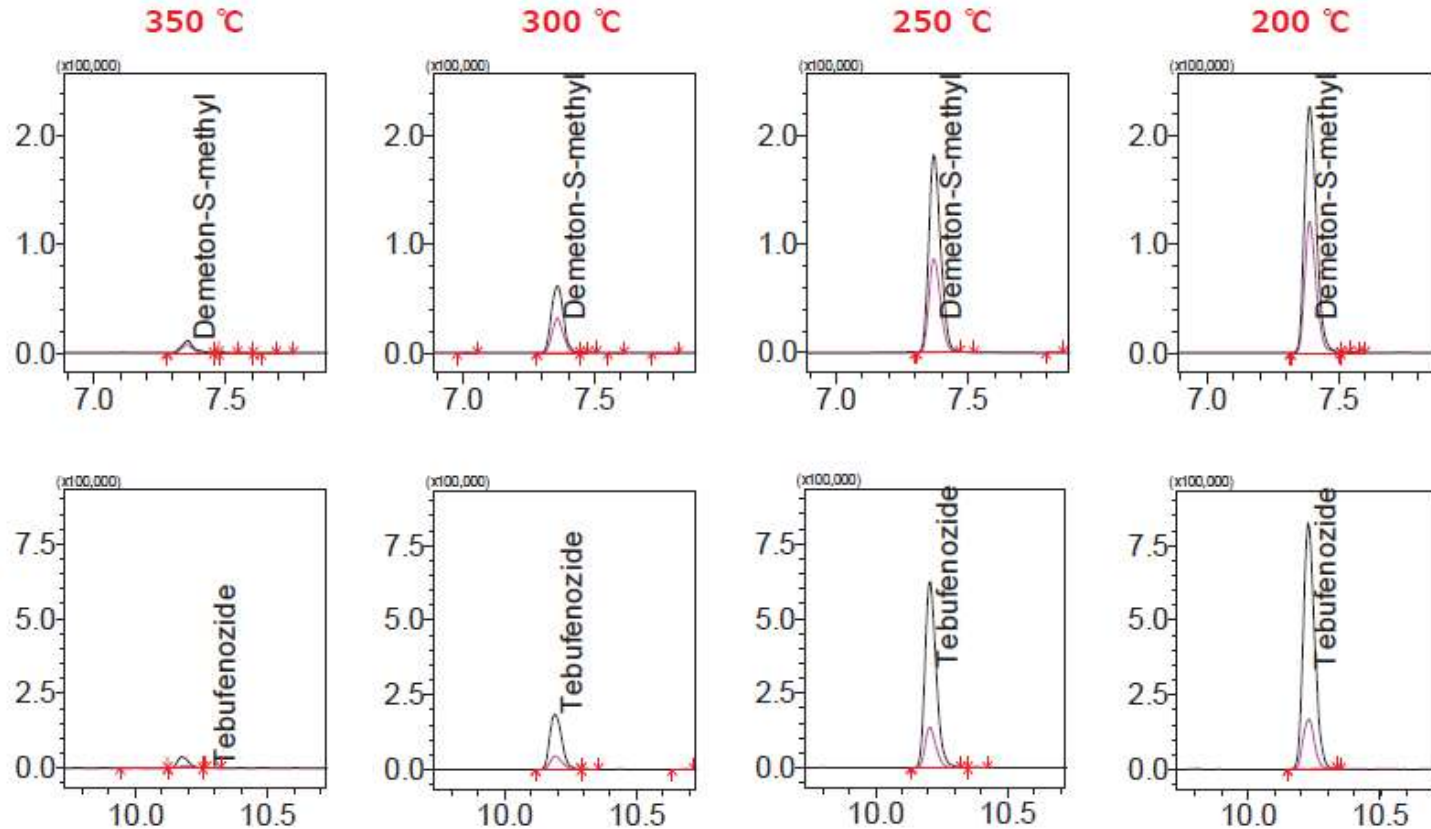
250 °C



200 °C



離子源溫度對農藥的影響



公告方法五 $34 / 196 > 15\%$
需要良好低溫游離技術

50嵐 四季春茶 芬普尼 0.003 ppm

Slam Wang
SanKing Technology Co., LTD.
30 Apr, 2015

網路: 0.001ppm 微乎其微 是誤差?

50嵐農藥殘留的真相 你 x

www.ettoday.net/news/20150423/497200.htm

雪羊視界授權轉載全文如下

<50嵐農藥殘留超標0.001ppm，但你知道農藥殘留的真相嗎？>

本羊今天一下山就收到50嵐也中標，農藥殘留超標的消息，但我卻一邊看新聞一邊買50嵐，然後邊笑邊喝，乍看之下像個智障。

身為一個農學院出身、還有冷靜思考的人，我必須就下列幾點說明我不是個“抖M”（被虐狂），只是知道真相而已：

- 1.人家50嵐超標是0.003ppm。去年七月以前國家標準是0.005ppm，去年七月修法以後才改成0.002ppm導致他超標，合理推斷超標的是庫存茶不然就是誤差（0.001ppm微乎其微），跟英國藍比起來，英國藍洗洗睡。
- 2.超標0.001ppm是什麼意思？讓我們算一下：石門水庫有效庫容量2億123萬噸，**0.001ppm是1000噸的水裡面加「1公克」的農藥**，也就是「在一座滿水位的石門水庫裡，加入202公斤的農藥」
- 3.根據行政院農委會2011年的資料顯示，台灣每公頃土地平均每年使用11.5公斤農藥；位於石門水庫主要集水區內的桃園縣復興鄉光“水蜜桃”一項種植面積就有450公頃，如果以平均數據來算，光是水蜜桃一年在石門水庫集水區內就用掉了5175公斤的農藥（而且相較於其他作物，水蜜桃需要較多的農藥），更遑論其他茶啊梨啊的種植面積了，集水區內總農藥用量絕對超過10000公斤。
- 4.請問，這超過10000公斤的農藥，有多少會隨著下雨「刷～」的一聲快樂的流到水庫裡面呢？根據研究指出，噴藥後若遇到降雨，會導致20~30%的**農藥隨著雨水流失；順帶一提，集水區的水最後都會聚集到水庫裡面。**



在2015兩岸男神榜，人人投票抽iPhone 6，男神和獎品都到碗裡來~♥



最夯遊戲 屏大俠玩給你！遊戲好不好玩？怎麼玩？屏大俠教你如何玩出遊戲精髓！



最令人噴鼻血的coser正妹是....天使臉孔魔鬼身材，一出場就是全場焦點！最美Coser...不看嗎？



一指入魂！新聞雲APP改版上線全新介面！即時提供發燒話題，跟正妹聊天不冷場，豐富資訊一手掌握，追蹤重大話題的必備懶人包！



下載檸檬APP 為生活加點酸 匯集各地最新鮮的時事趣聞、最尋常的網路次文化現象，讓你看見以前從未想像過的世界！



哈佛「豪」小子林書豪 林書豪戰力大爆發，攻守數據全面飆升！

定量誤差 $\pm 20\%$

NIEA (National Institute of Environmental Analysis) 文件編號: NIEA-PA103 共 9 頁

性：

A. 檢測方法有規定時，應依該方法規定之相對誤差值判定之。

B. 比色法之相對誤差值宜在 $\pm 15\%$ 以內。

C. 氣相層析法之相對誤差值宜在 $\pm 15\%$ 以內。

D. 氣相層析/質譜儀法之相對誤差宜在 $\pm 20\%$ 以內。

E. 液相層析法之相對誤差值宜在 $\pm 15\%$ 以內。

F. 離子層析儀法之相對誤差宜在 $\pm 15\%$ 以內。

G. 原子吸收光譜法之相對誤差值宜在 $\pm 10\%$ 以內。

H. 汞冷蒸氣分析法與砷氫化物分析法宜在 $\pm 30\%$ 以內。

I. 電熱式原子吸收光譜法之相對誤差值宜在 $\pm 20\%$ 以內。

J. 感應耦合電漿/發色光譜法之相對誤差值宜在 $\pm 10\%$ 以內。

K. 依檢驗室自行設定之管制範圍判定之。

(6) 除非檢測方法中有另外的校正確認規範，否則，待測物的

方法(五) 農殘標準 0.002ppm

部授食字第1031900615號附件(檢驗方法).pdf - Adobe Acrobat

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 視窗(W) 說明(H)

建立 ▾ | 圖示 | 16 / 25 | 115% | 工具 | 注釋 | 共用

芬普尼

101 年 7 月 10 日署授食字第 1011902376 號公告
102 年 9 月 6 日部授食字第 1021950329 號公告修正
103 年 7 月 3 日部授食字第 1031900615 號公告修正

表二、本達隆等 6 項農藥之多重反應偵測模式參數及定量極限(LC/MS/MS 負離子模式)

項次	分析物		定量離子對			定性離子對			定量極限(ppm)		
	英文名	中文名	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	前驅離子(m/z)> 產物離子(m/z)	進樣錐電壓 (V)	碰撞能量 (eV)	蔬果類 ^a	穀類 ^b	茶類 ^c
1	Bentazone	本達隆	239>132	35	25	239>137	35	20	0.01	0.02	0.05
2	Diflubenzuron	二福隆	309>289	20	10	309>156	20	10	0.01	0.02	0.05
3	Fipronil	芬普尼	435>330	25	20	435>250	25	25	0.001	0.001	0.002
4	Fluazinam	扶吉胺	463>416	30	20	463>398	30	20	0.01	0.02	0.05
5	Lufenuron	祿芬隆	509>326	25	20	509>175	25	40	0.01	0.02	0.05
6	Teflubenzuron	得福隆	379>339	20	10	379>196	20	20	0.01	0.02	0.05

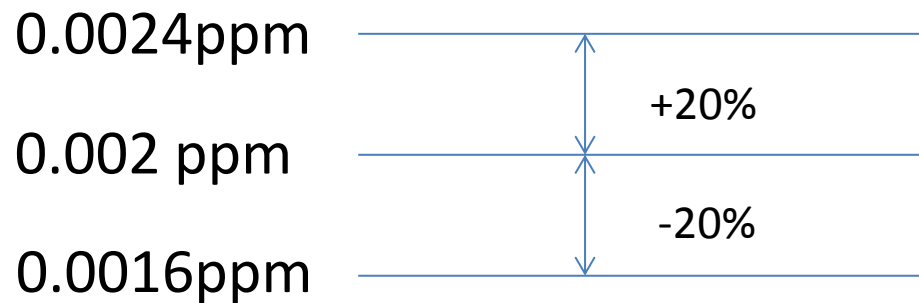
^a適用於蔬果類、香辛植物及其他草本植物(鮮食)。

^b適用於穀類及乾豆類。

^c適用於茶類、香辛植物及其他草本植物(乾燥)。

定量誤差

- $0.002 \text{ ppm} \Rightarrow \pm 20\%$



- 測出來的值 = 0.003 ppm

$$0.003 - 0.002 / 0.002 = 50\%$$

風險評估: 危害

- 這次驗出來的農藥是茶葉中芬普尼含量3 ppb
- 芬普尼 (Fipronil) : 為一種殺蟲劑
- 由動物試驗發現過度暴露可能危害健康
- 動物服下芬普尼會出現蒼白、瘦弱、弓身、呼吸異常、
- 身體顫抖、步伐及體態不正常及攝食量減少、肝腫大情形
- 芬普尼的ADI值(註1)為0.0002 mg/kg bw
- 假設一個人60 kg
- ADI值為 $0.0002 \times 60 = 0.012$ mg
- 茶葉中芬普尼含量3 ppb相當於
- 每1 kg茶葉含0.003 mg的芬普尼
- 所以一般人要吃4 kg的茶葉(註2)才會超過ADI值

註1

每人每日容許攝入量值 (Acceptable Daily Intake, 簡稱 ADI 值)
 NOEL (no observed effect level) 為無毒害劑量值
 是經動物實驗 (2 年餵食慢毒試驗、致變異性試驗、致腫瘤性試驗、致畸胎性試驗等)
 實驗結果均可以無毒害的劑量值
 但人與動物畢竟是有所差異, 因此轉換應用在人的時候
 會考慮一個安全係數通常為 10~1000
 當 NOEL 值除以安全係數, 則可得到每人每日容許攝入量值 (ADI 值)
 其單位為 mg/kg body weight/day
 即每公斤體重的人每天接觸而不會有任何病變的劑量

註2

目前農藥檢測公告方法五是以茶葉作為檢測基質而非茶湯

茶葉, 茶湯

- 台灣目前所用在茶葉的農藥中 幾乎都是施用脂溶性的農藥
- 而現在的檢驗方式是將茶葉磨成粉後 再交給儀器去分析檢測
- 若是拿茶湯去做檢測 農藥驗出的機率低
- 芬普尼是脂溶性的農藥

TFDA 芬普尼 說明

衛生福利部 - 焦點新聞

103年衛生福利部新聞

102年衛生福利部新聞

101年衛生署新聞

100年衛生署新聞

99年衛生署新聞

98年衛生署新聞

97年衛生署新聞

瀏覽人數：15691762

www.mohw.gov.tw/CHT/Ministry/DM2_P.aspx?f_list_no=7&fod_list_no=5311&doc_no=49101

拖拽上传

4月新聞

建檔日期：2015/04/24
 更新時間：2015/04/24

[f](#)
[g+](#)
[t](#)
[r](#)
 | 轉寄好友 | 友

茶葉之農藥芬普尼殘留容許量依程序修正

資料來源：食品藥物管理署

食藥署再次澄清農藥芬普尼(Fipronil)尚未核准使用於茶葉，依食安法所定「農藥殘留容許量標準」係以正面表列方式訂定，未訂定容許量即不得檢出，如檢出微量易影響農產產銷及民眾恐慌，對於未准用作物之農藥容許量，參考歐盟及日本之管理模式，於99年12月依檢驗方法之檢出限量訂為容許量標準。考量檢驗分析方法會與時精進，因此，在此類容許量標準旁加註「*」：「指公告檢驗方法之檢出限量，如有修正檢驗方法，依最新公告者為準。」

食藥署於103年7月3日公告修正食品中殘留農藥檢驗方法，已將茶葉之農藥芬普尼檢出限量由0.005ppm修正為0.002ppm，並自即日生效，故自該日起殘留容許量由原來之0.005ppm準用為0.002ppm。食藥署再次強調，依規定目前茶葉之農藥芬普尼殘留容許量準用為0.002ppm。

普芬尼: 脂溶性農藥



殘留芬普尼茶葉 避免長時間浸泡高溫水中



2015-04-24 12:42

〔記者黃文鎧／台南報導〕知名連鎖茶飲店陸續傳出茶葉殘留農藥芬普尼事件，農委會茶葉改良場表示，國內茶葉禁止使用芬普尼，這些茶葉應該都是來自東南亞，雖然芬普尼是脂溶性農藥，因此在東南亞許多國家仍被列為可以使用在茶葉的農業，但仍須避免長時間浸泡在高溫水中，否則還是可能對人體造成傷害。



茶改場凍頂工作站站長黃正宗指出，芬普尼一般多使用在紅茶，較少在綠茶中發現，在我國禁用於茶葉，就算偶爾驗出，也是因為鄰近果園污染所致，因此僅訂出殘餘限量。

近年來，連鎖茶飲及包裝茶葉者，多從越南、印尼、錫蘭甚至印度等地進口茶葉，

熱門關鍵字

大巨蛋 劉政鴻 陳水扁 宮廟 朱立倫
謝典霖 AV女優 紀國棟
課綱微調 浮洲合宜宅 李燕 朱習會
中國 楊又穎 車禍 隋棠
酒駕 MLB 柯文哲 馬英九 高醫大
遠雄 地震 尼泊爾 EXO
王金平 凱蒂佩芮 醫學系 眼鏡蛇
習近平 顏寬恒 劉文雄 國民黨 美國 三角戀

近期網友關注

瀏覽記錄

- 1 小禎病痛苦 胡瓜：誰來照顧我
- 2 2天後自殺 方馨急喊話
- 3 摩鐵貓眼反裝 情侶八爪椅嘿咻 門外看光

半衰期

fipronil950502.pdf - Adobe Acrobat

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 視窗(W) 說明(H)

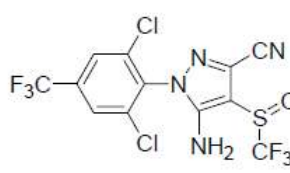
建立 ▾ | 圖示 | 110% | 工具 | 注釋 | 共用

1 / 6

普通名稱：芬普尼 (CIPAC No. 581)

化學名稱：(±)-5-amino-1-(2,6-dichloro- α, α, α -trifluoro-*p*-tolyl)-4-trifluoromethyl-sulfinylpyrazole-3-carbonitrile (IUPAC). 5-amino-[2,6-dichloro-4-(trifluoromethyl)phenyl]-4-[(1*R*,*S*) (trifluoromethyl)sulfinyl]-1*H*-pyrazole-3-carbonitrile (CA; 120068-37-3).

化學結構：



分子式：C₁₂H₄Cl₂F₆N₄OS

分子量：437.2

理化性質：

- 外觀：白色固體。
- 熔點：200-201 °C (原體 195.5-203 °C)。
- 蒸氣壓：3.7×10⁻⁴ mPa(25 °C)。
- 溶解度：水 1.9 (pH5), 2.4 (pH9), 1.9 (蒸餾) (均為 mg/L, 20 °C)。丙酮 545.9、二氯甲烷 22.3、正己烷 0.028、甲苯 3.0 (均為 g/L, 20 °C)。
- 安定性：水 pH 5, pH 7 安定；pH 9 (半衰期約 28 天) 緩慢水解。對熱安定。日光緩慢惡化 (在12 天連續照射後損失3%)，水溶液 (半衰期約 0.33 天) 快速分解。

複驗

市衛生局向台中衛生局申請複驗，1日檢驗結果出爐，結果芬普尼0.003ppm依然是超標，將函覆台南衛生局後續查處。

中市衛生局指出，4月27日收到台南市政府衛生局函轉50嵐通知，表市自行送驗的四季春茶農藥殘留超標檢驗結果可能有誤差，希望申請複驗，當日就針對台中大里區50嵐大明店的「四季春茶」進行複驗，結果1日出爐，仍然跟上次同樣檢出0.003ppm，與業者自稱符合規定情況不符。

總部在台南市「50嵐」連鎖飲料店，旗下一款飲料四季春茶葉4月被台中市衛生局檢驗出芬普尼含量達0.003ppm，超過標準值0.001ppm。當時台南市衛生局獲報，前往50嵐的總公司稽查，發現有問題的四季春茶共7568公斤均已售出，恐都已經喝下肚，隨後封存另一批1581公斤的四季春茶葉。

由於法規在去年7月修法以前，芬普尼的含量標準值是0.005ppm，修法之後改為0.002ppm，因此原本衛生局正釐清這批四季春茶葉的製造日期是否在修法之前。台南市衛生局之後確認，該批茶葉是去年7月後進貨，屬違規範圍，要求同批茶葉全面下架。但50嵐認為檢驗有誤差，自行檢驗合格又申請複驗，仍然沒過關。



6. 宜蘭員山爆毒狗案 3天15隻暴斃
7. 沙鹿車禍3死 聽聲音就知道釀了
8. 導航陪審 長髮少女跌進荒地草叢
9. 地磚加下雨超滑 騎士自摔險被輾
10. 聯結車連環撞撞27車 釀3死5傷

更多

熱門快報



媽呀！母親節我要送什麼？有多久沒跟媽媽一起旅行？來許願就送妳親子同遊韓國、溫泉山林之旅、無敵海景輕旅行！



女孩們，選男友的時間到了！高顏值、新鮮肉的頂級男神，都在2015兩岸男神榜。天天投票抽iPhone 6，男神和獎品都到碗裡來～♥



火影忍者新世代接班人出爐！《火影忍者》還沒完結！預計8月上映的新時代劇場版，主角是鳴人的兒子！



真人版庫伊拉現身？！絕妙絕倫的姿態和邪惡的表情，連狗都看了都害怕的「庫伊拉」



顯示所有下載...

mobile01-c34ab92...jpg

mobile01-b7f749d...jpg

mobile01-0f0efbb...jpg

F2015L00452 (1).pdf

F2015L00452.pdf

“農藥” 嘉磷塞”



會農藥燕麥產品清單

資料來源／食品藥物管理署

製表／陳明森

聯合報

大潤發		家樂福		好市多		廣紘國際		遠東City's Super		富元食品		達國食品	
													
Coach's Oats 早餐燕麥片	美國進口QUAKER 即時快煮燕麥片	美國進口 傳統燕麥片	美國進口 即食燕麥片	美國進口QUAKER 燕麥片	鮑伯紅磨坊 即食燕麥	FIFTY50 心型燕麥片	McCANN's愛爾蘭 快熟燕麥片	澳洲燕麥片	大燕麥片				
2017.01.06到期	2017.01.06到期	2017.03.28到期	2017.03.22到期	2017.03.30到期	2017.11.29到期	2016.07.28到期	2016.10.06到期	2017.03.21到期	2017.01.13到期				

佳格食品股份有限公司
桃園市大園區和平西路一段369號

報告編號: FA/2016/53444

日期: 2016/05/18

頁數: 1 of 2



以下測試之樣品係由申請廠商所提供並確認資料如下:

產品名稱: 佳格即沖即食大燕麥片800gE20180316
樣品狀態: 請參考報告末頁樣品照片
產品型號: —
產品批號: —
申請廠商: 佳格食品股份有限公司
製造日期: —
有效日期: —
收樣日期: 2016/05/17
測試日期: 2016/05/17

測試結果:

測試項目	測試方法	測試結果	定量/偵測 極限(註3)	單位
嘉磷塞	本測試參考衛生福利部於102年07月11日公告之建議檢驗方法: Quick Method for the Analysis of Residues of Highly Polar Pesticides in Foods of Plant Origin Involving Simultaneous Extraction with Methanol and LC-MS/MS Determination (QuPPE-Method). EU Reference Laboratory for Pesticide Requiring Single Residue Methods.	未檢出	0.2	ppm(mg/kg)

備註: 1. 測試報告僅就委託者之委託事項提供測試結果, 不對產品合法性做判斷。
2. 本報告不得分給或挪移使用。
3. 若該測試項目屬於定量分析則以「定量極限」表示; 若該測試項目屬於定性分析則以「偵測極限」表示。
4. 低於定量極限/偵測極限之測定值以「未檢出」或「陰性」表示。
- END -

Kuo-Huang
Signed for and on behalf of
SGS Taiwan Ltd.

連結至SGS安心資訊平台
聯絡人: 任志正 博士



此報告是本公司依照背面所印之通用服務條款所簽發, 此條款可在本公司網站<http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions.aspx>閱覽。凡電子文件之格式依<http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions/Terms-a-Document.aspx>之電子文件期限與條件處理。請注意條款有關於責任、賠償之限制及管轄權的約定。任何持有此文件者, 請注意本公司製作之結果報告書將僅反映執行時所紀錄且於接受指示範圍內之事實。本公司僅對客戶負責, 此文件不妨礙當事人在交易上權利之行使或義務之免除。未經本公司事先書面同意, 此報告不可部份複製、任何未經授權之變更、偽造、或曲解本報告所顯示之內容, 皆為不合法, 違犯者可能遭受法律上最嚴厲之追訴。除非另有說明, 此報告結果僅對測試之樣品負責。

佳格食品股份有限公司
桃園市大園區和平西路一段369號

報告編號: FA/2016/53444

日期: 2016/05/18

頁數: 2 of 2



樣品照片

FA/2016/53444



FA/2016/53444



此報告是本公司依照背面所印之通用服務條款所簽發, 此條款可在本公司網站<http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions.aspx>閱覽。凡電子文件之格式依<http://www.sgs.com/en/Terms-and-Conditions/Terms-a-Document.aspx>之電子文件期限與條件處理。請注意條款有關於責任、賠償之限制及管轄權的約定。任何持有此文件者, 請注意本公司製作之結果報告書將僅反映執行時所紀錄且於接受指示範圍內之事實。本公司僅對客戶負責, 此文件不妨礙當事人在交易上權利之行使或義務之免除。未經本公司事先書面同意, 此報告不可部份複製、任何未經授權之變更、偽造、或曲解本報告所顯示之內容, 皆為不合法, 違犯者可能遭受法律上最嚴厲之追訴。除非另有說明, 此報告結果僅對測試之樣品負責。

農產品中殘留農藥檢驗之建議方法清單

編號	品項		建議方法
	英文名稱	中文名稱	
1	Cycloxydim	環殺草	The German Institute for Standardization. 2009. Foods of plant origin— Determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and cleanup by dispersive SPE – QuEChERS-method. English version of DIN EN 15662:2009-02.
2	Diphenylamine	二苯胺	
3	Etridiazole	依得利	
4	Imazapyr	依滅草	
5	MCPB	加撲草	
6	Piperonyl butoxide	協力精	
7	Thiofanox	硫伐隆	
8	Thiometon	硫滅松	
9	Triclopyr	三氯比	
10	Chlormequat	克美素	Quick Method for the Analysis of Residues of Highly Polar Pesticides in Foods of Plant Origin Involving Simul-taneous Extraction with Methanol and LC-MS/MS Determination (QuPPE-Method)
11	Cyromazine	賽滅淨	
12	Fosetyl-Al	福賽得	
13	Glyphosate	嘉磷塞	
14	Kasugamycin	嘉賜黴素	
15	Maleic Hydrazide	抑芽素	
16	Paraquat	巴拉刈	

嘉磷塞

食品中殘留農藥檢驗方法 - 極性農藥及其代謝物多重殘留分析方法(TFDAP0006.00).pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

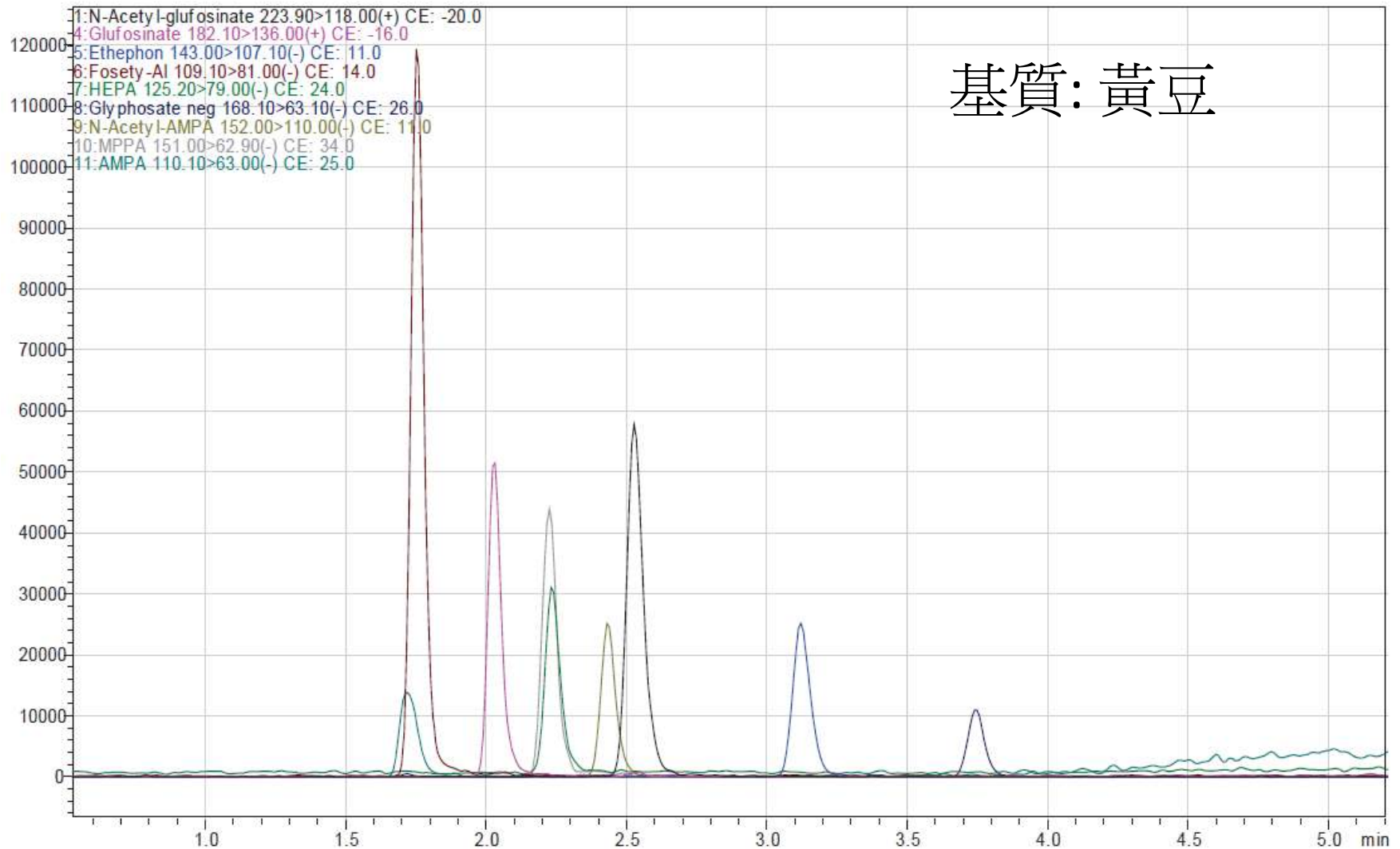
1 / 8 143% 尋找

公開日期：106 年 4 月 19 日
TFDAP0006.00

食品中殘留農藥檢驗方法－極性農藥及其代謝物多重殘留分析方法
Method of Test for Pesticide Residues in Foods- Multiresidue Analysis of Polar
Pesticides and their Metabolites

- 適用範圍：本檢驗方法適用於穀類及乾豆類中嘉磷塞(glyphosate)及其代謝物等10品項極性農藥殘留之檢驗。
- 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀 (liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。
 - 裝置：

Glyphosate





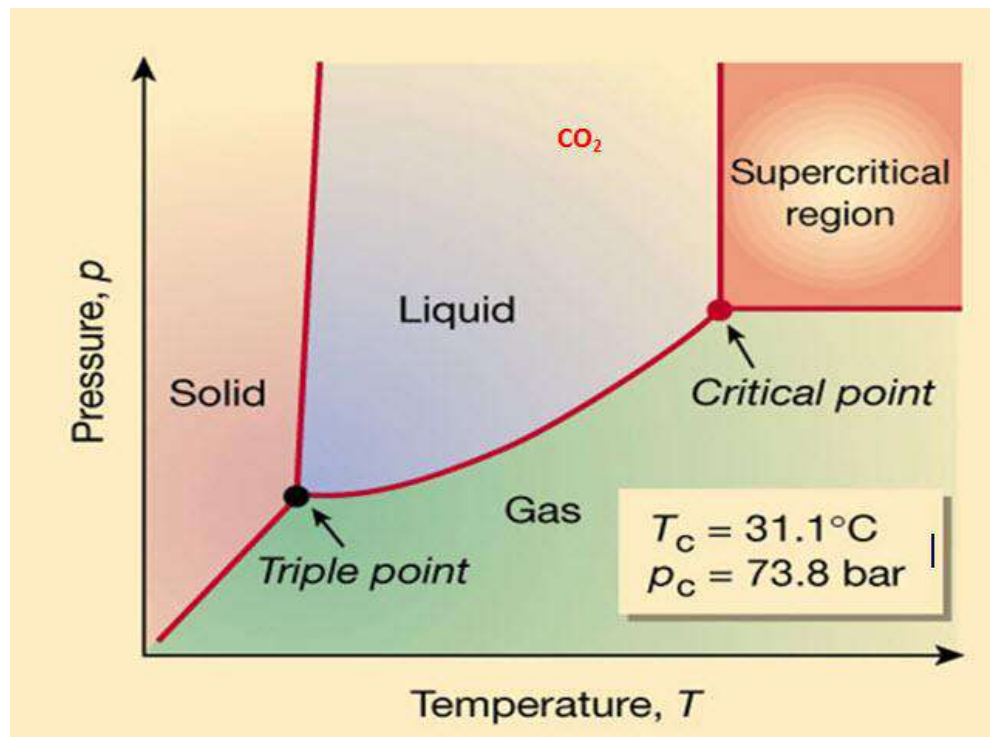
Nexera UC

On-Line SFE-SFC-MS

SanKing Tech.,

SuperCritical Fluid

- Low viscosity
- High diffusivity
- Density is greatly transmutable continuously



	Density (g cm^{-3})	Diffusion ($\text{cm}^2 \text{ s}^{-1}$)	Viscosity ($\text{g cm}^{-1} \text{ s}^{-1}$)
Gas	10^{-3}	10^{-1}	10^{-4}
Supercritical fluid	$10^{-1} - 1$ <i>Liquid-like</i>	$10^{-4} - 10^{-3}$ <i>Liquid-like</i>	$10^{-4} - 10^{-3}$ <i>Gas-like</i>
Liquid	1	$< 10^{-5}$	10^{-2}

* CO_2 : hydrophobic separation

Dr. Takeshi Bamba

**8th International Conference
on Packed Column SFC**

Potential of supercritical fluid chromatography/mass spectrometry in metabolic profiling

October 10, 2014

Basel, Switzerland

Takeshi BAMBA

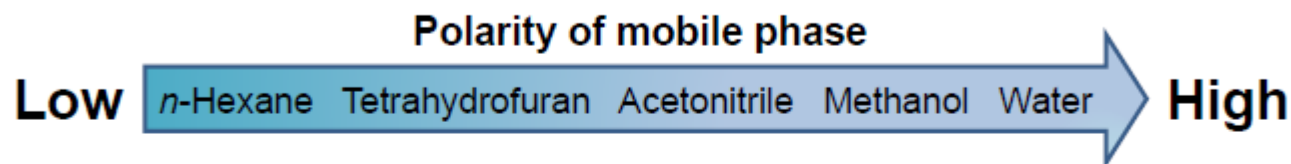


Osaka Univ.
Dr. Takeshi Bamba

Dr. 馬場健史

**Department of Biotechnology, Graduate School
of Engineering, Osaka University, Japan**
bamba@bio.eng.osaka-u.ac.jp

Expanding the range of applications of SFC

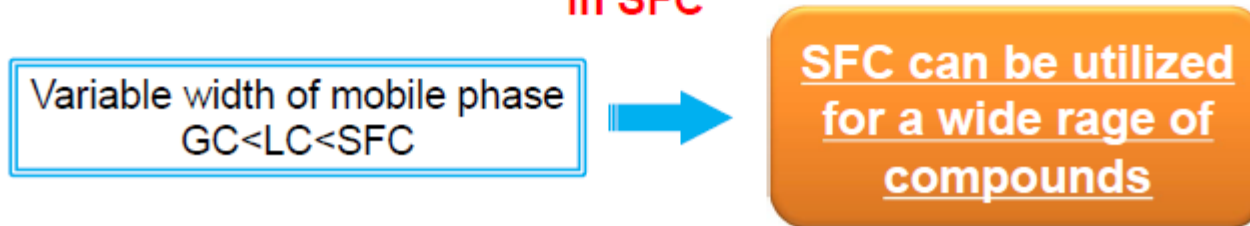


Separation depends on the polarity of the mobile phase

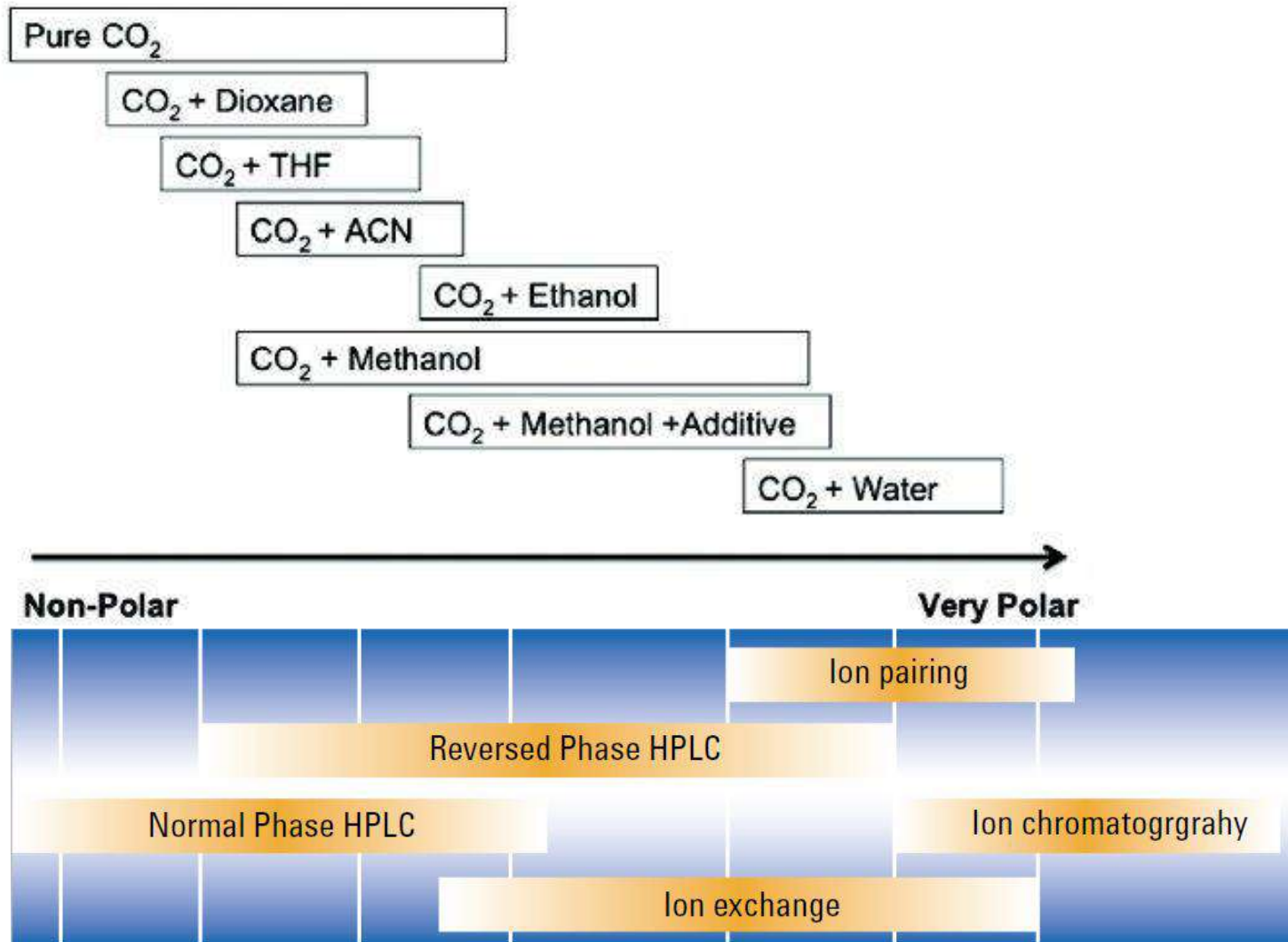
- ✓ Low polarity: suitable for hydrophilic compounds (lipids etc.)
- ✓ High polarity: suitable for hydrophilic compounds (amino acids, organic acids sugars etc.)

How to conduct simultaneous analysis of compounds with varying properties?

The polarity of the mobile phase can be drastically changed in SFC

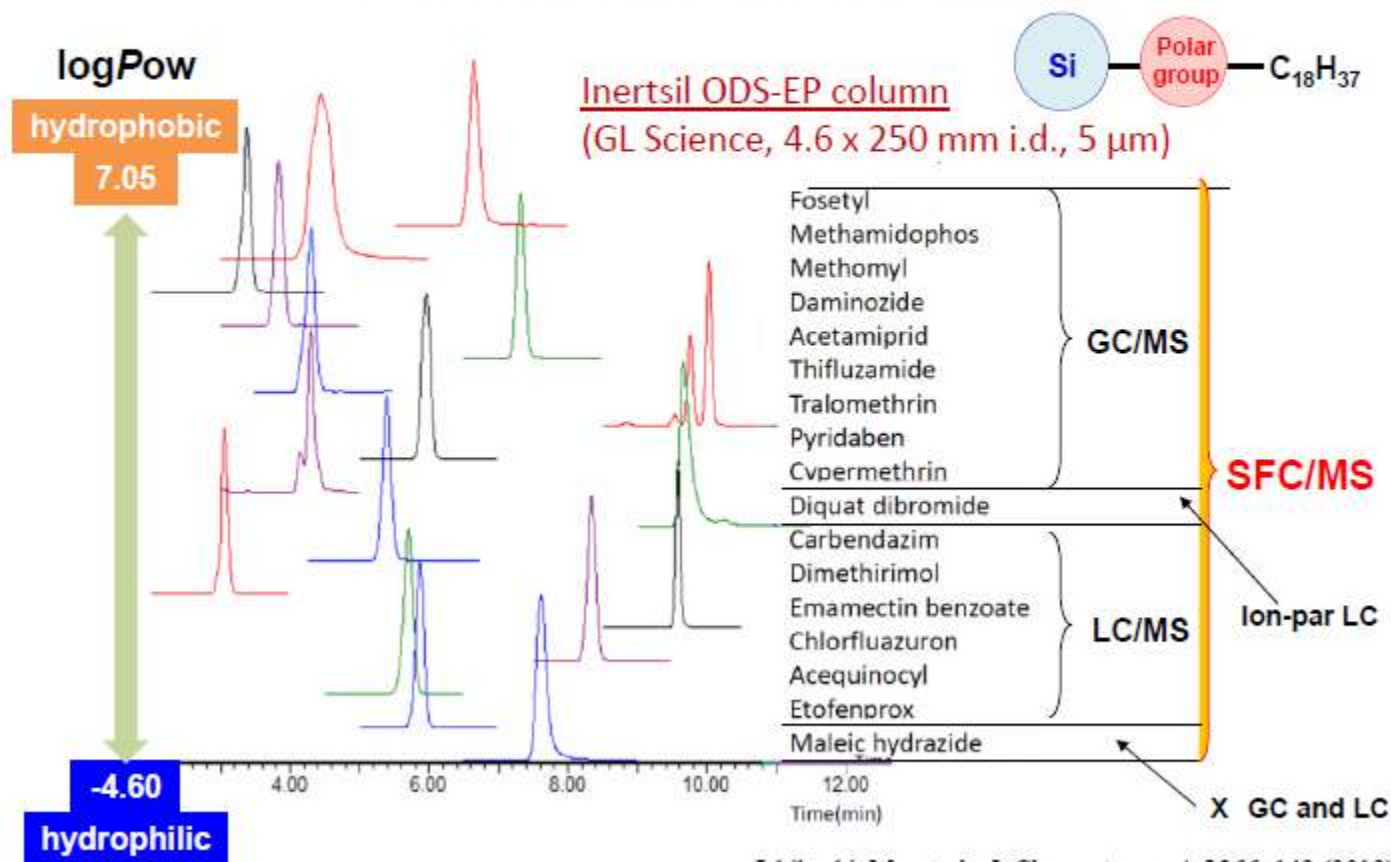


Width range



Pesticides analysis

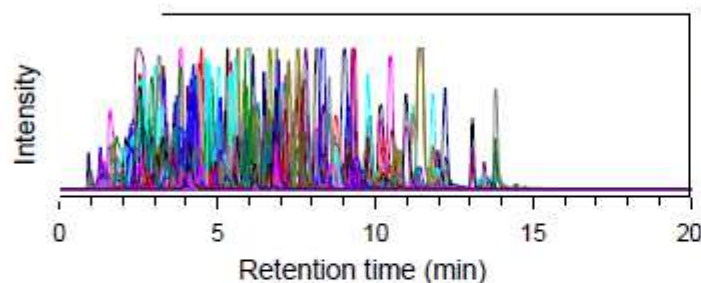
High-throughput and simultaneous analysis of pesticides by SFC/MS



Pesticides analysis

Simultaneous analysis of pesticides using SFC/MS/MS

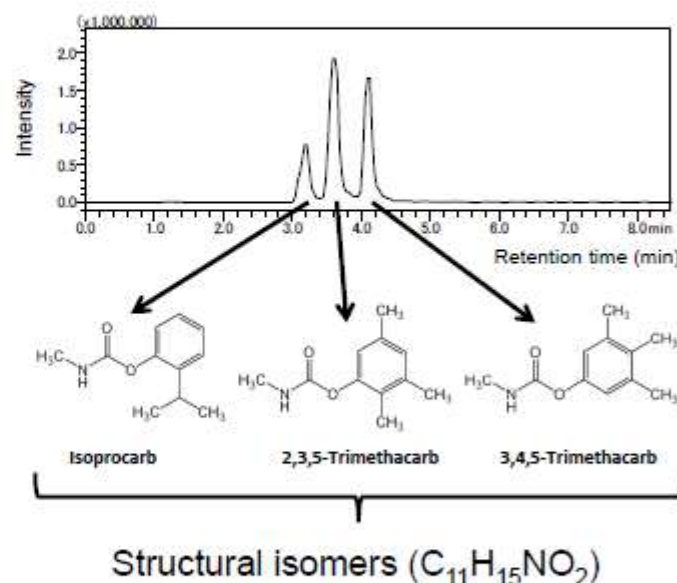
SFC/MS/MS chromatograms of 505 pesticides



Reproducibility

- Retention time: RSD < 0.3%
- Peak area : RSD < 6.1%

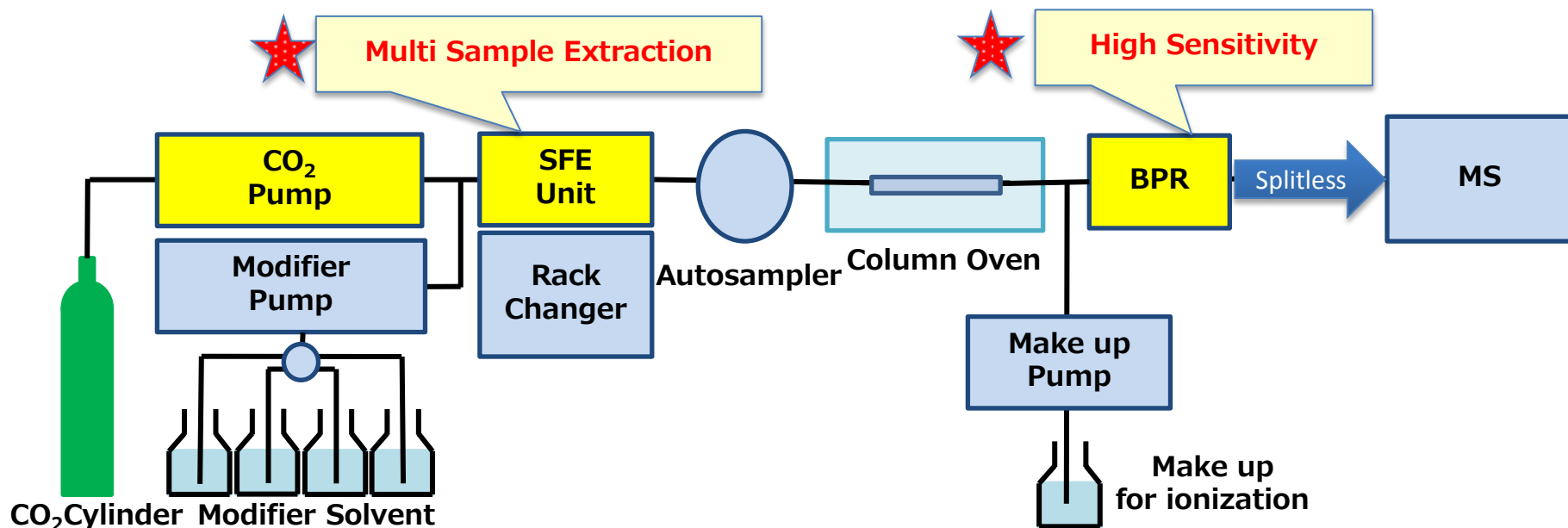
Separation performance



The SFC/MS/MS system offers simultaneous pesticide analysis with high throughput performance

Nexera UC system configuration

Online SFE-SFC System



Extraction Vessel

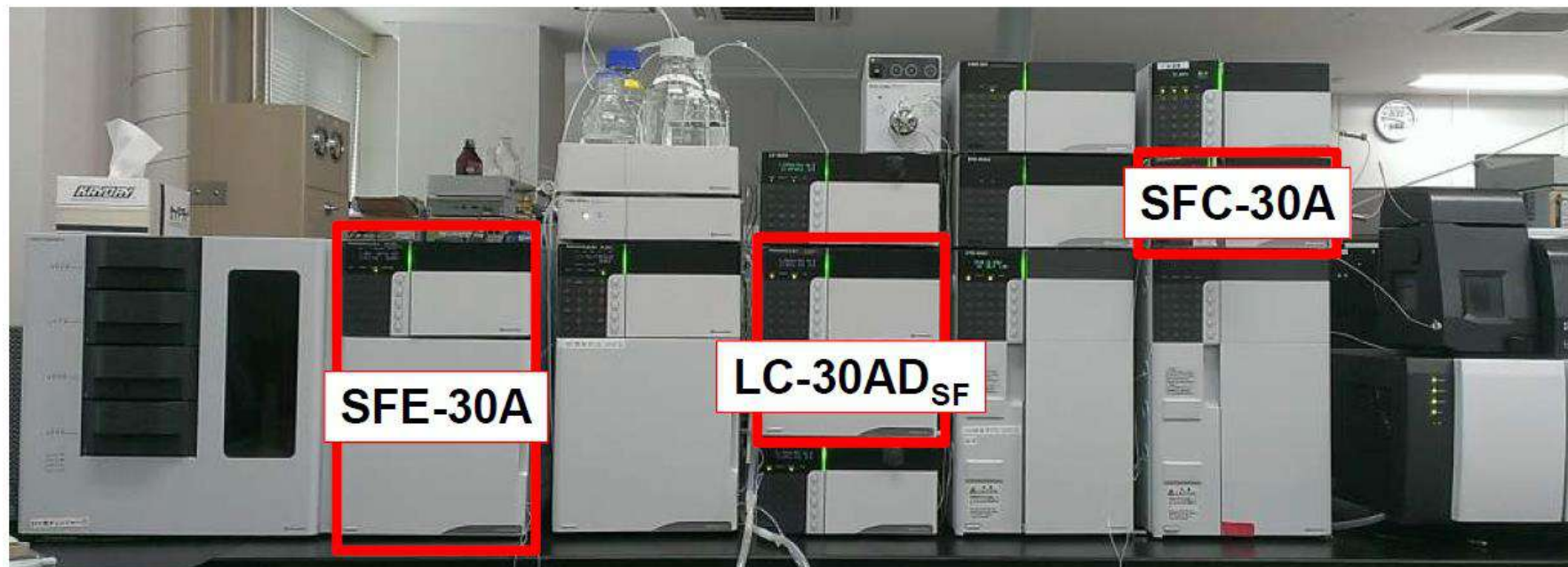
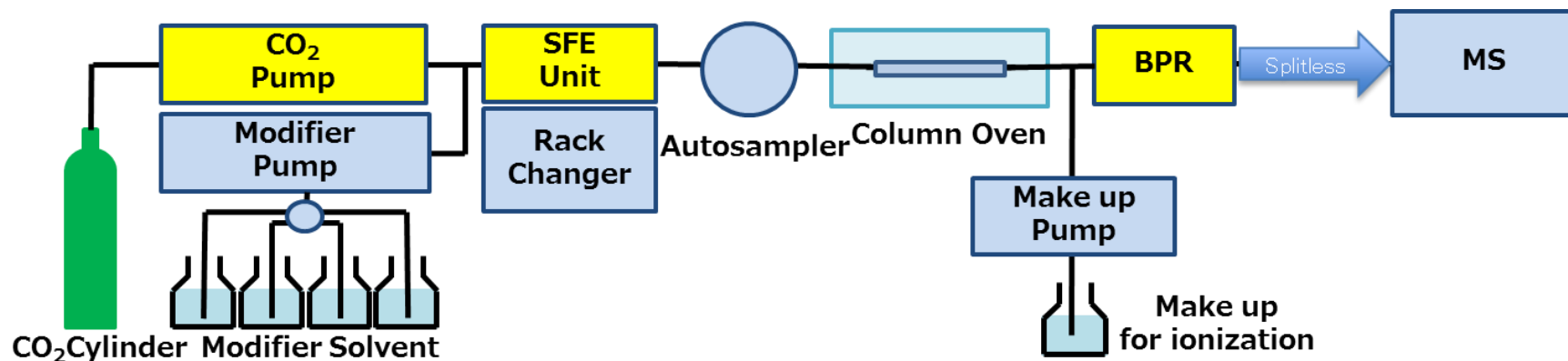


Unified Chromatography

- **Unified Chromatography** is a new separation technique where unify the sample preparation and various separation modes by using supercritical fluid
(利用超臨界流體, 統一樣品前處理及各種分離模式的新分離技術)
- Nexera UC中的 “UC”是 “Unified Chromatography”的縮寫，意為多種色譜模式的結合。是一種通過超臨界流體進行樣品製備，以及將多種分離模式相統一的新型分離技術。



Nexera UC 硬體



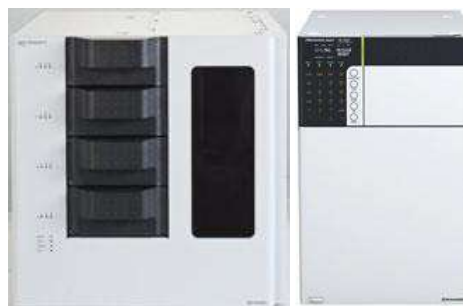
超臨界流體自動萃取支援48樣品



Rack changer: max. 48 samples



Two sizes of extraction vessels
(5 mL and 0.2 mL)



Rack changer

SFE-30A



SFE-30A

超臨界流體自動萃取裝置

PUMP, BPR



LC-30ADSF

CO2幫浦

- 內建冷卻功能
- 最大耐壓66MPa (9500psi)
- 最高流速 5ml/min



SFC-30A

背壓控制器

- low dead volume, 0.7ul
抑制peak擴散變寬

Shim-pack UC Columns

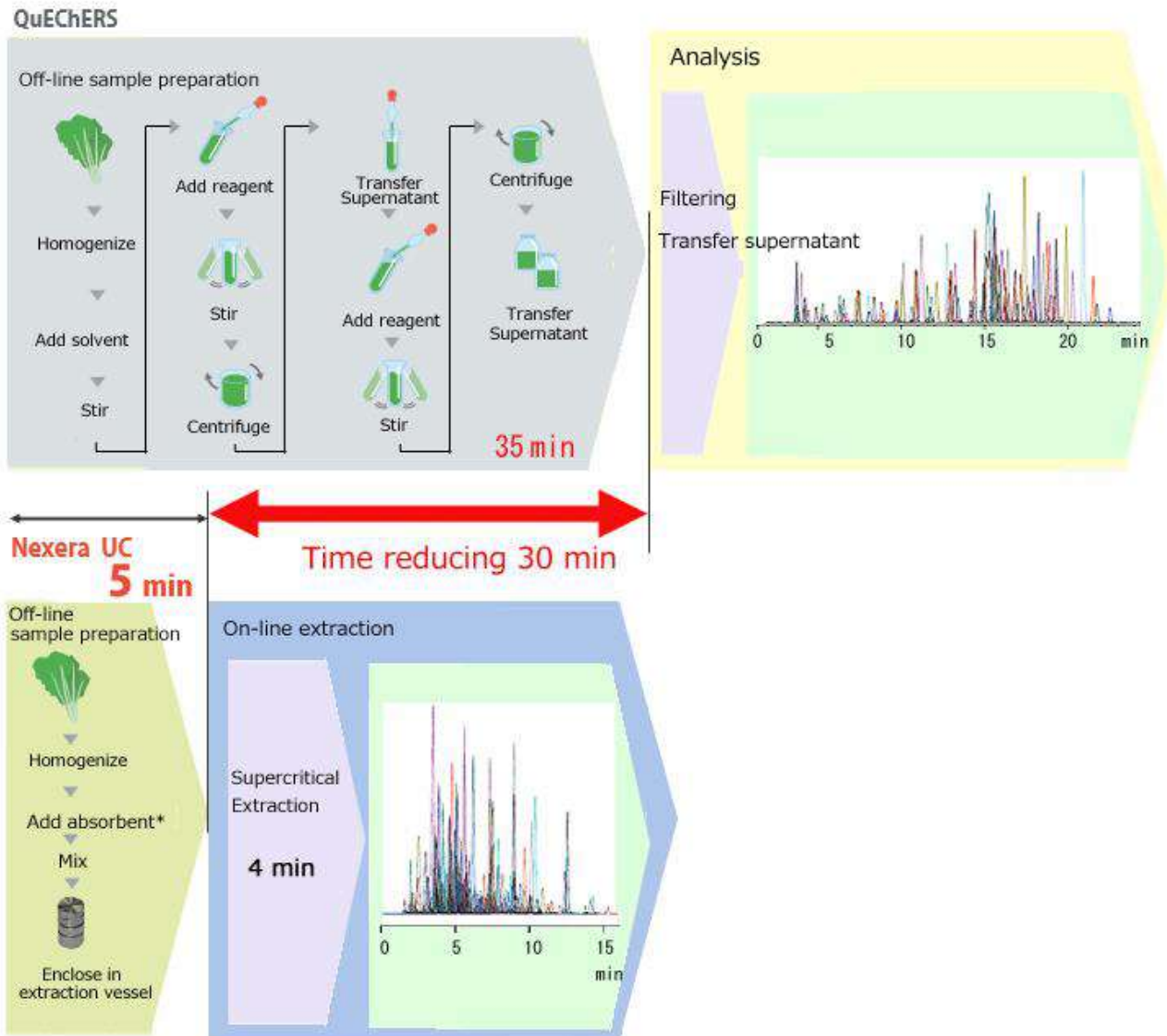
Shim-pack UCシリーズ

Nexera UC 専用コラム

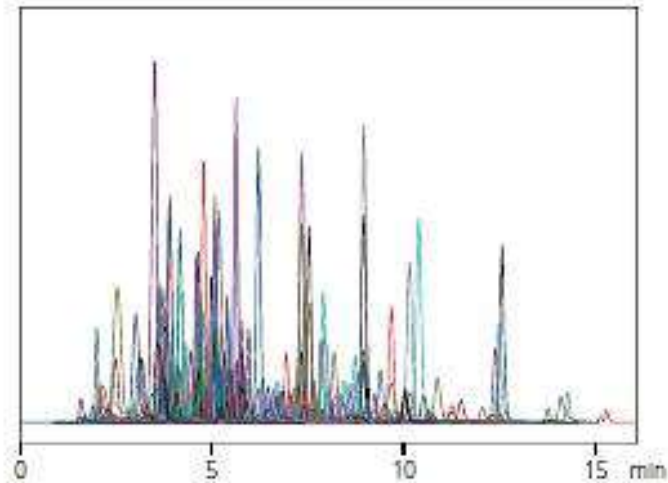
United Communications

[illegible]

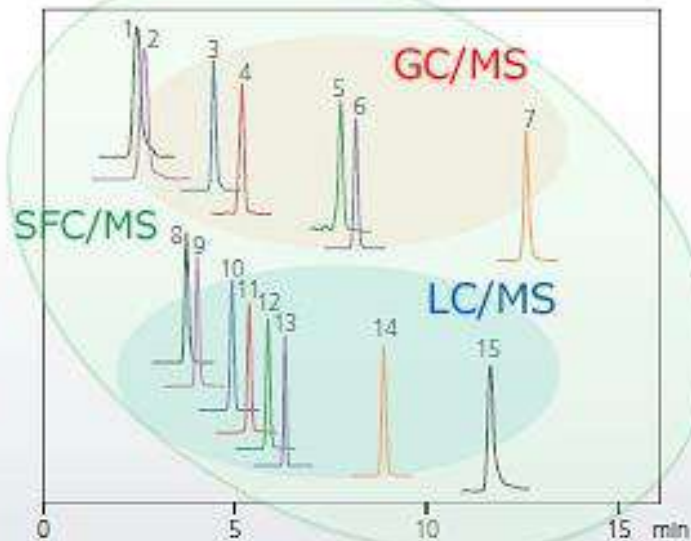
漸少樣品前處理時間



樣品性質涵蓋範圍廣



Simultaneous Analysis of 500 Pesticides



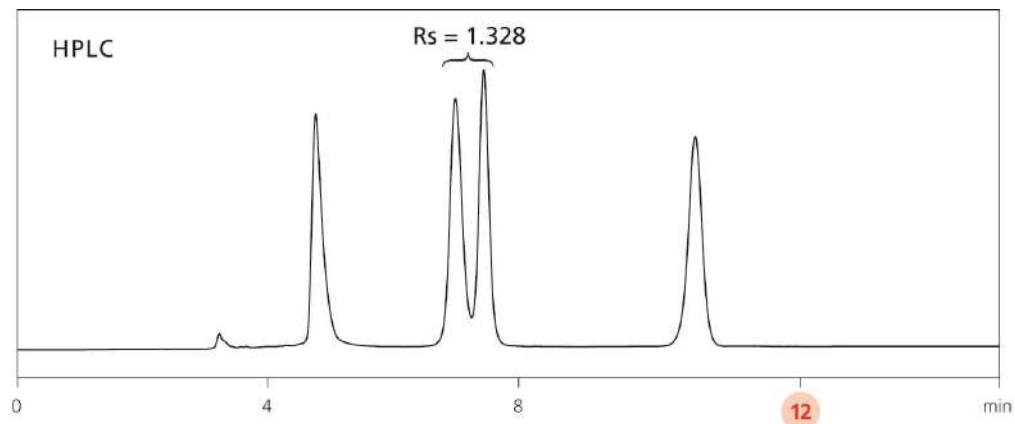
► Pesticide compound analysis with GC or GC/MS/MS

- | | |
|--------------------|-----------------|
| 1. Diazinon | 5. Mepronil |
| 2. Metalaxyl | 6. Dioxathion |
| 3. Toldofos-methyl | 7. Cypermethrin |
| 4. Lenacil | |

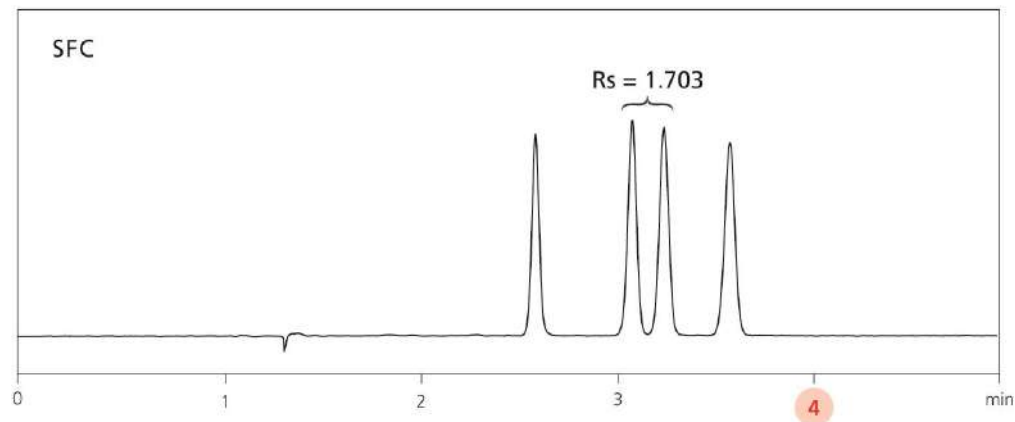
► Pesticide compound analysis with LC or LC/MS/MS

- | | |
|---------------|--------------------|
| 8. Aramite | 12. Cyazofamid |
| 9. Isouron | 13. Diquat |
| 10. Acephate | 14. Chromafenozide |
| 11. Aminocarb | 15. Imidacloprid |

高分離度, 高速分析



Approx. 1/3

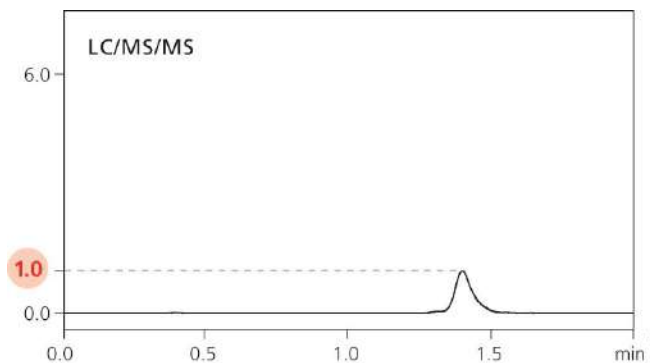


Low viscosity
High diffusivity

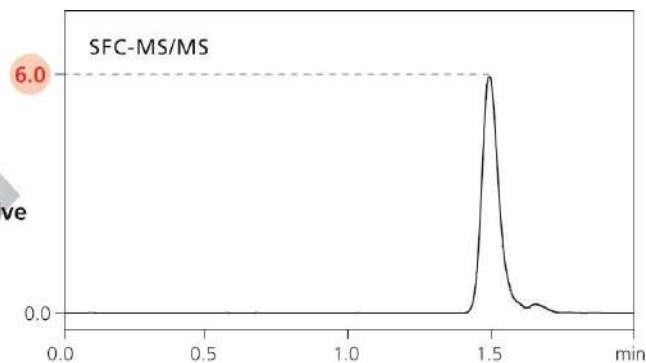
α -tocopherol

高靈敏度

CO₂揮發->濃縮效應

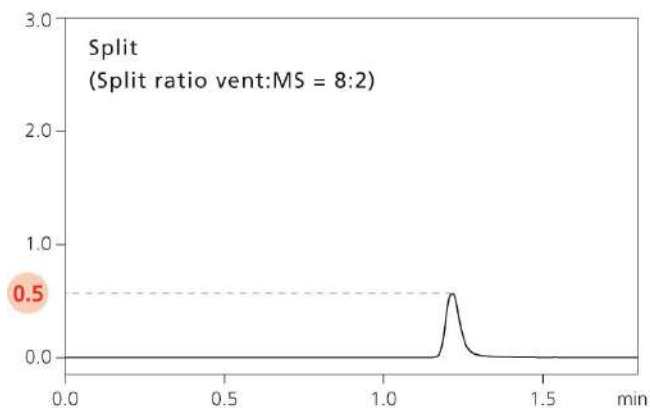


6x
More Sensitive

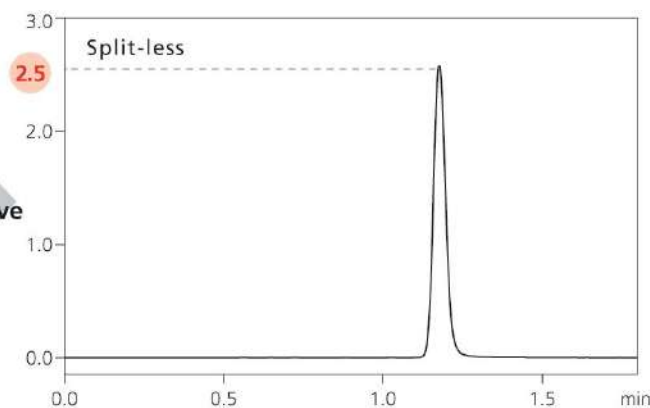


Prostaglandin D2 10 pg

不分流流路界面

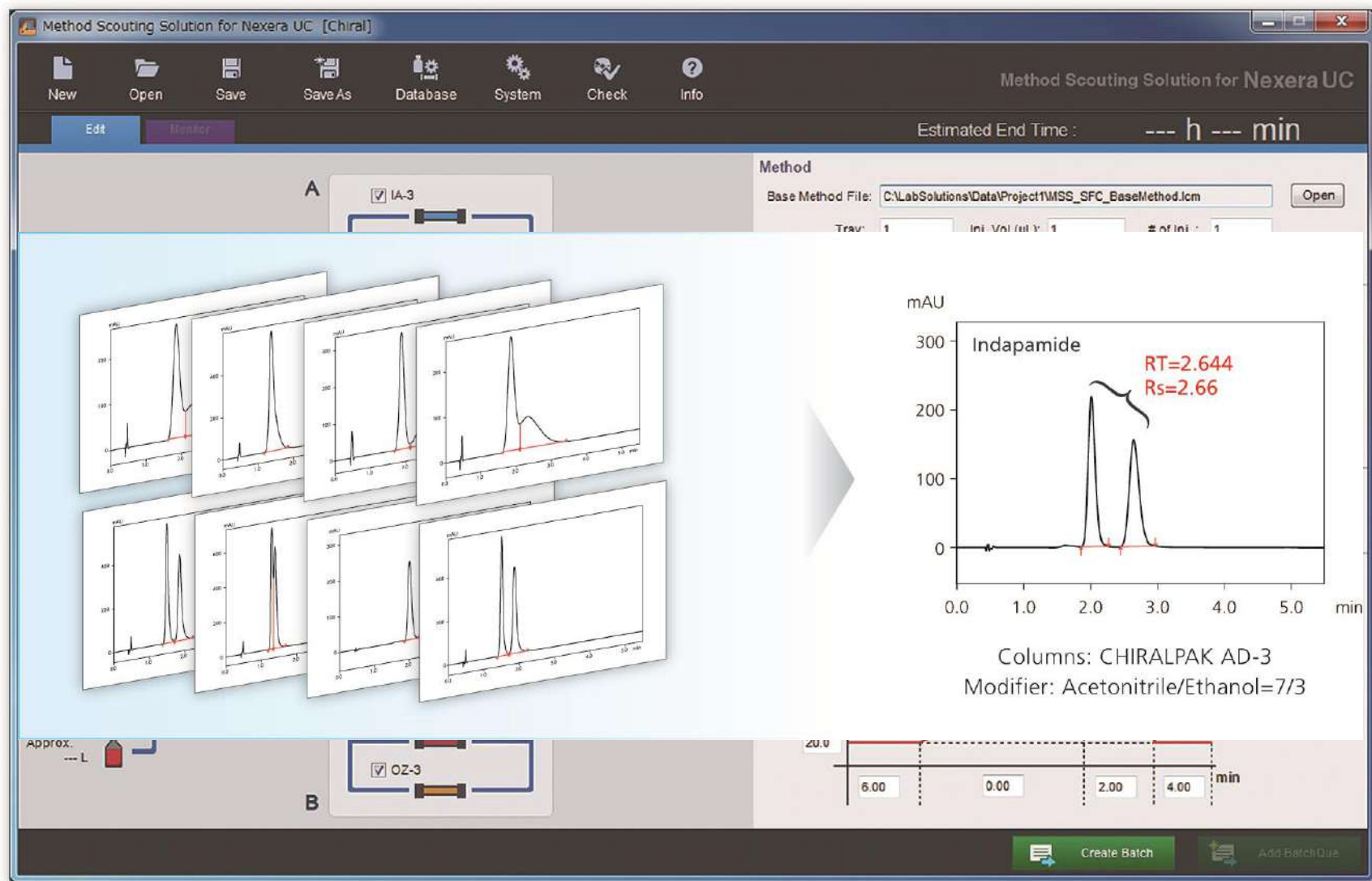


5x
More Sensitive



Reserpine 10 pg

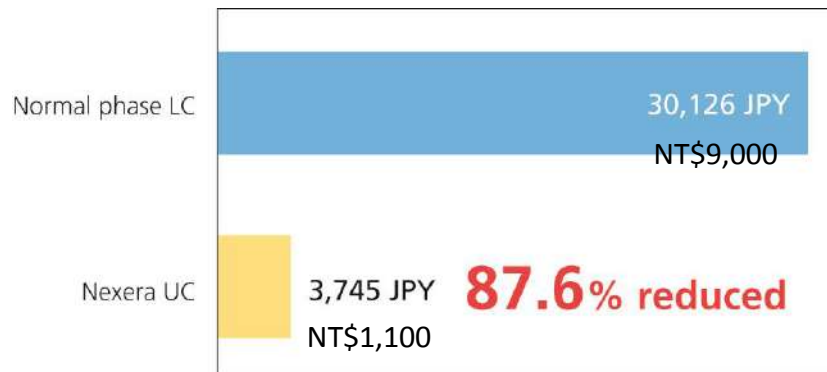
支援高通量掌性混合物分析



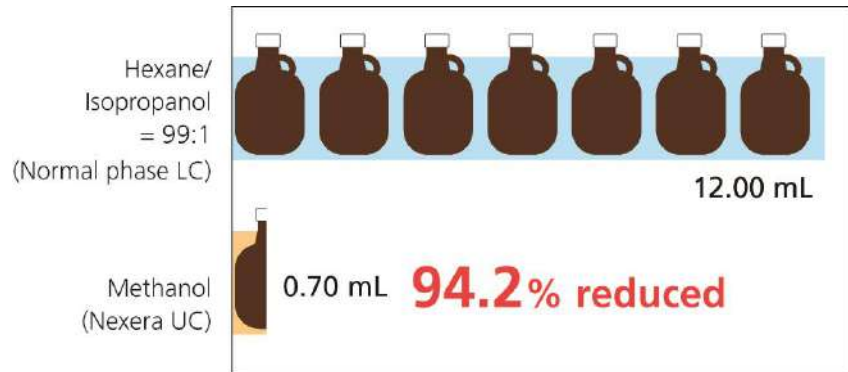
Method Scouting Solution for Nexera UC user interface.

低運行成本

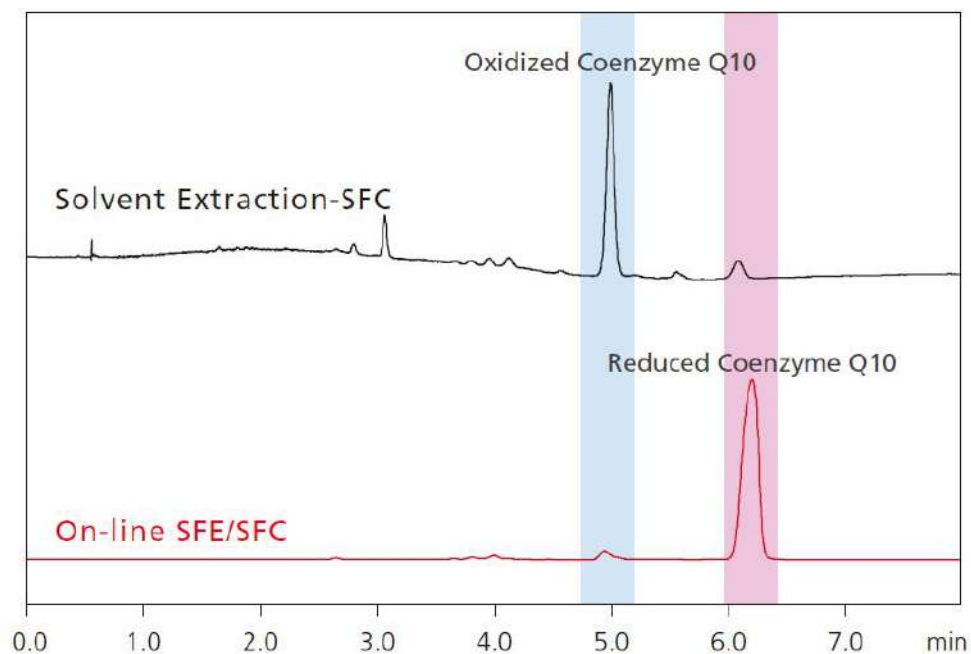
分析成本



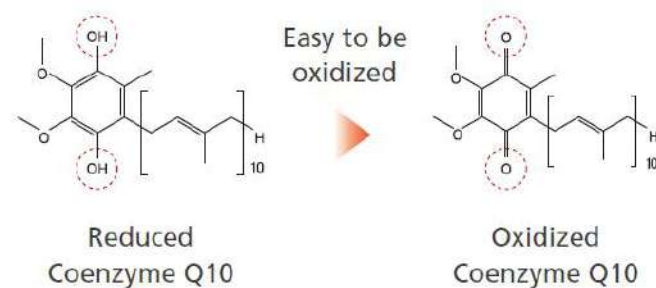
有機溶劑用量



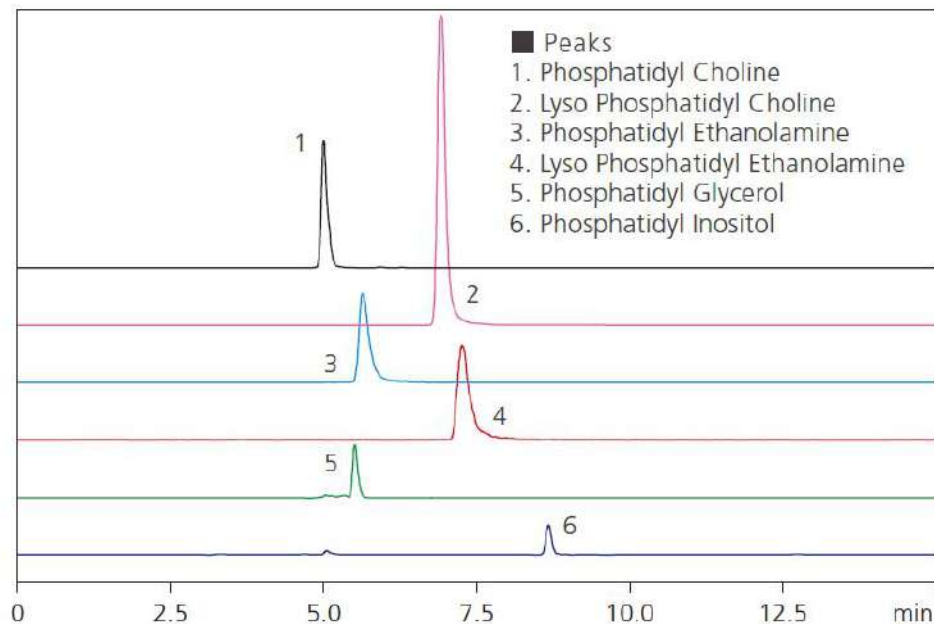
避免不穩定化合物的降解



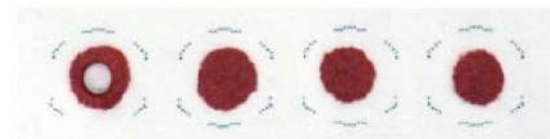
Extraction and analysis of reduced coenzyme Q10 in supplements



乾血斑(DBS)中生物標記物的分析



Extraction and analysis of phospholipid-added plasma on DBS



Blood spots on DBS



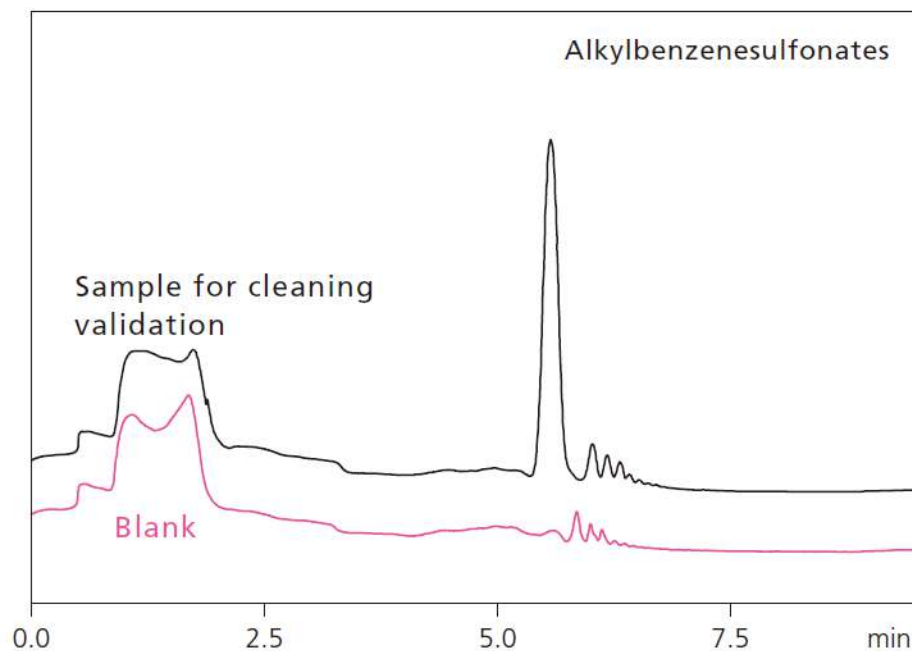
An extraction vessel for DBS

清潔有效性的快速驗證



An extraction vessel enclosing sample swab

The sample is provided by Daiichi Sankyo Co., Ltd.



Extraction and analysis of a detergent-added swab

超臨界流體萃取聚合物中的微量添加劑

Soxhlet extraction

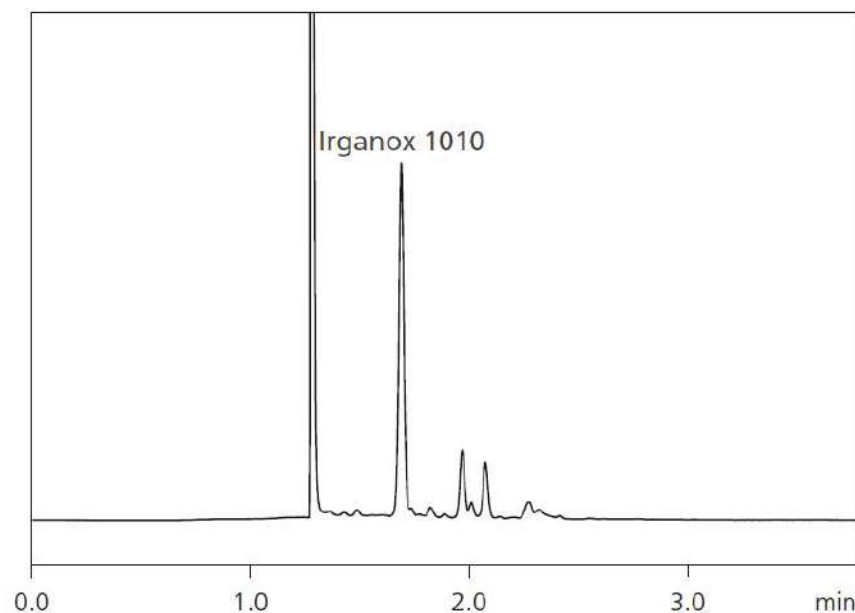


About 8 to 24 hours reflux

Extraction by Nexera UC



Place sample directly
into extraction vessel



Extraction and analysis of polymer additives in polyethylene

Pittcon 2015 Editors' Gold Award

Unified
Chromatography

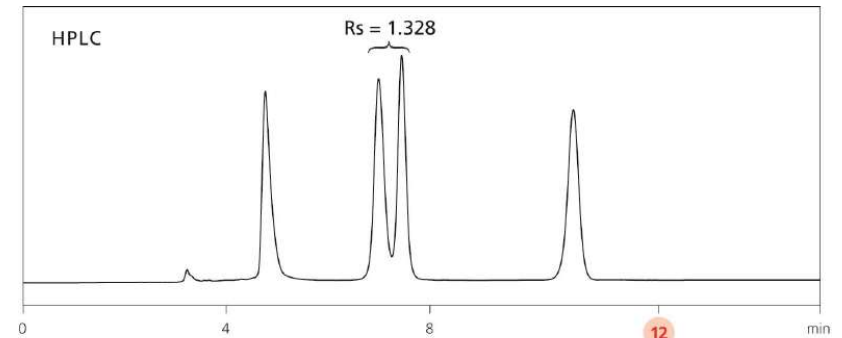
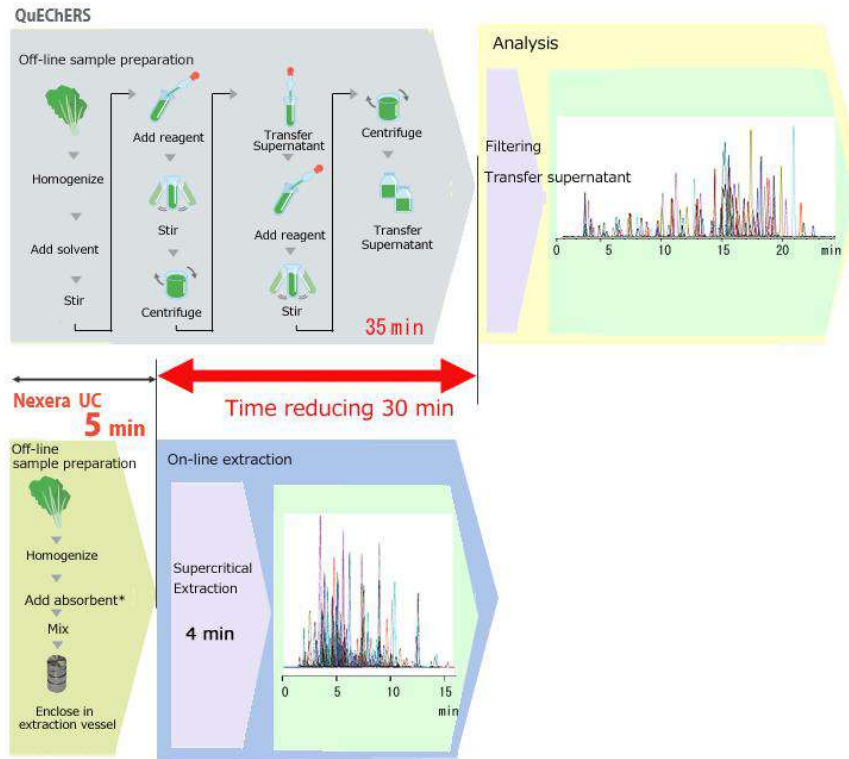
Nexera UC
Unified Chromatography



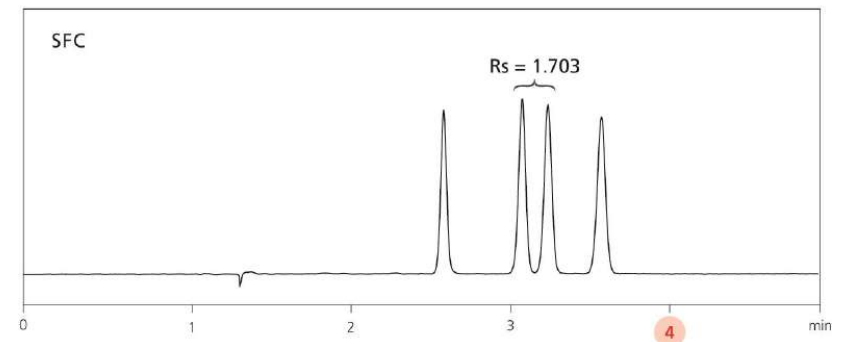
ex. 農藥分析

前處理時間

分析時間



Approx. 1/3



ex. 農藥分析

- 樣品前處理

- QuEChERS => 35min  一台離心機 > 16 樣品



樣品



震盪



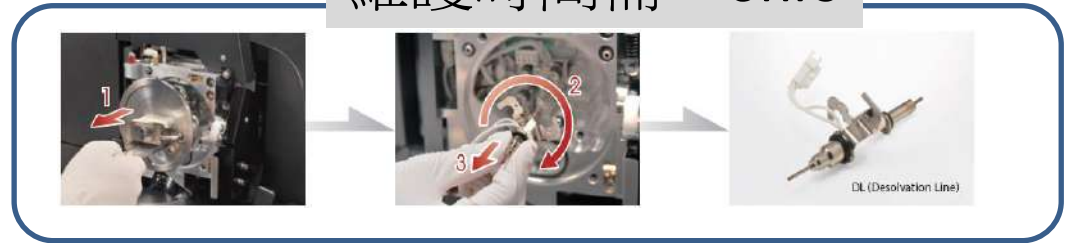
離心

- HPLC-MS分析 => 30min
- 總時間: 35min + 16x30min = 515min (8.6hrs)

ex. 農藥分析

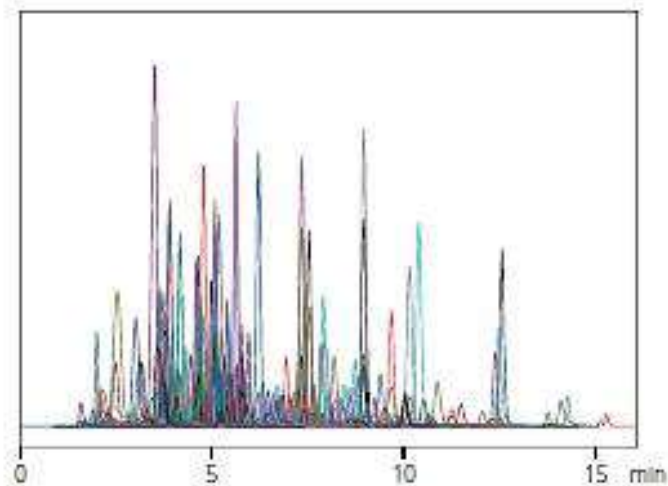
- 樣品前處理
- SEF => 5min

維護時間需 < 6hrs

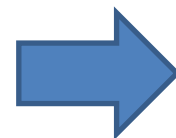


- SFC-MS分析 => 10min (1/3 HPLC分析時間)
- 總時間: 5min + 16x10min = 165min (2.8hrs)

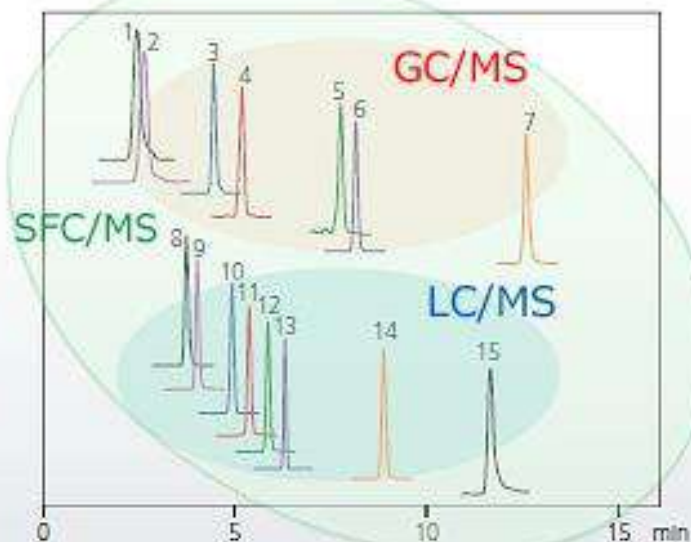
All pesticides analysis with SFC-MS



Simultaneous Analysis of 500 Pesticides



快速篩檢



► Pesticide compound analysis with GC or GC/MS/MS

- | | |
|--------------------|-----------------|
| 1. Diazinon | 5. Mepronil |
| 2. Metalaxyl | 6. Dioxathion |
| 3. Toldofos-methyl | 7. Cypermethrin |
| 4. Lenacil | |

► Pesticide compound analysis with LC or LC/MS/MS

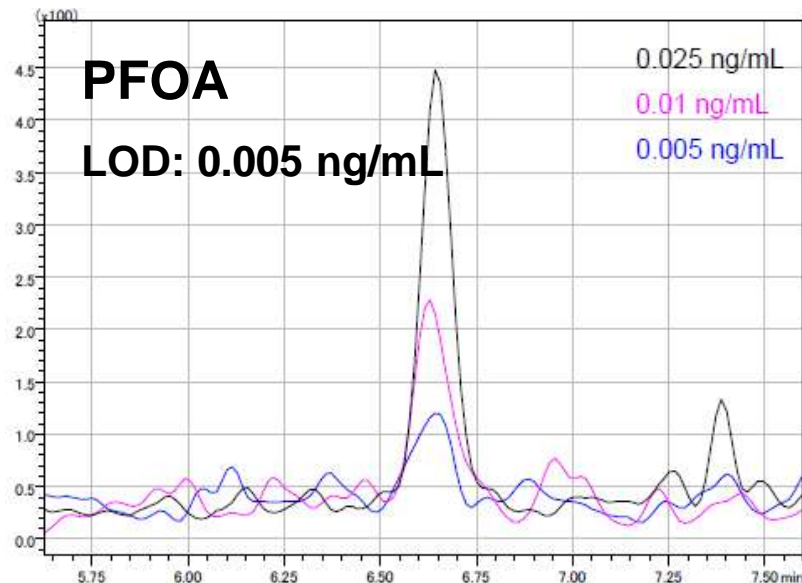
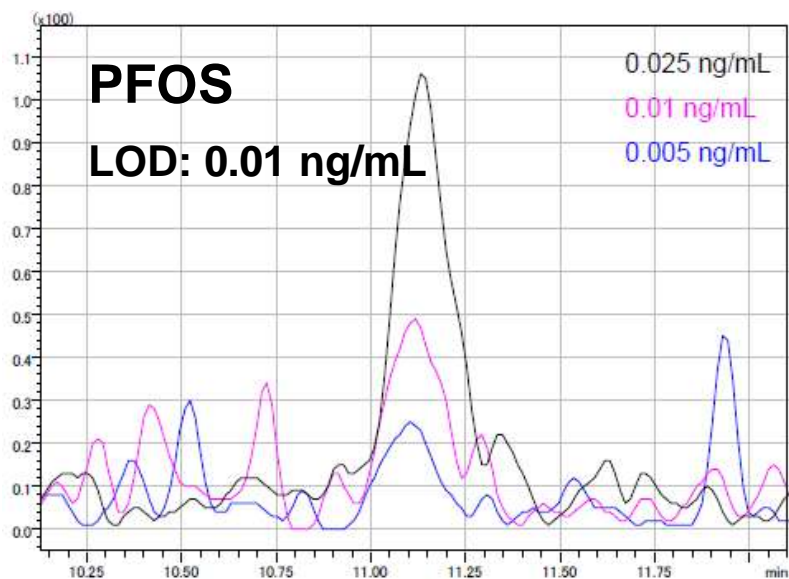
- | | |
|---------------|--------------------|
| 8. Aramite | 12. Cyazofamid |
| 9. Isouron | 13. Diquat |
| 10. Acephate | 14. Chromafenozide |
| 11. Aminocarb | 15. Imidacloprid |

PFOS, PFOA

- PFOS 為全氟辛烷磺酸，意指分子式為 $C_8F_{17}SO_3$ 的化合物，
- 因其具有防油、防水的特性，故亦廣泛應用在紡織品、地毯、鞋材、紙張、影印塗料、消防泡沫、影像材料、航空液壓油等製造領域中。
- PFOA 為全氟辛酸 (Perfluorooctanoic acid)，泛指分子式
- $C_8HF_{15}O_2$ 常用於生產高效能氟聚合物如鐵弗龍等之加工助劑。而氟調聚化學法製品中亦可能含有 PFOA，甚至日常用品像披薩盒與微波爆玉米花袋子等各種防油紙袋也曾發現含有 PFOA。

- 全氟化學品容易累積在活體器官的脂肪組織，對於人體和野生動物都是有害的。證據顯示，接觸包括 **PFOS** 和 **PFOA** 在內的全氟化學品，可能導致出生嬰兒缺陷，對免疫系統會產生不利影響，也會破壞甲狀腺功能；在懷孕期間，還會導致許多發育問題。更重要的是，根據美國環保署測試發現，全氟辛酸可在人體內存留長達**4**年；且動物實驗證實此類化合物會造成腫瘤

Results of PFOS and PFOA



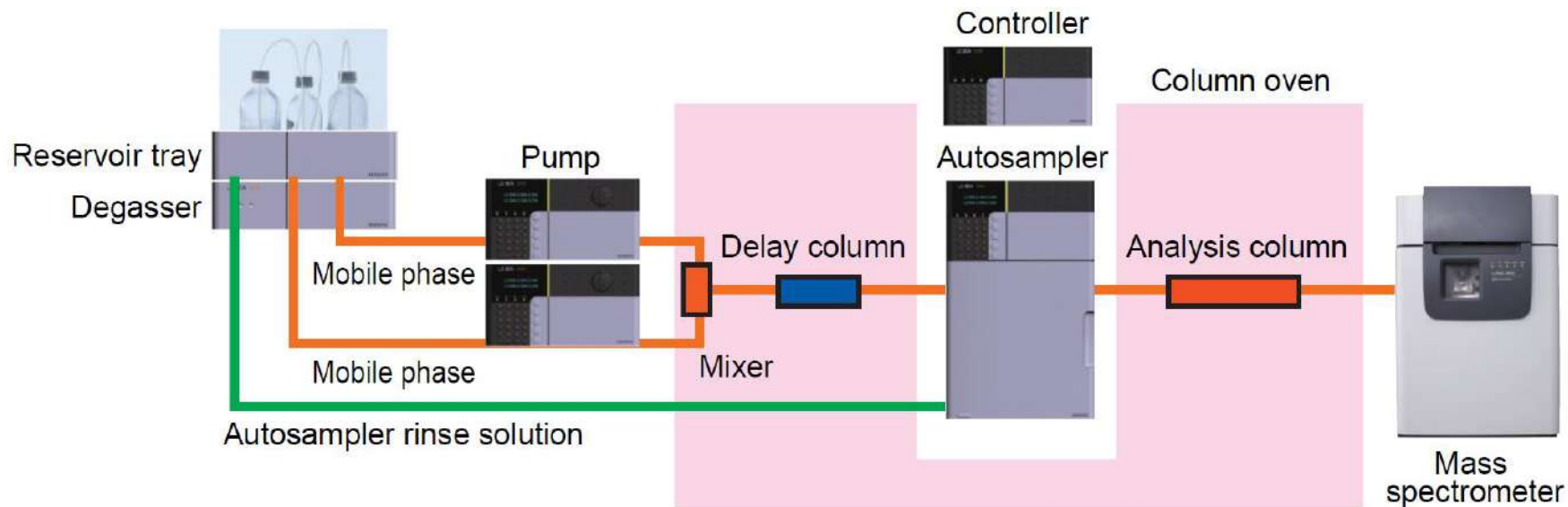
Signal to Noise ratio at 0.05 ng/mL

n	1	2	3	4	5	6	Average
PFOS	22.45	26.15	58.97	19.83	34.03	29.95	31.90
PFOA	80.17	163.99	83.76	98.75	159.43	173.76	126.64

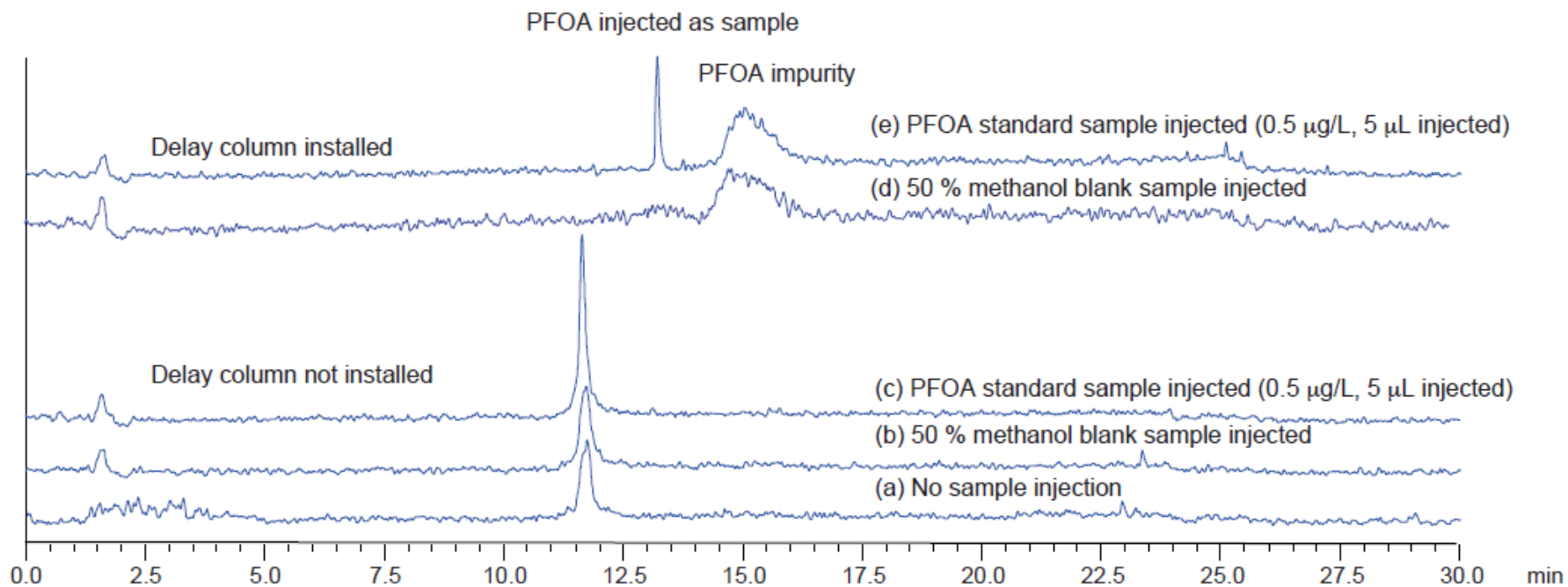
The good linearity of PFOS and PFOA was obtained from 0.05 to 40 ng/mL and R^2 was over 0.999 for both compounds. % RSD at $n=6$ was less than 10 % for both compounds and accuracy was less than 12% and 7% in PFOS and PFOA respectively.

HPLC 系統內的 PFCs

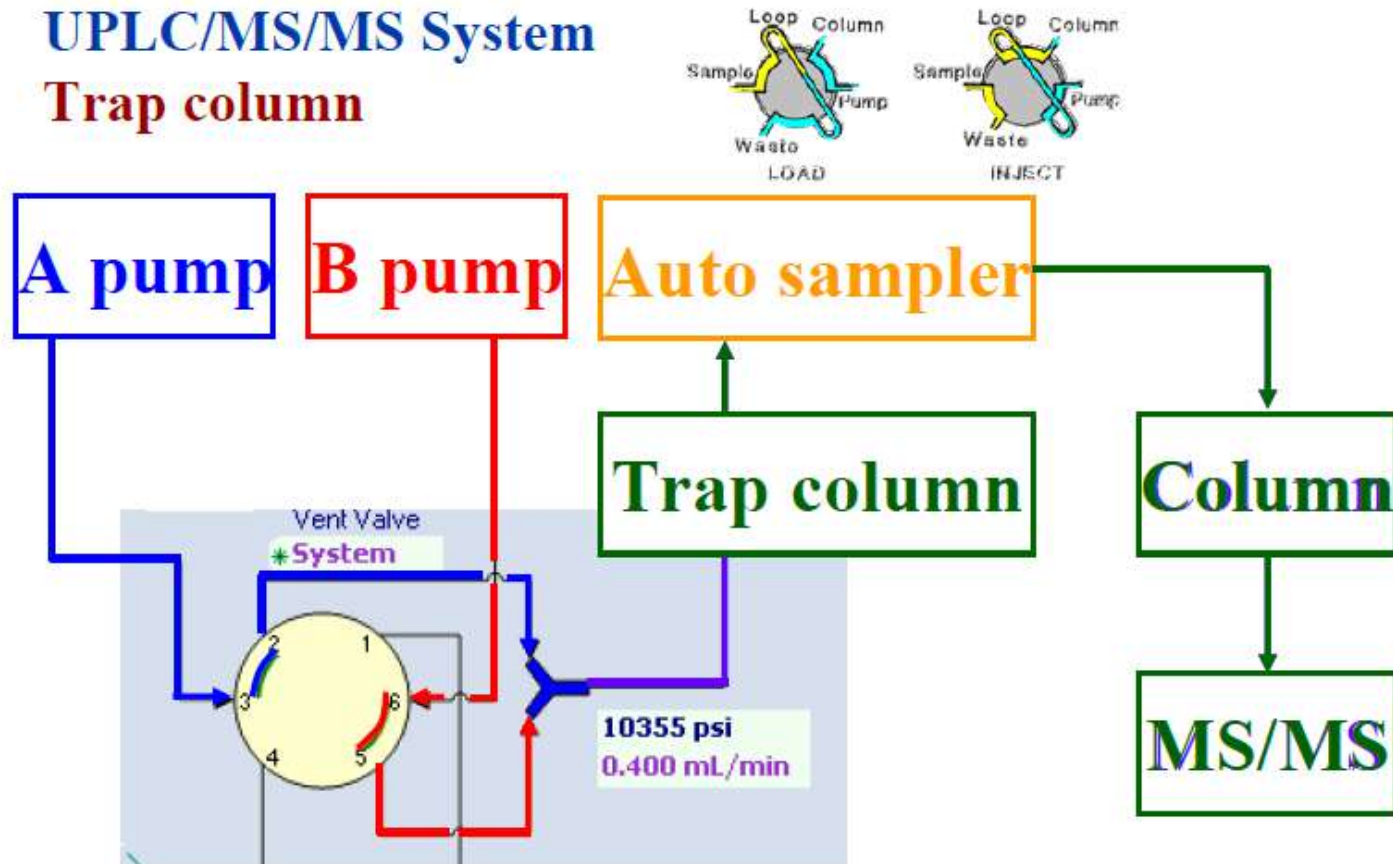
- 通常要把塑膠管路換成金屬管路
- 藉由Delay Column來解決



Delay Column

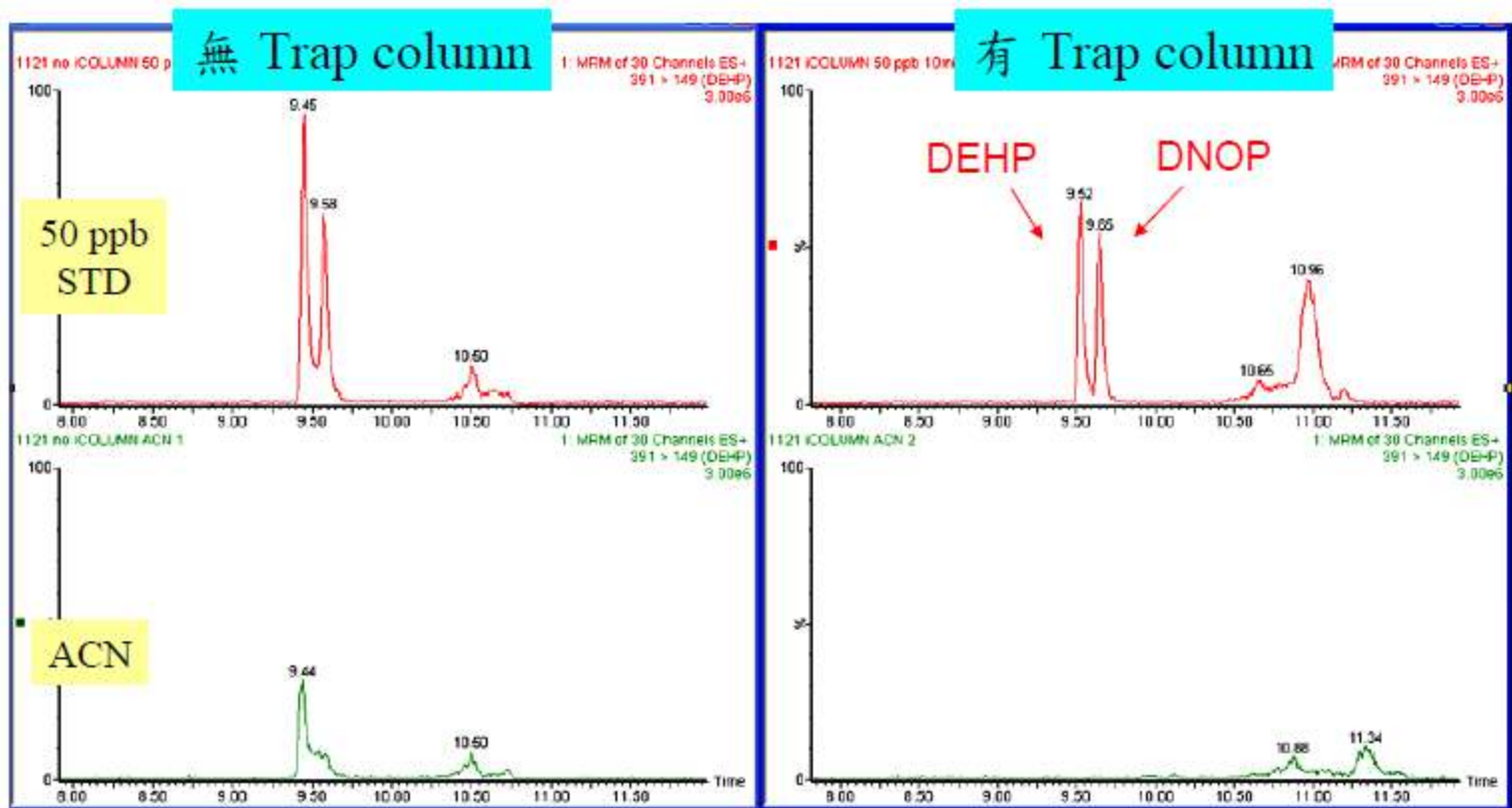


塑化劑分析-捕捉管柱



塑化劑分析-捕捉管柱

Trap column效果



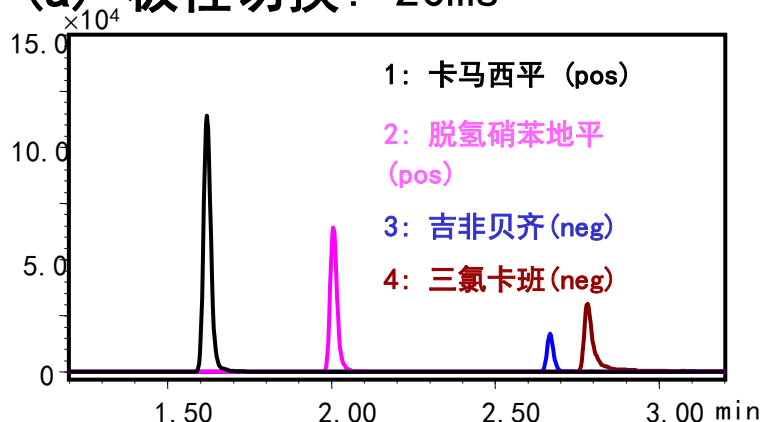
PFCs

Compounds	Q1	Q3*	CE (V)	%RSD (10 ppt, n = 6)	LOQ (ppt)	LOD (ppt)
PFHpA [C7]	362.90	319.00	10	4.57	4.45	1.33
		169.15	17			
PFOA [C8]	412.90	368.95	10	6.81	5.46	1.64
		169.05	20			
L-PFHxS [C6]	398.90	80.05	40	9.29	7.97	2.39
		99.05	37			
PFNA [C9]	462.90	419.00	10	1.33	4.44	1.33
		219.10	17			
PFDA [C10]	512.90	468.90	12	5.92	4.98	1.49
		219.05	17			
PFOS [C8]	498.90	80.10	39	9.39	9.97	2.99
		99.15	39			
PFUdA [C11]	562.90	519.00	12	7.18	4.50	1.35
		169.00	22			
PFDODA [C12]	612.90	568.95	12	3.95	3.72	1.12
		169.30	20			
PFTTrDA [C13]	662.90	618.90	14	4.89	4.51	1.35
		169.15	28			
PFTeDA [C14]	712.90	668.90	14	5.55	4.04	1.21
		169.00	29			

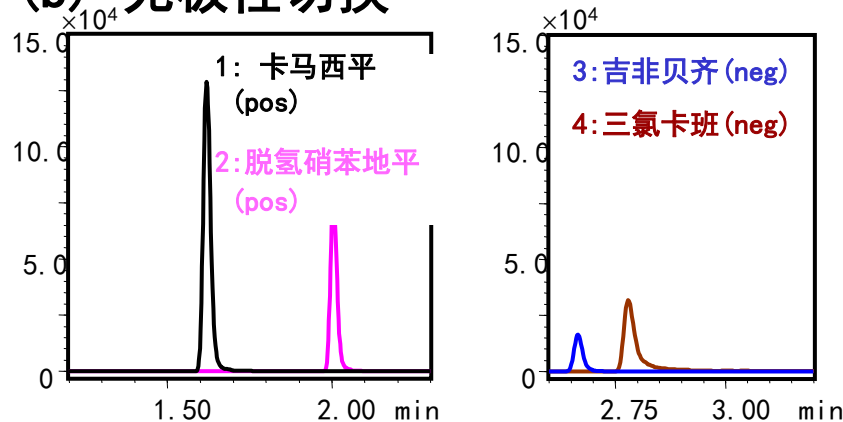
The area repeatability %RSD obtained with 6 consecutive measurements of each compound at 10 ppt was less than 10% in all cases. Further, the quantitative limit (S/N = 10) was less than 10 ppt, and the detection limit (S/N = 3) was less than 3 ppt.

药品和个人护理产品 (PPCPs) 应用

(a) 极性切换: 20ms



(b) 无极性切换



极性切换分析 (a) 与无极性切换分析 (b) 的对比 (仅为正离子模式或负离子模式分析)

表三: 每个化合物的分析结果

	化合物	极性	MRM	%RSD
1	卡马西平	pos	237.10 > 194.20	2.70
2	脱氢硝苯地平	pos	345.20 > 284.10	3.94
3	吉非贝齐	neg	249.30 > 121.30	3.10
4	三氯卡班	neg	313.10 > 160.20	3.52

在日本滋贺地区的自然河流及湖水中收集的水, 样品未经过任何预处理, 添加浓度范围为(1 - 10000 ng/L) 的15种PPCPs。

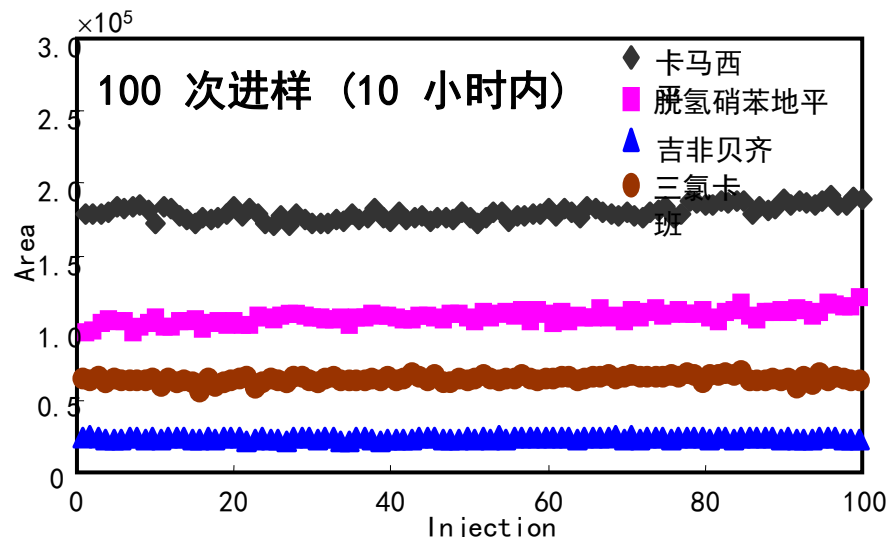
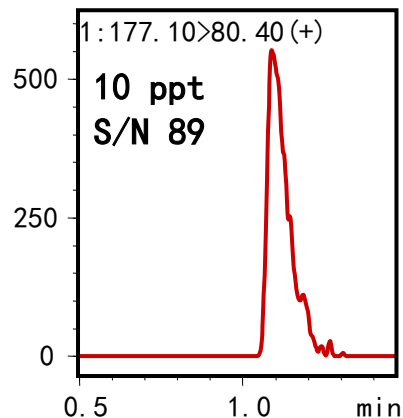


图4: 100次连续分析中的面积差异

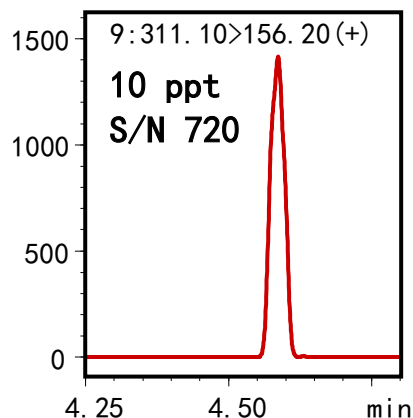
药品和个人护理产品 (PPCPs) 应用

<pos>

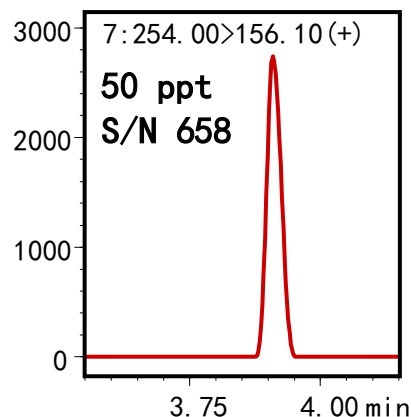
丁宁



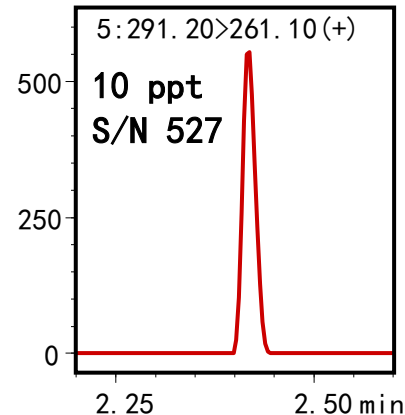
磺胺



新诺明

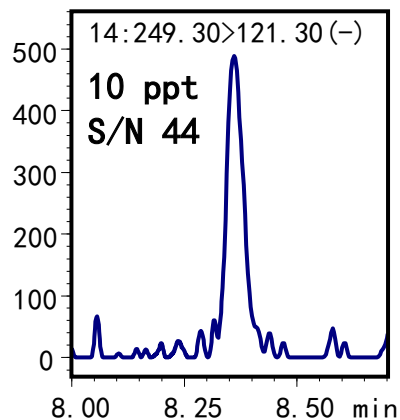


甲氧苄啶

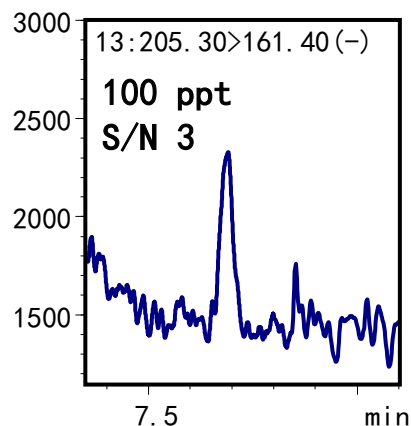


<neg>

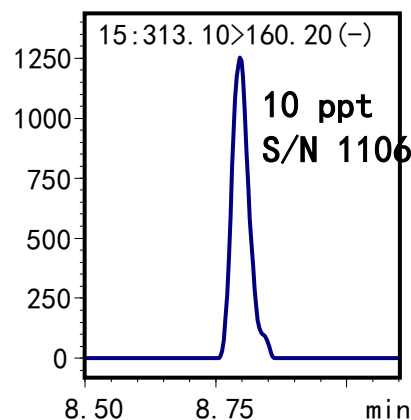
吉非贝齐



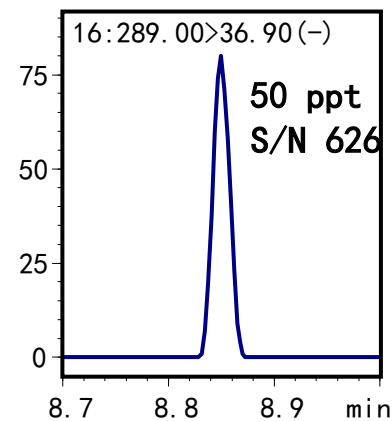
布洛芬



三氯卡班



三氯生



药品和个人护理产品 (PPCPs) 应用

化合物	极性	MRM	定量限 (ng/L)		%回收率 (100 ng/L)	
			河水	湖水	河水	湖水
沙丁胺醇	pos	240. 20>148. 2 0	5	5	148	112
对乙酰氨基酚	pos	152. 10>110. 3 0	50	50	80	87
甲氧苄啶	pos	291. 20>230. 2 0	5	25	143	118
新诺明	pos	254. 00>92. 30	25	50	104	76
卡马西平	pos	237. 10>194. 2 0	1	2. 5	94	68
脱氢硝苯地平	pos	345. 20>284. 1 0	5	25	97	75
萘普生	pos	231. 10>185. 2 0	10	25	99	76
安替比林	pos	189. 00>56. 20	10	25	106	82
强力霉素	pos	445. 00>428. 0 0	100	50	79	56
异丙安替比林	pos	231. 00>189. 0 0	2. 5	5	103	82
华法林	pos	309. 00>163. 0 0	5	10	86	60
		307. 00>161. 2 0				

Cosmetic Analysis by LCMS/MS

Slam, SanKing Tech., 2016



三津科技股份有限公司

SGS 化妝品檢測項目

申請書-化粧品.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(E) 編輯(E) 檢視(V) 文件(F) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 3 130%

7. 測項及報告使用目的：☐自主管理 ☐出口使用 ☐符合政府法規要求(必勾選)

委託實驗項目 (Test(s) Required)：* 另有含藥化妝品 / 歐美東協沙國化妝品檢測服務

1. 重金屬：若非“汞”“鎘”“砷”“鉛”“銅”，則重金屬價格計算：ICP[2500 元+(N-1)*500 元]；ICP/MS[3500 元+(N-1)*500 元]
☐鉛 ☐砷 ☐汞 ☐鎘 ☐鎳 ☐硒 ☐鉻 ☐錫 ☐鈷 ☐鈦 ☐鎘 ☐銀 ☐銅 → ☐定量極限 1ppm(ICP) ☐定量極限 0.02ppm(ICP/MS)
☐四大重金屬(鉛砷汞鎘)定量極限 1ppm(ICP) NT2250 ☐四大重金屬(鉛砷汞鎘)定量極限 0.02ppm(ICP/MS) NT2750
☐八大重金屬(鉛砷汞鎘鎳鉻錫銀)定量極限 1ppm(ICP) NT4250 ☐八大重金屬(鉛砷汞鎘鎳鉻錫銀)定量極限 0.02ppm(ICP/MS) NT4750
☐鹽類測試 (CNS 13998“汞”“鎘”“砷”“鉛”“銅”)，總價 10000 元，樣品數量 100 公克 (ex:海鹽)

2. 微生物：☐總生菌 NT 900 ☐金黃色葡萄球菌 NT 1500 ☐大腸桿菌 NT 1500 ☐綠膿桿菌 NT 1500 ☐沙門氏菌 NT 1500
☐黴菌及酵母菌 NT 1000 (*微生物測試需 10 個工作天,無法以急件或特急件處理)

3. 防腐劑類：☐對羥苯甲酸酯類 8 項 (MP, EP, PP, BP, Iso-PP, Iso-BP, p-Hydroxybenzoic acid, Sec-BP) NT4500
☐非酯類防腐劑 5 項(p-Hydroxybenzoic acid, Sorbic acid, Salicylic acid, Dehydroacetic acid, Benzoic acid) NT3500
☐非酯類 5 項+酯類 7 項 NT 6000
☐Methylisothiazolinone(MI) NT5500 ☐Methylchlorisothiazolinone(MCI) NT5500
☐限用防腐劑 Mixture of MCI & MI->NT 7000 [MCI(Methylchlorisothiazolinone)&MI(Methylisothiazolinone)]
☐限用防腐劑 MI+ MCI + Mixture of MCI & MI-> NT7500

4. 美白劑類：☐熊果素 NT3500 ☐對苯二酚 NT 3500 ☐A 酸 NT3500 ☐檸檬酸 NT3000 ☐蘋果酸 NT3000
☐維生素 C 葡萄糖苷(Ascorbyl glucoside) NT3500 ☐傳明酸 NT5000

5. 抗氧化類：☐生育酚(DL-α-Tocopherol) NT6000 ☐dl-α-生育醇醋酸酯(DL-α-Tocopheryl Acetate) NT6000

6. 抗菌劑：☐Triclosan NT3500 ☐Allantoin(含查登) NT4500 7. ☐遷移性螢光劑(面膜紙) NT1500 8. ☐螢光反應 NT1500

9. ☐甲醇 NT4000 10. ☐甲醛 Formaldehyde NT2500 11. ☐1,4-Dioxane NT6000 12. ☐雌激素八項定性分析\$4000

13. ☐化妝品中 10 項類固醇定性分析 NT4000 14. ☐其他測項：_____

樣品保存方式☐冷凍-18℃ ☐冷藏 4℃ ☐室溫 ☐其他：_____ (以上皆為未稅價格，稅額為 5%) Total：_____

☐普通件 7~14 工作天 ☐急件(費用加 40%) 4~5 工作天 ☐特急件(費用加 96%) 2~3 工作天 **急件,特急件請事先來電預約**

PS.收件當天及例假日不列入工作天數

化妝品檢測

品項	檢測內容	儀器設備
重金屬	鉛砷汞鎘	ICP, ICP/MS
微生物		培養基培養
防腐劑	酸類防腐劑	HPLC
	酯類防腐劑	HPLC
	限用防腐劑MI, MCI	HPLC
美白劑	果酸, 其他美白成分	HPLC
抗老化	維生素E	HPLC
抗菌劑	三氯沙, 尿囊素	HPLC
遷移性螢光劑, 螢光反應		UV
甲醇		UV, HS-GCMS
甲醛		UV, HPLC
1,4-dioxane		HS-GCMS
雌激素	8項	LCMS/MS
類固醇	10 項	LCMS/MS
塑化劑	7項	GCMS

雌激素

化粧品中雌激素類之檢驗方法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 3 125% 尋找

化粧品中雌激素類之檢驗方法

Method of Test for Estrogens in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中 estriol、estradiol、estrone、ethinyl estradiol、estradiol benzoate、diethylstilbestrol、pregnanediol及progesterone 8品項雌激素類(estrogens)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC BEH C18，1.7 μm ，內徑 2.1 mm \times 10 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。

類固醇

化粧品中類固醇之檢驗方法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(Q) 表格(R) 工具(I) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 安全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 4 100%

公開日期：103 年 5 月 24 日

化粧品中類固醇之檢驗方法

Method of Test for Steroids in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中 betamethasone、clobetasol propionate、cortisone acetate、dexamethasone、dexamethasone phosphate、hydrocortisone、methylprednisolone、prednisolone、prednisone 及 triamcinolone 10 品項類固醇(steroids)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS) 分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化正離子(positive ion electrospray ionization, ESI⁺)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC BEH C18，1.7 μm，內徑 2.1 mm × 10 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。

染髮劑

化粧品中染髮劑之檢驗方法【第1次修正】(增加品項至50項).pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 6 143% 尋找

公開日期：104 年 7 月 31 日
修正日期：105 年 4 月 14 日

化粧品中染髮劑之檢驗方法

Method of Test for Hair Dyes in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中2,6-diaminopyridine等50品項染髮劑(品項見表一)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化(electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC HSS T3，1.8 μm ，內徑2.1 mm × 10 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。

抗組織胺

化粧品中抗組織胺檢驗方法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(B) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 4 120% 尋找

公開日期：104 年 7 月 31 日

化粧品中抗組織胺檢驗方法

Method of Test for Antihistamines in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中bromodiphenhydramine、carbinoxamine、clemastine、diphenhydramine、diphenylpyraline及doxylamine等6品項抗組織胺(antihistamines)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化正離子(positive ion electrospray ionization, ESI⁺)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC HSS T3，1.8 μm，內徑2.1 mm × 10 cm，或同級品。

禁用色素

化粧品中禁用色素類之鑑別方法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 3 125% 尋找

公開日期：103 年 5 月 24 日

化粧品中禁用色素類之鑑別方法

Method of Identification for Banned Dyes in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中 acid orange 24、acid red 73、solvent red 1、basic blue 26、basic violet 14、HC yellow no.6 及 HC yellow no.12 之鑑別。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀 (liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS) 鑑別之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化 (electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC BEH C18，1.7 μm ，內徑 2.1 mm \times 10 cm，或同級品。

丙烯醯胺

化粧品中丙烯醯胺之檢驗方法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 3 143% 尋找

化粧品中丙烯醯胺之檢驗方法

Method of Test for Acrylamide in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中丙烯醯胺(acrylamide)之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀(liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS)分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化正離子(positive ion electrospray ionization, ESI⁺)。
 - 2.1.1.2. 層析管：HSS T3，1.8 μm ，內徑 2.1 mm \times 10 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器(Ultrasonicator)。

三氯醋酸

化粧品中三氯醋酸之檢驗方法.pdf - Adobe Acrobat Pro

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 文件(O) 注釋(C) 表格(R) 工具(T) 進階(A) 視窗(W) 說明(H)

建立 合併 協作 保全 簽署 表格 多媒體 注釋

1 / 3 150% 尋找

公開日期：104 年 11 月 12 日

化粧品中三氯醋酸之檢驗方法

Method of Test for Trichloroacetic Acid in Cosmetics

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於化粧品中三氯醋酸之檢驗。
2. 檢驗方法：檢體經萃取後，以液相層析串聯質譜儀 (liquid chromatograph/tandem mass spectrometer, LC/MS/MS) 分析之方法。
 - 2.1. 裝置：
 - 2.1.1. 液相層析串聯質譜儀：
 - 2.1.1.1. 離子源：電灑離子化 (electrospray ionization, ESI)。
 - 2.1.1.2. 層析管：ACQUITY UPLC BEH C18，1.7 μm ，內徑 2.1 mm \times 10 cm，或同級品。
 - 2.1.2. 超音波振盪器 (Ultrasonicator)。

8.27 x 11.69 英吋

TFDA verse 中國

品項	檢測內容	儀器設備	定量極限(LOQ)
雌激素	8項	LCMS/MS	0.1, 1ppm
類固醇	10 項	LCMS/MS	1-2ppm
染髮劑	50品項	LCMS/MS	(500) 1-0.1ppm
抗組織胺	6項	LCMS/MS	1-0.5 ppm
禁用色素	7項	LCMS/MS	
丙烯醯胺		LCMS/MS	0.05 ppm
三氯醋酸		LCMS/MS	200 ppm

21	丙烯酰胺	通用	LC-QQQ
22	米诺地尔等 7 种禁用物质	通用	LC-QQQ
23	4-氨基联苯及盐	通用	LC-QQQ
24	二乙醇亚硝酸	洗发水，沐浴乳等	LC-QQQ
25	5 种雌激素	乳液类，水类，粉底类等	LC-QQQ
26	林可霉素等 6 种抗生素	洗发水，乳液类，水类等	LC-QQQ
27	酮康唑、氯米巴唑	洗发类化妆品	LC-QQQ
28	32 禁用染料	染发类	LC-QQQ

中國島津

歐盟化妝品法規 EC No.1223/2009



歐盟化妝品法規 EC No.1223/2009 整體解決方案



(內部版，印刷版正在制作中，敬請期待)

离子色谱/液相色谱/液相色谱质谱联用部分



UFLCXR 高效液相色谱仪



LC-30A 超高效液相色谱仪



LCMS-8040 三重四极杆液质联用仪

中國島津

4.2.7 超高效液相色谱三重四极杆质谱测定化妆品中丙烯酰胺.....	81
4.2.8 超高效液相色谱三重四极杆质谱测定化妆品中全氟辛酸和全氟辛烷磺酸....	84
4.2.9 超高效液相色谱三重四极杆质谱测定化妆品中 7 种抗真菌类禁用物质.....	88
4.2.10 超高效液相色谱三重四极杆质谱测定化妆品中10种喹诺酮类禁用物质	94
4.2.11 超高效液相色谱三重四极杆质谱测定化妆品中8种糖皮质激素残留.....	101
4.2.12 化妆品中溶剂绿7、食品红9等十种着色剂物质检测.....	108
4.2.13 化妆品中酸性紫14、酸性黄36等7种禁用染发剂检测.....	116
4.2.14 化妆品中6种性激素类禁用物质检测.....	123
4.2.15 化妆品中15种磺胺类禁用物质检测	129

丙烯酰胺

超高效液相色谱三重四极杆质谱测定化妆品中丙烯酰胺

摘要: 本文使用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 联用建立一种外标法测定化妆品中丙烯酰胺的方法。借助超高效液相色谱 LC-30A 在 2.5 min 内实现快速分离, 三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 进行定量分析, 因此可以快速、准确地测定丙烯酰胺。丙烯酰胺的线性良好, 相关系数 0.9999; 不同浓度的精密度实验结果表明: 其保留时间和峰面积相对标准偏差分别在 0.09 ~ 0.28% 和 1.35 ~ 1.54% 之间, 仪器精密度良好; 丙烯酰胺的检出限为 0.11 $\mu\text{g/L}$, **定量限为 0.42 $\mu\text{g/L}$** ; 样品加标回收率为 75.5 ~ 112.2% 之间。

关键词: 化妆品 丙烯酰胺 超高效液相色谱仪 三重四极杆质谱仪

0.00042ppm

丙烯酰胺(Acrylamide, CAS 号: 79-06-1)作为常见工业原料聚丙烯酰胺中未聚合单体残留在于化妆品当中。丙烯酰胺经皮吸收进入人体中可转化为环丙酰胺, 并与谷胱甘肽、血红蛋白和 DNA 结合, 各种代谢产物经尿液排出。丙烯酰胺对啮齿类动物具有神经毒性、生殖毒性和致癌作用; 职业暴露可引起人体神经毒性, 尽管目前流行病学研究仍不能充分证明其是否会增加人类患恶性肿瘤的风险, 但是欧盟化妆品法(Regulation(EC)1223/2009)和我国化妆品法规都已将丙烯酰胺列为化妆品中的禁用物质。对于聚丙烯酰胺中残留的丙烯酰胺单体, 规定在驻留类护肤品中丙烯酰胺单体最大残留为 0.1 mg/kg, 以及其他物品中丙烯酰胺单体最大残留量为 0.5 mg/kg。

本文采用岛津超高效液相色谱仪 LC-30A 和三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 联用, 建立了化妆品中丙烯酰胺的分析方法, 此方法操作简单, 分析快速、选择性强和灵敏度高。

1. 实验部分

雌激素

3.5.3 标准曲线、精密度、检出限和定量限

按 3.5.1 中的分析条件进行测定，外标法建立标准曲线，6 种性激素在 1-200 $\mu\text{g/L}$ 的线性浓度范围内，线性相关性良好，相关系数在 0.9984-0.9997 之间，检出限和定量限见表 8。配制浓度为 5.0 $\mu\text{g/L}$ 的混合标样平行测定 6 次，6 种物质的保留时间相对标准偏差和峰面积的相对标准偏差分别在 0.33%和 7.45%以下，结果表明仪器精密度良好。

表 8 6 种性激素物质的标准曲线、精密度、检出限和定量限

名称	标准曲线	相关系数 (R)	5.0 $\mu\text{g/L}$, RSD(%)		检出限 ($\mu\text{g/L}$)	定量限 ($\mu\text{g/L}$)
			R.T.	Area		
孕酮	$Y = (73.6035)X + (348.970)$	0.9997	0.12	5.72	0.36	1.2
睾九酮	$Y = (196.188)X + (706.045)$	0.9991	0.12	5.82	0.67	2.3
甲基睾九酮	$Y = (166.644)X + (186.635)$	0.9988	0.14	7.28	0.61	2.0
雌三醇	$Y = (78.0267)X + (-204.544)$	0.9994	0.11	7.45	0.38	1.3
雌酮	$Y = (296.704)X + (-542.676)$	0.9991	0.17	5.83	0.09	0.3
己烯雌酚	$Y = (331.120)X + (-182.078)$	0.9997	0.09	3.95	0.06	0.2

4. 结论

本实验中使用岛津 LC-20A 高效液相色谱仪，建立了化妆品中 6 种性激素含量测定的方法。6 种性激素物质在 0.025~25 $\mu\text{g/mL}$ 的浓度范围内具有良好的线性相关性，相关系数在 0.9999 以上，方法检出限在 0.003~0.05 mg/kg 之间，回收率在 71%-104%之间，结果表明方法准确可靠。样品检测中若出现阳性结果，可参照上述串联质谱条件，进行定性确认。

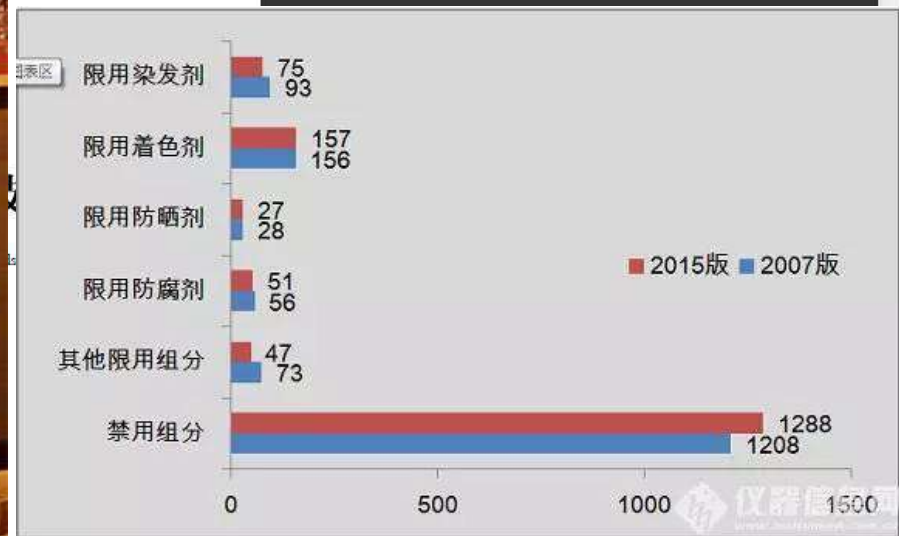
0.003-0.05ppm

禁用色素

表 8 液质法 7 种染发剂的检出限和定量限

编号	名称	标准偏差(S)	检出限(mg/kg) ppm	定量限(mg/kg)
1	酸性紫 14	0.007	0.021	0.082
2	酸性黄 36	0.003	0.009	0.038
3	酸性紫 43	0.004	0.012	0.050
4	颜料橙 5	0.008	0.024	0.098
5	碱性蓝 26	0.002	0.008	0.031
6	苏丹红 II	0.010	0.031	0.125
7	苏丹红 IV	0.006	0.018	0.071

化妝品安全技術規範 2015



綠能

LTN 推動綠能 小英：積極投入

news.ltn.com.tw/news/focus/paper/963246

應用程式 Yahoo 奇摩 SHIMADZU Global... LCMS-IT-TOF LCM... 【原價星】COOLP... LCMS-IT-TOF Ma... 代謝組學軟件Profil... 中国生物器材网--A... 分析資訊軟體 Hi~這是蚯蚓的花園...

推動綠能 小英：積極投入四大主軸

+

Print

✉

P

G+

0

Tweet

f 讚

分享

21

2016-03-01

【記者蘇芳禾／台南報導】總統當選人蔡英文昨天赴科技部南部科學園區管理局，與新能源產業的業者座談，蔡英文表示，新政府將積極投入節能、儲能、創能（再生能源投資）、系統整合等四大主軸，逐漸培養台灣綠能廠商出口競爭力，未來也將透過修正不合理競標機制等三種方式健全新能源產業環境。



總統當選人蔡英文（左三）昨由台南市長賴清德（左二）等人陪同，參訪綠能指標廠商台達電，台達電創辦人鄭崇華（左一）親自解說太陽能儲能、節電等相關設備及技術。（民進黨提供）

將健全新能源產業環境

蔡英文直言，要推動能源轉型，台灣還有一段路要走，但一定要大步跨出去；她強調，能源的問題，是台灣經濟和社會轉型的一個重要關卡，只要走過這一關，台灣一定可以成為一個更好的國家。

蔡英文產業之旅本週起接續參訪綠色能源、農業、半導體、國防、物聯網、造船及數位創意等產業。

蔡英文昨先拜會綠能、能源指標廠商台達電，之後到南科管理局與綠能廠商進行閉門座談，由台南市長賴清德、台經院副院長龔明

1 怎麼了？南投女校長見到許效舜未語先大哭...

2 228軍隊清鄉死亡人數 謝啟大：全台共43人

3 不只有感謝大家！李奧納多得獎感言被推爆

4 NBA Live》柯瑞超扯絕殺3分彈 勇士驚奇逆轉勝

5 （完整名單）第88屆奧斯卡金像獎得獎名單

更多關注新聞

市場動態

- 旅日最強樂天信用卡 玩樂日本一卡包辦
- 集眾力 來種綠，與荒野保護協會一同守護家園及萬物家人
- 基金獎光芒加持！富蘭克林國民的基金與您同賀

更多市場動態 »

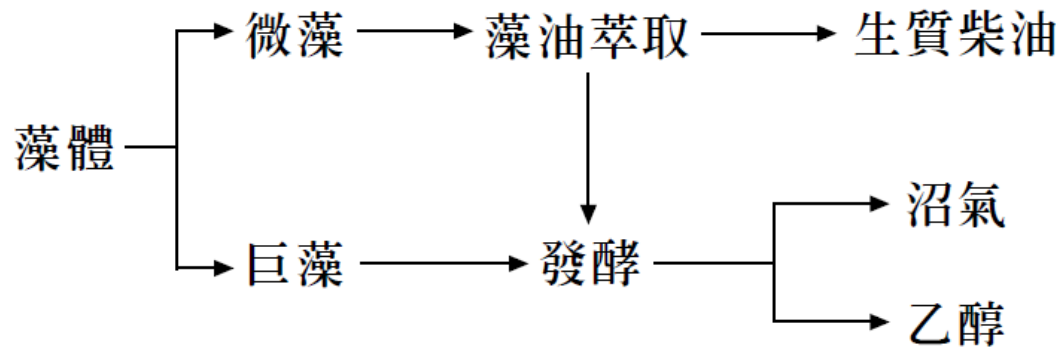
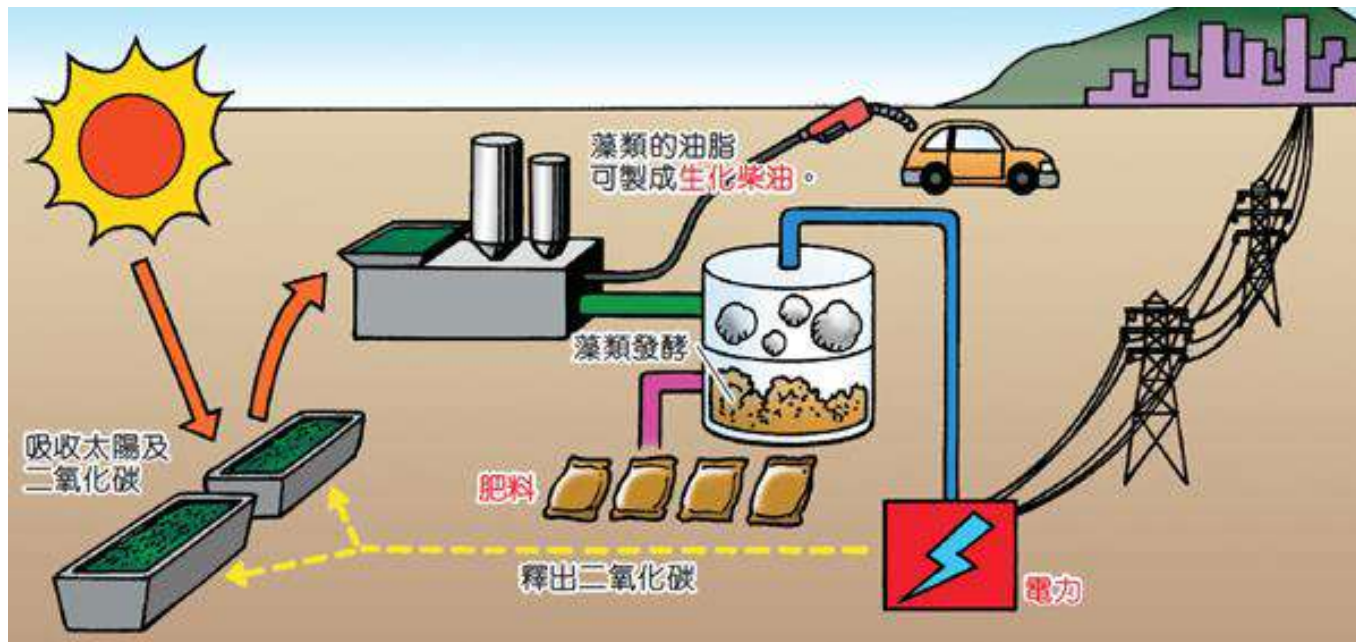
LTN 自由時報 856,038 按讚次數

自由電子報APP 全新上架！

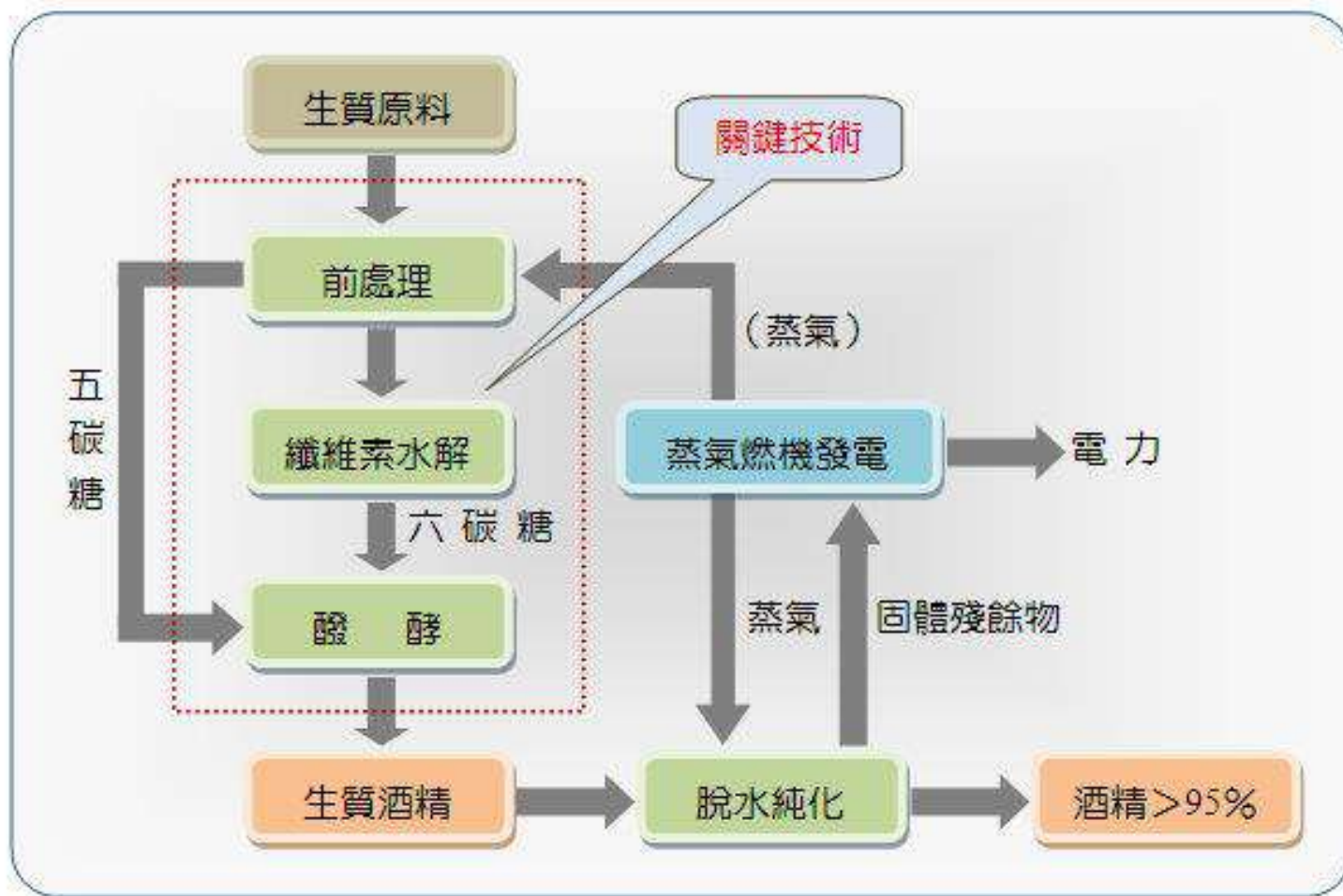
說這專頁讚

分享

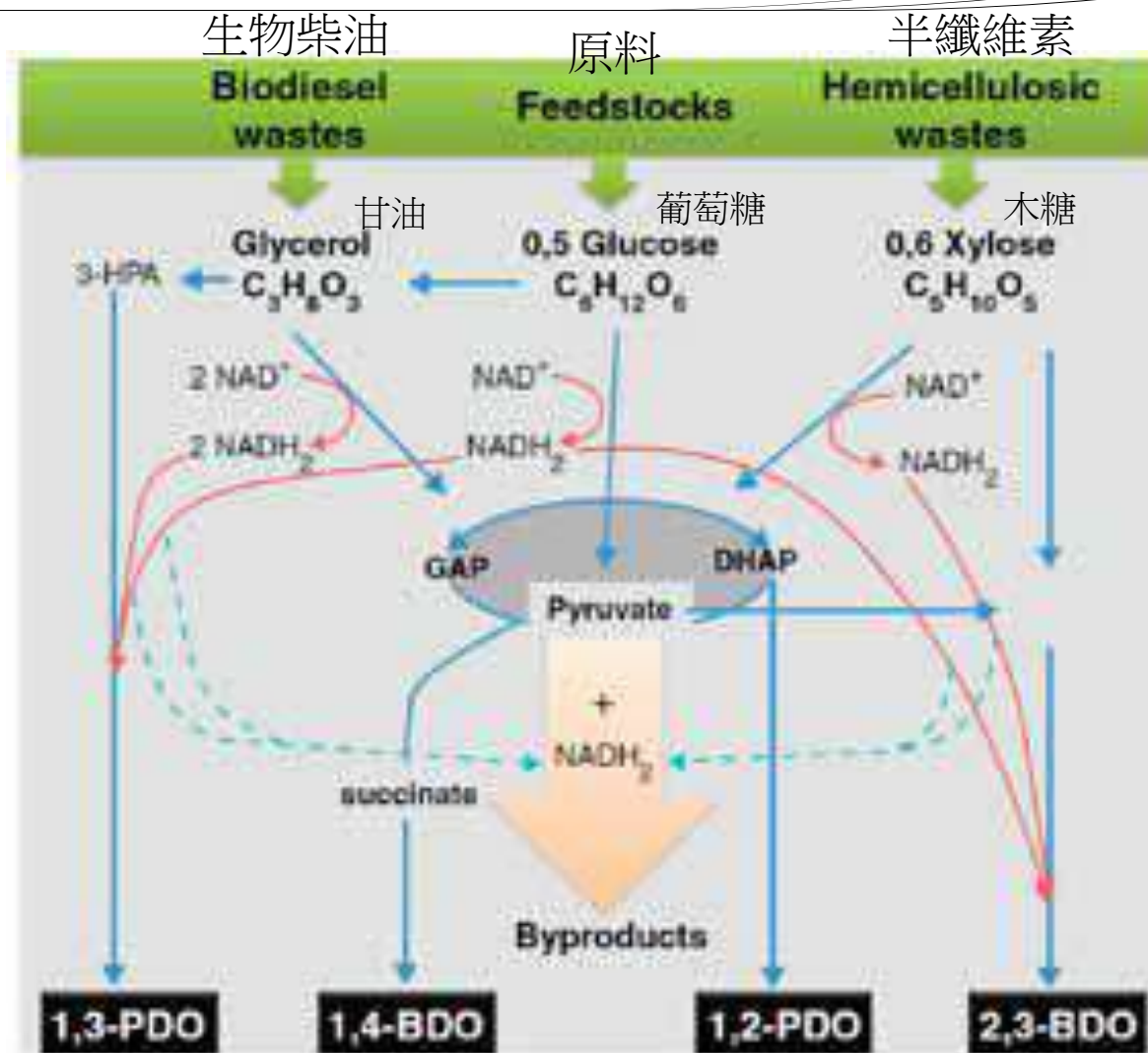
藻類



纖維素經酵素水解及酵母醱酵後產生質酒精之製程

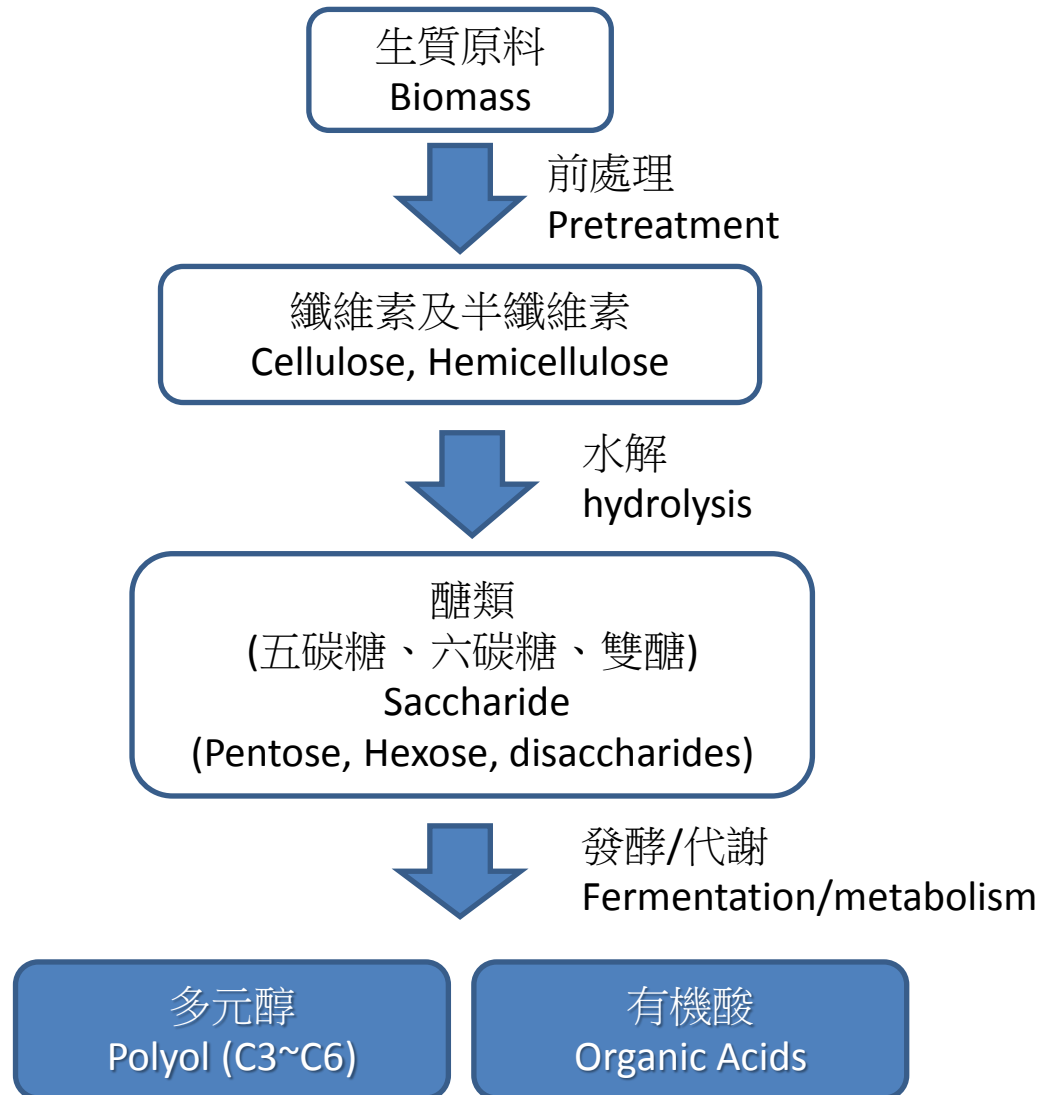


微生物醱酵方法製造多元醇類

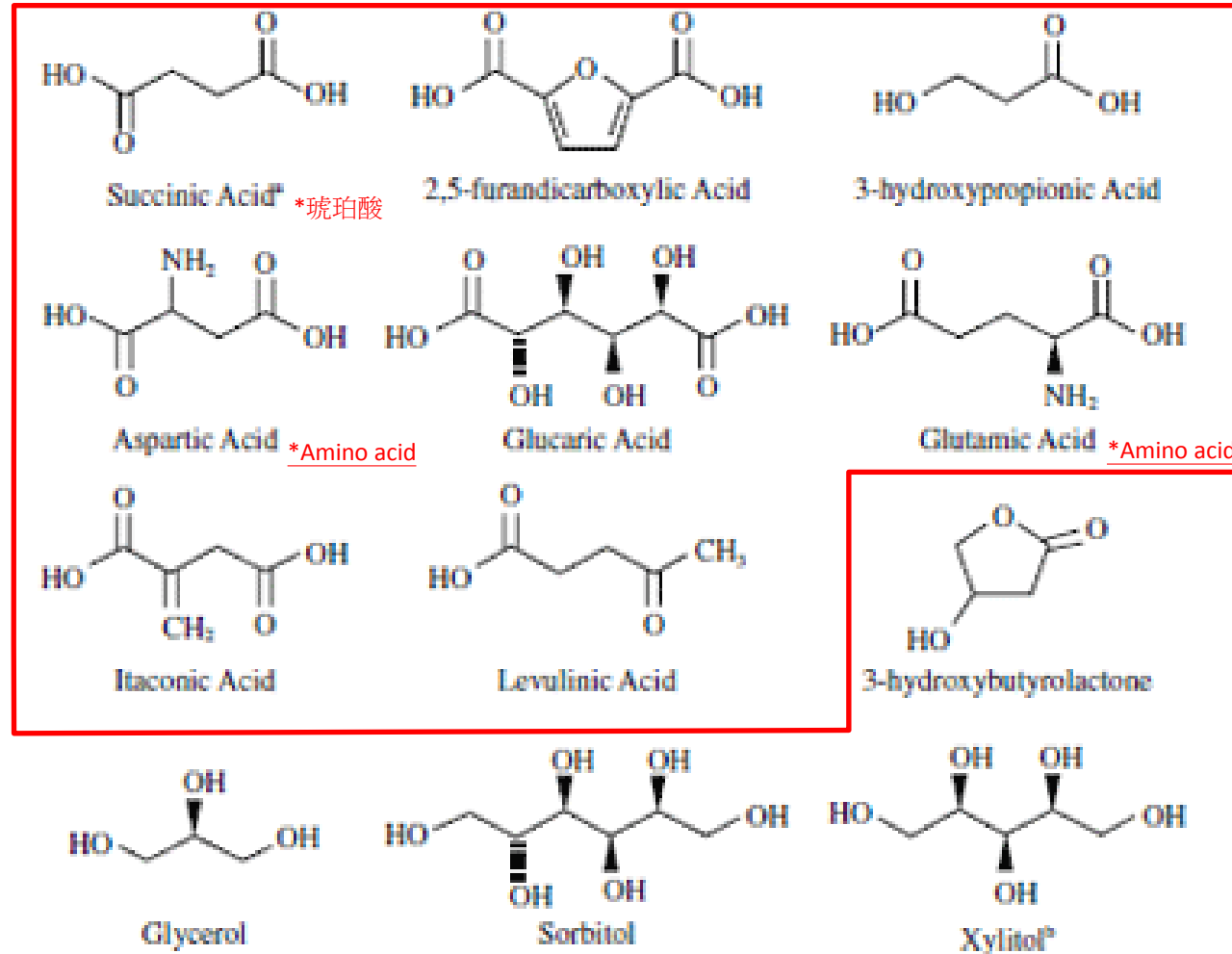


以生質料源經微生物醱酵生產1,3-丙二醇(1,3-PDO) 1,4-丁二醇(1,4-BDO) 1,2-丙二醇(1,2-PDO)及2,3-丁二醇(2,3-BDO)

生質能源(Biomass Energy)



從生質原料轉變而來的十二個最有價值的化學品



有機酸

多元醇

^aClass of 1,4-diacids also includes fumaric and maleic acids; ^bClass of sugar alcohols also includes arabinitol

Bio-rad Aminex HPX-87H 有機酸和醇分析柱

Use the Aminex HPX-87H HPLC column for the analysis of carbohydrates in solution with carboxylic acids, volatile fatty acids, short-chain fatty acids, alcohols, ketones, and neutral metabolites.

The HPX-87H column is ideal for:

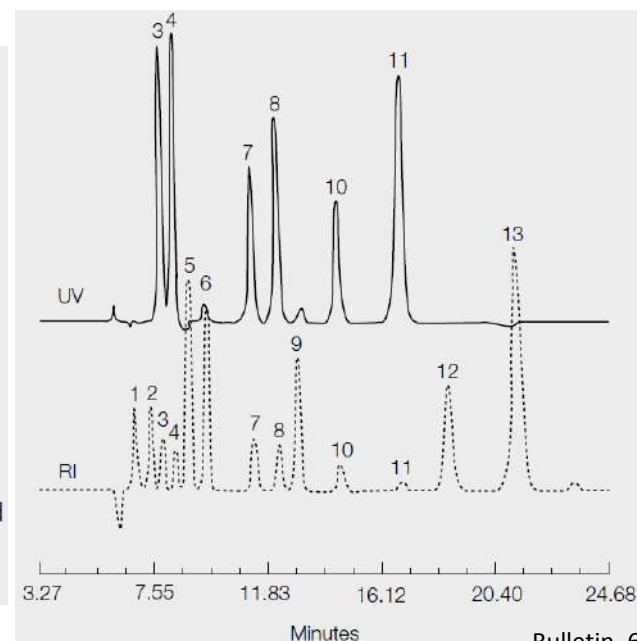
- Organic acid analysis
- Fermentation monitoring
- Biological fluid analysis
- Simultaneous profiling of monosaccharides and organic acids

Conditions

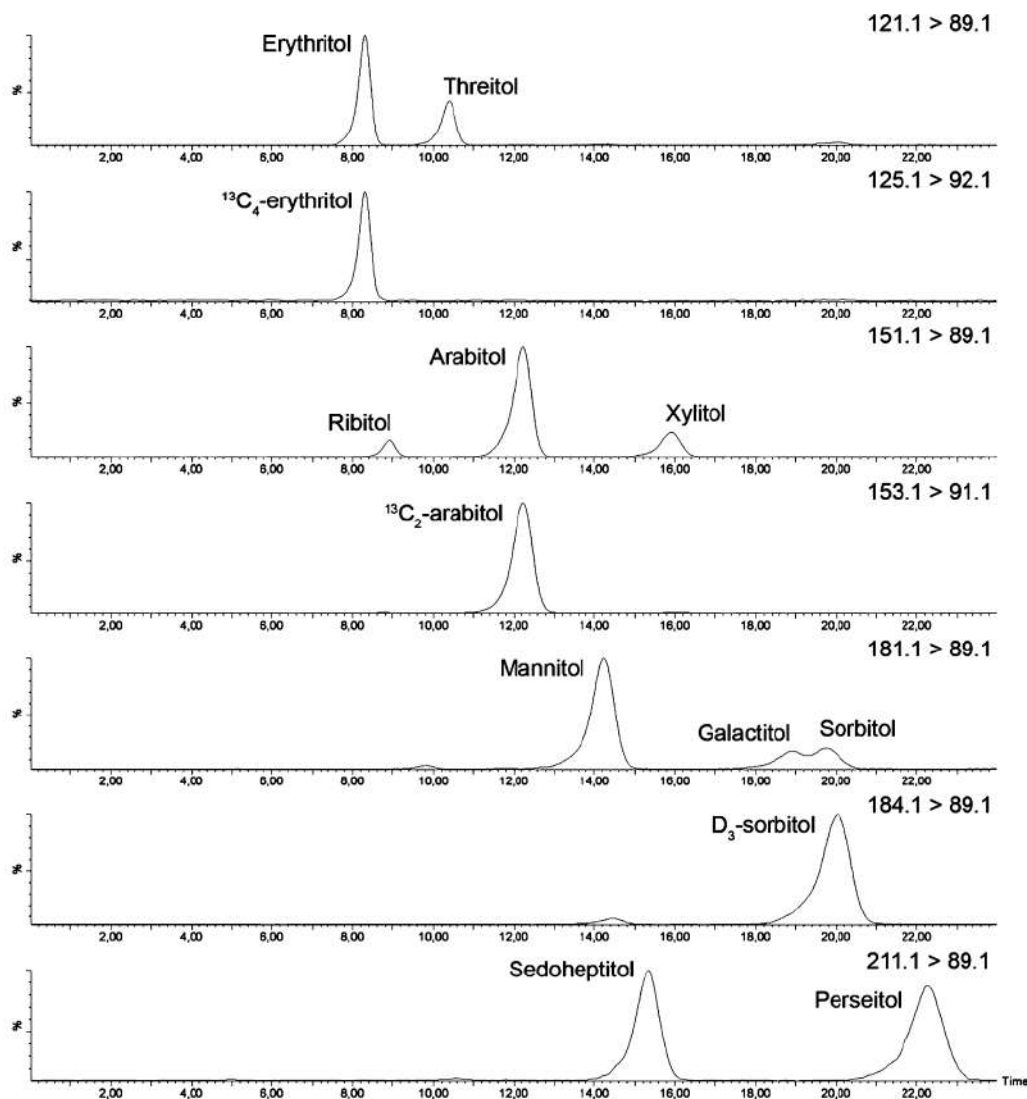
Instrument: GlycoChrom analyzer
Column: Aminex HPX-87H column, 300 x 7.8 mm
Sample: Fermentation standards
Eluant: 5 mM sulfuric acid
Flow Rate: 0.60 ml/min
Temperature: 50°C
Detection: UV 210 nm
 RI

Peaks:

1. Maltotriose
2. Maltose
3. Citric acid
4. Tartaric acid
5. Glucose
6. Fructose
7. Succinic acid
8. Lactic acid
9. Glycerol
10. Acetic acid
11. Pyroglutamic acid
12. Methanol
13. Ethanol



Analysis of polyols by LCMS



C4-polyols	C5-polyols	C6-polyols	C7-polyols
$\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}_4$	$\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}_5$	$\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_6$	$\text{C}_7\text{H}_{16}\text{O}_7$
MW=122	MW=152	MW=182	MW=210
Erythritol Threitol	Ribitol Xylitol Arabitol	Sorbitol Galactitol Mannitol	perseitol sedoheptitol

Column:

AminexHPX-87C column

(250×4.0 mm, 9 μm , Bio–Rad)

Isocratic eluent :

40% acetonitrile–water

Column Oven: 65 °C.

Flow rate: 0.4 ml/min

Split ratio: 1: 2

ESI flow rate: 200 $\mu\text{l}/\text{min}$

Injection vol: 20 μl

Run Time: 24min

Organic Acid analysis by LCMS

C145-0237

SHIMADZU
Excellence in Science

LC/MS/MS Method Package for Primary Metabolites

Ready-to-Use Analytical Conditions

Shimadzu Method Packages deliver conditions for efficient and simultaneous multi-component analysis. They enable the user to quickly and easily implement complex methods without costly and laborious method development by providing sample preparation protocols, LC separation conditions, and MS acquisition parameters.

Contains 55 Primary Metabolites Including Glycolytic System, TCA Pathway, and Pentose Phosphate Pathway plus Amino Acids and Nucleotides

The Primary Metabolite Method Package contains conditions for the simultaneous analysis of 55 components contained in the major metabolic pathways of organisms. The method allows you to make the variability study of in vivo metabolites.

HPLC Conditions

Analytical column : Merck C18 (2.1 mm I.D. x 150 mm L, 3 µm)
 BPN 402-12215 (Shimadzu GLC Ltd.)
 Mobile phase A : 15 mM Acetate, 10 mM Tributylamine-Water
 Mobile phase B : Methanol
 Flow rate : 0.3 mL/min
 Injection volume : 2 µL

Step	Time (min)	A (%)	B (%)
0	0	100	0
1	0.5	100	0
2	3.0	75	25
3	12.0	2	98
4	15.0	2	98
5	15.1	100	0
6	20.0	100	0

Complete from Sample Preparation to Analysis

Protocols are included for the preparation of extracts from biological tissue. Saving the user time and money, even laboratories unfamiliar with extraction can follow prescribed steps for LC/MS/MS sample preparation.

Normalization of Multiple Sample Results

Due to mass differences between biological tissue samples, normalization of results must be performed when multiple samples are analyzed. This method package includes optimized analytical conditions for two internal standards to permit normalization across multiple samples.

Simultaneous Analysis of 17 Components Using Method Package for Primary Metabolites

List of compounds for PFPP column method

Glycolytic system

Lactic acid
 Pyruvic acid
 TCA cycle
 2-Ketoglutaric acid
 Aconitic acid
 Citric acid
 Fumaric acid
 Isocitric acid
 Malic acid
 Succinic acid

Organic acids

4-Aminobutyric acid
 Adenylsuccinic acid
 Argininosuccinic acid
 Cholic acid
 Creatine
 Nicotinic acid
 Ophthalmic acid
 Orotic acid
 Pantothenic acid
 Taurocholic acid
 Uric acid

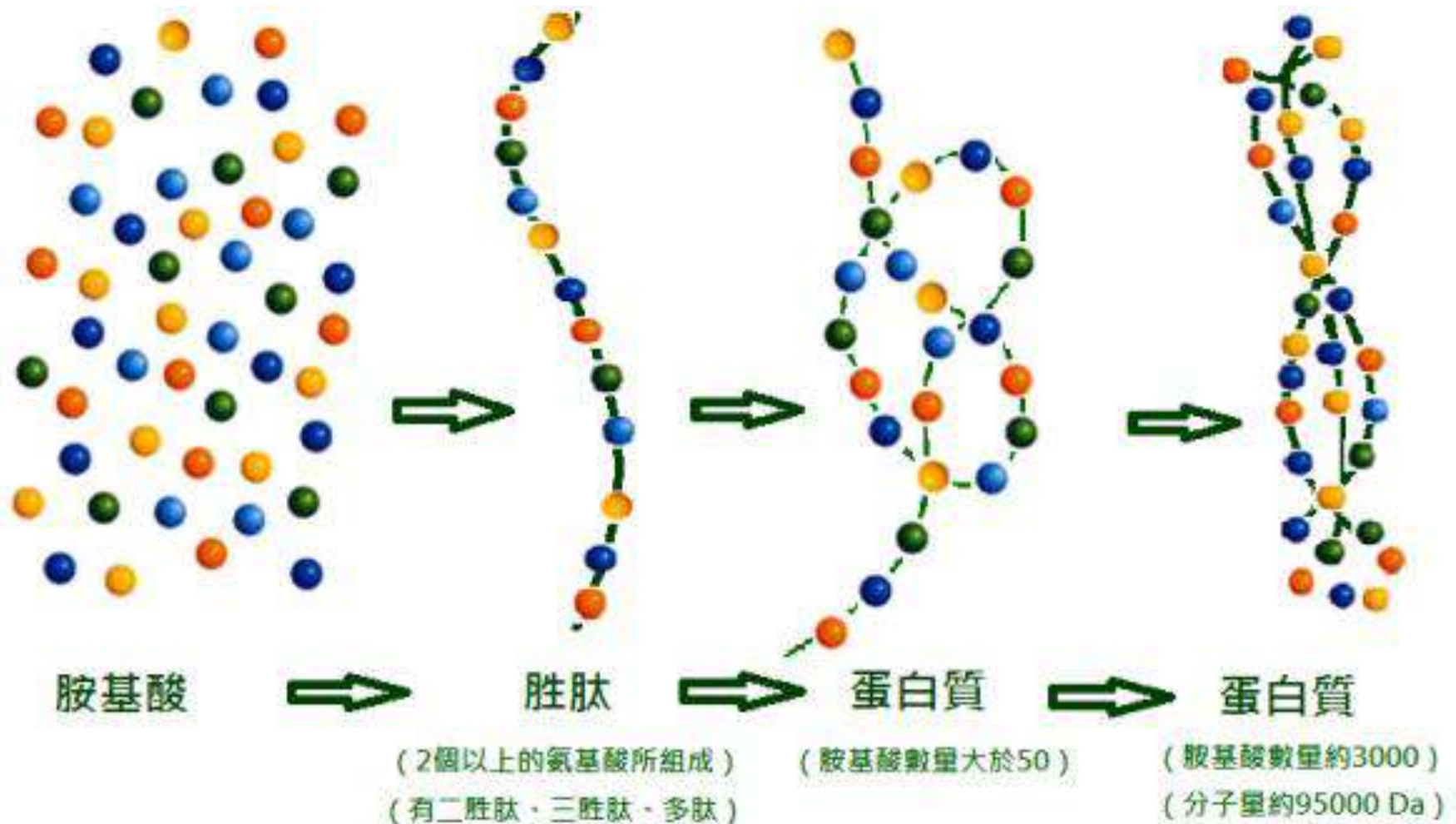
Amino acids

4-Hydroxyproline
 Alanine
 Arginine
 Asparagine
 Aspartic acid
 Asymmetric dimethylarginine
 Citrulline
 Cystine
 Dimethylglycine
 Glutamic acid
 Glutamine
 Glycine
 Histidine
 Homocystine
 Isoleucine
 Leucine
 Lysine
 Methionine sulfoxide
 Ornithine
 Phenylalanine

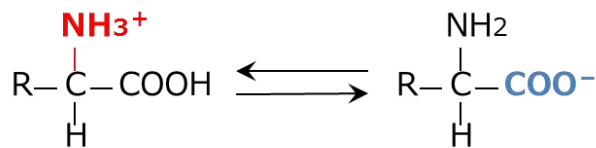
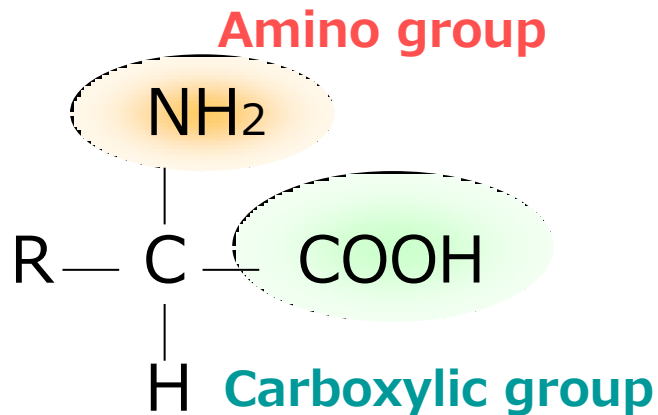
Nucleosides and Nucleotides

Adenine
 Cytosine
 Guanine
 Thymine
 Uracil
 Xanthine
 Adenosine
 Cytidine
 Guanosine
 Inosine
 Thymidine
 Uridine
 Adenosine 3',5'-cyclic monophosphate
 Adenosine monophosphate
 Cytidine 3',5'-cyclic monophosphate
 Cytidine monophosphate
 Guanosine 3',5'-cyclic monophosphate

胺基酸 胜肽 蛋白質



氨基酸



in low pH

In high pH

Equilibrium of amino acid moves depending on pH of mobile phase.

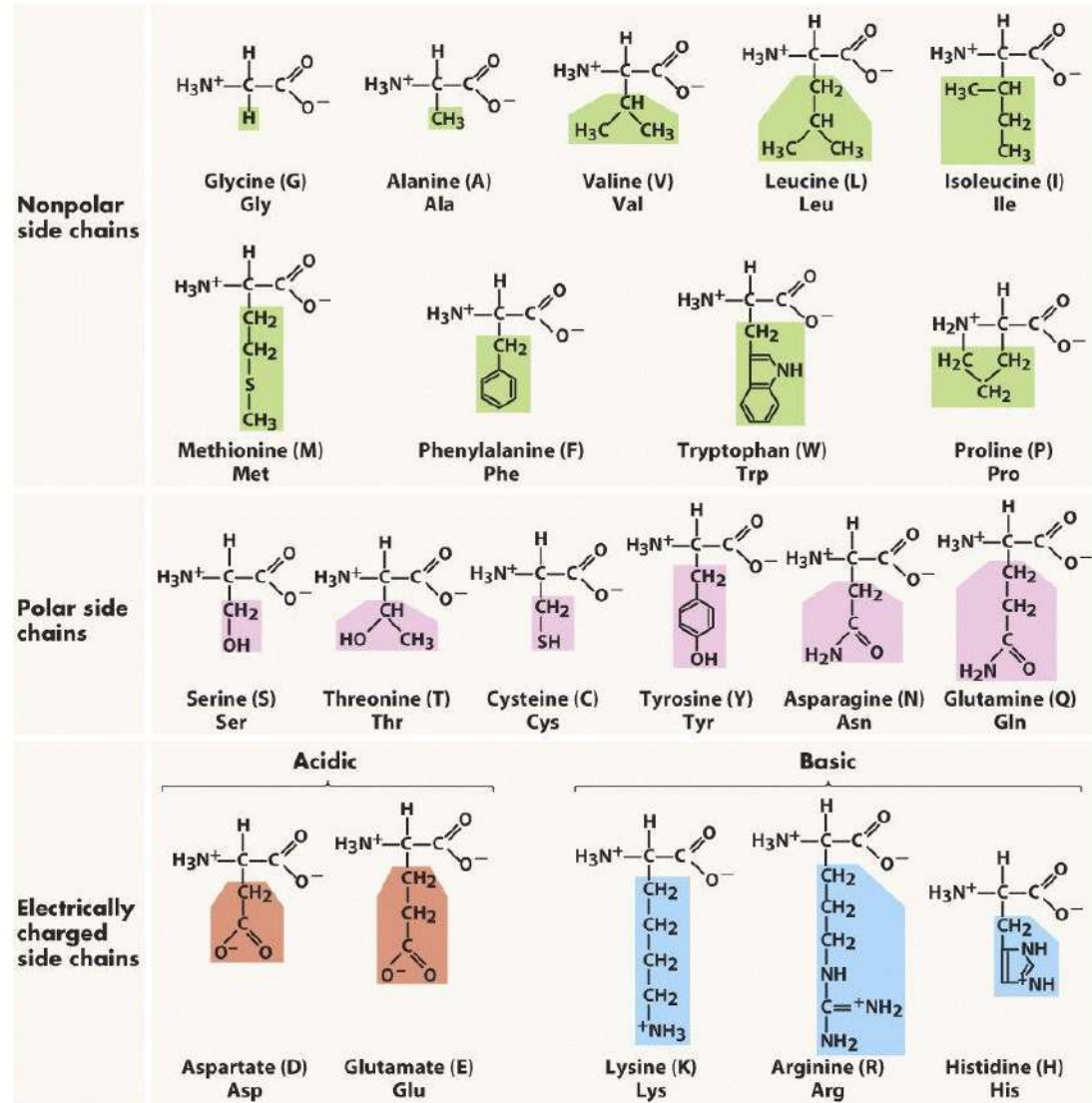


Figure 3-5 Biological Science, 2/e

胺基酸分類

Free amino acids (游離胺基酸)

- 游離胺基酸顧名思義為游離態胺基酸，不需經水解蛋白質(或胜肽)之步驟，目前標準品可以定量**39** 種。

Protein-hydrolyzed amino acids (蛋白質水解胺基酸)

- 水解胺基酸是指經過酸(或鹼)水解蛋白質之步驟，對於組成蛋白質之胺基酸定為**18** 種。

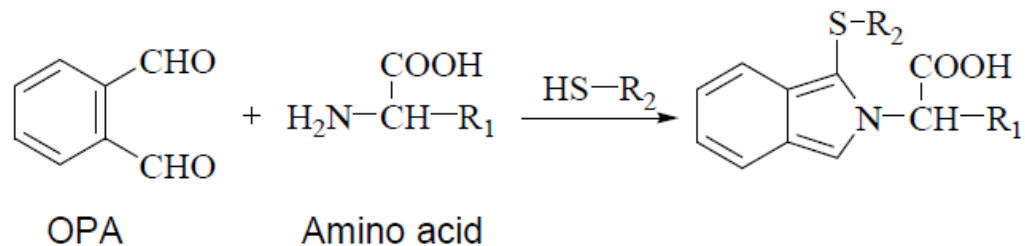
胺基酸檢測的難度

- 氨基酸是離子性化合物
 - Ion Exchange (離子交換)
 - Reverse Phase (反相, 分離度不佳)

=> 柱前衍生
- 低UV吸收波長(200nm), 易受基質干擾
 - 螢光檢測器> 衍生化
 - 質譜

螢光偵測

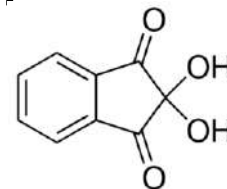
- UV 200~210nm 干擾多



- 柱後衍生 Post-column derivatization
-OPA (for fluorescing) and ninhydrin

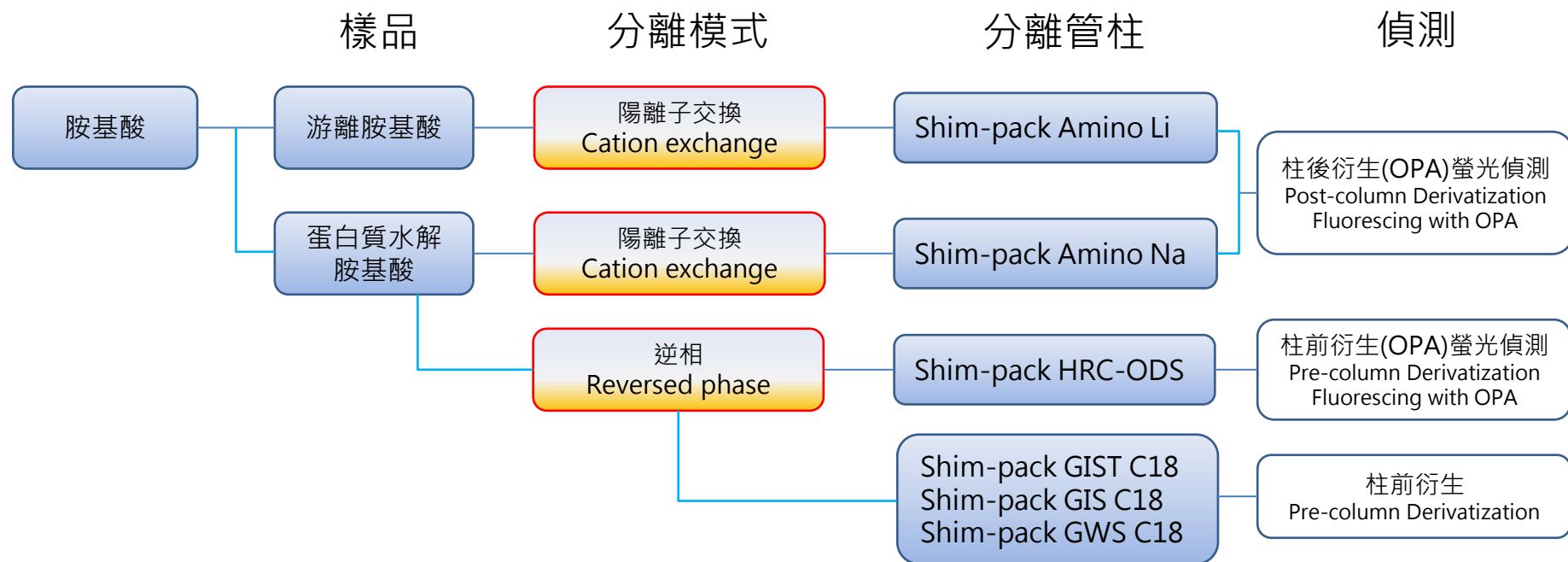
鄰苯二甲醛

茚三酮



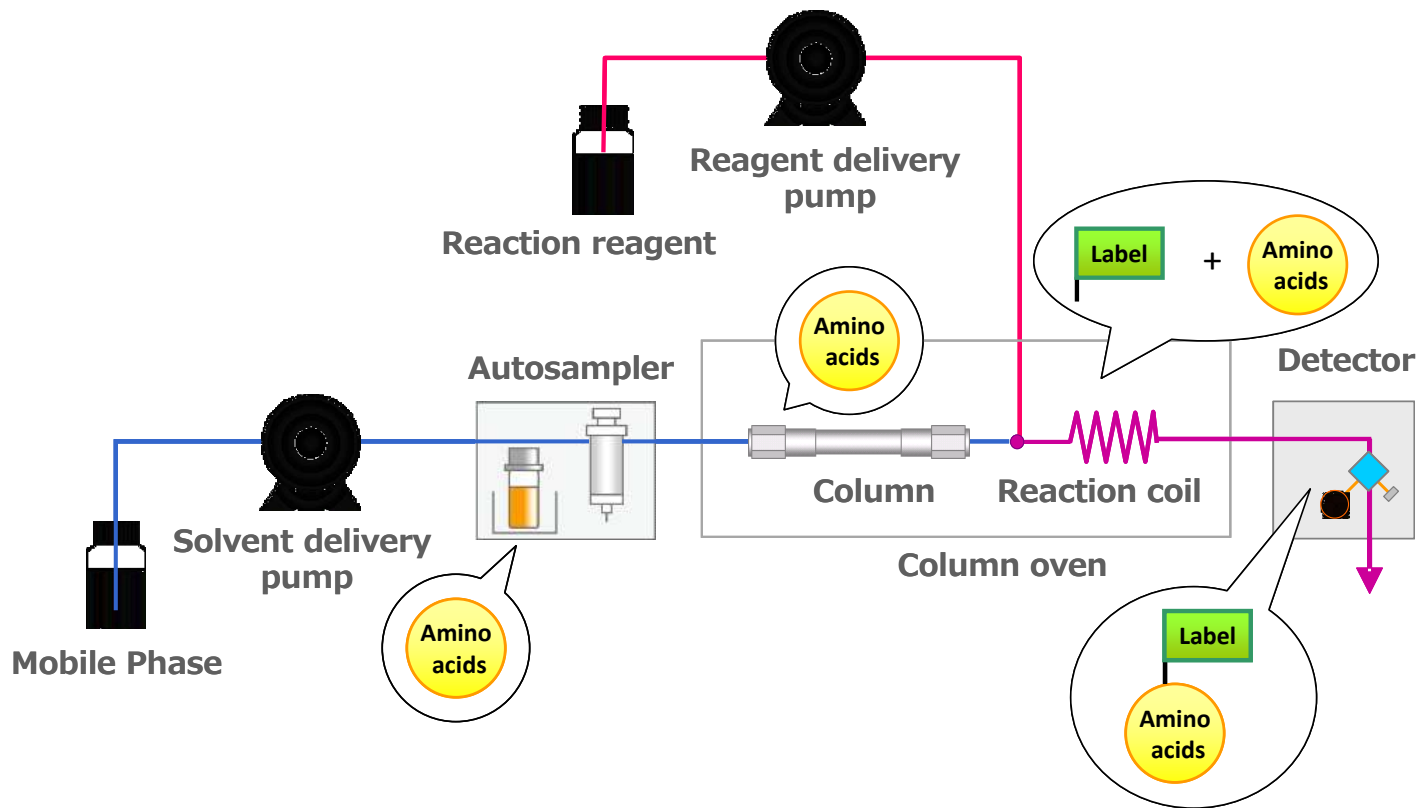
- 柱前衍生 Pre-column derivatization
-OPA(ortho-phthalaldehyde)

胺基酸(Amino acids)分析(1)

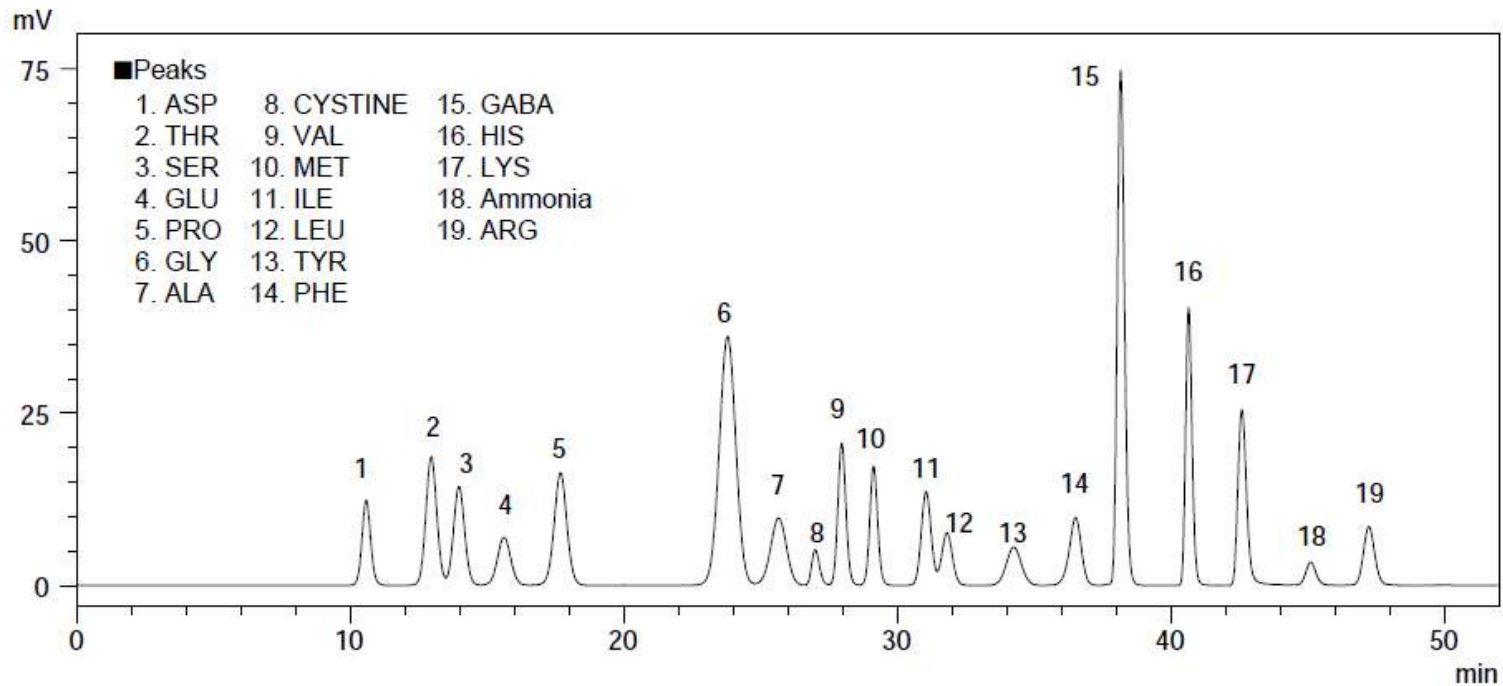


離子交換搭配柱後衍生

- Post-column derivatization with cation-exchange chromatography



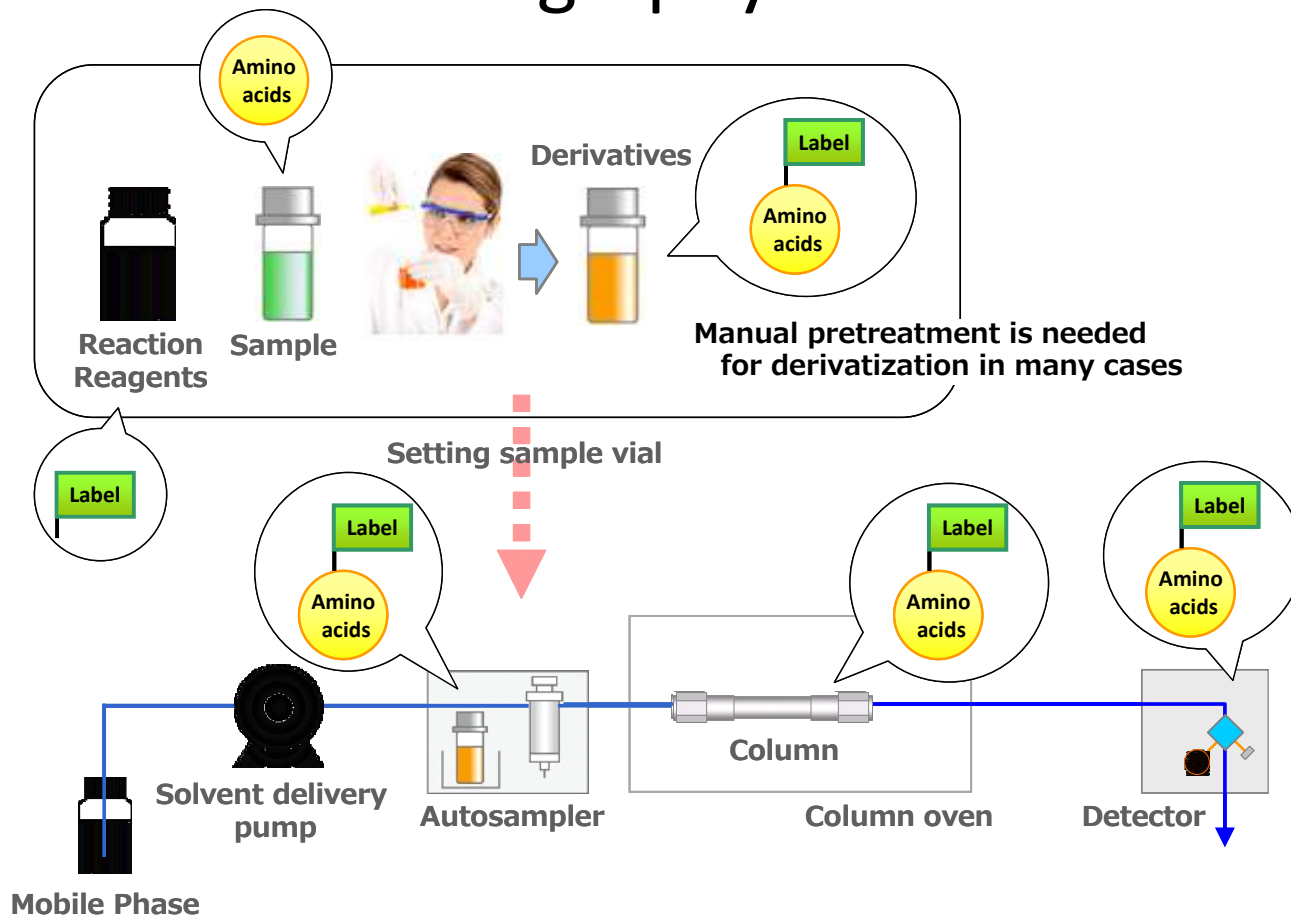
離子交換搭配柱後衍生



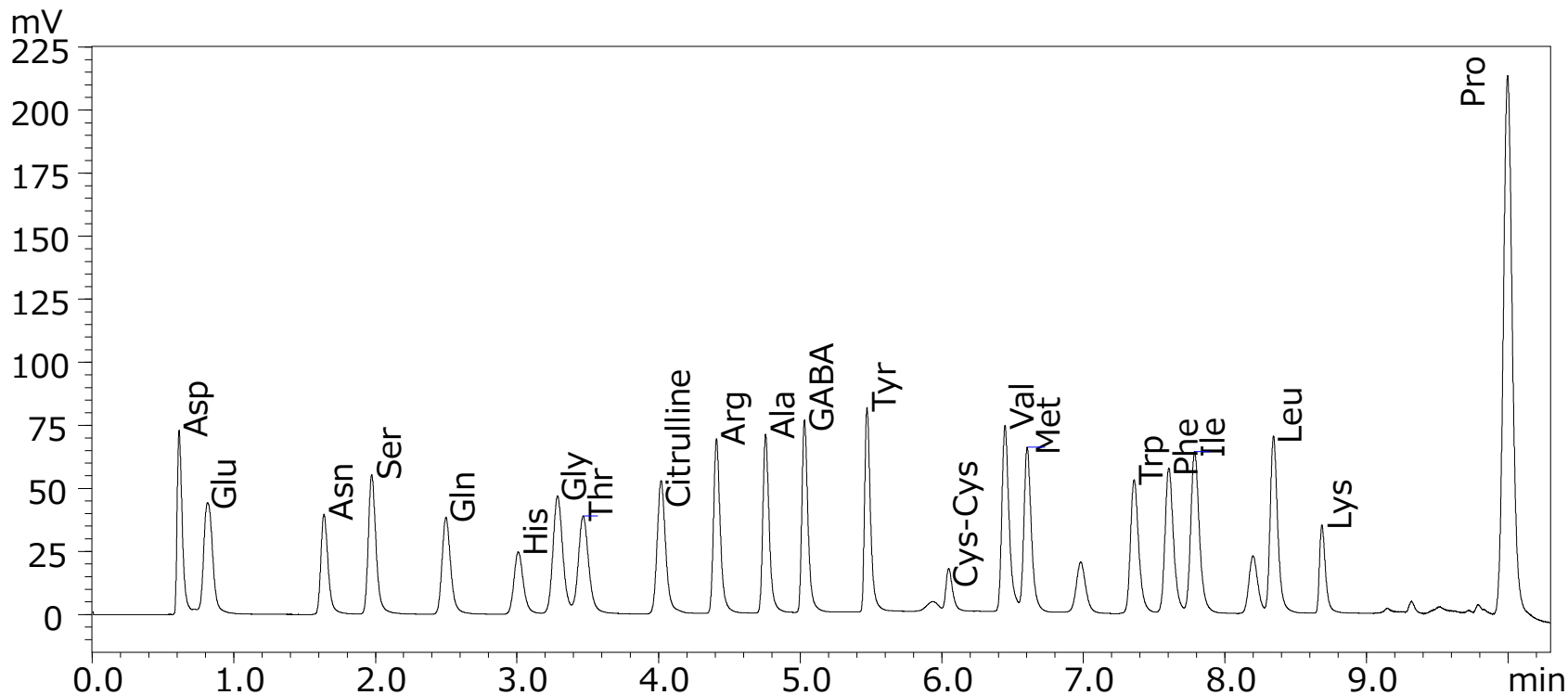
- 優點: 柱後衍生基質干擾較小
- 缺點: 分析時間長

反相層析搭配柱前衍生

- Pre-column derivatization with RP chromatography



反相層析搭配柱前衍生



- 優點: 可快速分析
- 缺點: 分離度取決於管柱, 基質干擾

氨基酸分析系統



Post-column Labeled Amino Acid Analysis System

For biogenic free amino acids analysis
Generic amino acid analysis



Pre-column Labeled amino acid analysis

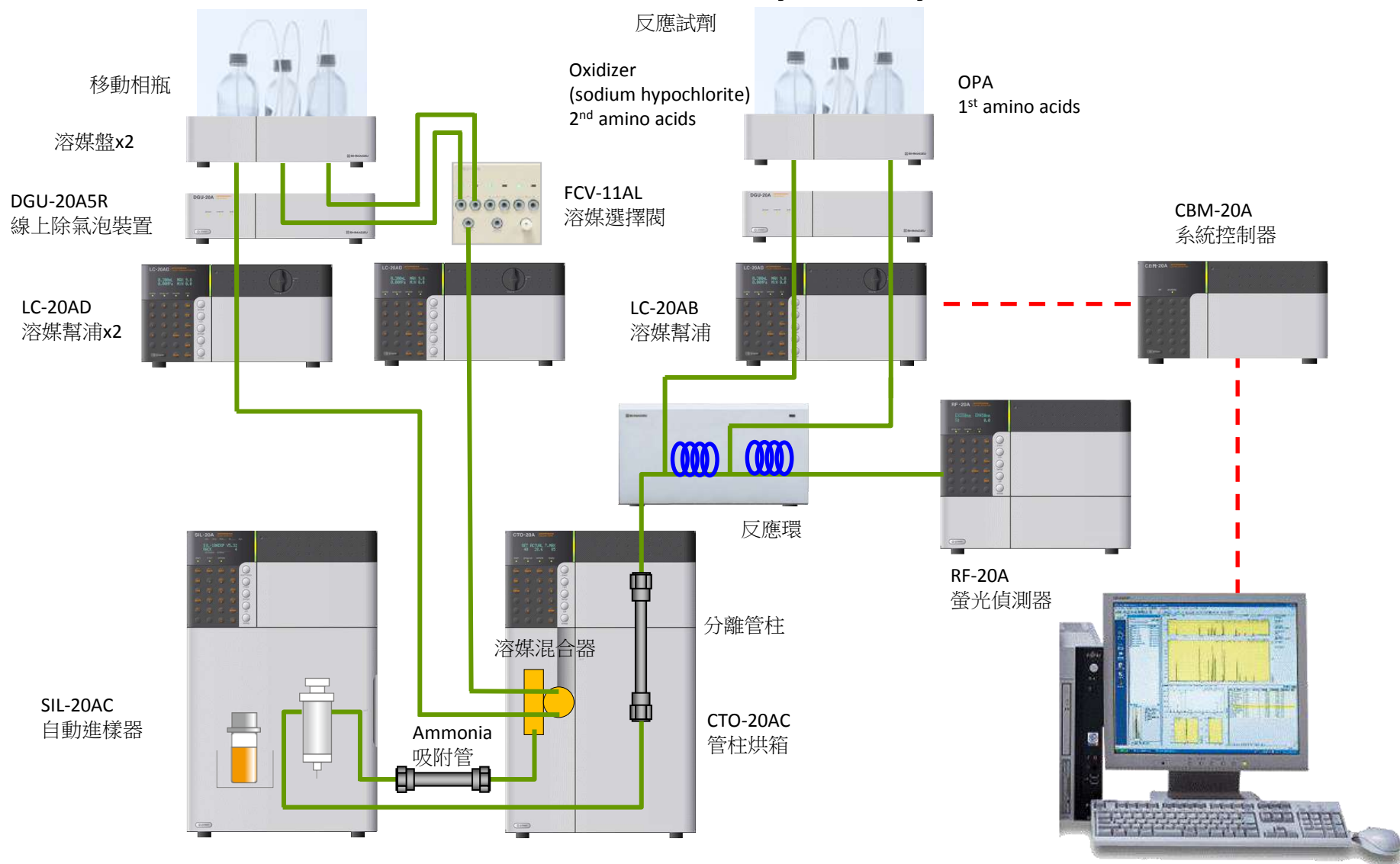
Mostly for hydrolyzed amino acids
Using the HPLC



Pre-column Labeled amino acid analysis with automated derivatization

High Speed Analysis of up to 26 Amino Acids
Using the SIL-30AC automated pretreatment function

Post-column Labeled Amino Acid Analysis System



Mobile Phase and Reaction Solution kit



Na-Type Mobile Phase Kit for
Amino Acid Analysis



Li-Type Mobile Phase Kit for
Amino Acid Analysis



Reaction Solution Kit for
Amino Acid Analysis



Column for Separation
Shim-pack Amino-Na
(P/N 228-18837-91)



Column for Separation
Shim-pack Amino-Li
(P/N 228-18837-92)



Column for trapping amine
Shim-pack ISC-30 Na
(P/N 228-14206-91)



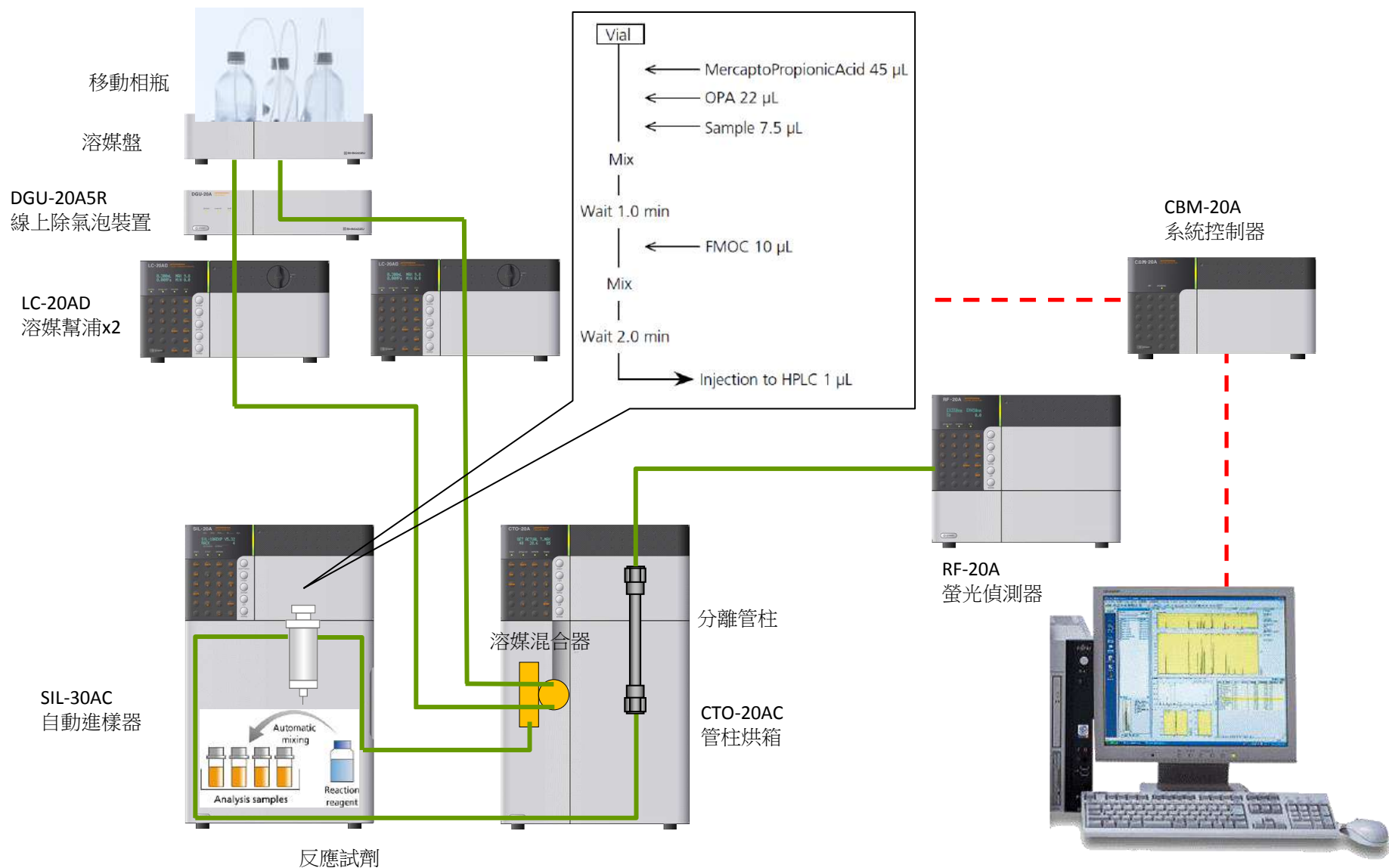
Column for trapping amine
Shim-pack ISC-30 Li
(P/N 228-00821-91)

Buffer solution A

Ring-opening reaction for
proline and hydroxyproline
by hypochlorous acid

OPA reagent

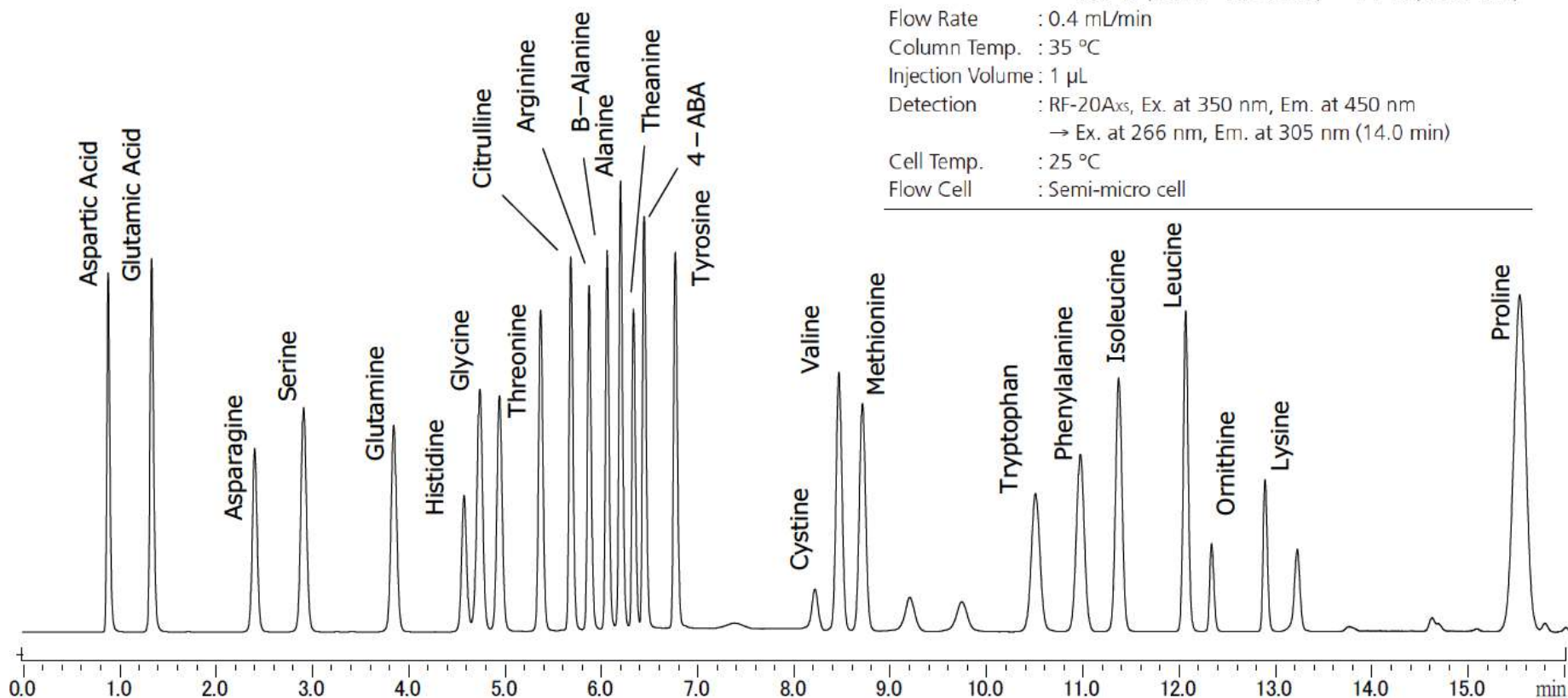
Pre-column Labeled amino acid analysis with automated derivatization



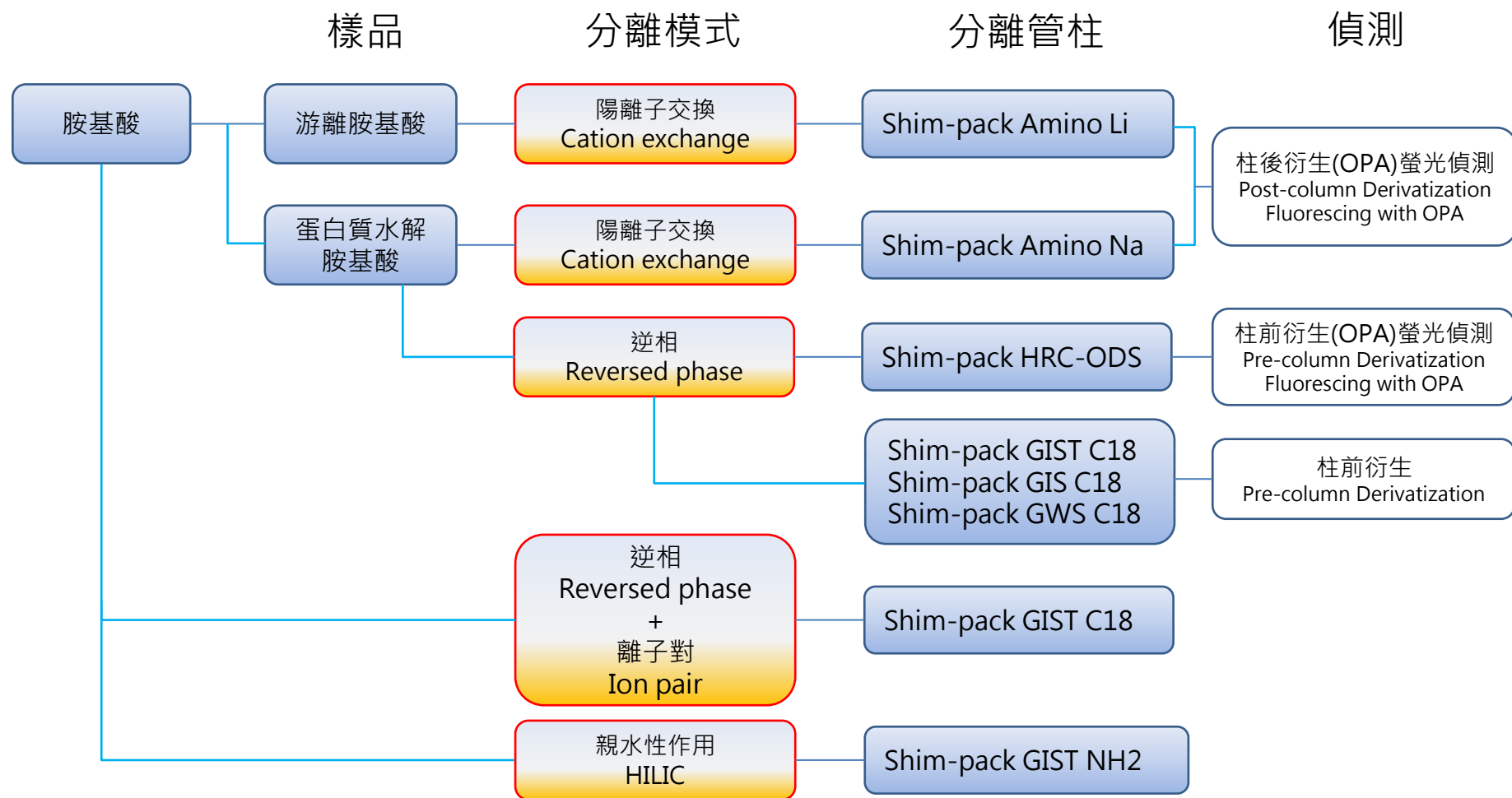
26 amino acid std

Table 1 Analytical Conditions

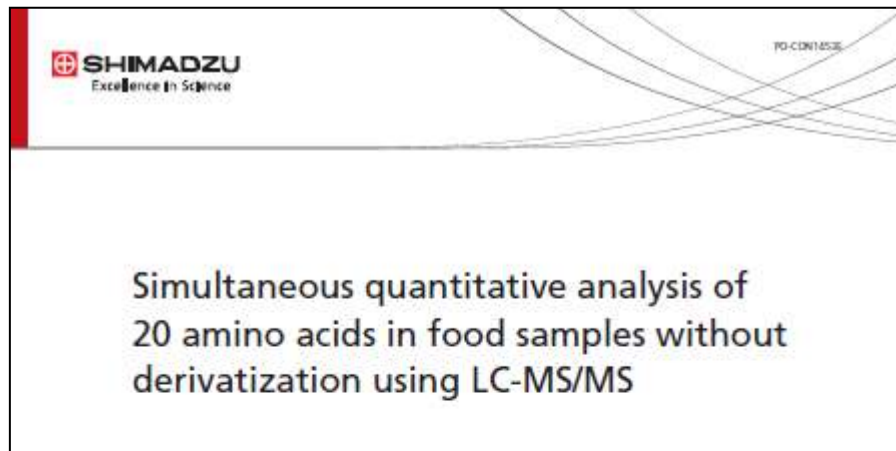
Column	: YMC-Triart C18 1.9 μ m (100 mmL. \times 2.0 mmI.D., 1.9 μ m, manufactured by YMC Co., Ltd.)
Mobile Phase	: A: 20 mmol/L Phosphate Potassium Buffer (pH 6.5) B: 45/40/15 Acetonitrile/Methanol/Water
Time Program	: B Conc. 11 % (0.00 - 2.00 min) \rightarrow 17 % (4.00 min) \rightarrow 31 % (5.50 min) \rightarrow 32.5 % (10.00 min) \rightarrow 46.5 % (12.00 min) \rightarrow 55 % (15.50 min) \rightarrow 100 % (15.51 - 19.00 min) \rightarrow 11 % (19.01 min)
Flow Rate	: 0.4 mL/min
Column Temp.	: 35 $^{\circ}$ C
Injection Volume	: 1 μ L
Detection	: RF-20Axs, Ex. at 350 nm, Em. at 450 nm \rightarrow Ex. at 266 nm, Em. at 305 nm (14.0 min)
Cell Temp.	: 25 $^{\circ}$ C
Flow Cell	: Semi-micro cell



胺基酸(Amino acids)分析(2)



LCMS/MS for amino acids analysis without derivatization



Result

Method development

First, MRM method of 20 amino acids was optimized. As a result, all compounds were able to be detected high sensitively and were detected in positive MRM transitions. As the setting temperature of ESI heating gas was found to affected on the sensitivity of amino acids, it was also

optimized. Even though amino acids were not derivartized and ion-pairing reagent wasn't used, 20 amino acids were retained by using a mixed-mode stationary phase structure and separated excellently on the below-mentioned condition.

ASMS 2014 TP 510

Keiko Matsumoto¹; Jun Watanabe¹; Itaru Yazawa²
¹ Shimadzu Corporation, Kyoto, Japan;
² Imtakt Corporation, Kyoto, Japan

Intrada Amino Acid

- We used a novel amino acid analysis column for LC-MS. This stationary phase consists of 3um silica particles modified with ion ligands which provide IEX and normal phase mixed-mode separation.



Intrada Amino Acid

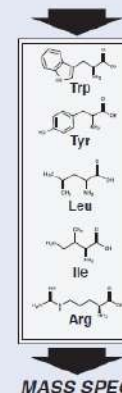
Amino Acids Separation Column for LC-MS

The world's first specialty column for intact amino acid analysis via LC-MS

- LC-MS analysis of amino acids*
- Amino Acid Analysis - No derivatization required*
- Ability to separate isobaric amino acids such as Leu and Ile*
- High-throughput (< 1 minute) analysis for selected amino acids*
- 5-10 minutes for protein amino acids analysis*
- Pure spherical silica / 3um particles / unique stationary phase designed for amino acid*



No Derivatization



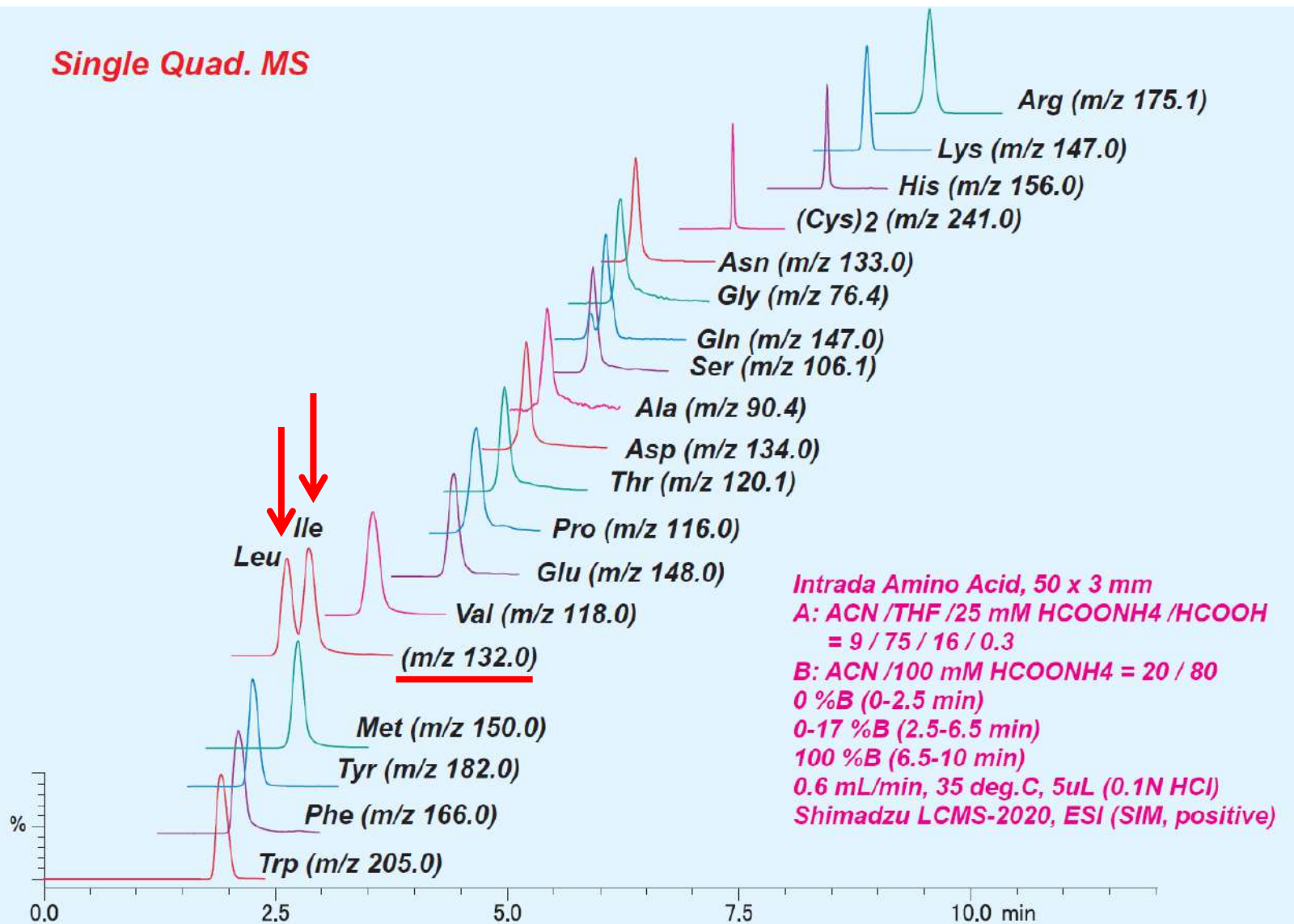
MRM transition

	MRM Transition
Trp	205.10>188.10
Phe	166.10>120.10
Tyr	182.10>136.00
Met	150.10>56.10
Lue, Lle	132.10>86.15
Val	118.10>72.05
Glu	148.10>84.10
Pro	116.10>70.10
Asp	134.20>74.10
Thr	120.10>74.00
Ala	90.10>44.10
Ser	106.10>60.20
Gln	147.10>84.10
Gly	76.20>29.90
Asn	133.10>74.05
(Cys)2	241.00>151.95
His	156.10>110.10
Lys	147.10>84.10
Arg	175.10>70.10

Amino acid	3-letter code	1-letter code	MW (Da)	Structure
Alanine	Ala	A	89.1	$\text{CH}_3\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Arginine	Arg	R	174.2	$\text{HN}=\text{C}(\text{NH}_2)\text{-NH-}(\text{CH}_2)_3\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Asparagine	Asn	N	132.1	$\text{H}_2\text{N-CO-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Aspartic Acid	Asp	D	133.1	$\text{HOOC-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Cysteine	Cys	C	121.2	$\text{HS-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Glutamic Acid	Glu	E	147.1	$\text{HOOC-}(\text{CH}_2)_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Glutamine	Gln	Q	146.1	$\text{H}_2\text{N-CO-}(\text{CH}_2)_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Glycine	Gly	G	75.1	$\text{NH}_2\text{-CH}_2\text{-COOH}$
Histidine	His	H	155.2	$\text{NH-CH=N-CH=C-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Isoleucine	Ile	I	131.2	$\text{CH}_3\text{-CH}_2\text{-CH}(\text{CH}_3)\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Leucine	Leu	L	131.2	$(\text{CH}_3)_2\text{-CH-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Lysine	Lys	K	146.2	$\text{H}_2\text{N-}(\text{CH}_2)_4\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Methionine	Met	M	149.2	$\text{CH}_3\text{-S-}(\text{CH}_2)_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Phenylalanine	Phe	F	165.2	$\text{Ph-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Proline	Pro	P	115.1	$\text{NH-}(\text{CH}_2)_3\text{-CH-COOH}$
Serine	Ser	S	105.1	$\text{HO-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Threonine	Thr	T	119.1	$\text{CH}_3\text{-CH}(\text{OH})\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Tryptophan	Trp	W	204.2	$\text{Ph-NH-CH=C-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Tyrosine	Tyr	Y	181.2	$\text{HO-p-Ph-CH}_2\text{-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$
Valine	Val	V	117.1	$(\text{CH}_3)_2\text{-CH-CH}(\text{NH}_2)\text{-COOH}$

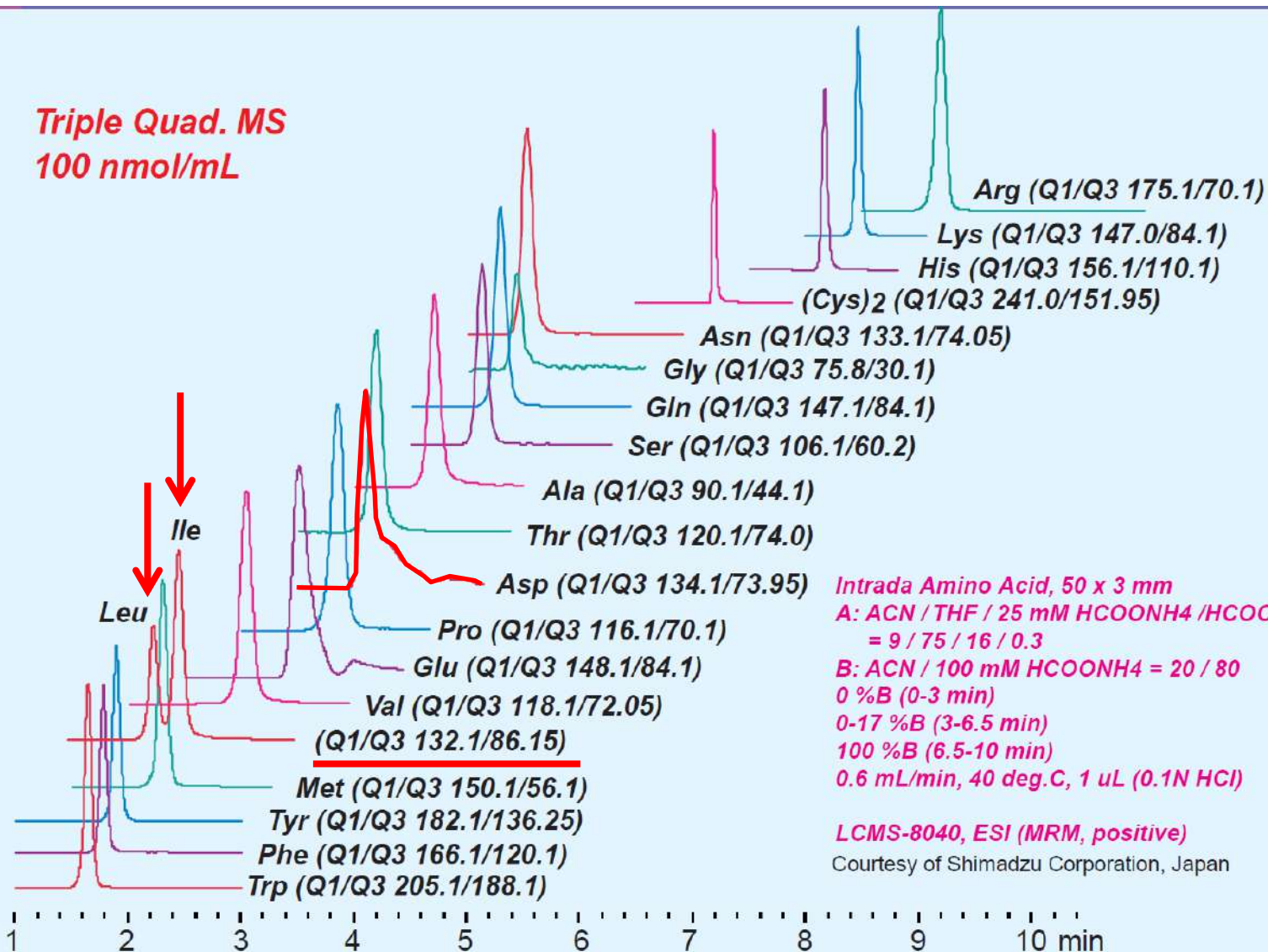
LC-MS analysis of 20 amino acids

Single Quad. MS



LC-MS/MS analysis of 20 amino acids

Triple Quad. MS
100 nmol/mL

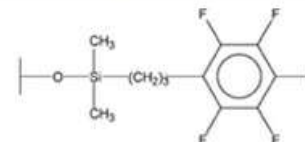


PFPP column



**Applications &
Publications
Ordering Information**

Discovery Silica-Based Phases Discovery HS F5



Unique Retention and Selectivity Enables Better Separations

The Discovery HS F5 bonded phase provides reversed-phase separations that are distinctly different from C18 columns. However, compounds will generally elute within the same retention time window, making most C18 methods easily transferable.

Discovery HS F5 Delivers...

- Unique selectivity
- Excellent peak shape
- Stable, low-bleed LC/MS separations
- Reproducible column performance
- Scalable separations from 3 to 10 μ m
- Both reversed-phase and HILIC modes
- Possesses multiple types of interactions: dispersive, dipole-dipole, π - π , charge-transfer

Key Applications

Small, water soluble molecules and peptides, polar compounds, basic compounds, positional isomers

Properties	
USP Code:	L43
Bonded Phase Description:	Pentafluorophenylpropyl
Endcapped:	Yes
Particle composition:	Type B silica gel
Particle Purity:	<10 ppm metals
Particle Shape:	Spherical
Particle Size:	3, 5 and 10 μ m
Pore Size:	120 Å
Surface Area:	300 m ² /g
Carbon Load:	12 %
Coverage:	4 μ moles/m ²
pH Range (recommended):	2 to 8

Primary Metabolites Method Package

Analytical conditions by PFPP column (LCMS-8030/8040)

<HPLC Conditions>

Analytical Column: Discovery HS F5-3
(2.1 mmI.D. x 150 mmL., 3 μ m), Sigma-Aldrich
P/N 567503-U

Mobile Phase A: 0.1% Formic acid – Water (For LC/MS)

Mobile Phase B: 0.1% Formic acid – Acetonitrile (For LC/MS)

Gradient Program:

Step	Time (min)	Mobile Phase A (%)	Mobile Phase B (%)
0	0	100	0
1	2.0	100	0
2	5.0	75	25
3	11.0	65	35
4	15.0	5	95
5	20.0	5	95
6	20.1	100	0
7	25.0	100	0

Flow Rate: 0.25 mL/min

Injection Volume: 3 μ L

Column Oven Temperature: 40 °C

<MS Conditions>

Nebulizing Gas Flow Rate: 2.0 L/min ³

Drying Gas Flow Rate: 15.0 L/min ³

DL Temperature: 250 °C

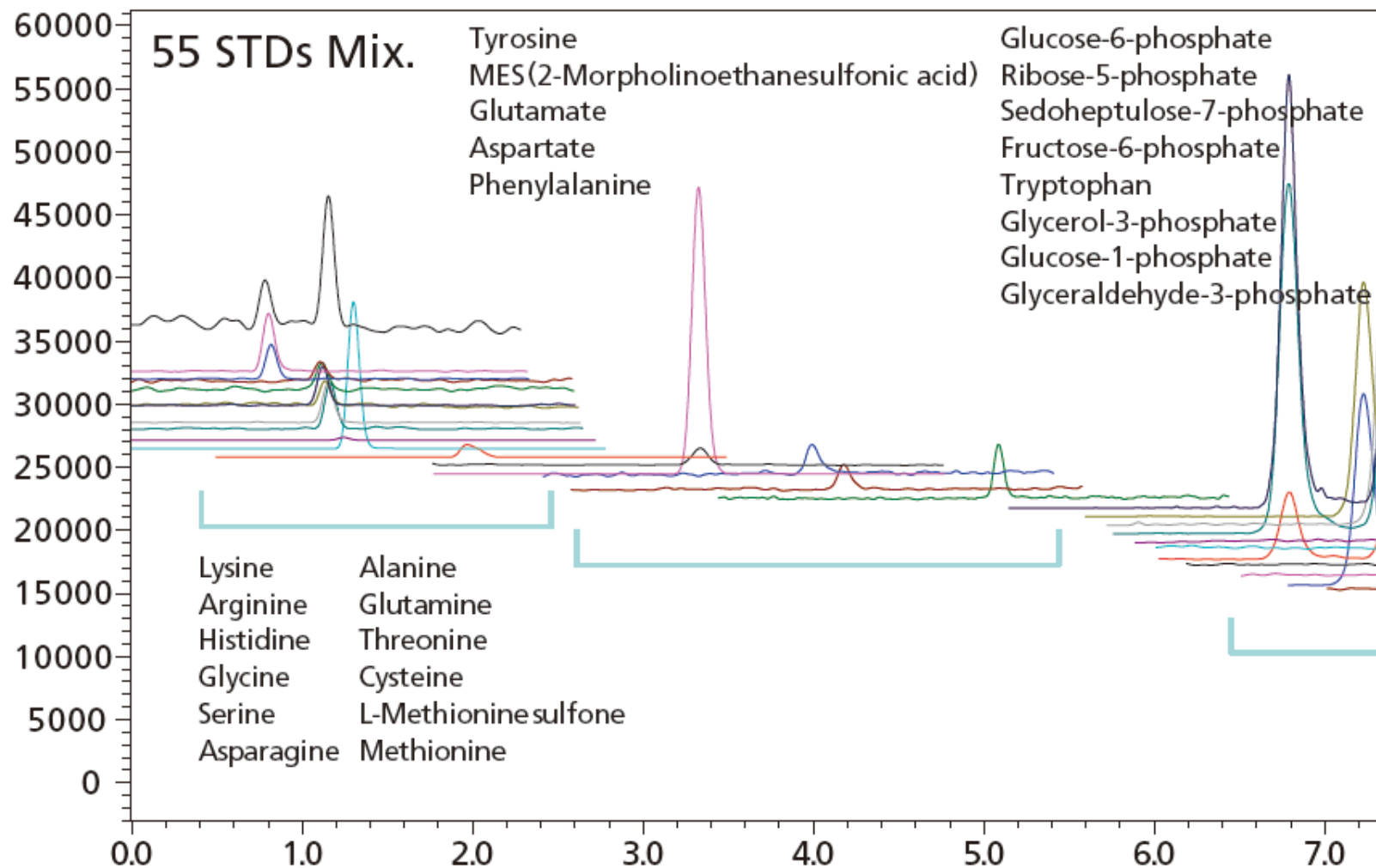
Block Heater Temperature: 400 °C

Ionization Mode: ESI

20 amino acids MRM parameters

AAs	3-letter code	RT (min)	MRM (Q)*	MRM(C)			* ESI (+)
Cystine	(Cys)2	1.908	241.00>151.95	241.00>73.90			
Asparagine	Asn	1.953	133.10>87.15	133.10>28.05		MRM Transition	
Aspartic acid	Asp	1.953	134.00>74.05	134.00>88.10	Trp	205.10>188.10	
Serine	Ser	1.960	105.90>60.10		Phe	166.10>120.10	
Alanine	Ala	1.972	89.90>44.10		Tyr	182.10>136.00	
Glycine	Gly	2.029	75.90>30.15		Met	150.10>56.10	
Glutamine	Gln	2.073	147.10>84.15	147.10>130.10	Lue, Lle	132.10>86.15	
Threonine	Thr	2.133	120.10>74.15	120.10>56.05	Val	118.10>72.05	
Cysteine	Cys	2.148	122.00>76.05	122.00>59.00	Glu	148.10>84.10	
Glutamic acid	Glu	2.253	147.90>84.10	147.90>56.10	Pro	116.10>70.10	
Proline	Pro	2.609	116.10>70.15	116.10>28.05	Asp	134.20>74.10	
Lysine	Lys	2.894	147.10>84.10		Thr	120.10>74.00	
Histidine	His	2.901	155.90>110.10	155.90>56.10	Ala	90.10>44.10	
Arginine	Arg	3.365	175.10>70.10	175.10>60.10	Ser	106.10>60.20	
Valine	Val	4.761	118.10>72.15	118.10>55.05	Gln	147.10>84.10	
Methionine	Met	5.304	149.90>56.10	149.90>104.10	Gly	76.20>29.90	
Tyrosine	Tyr	6.694	182.10>136.10	182.10>91.10	Asn	133.10>74.05	
Isoleucine	Ile	7.241	132.10>86.20	132.10>69.15	(Cys)2	241.00>151.95	
Leucine	Leu	7.520	132.10>86.05	132.10>30.05	His	156.10>110.10	
Phenylalanine	Phe	8.068	166.10>120.10	166.10>103.10	Lys	147.10>84.10	
Tryptophan	Trp	10.092	205.10>188.15	205.10>146.10	Arg	175.10>70.10	

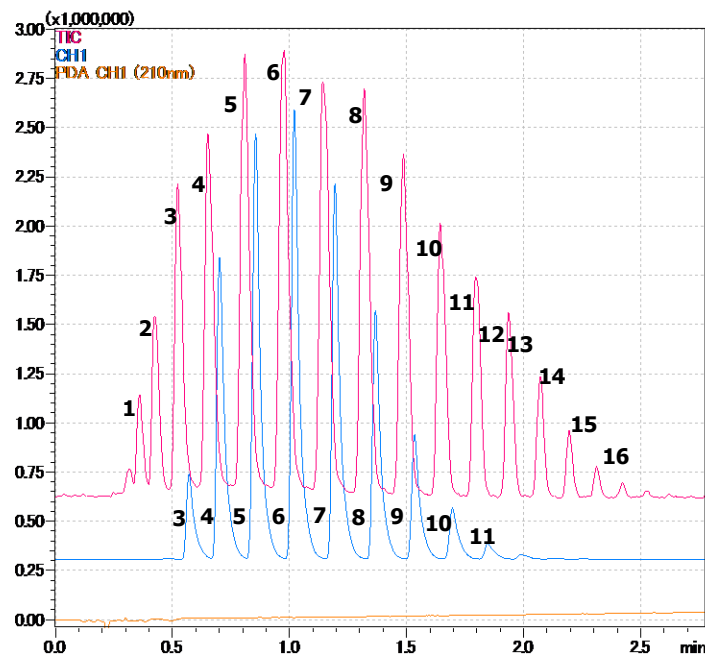
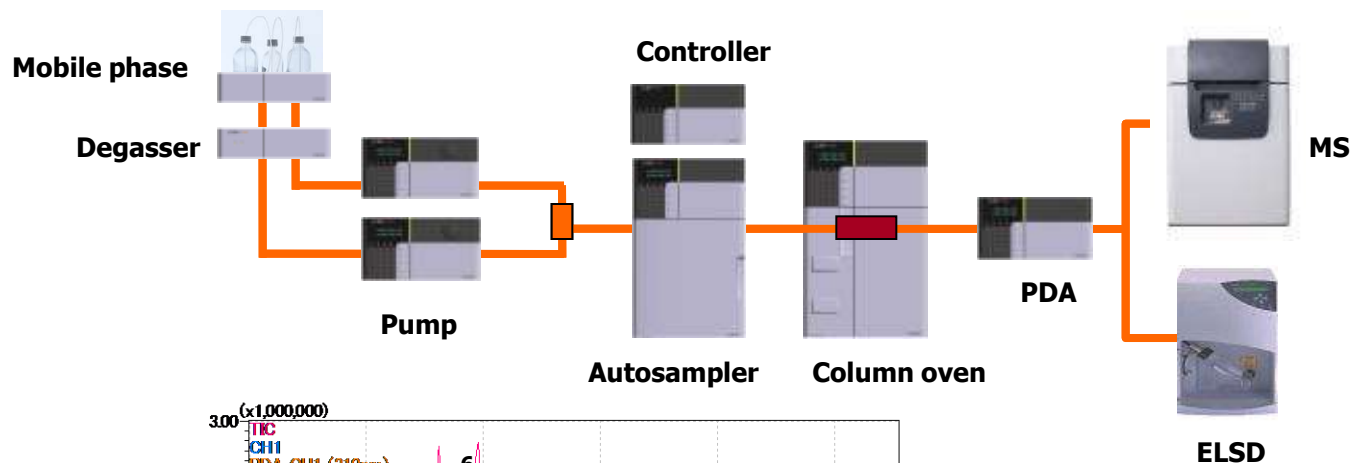
55 STD Mix.



Polymer Analysis by Using LCMS

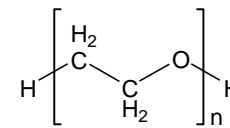
Slam, SanKing Tech.,

UFLCXR with multiple detectors



Peaks

1 : n = 4	2 : n = 5	3 : n = 6
4 : n = 7	5 : n = 8	6 : n = 9
7 : n = 10	8 : n = 11	9 : n = 12
10 : n = 13	11 : n = 14	12 : n = 15
13 : n = 16	14 : n = 17	15 : n = 18
16 : n = 19		



PEG400

TIC(Positive)

ELSD

PDA 210 nm

Mass Spectrometer Detector

- Molecular mass
- Molecular mass distribution
- Polymer structure (repeat-unit, sequence, end-group)
- Polymer composition
- Additive/Impurity
- Polymer surface (SIMS)



Polymer analysis by MS

- GC-MS
- LC-MS
- MALDI-TOF-MS



GCMS-QP2020



LCMS-2020



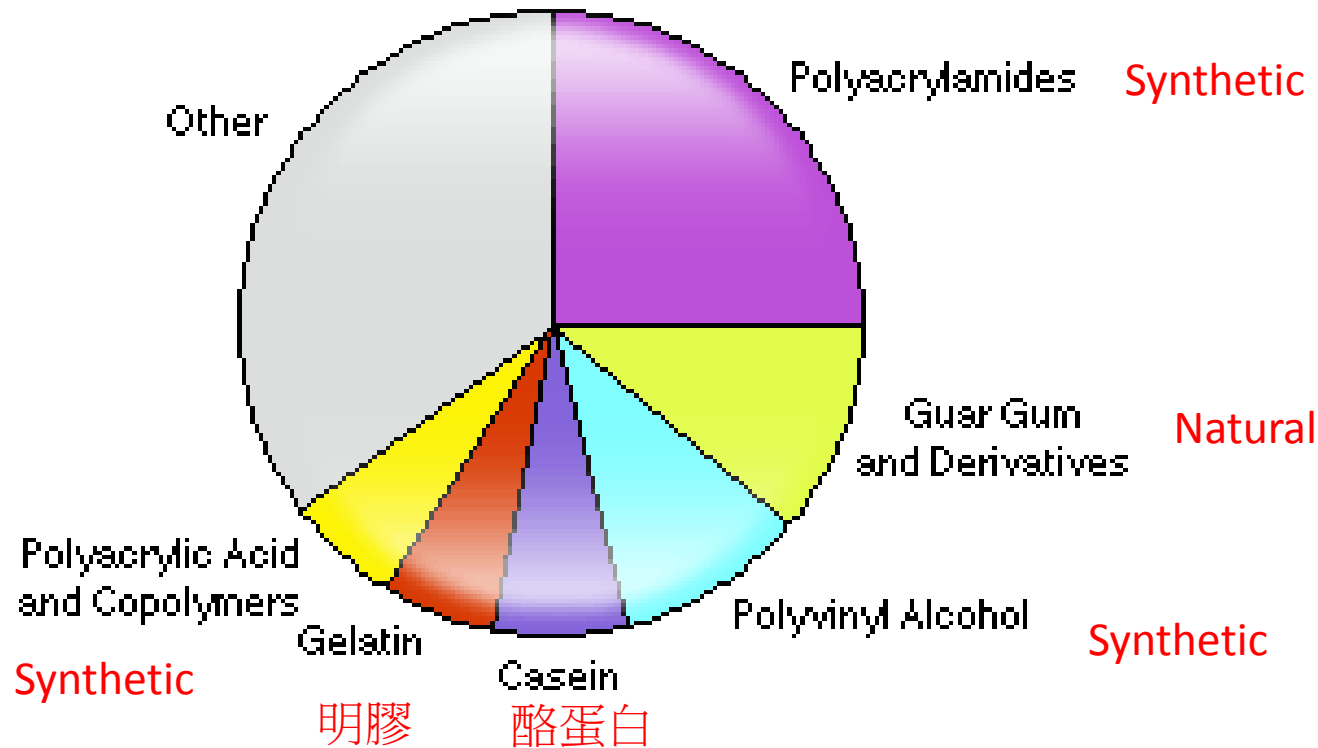
AXIMA-Confidence

LCMS

- LCMS : mass range $\sim 3,000$ amu (Quadrupole)
- Ionization: ESI (Electron Spray Ionization)
- High \sim Low-mass polymer
- Water-soluble polymer
- Generally used for polar polymers
- multiple charged
- Additive, impurity analysis
- Structure determination
- Easy couple with GPC (on-line)

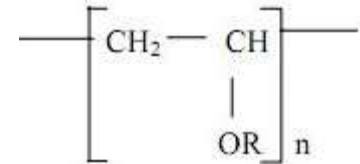
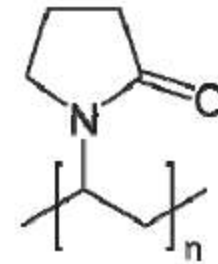
Water-Soluble Polymers

World Consumption of Water-Soluble Polymers—2013

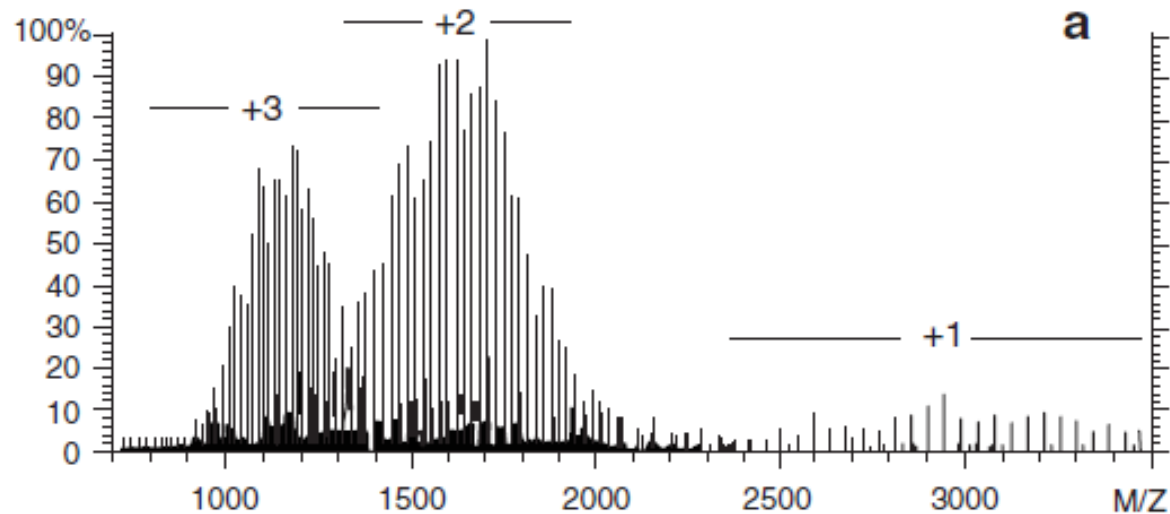


Synthetic Water Soluble Polymers

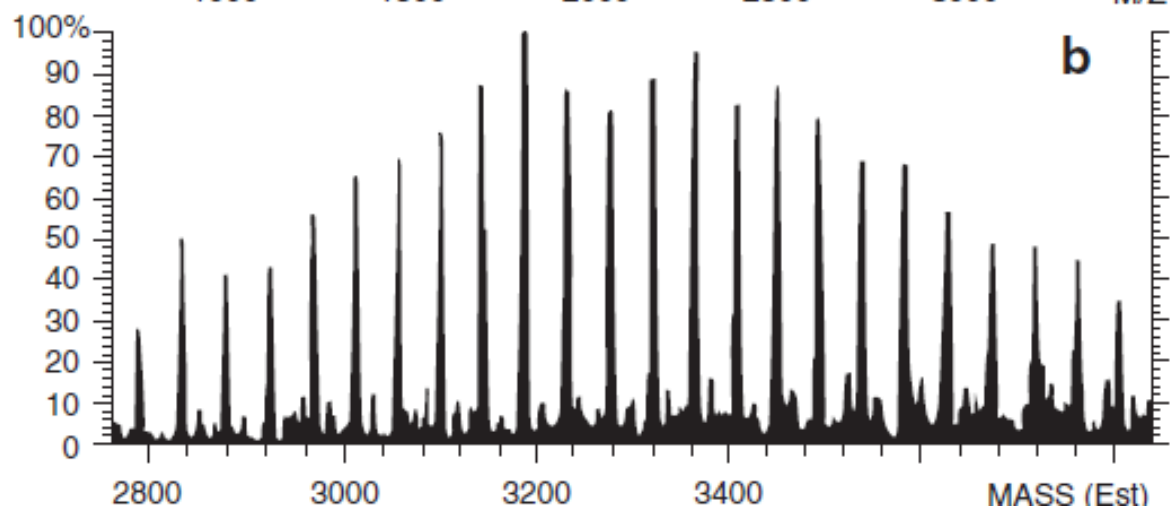
- Poly(ethylene glycol) (PEG)
- Polyvinyl pyrrolidone (PVP)
- Polyvinyl alcohol (PVA)
- Polyacrylic acid (PAA)
- Polyacrylamides



ESI-MS



(a) ESI mass spectrum of poly(ethylene glycol) 3400.



(b) Transformation of the m/z to a mass scale

Mass Spectrum

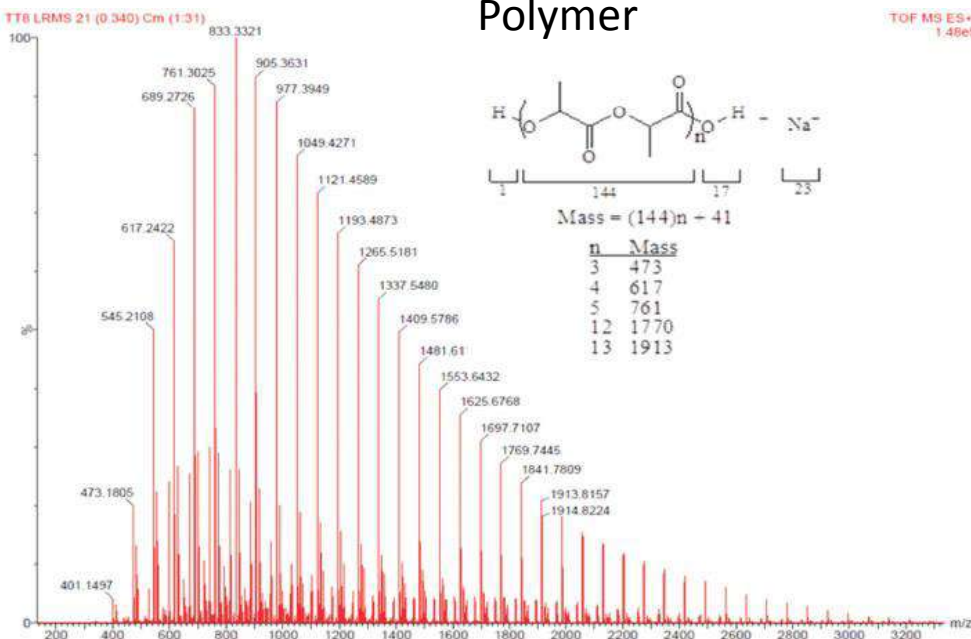
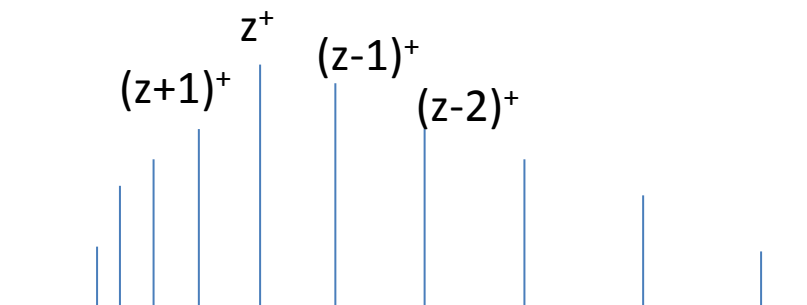
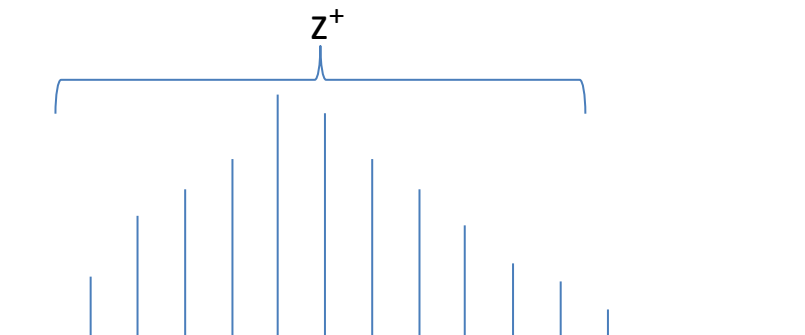
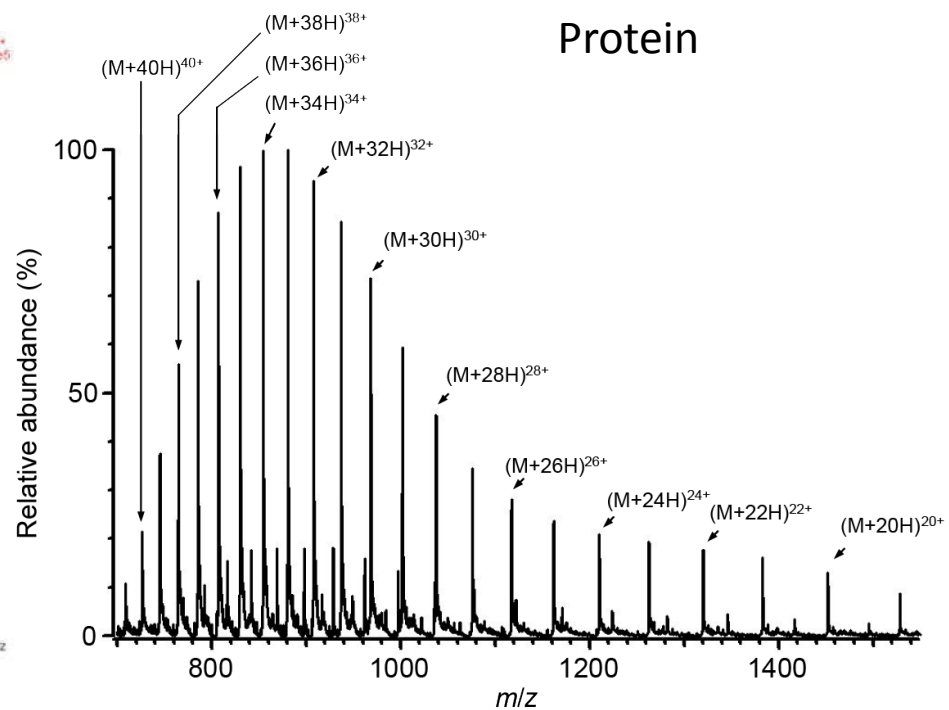


Figure 7 ESI spectrum of crude poly(D,L-LA) prepared from 1 for 9 h corresponding to 95 % conversion.

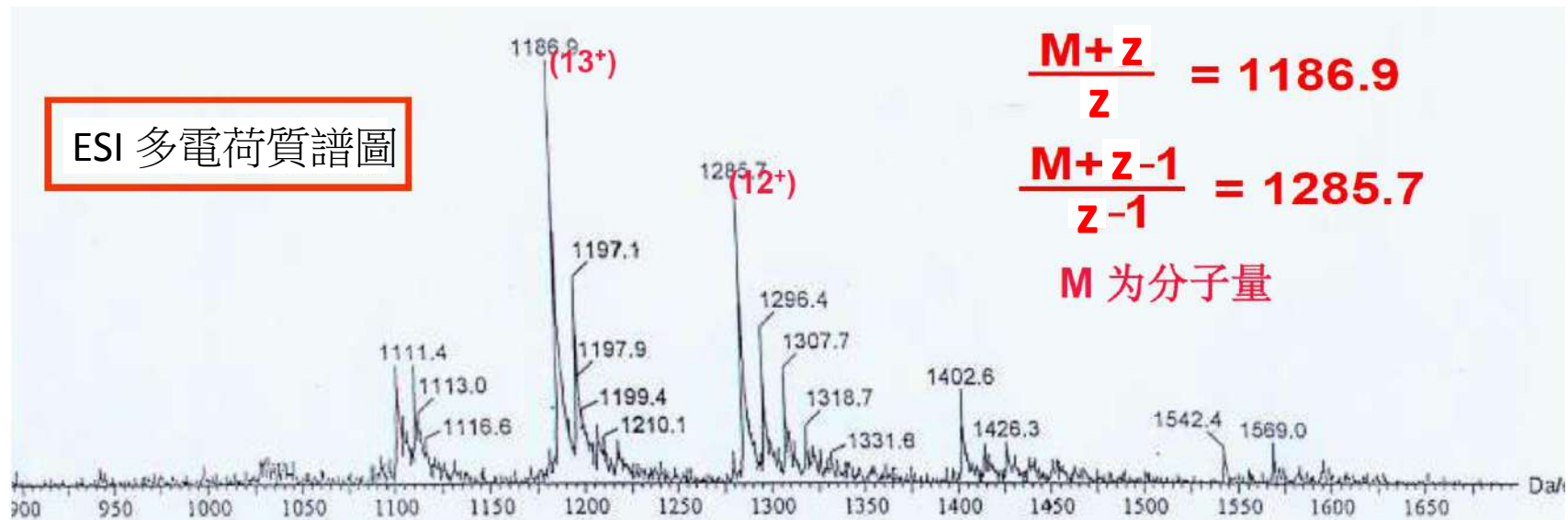


Intact carbonic anhydrase II (29,024 Da)

碳酸酐酶

電荷數

ESI 多電荷質譜圖

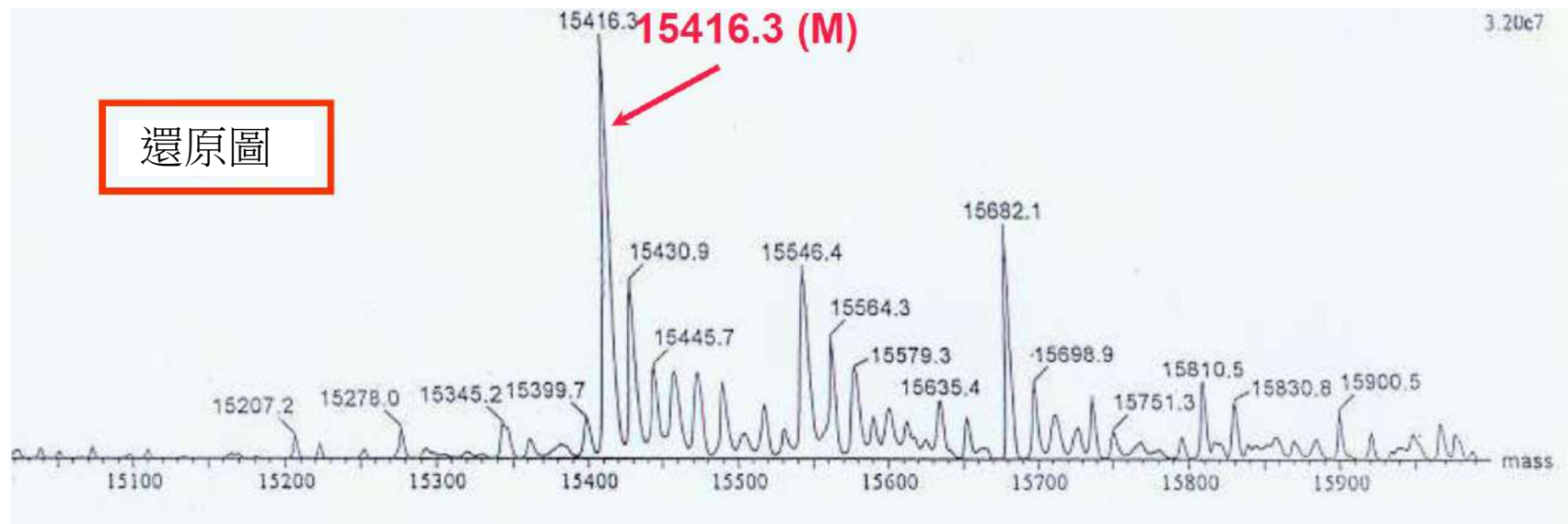


$$\frac{M+z}{z} = 1186.9$$

$$\frac{M+z-1}{z-1} = 1285.7$$

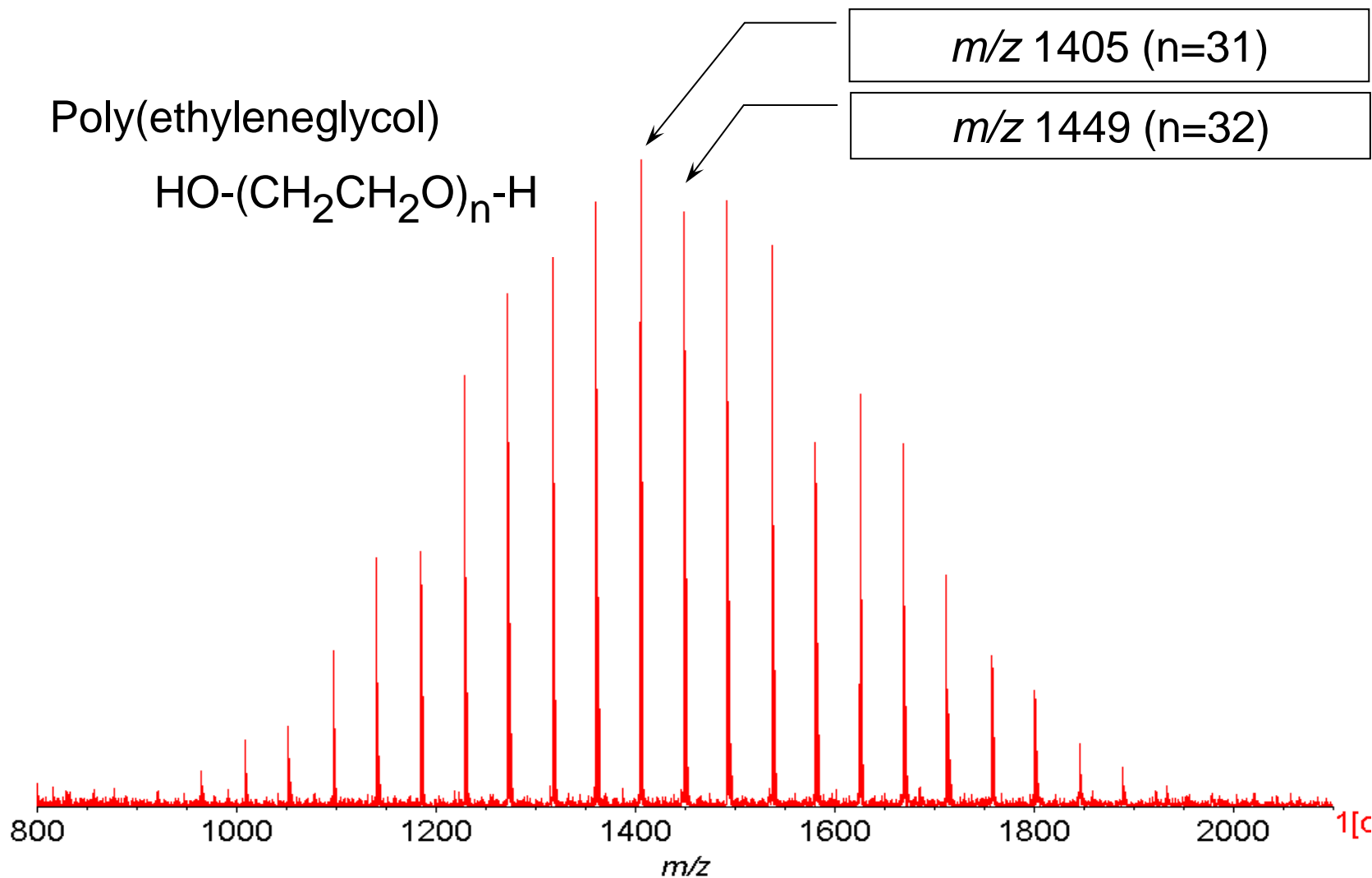
M 为分子量

還原圖



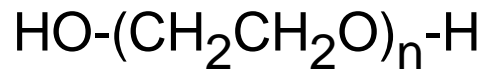
Absolute Molecular weight

Poly(ethyleneglycol)



Repeat-unit

Poly(ethyleneglycol)



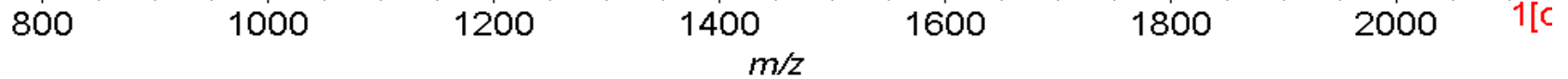
$$\Delta m = 44$$

m/z 1405 ($n=31$)

m/z 1449 ($n=32$)

$$\Delta m = 1449 - 1405 = 44$$

$\Delta m = 44$



End-group

Poly(ethyleneglycol)



$$\Delta m = 44$$

$$\Delta m = 44$$

$$m/z \ 1405 \ (n=31)$$

$$m/z \ 1449 \ (n=32)$$

$$\text{G1}-(\text{A})_n-\text{G2} \dots \text{C}^+$$

$$\text{A} = 44$$

$$n = 1405/44 = 31.9$$

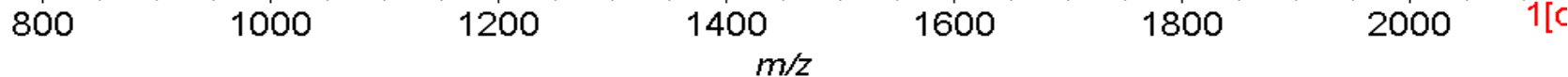
$$1405 - (44 \times 31) = 41$$

$$\text{OH} = 17$$

$$\text{H} = 1$$

$$18(\text{G1} + \text{G2})$$

$$\text{C}^+ = 41 - 18 = 23 \ (\text{Na}^+)$$



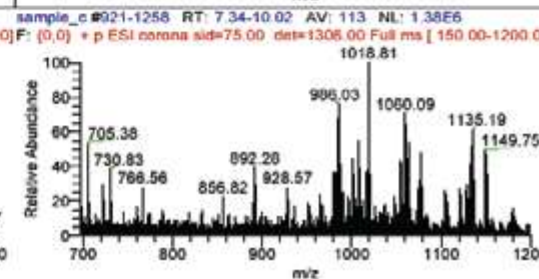
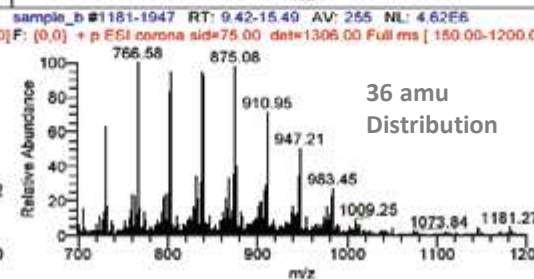
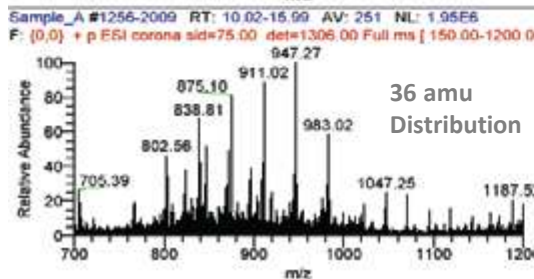
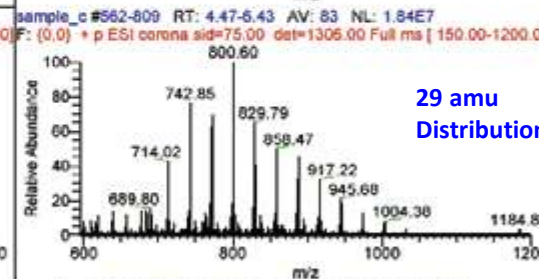
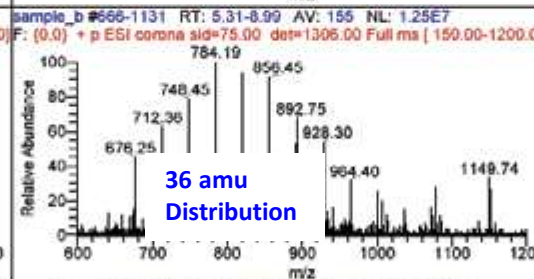
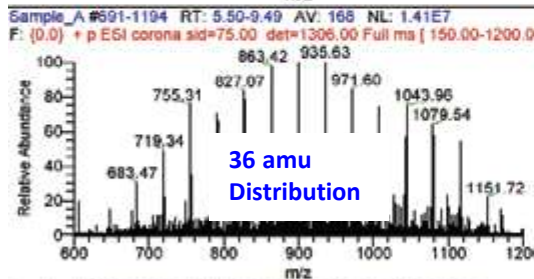
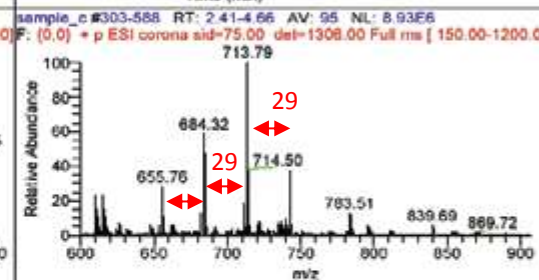
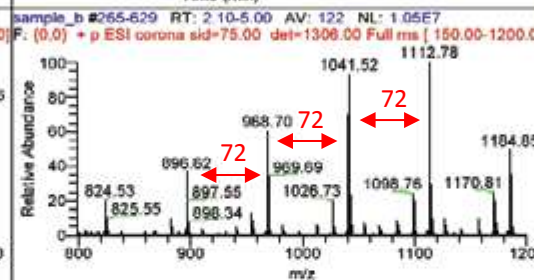
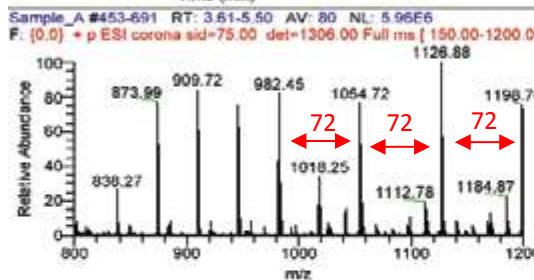
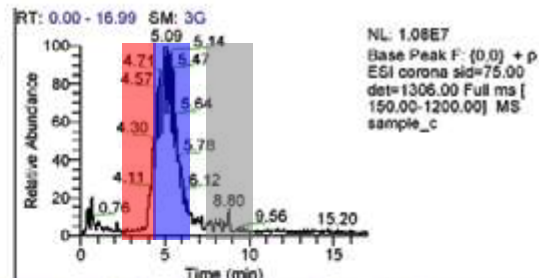
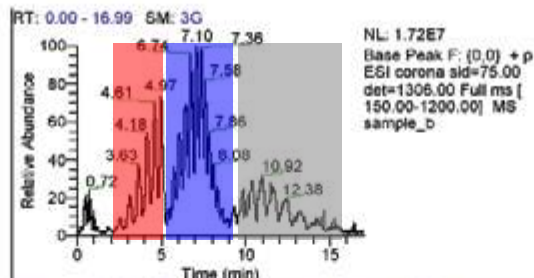
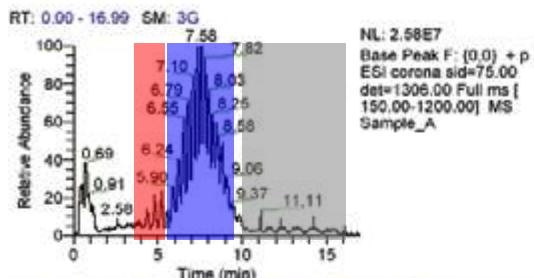
Polymer analysis without on-line LCMS

Analytical Application of ESI Mass Spectrometry (Without On-Line Chromatographic Separation) to Synthetic Oligomers and Polymers

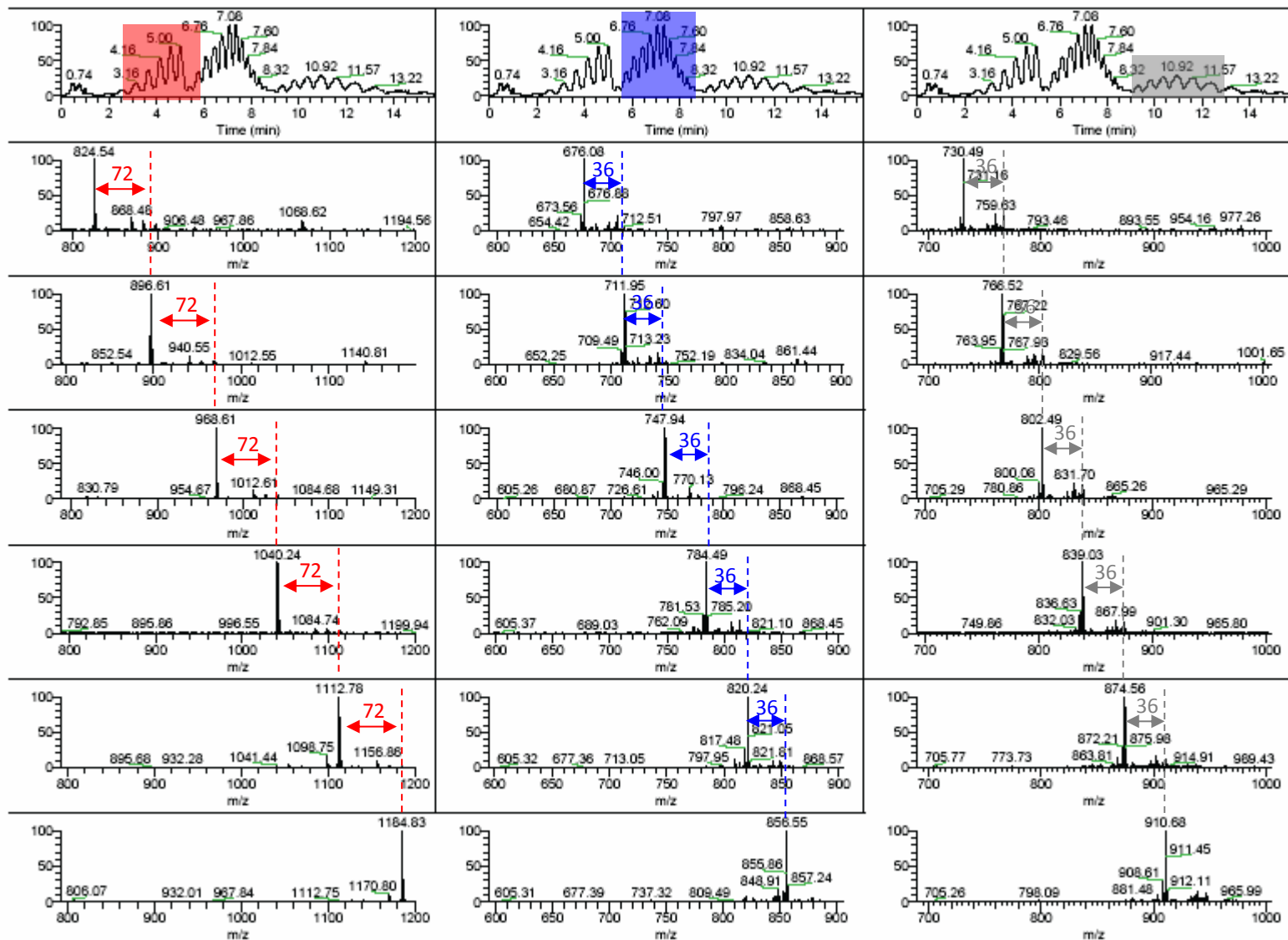
Analyte	Refs.
PEG (PEO)	53–55
PEG derivatives	56
PPG (PPO) and EO/PO copolymer	46, 57
Polyglycerols	58
Polyethers	27
Polysulfides	26, 59
Polyesters and acrylates	24, 29, 31–35, 43, 45, 60, 61
Polystyrene and styrene copolymers	25, 62–64
Amidoamine and diaminobutane dendrimers	39, 65
Polysiloxanes	66
Fluorinated polyphosphazanes	23
Telechelics	67
Conducting polymers	68
Oligomeric surfactants	69

Polymer samples A, B, and C

Background subtracted file nlsample_c

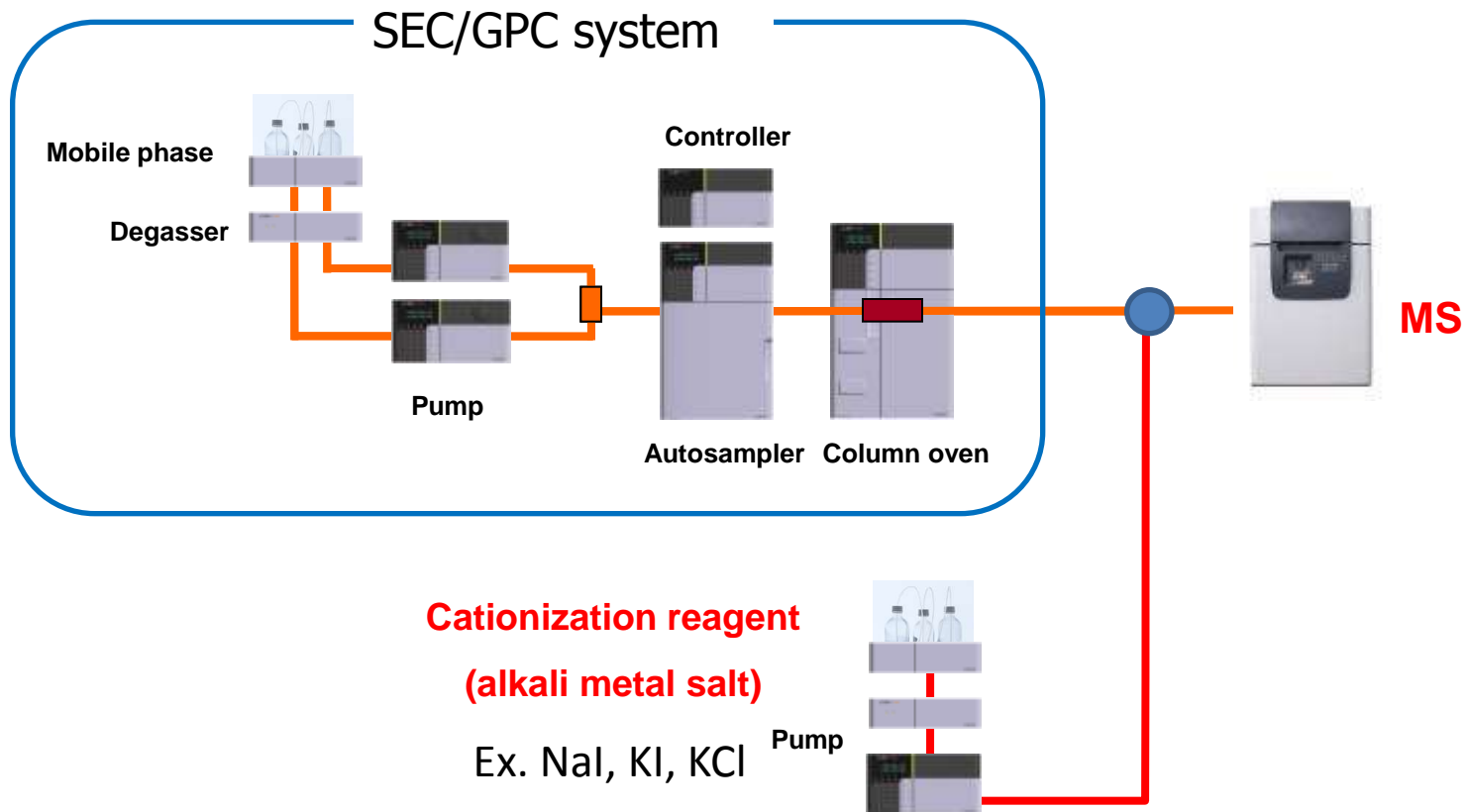


Sample B

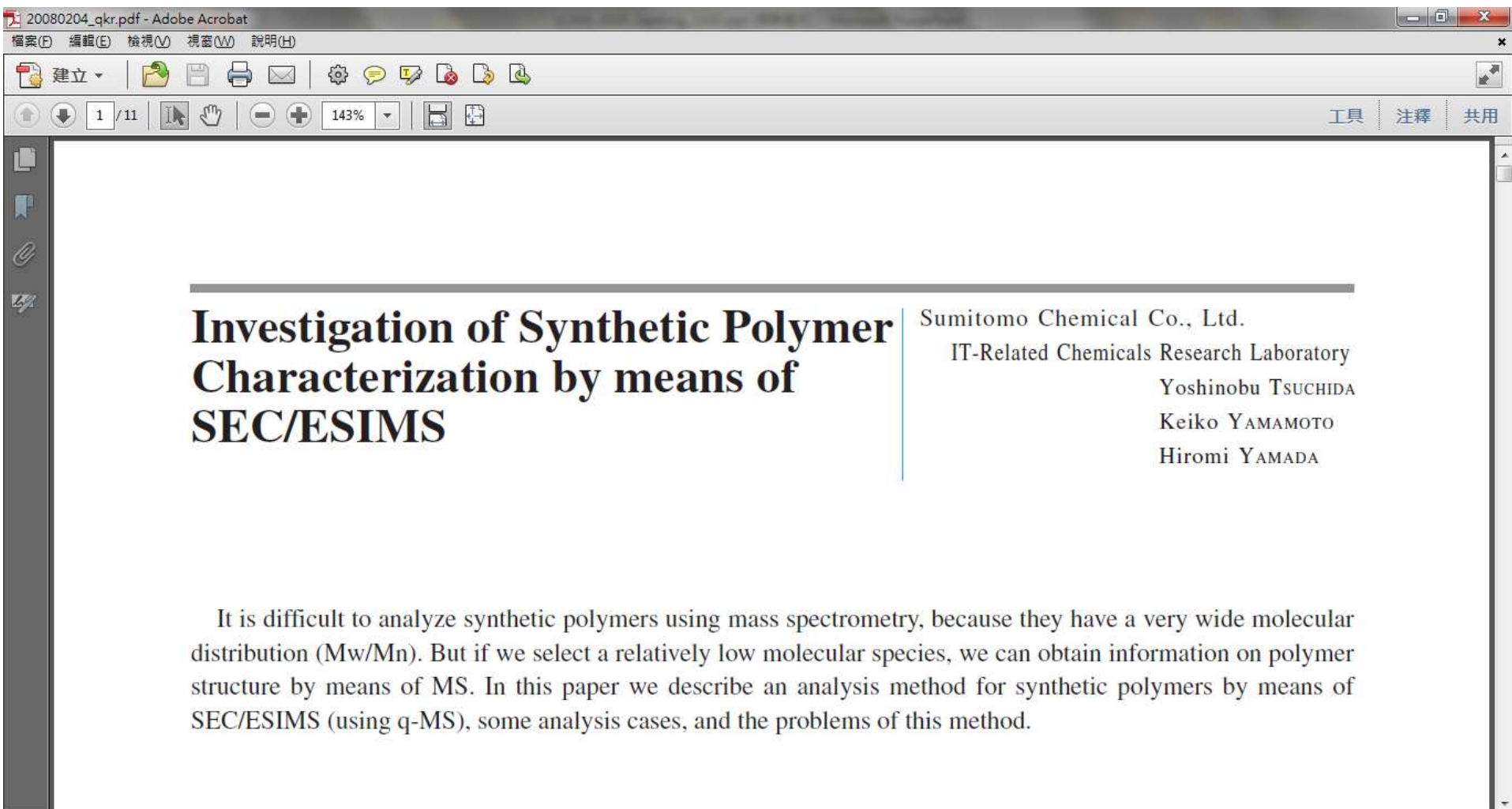


SEC-ESI-MS

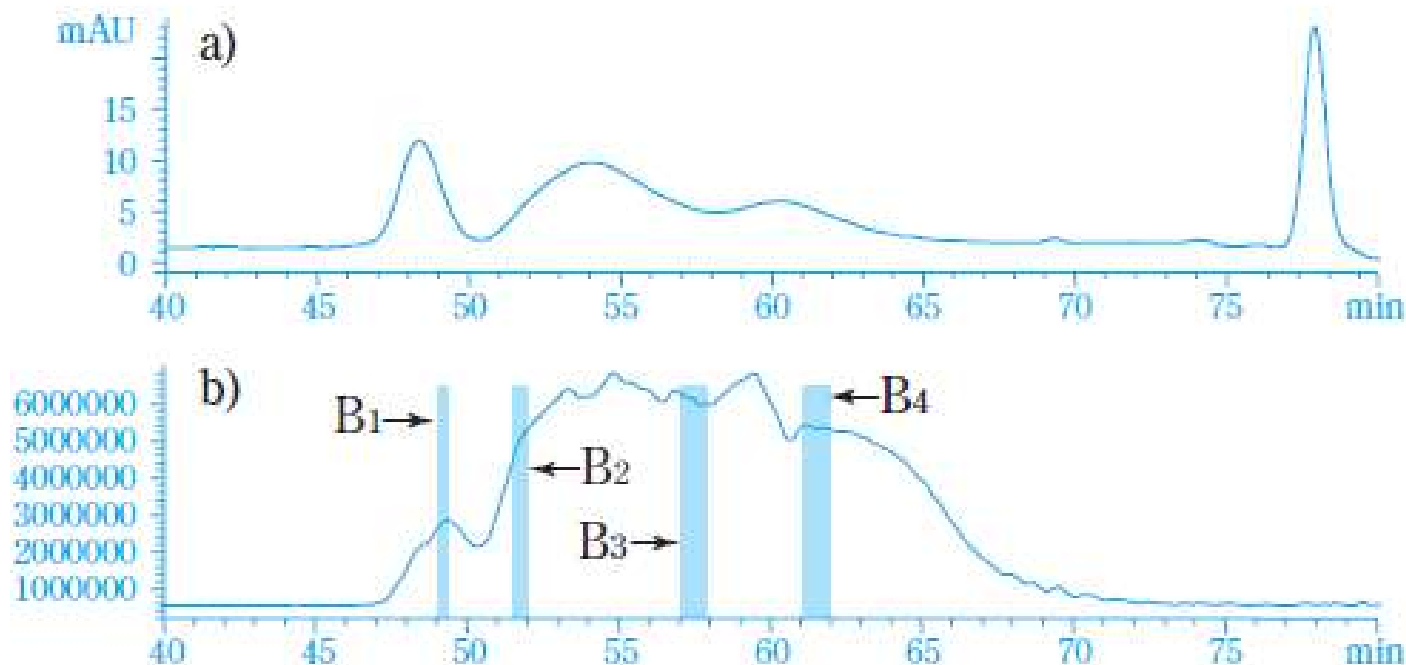
Post column addition method



SEC-ESI-MS



PMMA



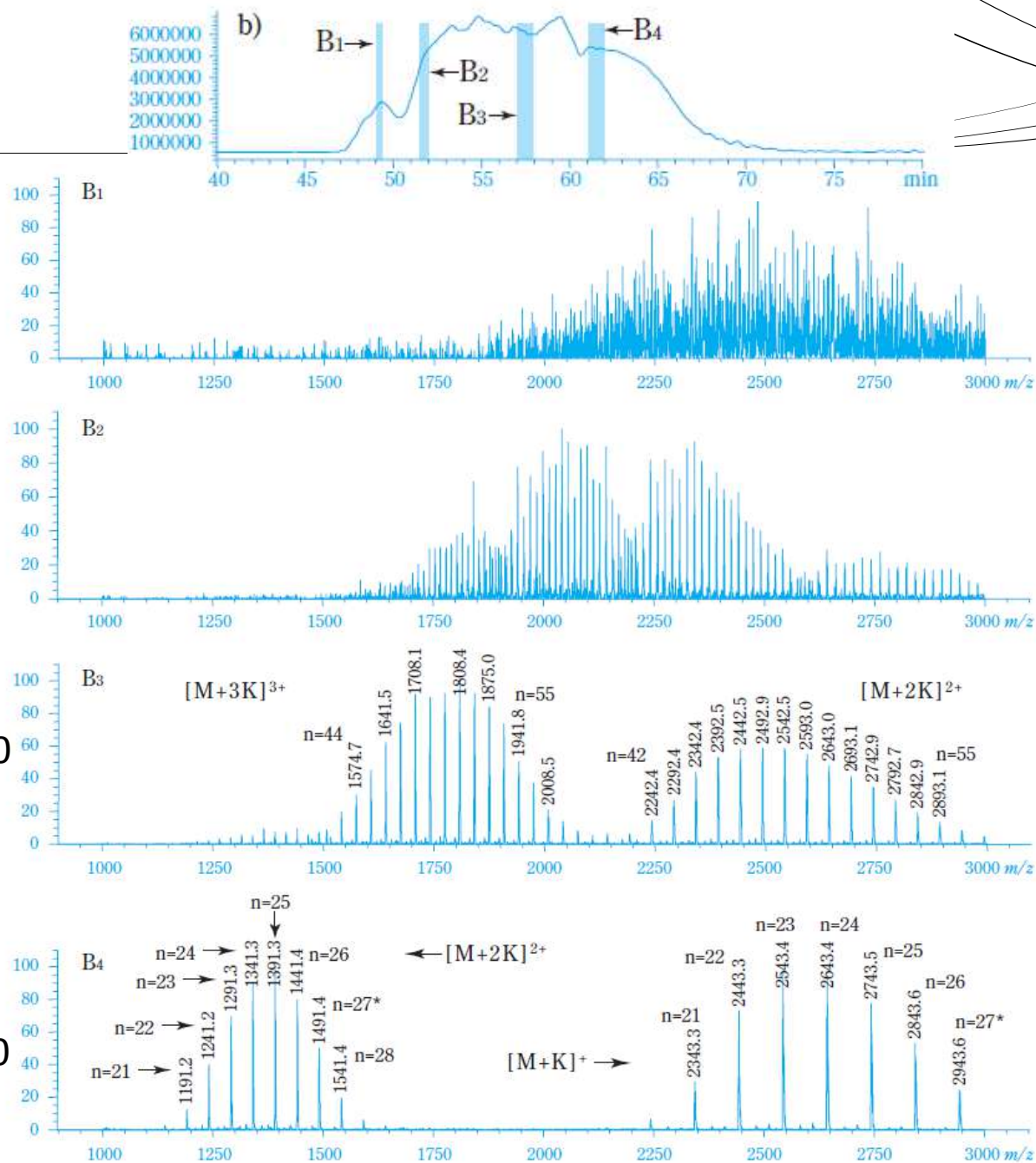
a) 220nm b) TIC, 1mM KCl +0.05mL/min

B1~B4 ; averaging area of each mass spectrum in Fig.6

B1 ; 49.0 – 49.2min B2 ; 51.5 – 52.0min B3 ; 57.0 – 58.0min

B4 ; 61.0 – 62.0

Column ; Tsk-gel Super HZ(4000*3+3000+2500*2)

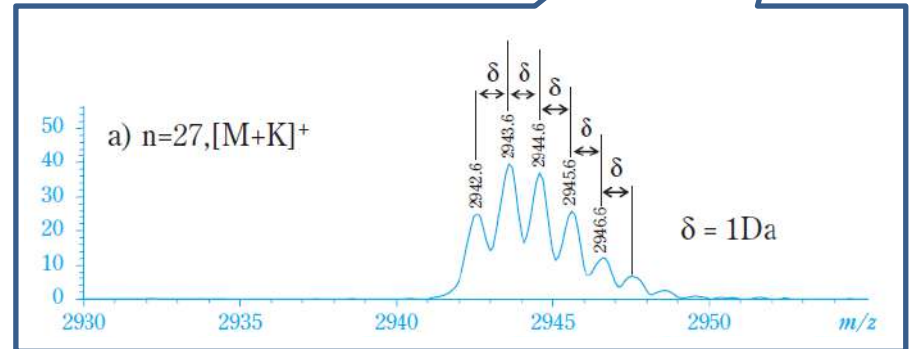
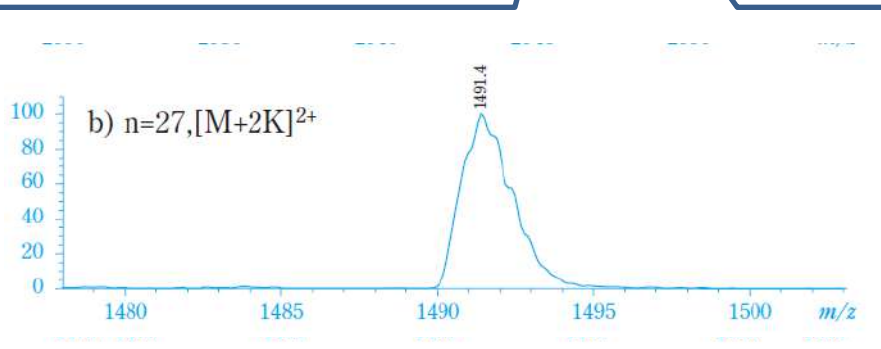
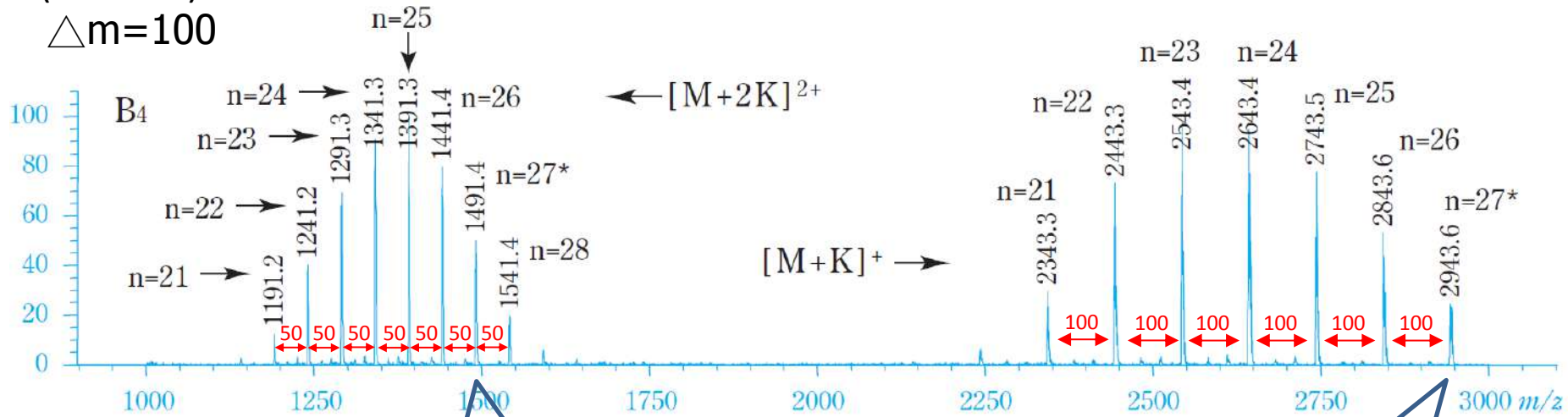


MW~5000

MW~2700

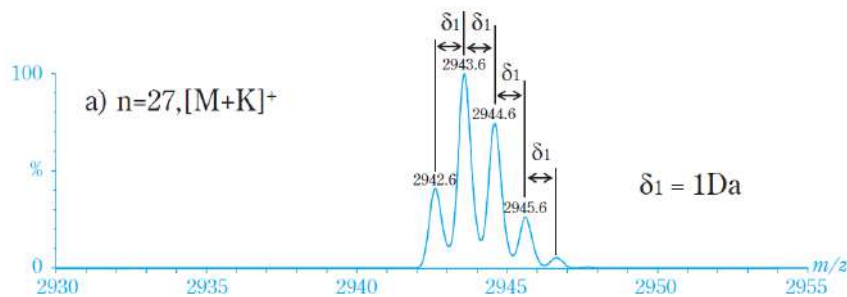
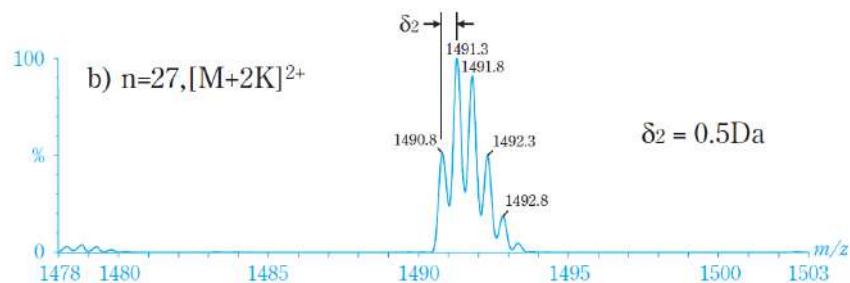
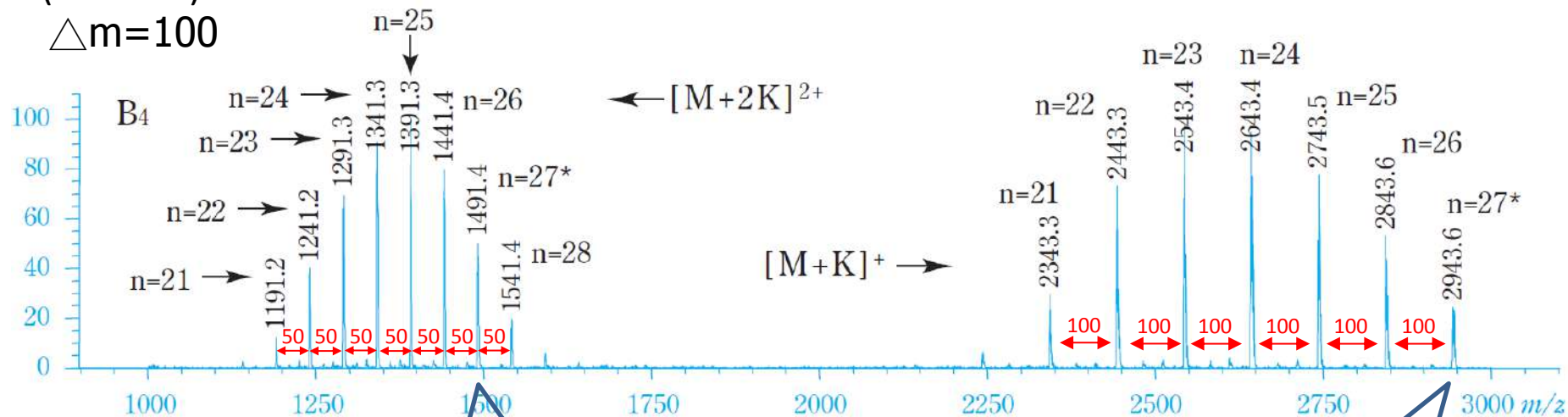
價數, 同位素離峰(四極棒)

$-(C_5O_2H_8)_n-$
 $\Delta m=100$

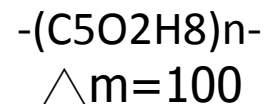
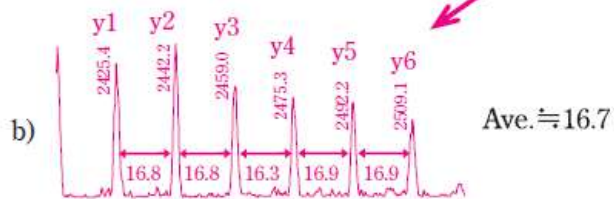
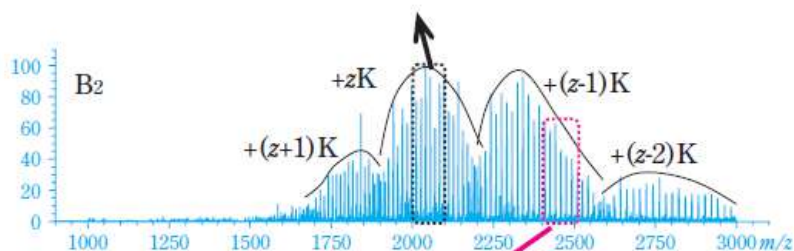
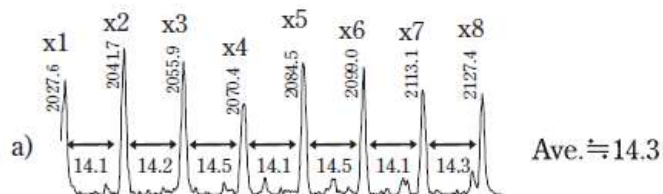
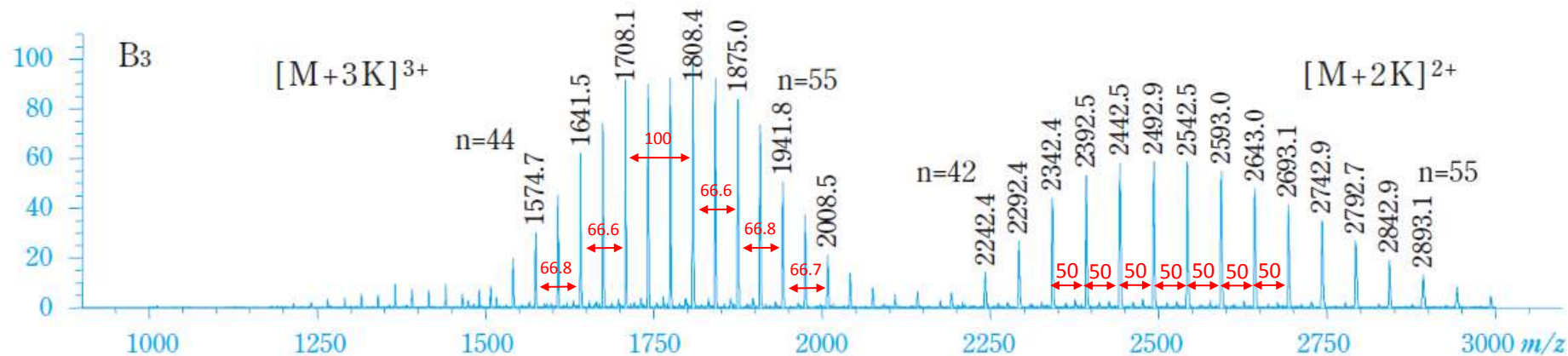


價數, 同位素離峰(TOF)

$-(C_5O_2H_8)_n-$
 $\Delta m=100$



B3, A2



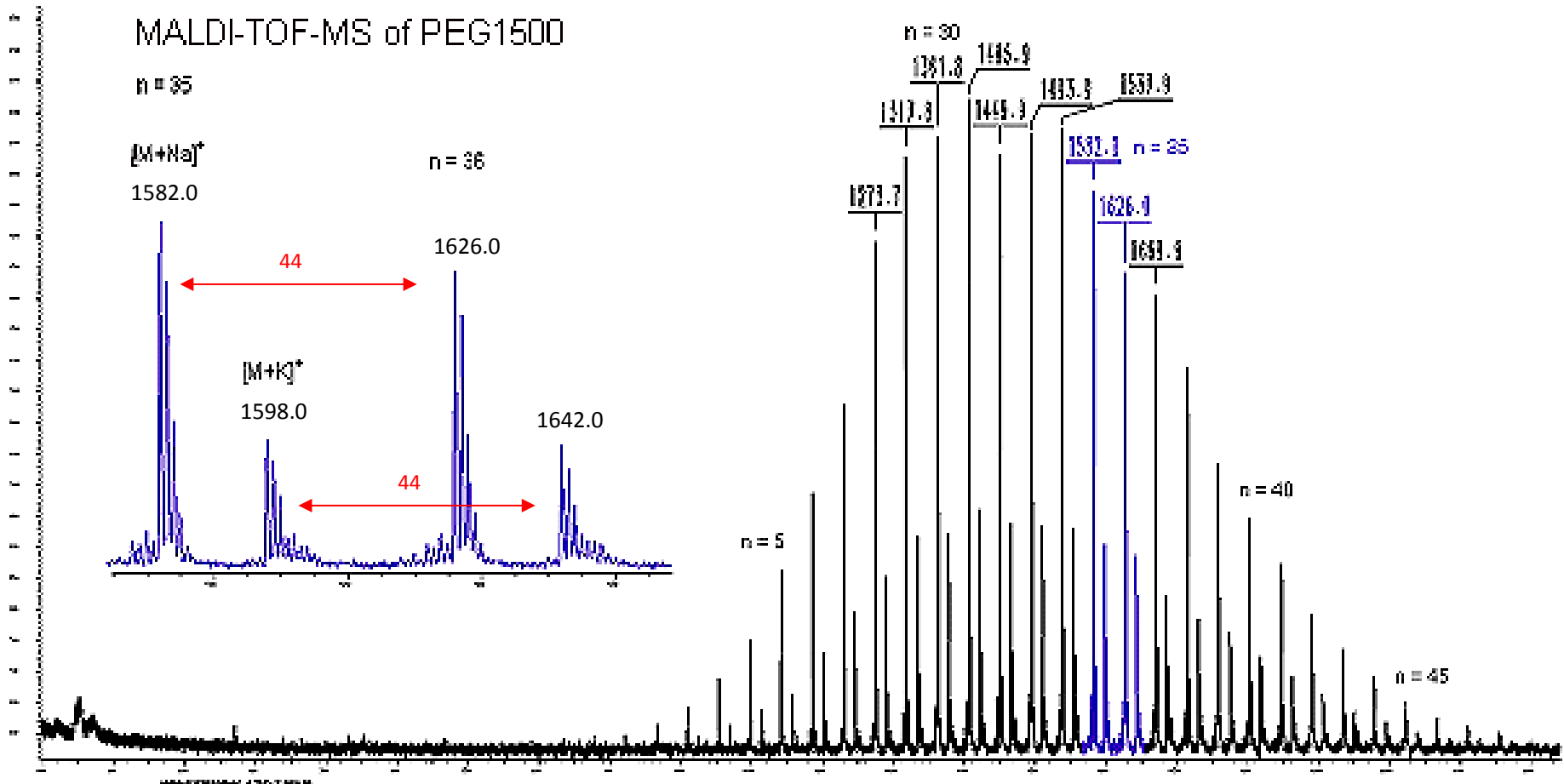
Expanded Spectrum B2

$$14.3 \times 7 = 100.1$$

$$16.7 \times 6 = 100.2$$

$$z=7$$

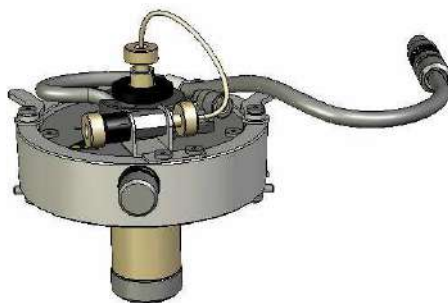
MALDI-TOF-MS



Ion Source (離子源)

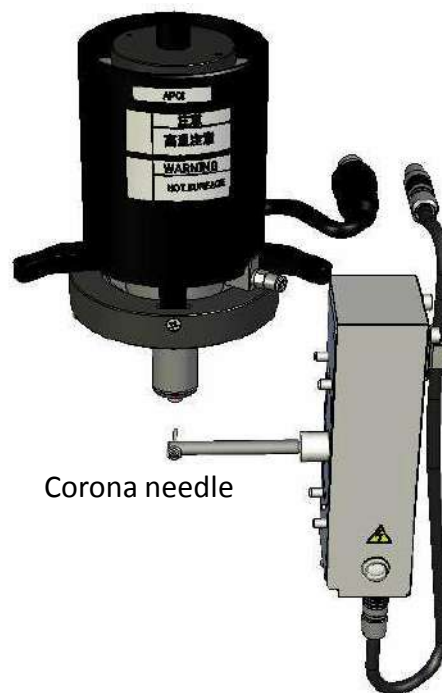
ESI 電灑離子源

ElectroSpray Ionization

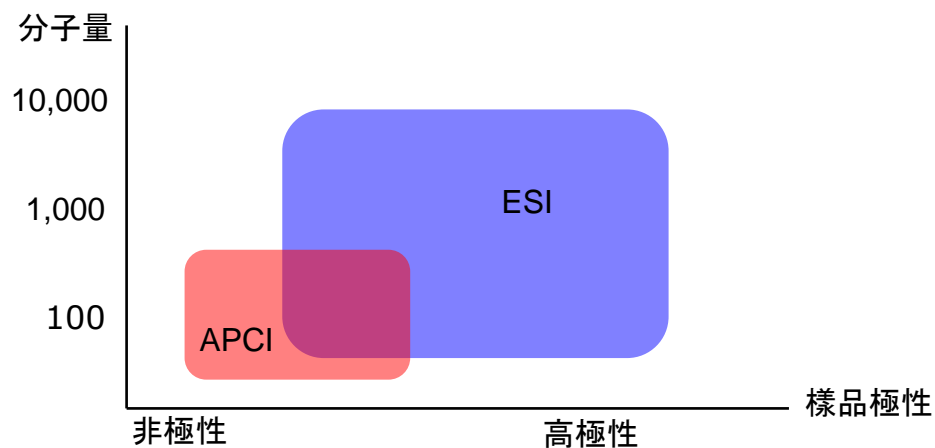


APCI 大氣壓化學離子源

Atmospheric Pressure Chemical Ionization

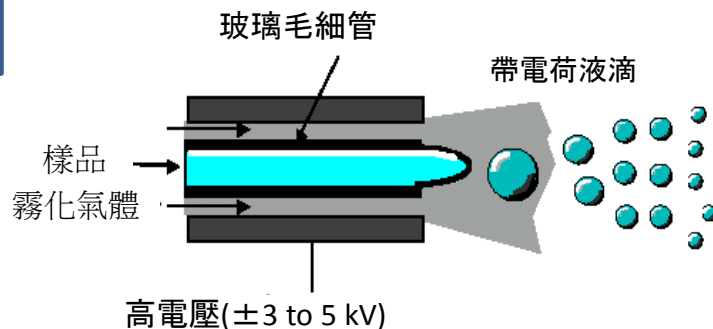


Corona needle

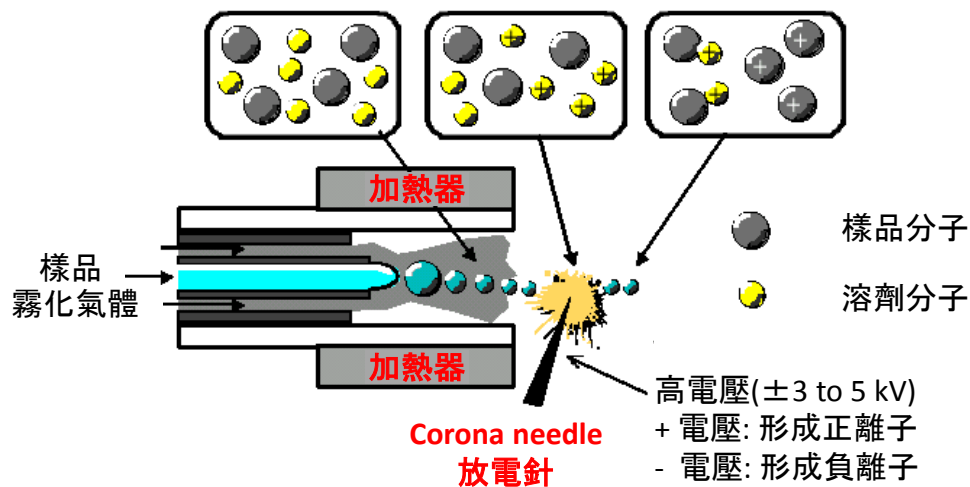


APCI (大氣壓化學離子源) (Atmospheric Pressure Chemical Ionization)

ESI



APCI



SEC-APCI-MS

783-792 APCI Interface for LC and SECMS Analysis of Synthetic .pdf - Adobe Acrobat

檔案(F) 編輯(E) 檢視(V) 視窗(W) 說明(H)

建立 保存 打印 邮件 设置 评论 工具 帮助 分享

1 / 10 139%

工具 注释 共用

Anal. Chem. **2008**, *80*, 783–792

APCI Interface for LC– and SEC–MS Analysis of Synthetic Polymers: Advantages and Limits

Bernard Desmazières, William Buchmann,* Peran Terrier, and Jeanine Tortajada

Laboratoire Analyse et Modélisation pour la Biologie et l'Environnement, Université d'Evry-Val d'Essonne, CNRS UMR 8587, Bât. Maupertuis, Bd. F. Mitterrand, 91025 Evry Cedex, France

The main advantage of the APCI interface for the LC–MS analysis of synthetic polymers resides in its compatibility with the main chromatographic modes: reversed-phase liquid chromatography, normal-phase liquid chromatography, and size exclusion chromatography in organic phase, with the usual flow rates. Moreover, APCI can be used in positive or negative modes. Representative applications are described to highlight benefits and limits

higher masses. Amazingly, the use of atmospheric pressure chemical ionization (APCI) as an ionization method for synthetic polymer analysis has been scarce whereas singly charged pseudo-molecular ions are generally obtained in contrast to ESI. APCI was initially introduced by Horning et al.⁷ in the mid-1970s as an interface between high-performance liquid chromatography (HPLC) and MS. In APCI, ions are generated at atmospheric pressure, from the LC effluent through a heated nebulizer via

Polymer analysis with on-line LCMS

Selected Publications on the Characterization of Oligomeric/
Polymeric Samples by ESI or APCI Mass Spectrometry
Combined with On-Line Separation

Analyte	Separation	Interface	Refs.
PEG	SEC	ESI	75
Poly(tetrahydrofuran)	SEC	ESI	8
Polystyrene	SEC	ESI	8
Polyesters	SEC	ESI	8, 42, 89, 96
	GPEC	ESI	88
	RPLC	APCI	76–78
Amino resins	SEC	ESI	73
	RPLC	ESI	79, 80
	RPLC	APCI	74, 80
	CE	ESI	74
Phenolic resins	SFC	APCI	81
	(SEC)	(PB-EI)	(75)
Poly(propylene imine) dendrimers	RPLC	ESI	82
Oligomeric surfactants	SEC	ESI	93–95

SHIMADZU LCMS Products

- LCMS



LCMS-2020

- LCMS/MS

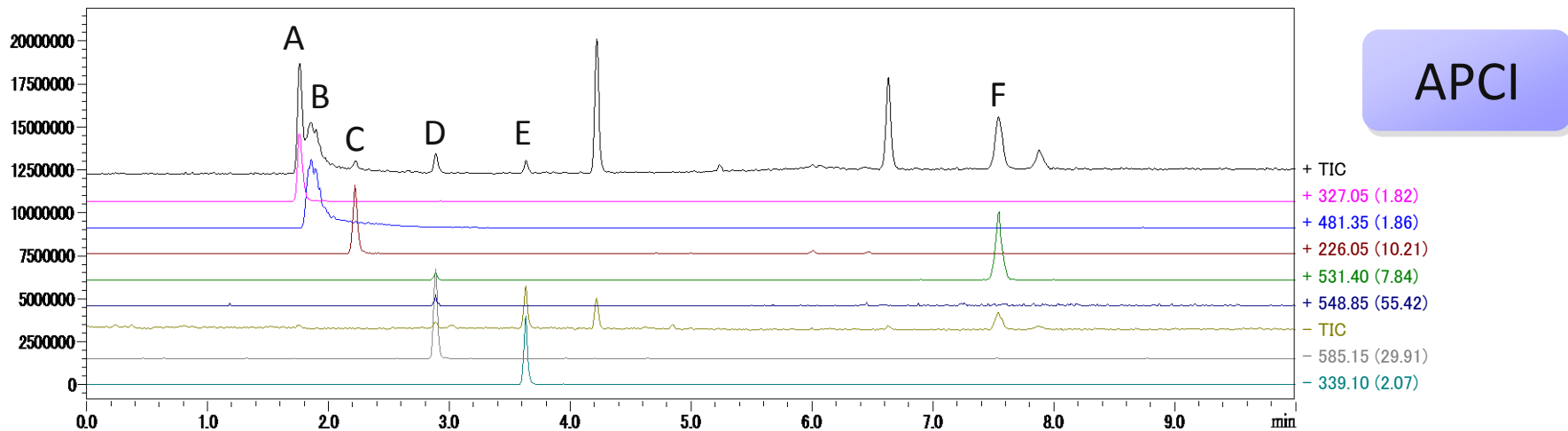
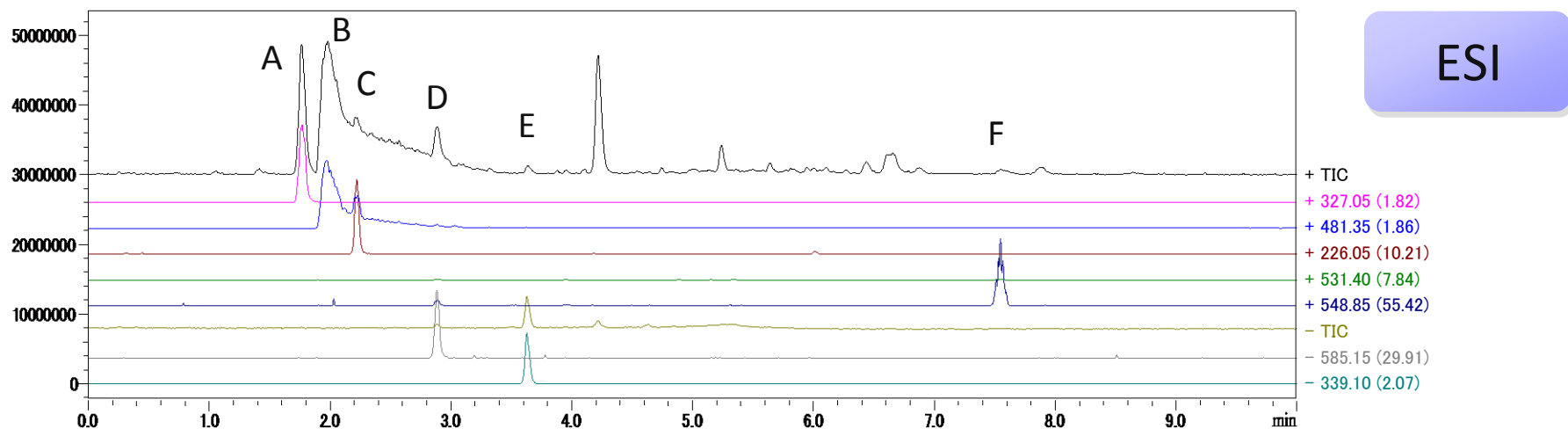
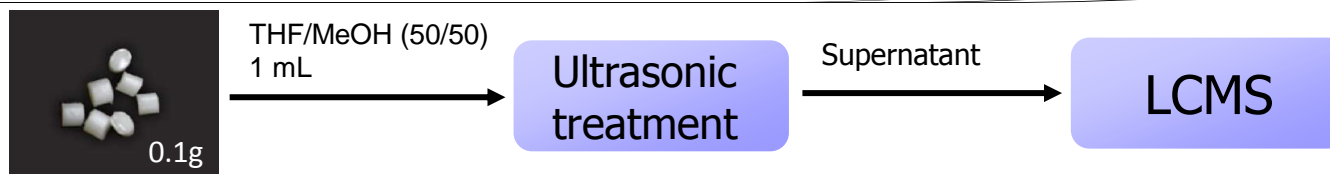


LCMS-8040

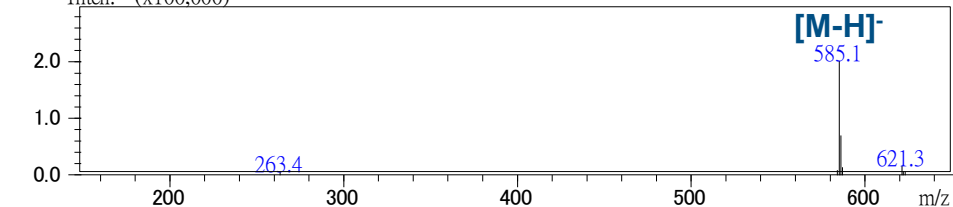
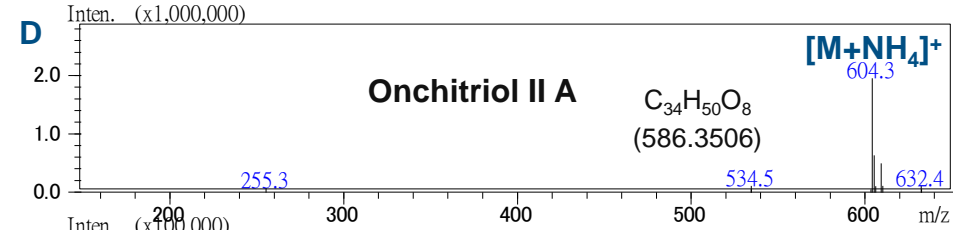
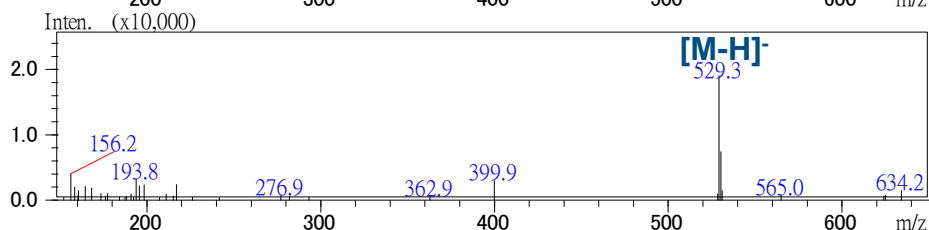
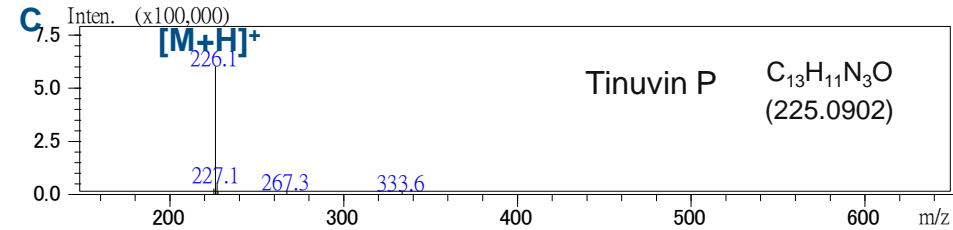
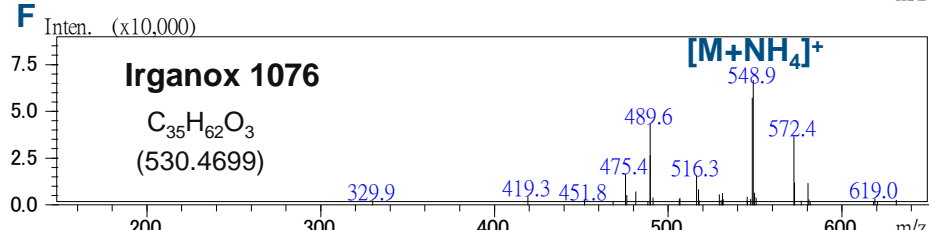
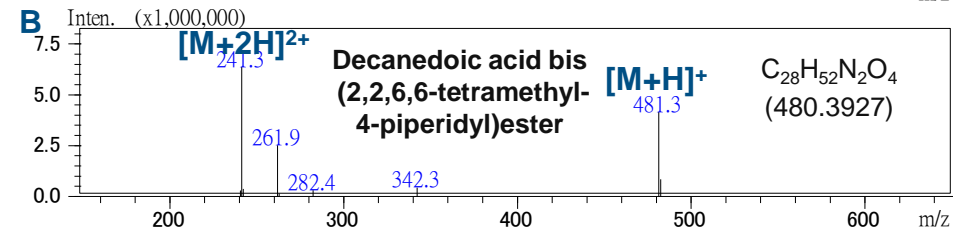
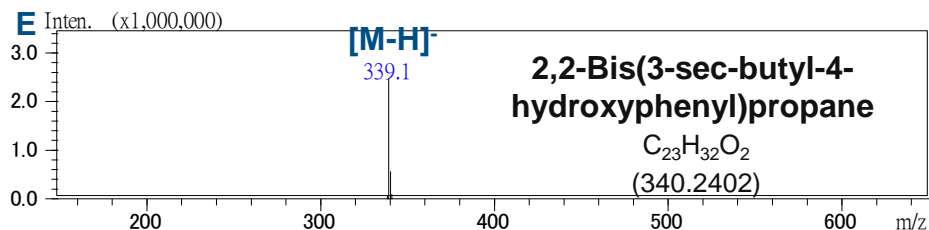
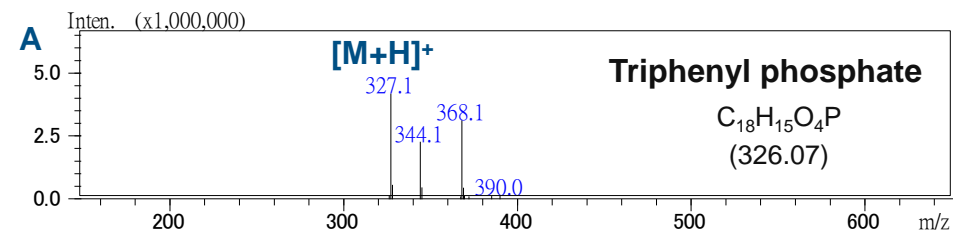


LCMS-8050

UFLC-MS for polymer additives



Polymer additives ESI-MS spectra



ESI mass spectra

Polymer additives: MALDI-TOFMS

AXIMA Confidence
Positive, Reflectron
Matrix: CHCA

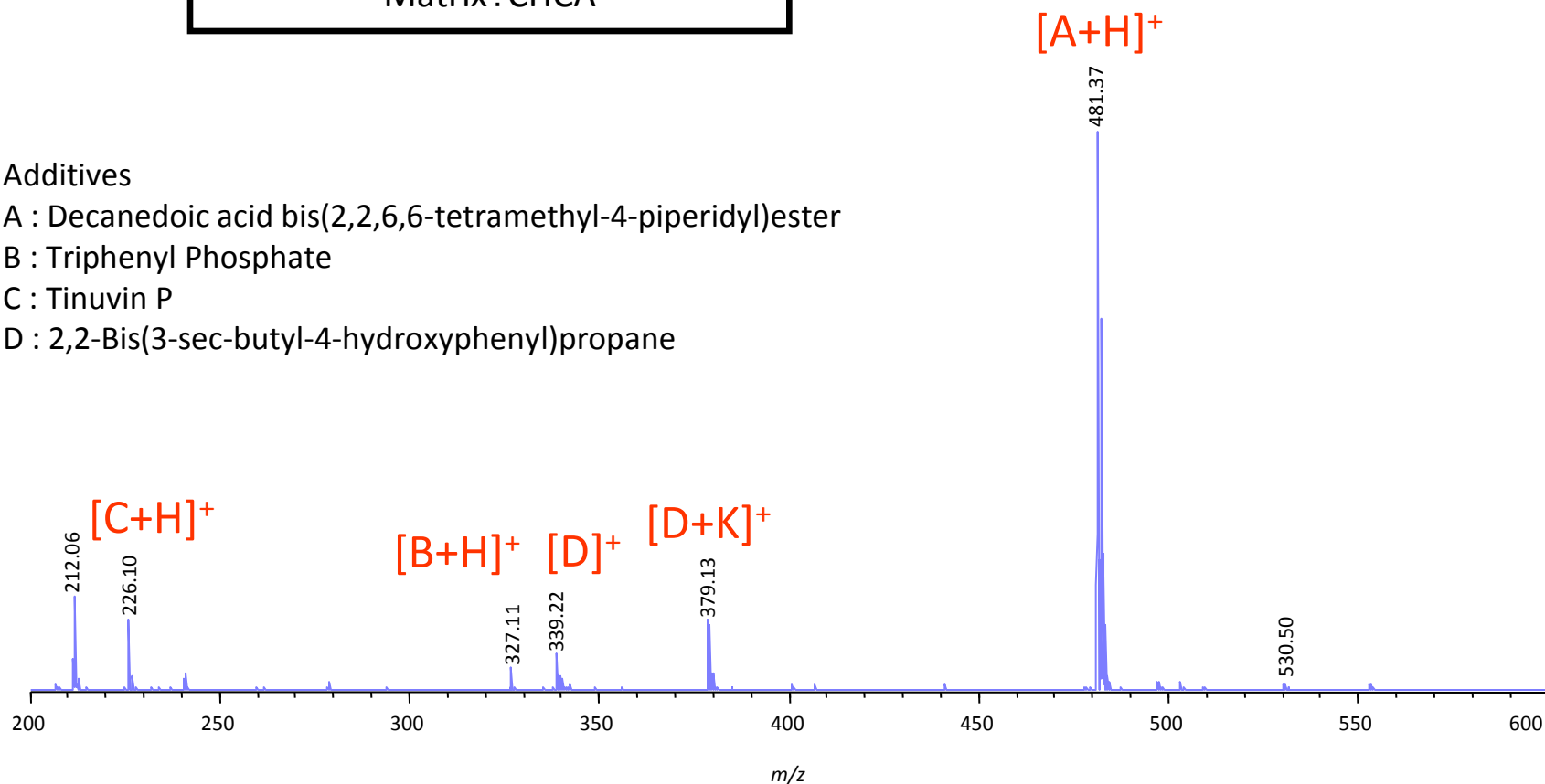
Additives

A : Decanedioic acid bis(2,2,6,6-tetramethyl-4-piperidyl)ester

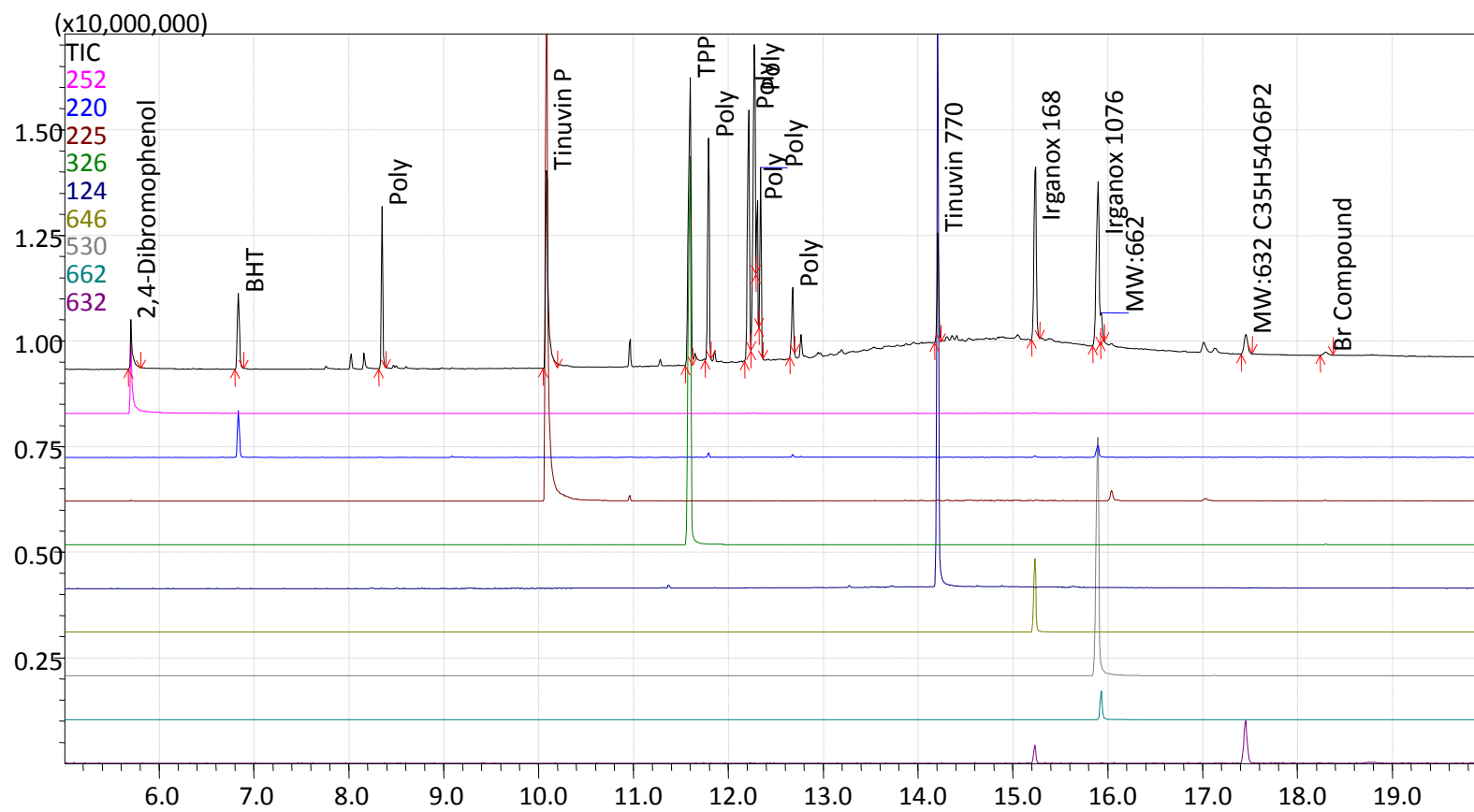
B : Triphenyl Phosphate

C : Tinuvin P

D : 2,2-Bis(3-sec-butyl-4-hydroxyphenyl)propane



Polymer additives: PY-GCMS

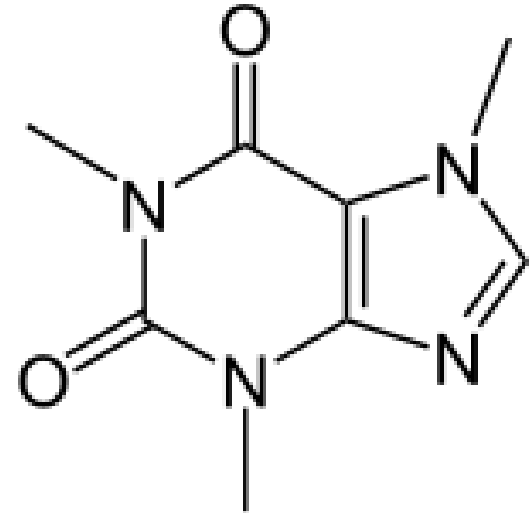


Polymer additives MS analysis- comparison

Additive	Mass Spectrometry Method		
	MALDI-TOFMS (2 minutes)	PYR-GCMS (30 minute)	UFLC/MS (10 minute)
Decanedoic acid bis (2,2,6,6-tetramethyl- 4-piperidyl) ester	○	×	○
Triphenyl Phosphate	○	○	○
Tinuvin P	○	○	○
Tinuvin 770	×	○	×
2,2-Bis (3-sec-butyl-4- hydroxyphenyl) propane	○	×	○
Irganox 1076	×	○	○
Irganox 168	×	○	×
2,4-Dibromophenol	×	○	×
BHT	×	○	×

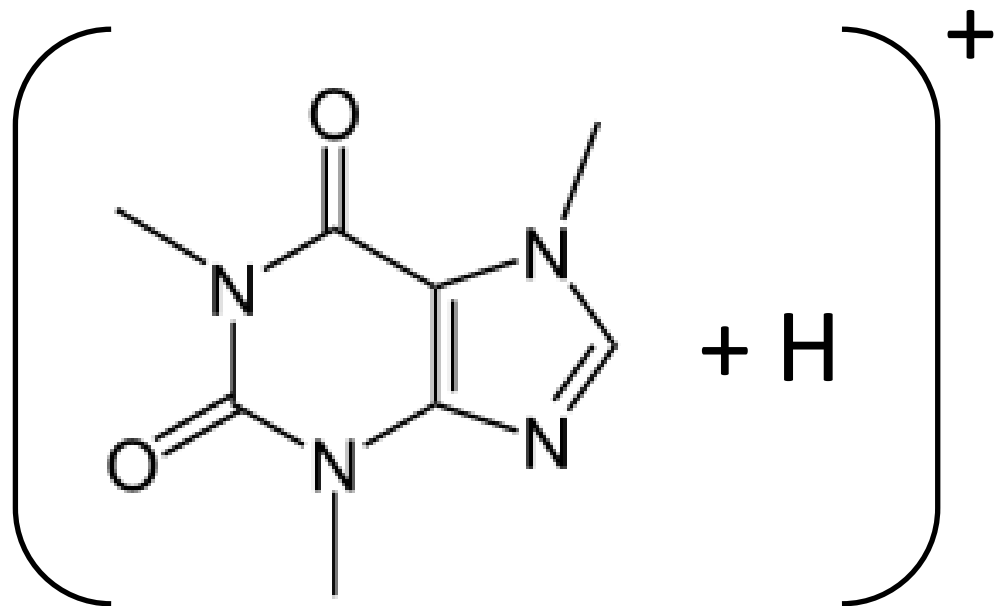
Caffeine

- CAS number : 58-08-2
- Formula: C₈H₁₀N₄O₂
- Mol. Mass: 194.19 g/mol



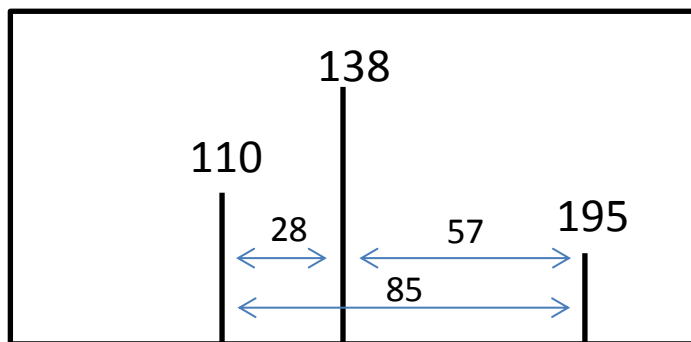
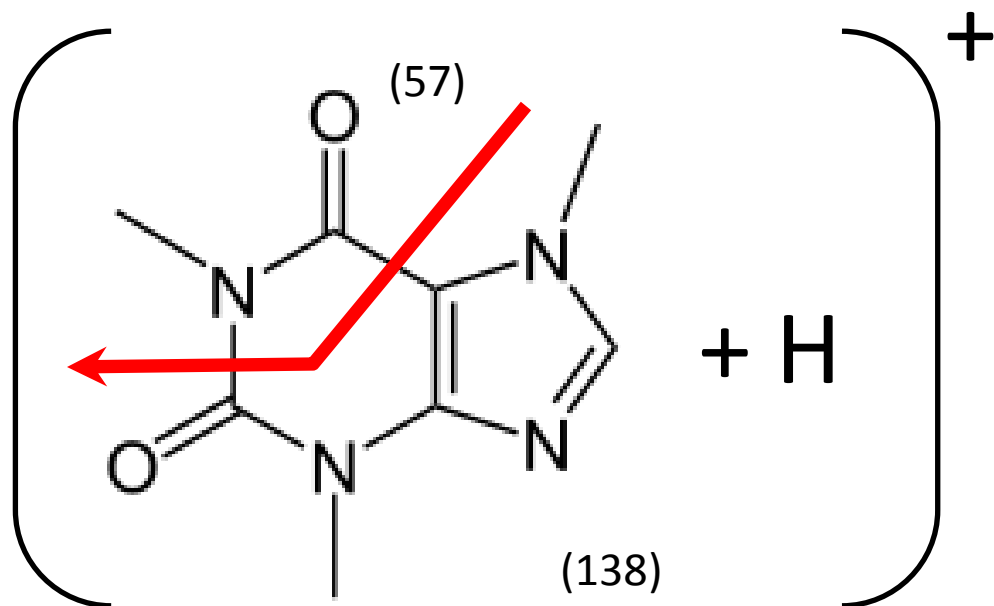
ESI(+) of Caffeine

- $[C_8H_{10}N_4O_2 + H]^+$
- $m/z = 195$



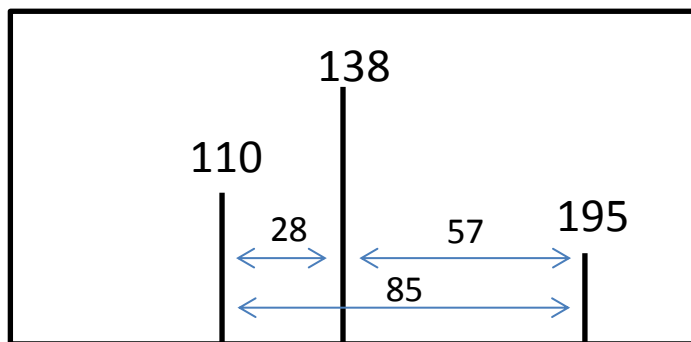
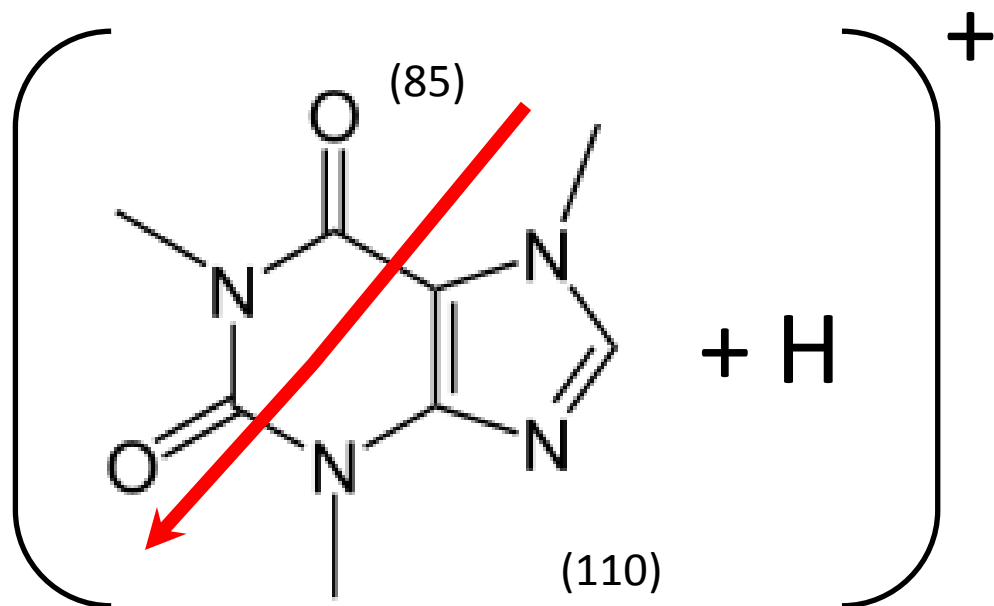
MS/MS of Caffeine

- $[C_6H_7N_3O+H]^+$
- $m/z=138$
- $-C_2H_3NO$ (57)



MS/MS of Caffeine

- $[C_5H_7N_3+H]^+$
- $m/z=110$
- $-C_3H_3NO_2$ (85)



Thank You



層析/質譜、光學、環境、表面測定、金屬成份測定、原子力顯微鏡、X-RAY螢光/繞射等分析儀器



氣相層析用毛細式分離管柱，液相層析分離管柱，層析儀用微量注射針及管件接頭



麵糰物性、澱粉糊化測定及擠壓、磨粉加工、烘焙條件研究等測試儀器



光譜儀用石英、玻璃液槽



凝膠滲透層析儀
液相層析分離管柱
分離管填充劑



金屬成份分析分光儀器



發光光譜儀用標準試片



蛋白質結構研究設備



桌上型電氣透析裝置儀器



桌上型核磁共振光譜儀