

团体标准

T/SZS XXXX—XXXX

食品中司美格鲁肽的测定 超高效液相色谱-串联质谱法

Determination of semaglutide in foods UPLC-MS/MS

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

2026 - XX - XX 发布

2026 - XX - XX 实施

深圳市深圳标准促进会 发布

目 次

前言 II

1 范围 3

2 规范性引用文件 3

3 术语和定义 3

4 原理 3

5 试剂和材料 3

 5.1 试剂 3

 5.2 试剂配制 3

 5.3 标准品 3

 5.4 标准溶液配制 3

 5.5 材料 4

6 仪器和设备 4

7 分析步骤 4

 7.1 试样制备 4

 7.2 试样提取 4

 7.3 仪器参考条件 4

 7.4 标准曲线的制作 5

 7.5 试样溶液的测定 5

 7.6 空白试验 5

8 结果计算 6

9 精密度 6

10 其他 6

附 录 A （资料性）司美格鲁肽标准品的相关信息 7

附 录 B （资料性）司美格鲁肽标准溶液的多反应监测色谱图 8

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由深圳市标准技术研究院提出。

本文件由深圳市深圳标准促进会归口。

本文件起草单位：。

本文件主要起草人。

食品中司美格鲁肽的测定 超高效液相色谱-串联质谱法

1 范围

本文件规定了食品中司美格鲁肽的超高效液相色谱-串联质谱（UPLC-MS/MS）测定方法。

本文件适用于饮料、固体饮料、糖果、饼干、咖啡、蛋白粉、片剂、胶囊（硬胶囊、软胶囊）、口服液等食品（含上述类似基质形式的保健食品及特殊食品）中司美格鲁肽的定性确证和定量测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样经粉碎或混匀后，用甲醇超声提取，提取液经有机相微孔滤膜过滤后，用超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪测定，保留时间和离子丰度比定性，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为色谱纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

5.1.2 乙腈（CH₃CN）：色谱纯。

5.1.3 甲酸（HCOOH）：色谱纯。

5.2 试剂配制

0.1%甲酸水溶液：量取1mL甲酸（5.1.3），加水稀释至1000mL，混匀。

5.3 标准品

司美格鲁肽（Semaglutide，CAS号：910463-68-2）：纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。司美格鲁肽标准品的相关信息见附录A。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 司美格鲁肽标准储备液（100μg/mL）：准确称取司美格鲁肽标准品（5.3.1）5mg（精确至0.01mg）于25mL烧杯中，加适量甲醇（5.1.1）溶解，转移至50mL容量瓶中，用甲醇（5.1.1）定容至刻度，混匀，配制质量浓度为100μg/mL的标准储备液，于-18℃及以下避光保存，有效期3个月，或使用满足溯源要求的商品化标准溶液。

5.4.2 司美格鲁肽标准中间液（1.0μg/mL）：准确移取司美格鲁肽标准储备液（5.4.1）0.50mL于50mL容量瓶中，用甲醇（5.1.1）定容至刻度，混匀。于0℃~4℃避光保存，现用现配。

5.4.3 司美格鲁肽标准系列工作液：分别准确移取司美格鲁肽标准中间液（5.4.2）0.01mL、0.02mL、

0.05mL、0.10mL、0.20mL、0.50mL、1.00mL 于一组 10mL 容量瓶中，用甲醇（5.1.1）定容至刻度，混匀，配制成质量浓度分别为 1.0μg/L、2.0μg/L、5.0μg/L、10μg/L、20μg/L、50μg/L、100μg/L 的系列标准工作液，现用现配。

5.5 材料

- 5.5.1 离心管：50mL，具刻度。
- 5.5.2 有机相微孔滤膜：0.22μm。
- 5.5.3 容量瓶：10mL、50mL。

6 仪器和设备

- 6.1 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪：配有电喷雾离子源（ESI）。
- 6.2 分析天平：感量分别为 0.01mg、0.1mg 和 1mg。
- 6.3 粉碎机。
- 6.4 超声波发生器：功率≥500W，频率≥37kHz。
- 6.5 涡旋混合器。
- 6.6 离心机：转速≥4000r/min。
- 6.7 移液器：100μL、1000μL 等。

7 分析步骤

7.1 试样制备

- 7.1.1 固体样品（固体饮料、糖果、饼干、咖啡、蛋白粉、片剂等）：取代表性试样 20g（试样低于 20g 时取全部试样），用粉碎机（6.3）粉碎至粒径约 1mm，充分混匀。
- 7.1.2 胶囊：取代表性试样 20g（试样低于 20g 时取全部试样），硬胶囊连同胶囊壳一起捣碎，混匀；软胶囊取内容物，胶囊壳剪碎后与内容物一起混匀。
- 7.1.3 液体样品（饮料、口服液等）：取代表性试样 20g（试样低于 20g 时取全部试样），充分混匀。
- 7.1.4 制备好的试样密封保存于 0℃~4℃冷藏，并尽快分析。

7.2 试样提取

准确称取试样1.0g（精确至0.0001g）于50mL具刻度塑料离心管（5.5.1）中，加入适量甲醇（5.1.1），涡旋混匀，于超声波发生器（6.4）中常温超声提取10min，冷却至室温，用甲醇（5.1.1）定容至10mL，混匀（必要时于4000r/min离心5min），取上清液过0.22μm有机相微孔滤膜（5.5.2），滤液供超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪（6.1）测定。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 液相色谱参考条件如下：

- a) 色谱柱：C18柱（1.7μm，100mm×2.1mm），或性能相当者；
- b) 流动相：A相为0.1%甲酸水溶液（5.2.1），B相为乙腈（5.1.2），梯度洗脱程序见表1；
- c) 流速：0.3mL/min；
- d) 柱温：30℃；
- e) 进样量：2μL。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
1.00	10	90

2.50	90	10
3.50	90	10
4.50	10	90
6.00	10	90

7.3.2 质谱参考条件如下：

- a) 离子源：电喷雾离子源（ESI）；
- b) 扫描方式：正离子模式；
- c) 检测方式：多反应监测（MRM）；
- d) 雾化气、干燥气、加热气、碰撞气均为氮气；
- e) 加热模块温度：550℃；
- f) 定性、定量离子对及去簇电压、碰撞能量等质谱分析参数见表2。

注：本方法提供的质谱条件为参考条件，可根据所用仪器性能优化调整，选择响应信号强且无干扰的离子对进行检测。

表 2 司美格鲁肽的母离子、子离子和质谱分析参数

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压/V	碰撞能量/eV
司美格鲁肽	1029.2	1238.1 ^a	80	42
	1029.2	1110.8	80	39

^a 定量离子。

7.4 标准曲线的制作

将司美格鲁肽标准系列工作液（5.4.3）分别注入超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪（6.1）中，测定相应的峰面积，以标准系列工作液中司美格鲁肽的质量浓度为横坐标，以定量离子色谱峰的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。司美格鲁肽标准溶液的多反应监测色谱图见附录B。

7.5 试样溶液的测定

7.5.1 定性测定

在相同试验条件下，试样中司美格鲁肽的保留时间与标准溶液中对应的保留时间偏差在±2.5%之内；且试样中司美格鲁肽定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液中对应的定性离子的相对丰度进行比较，最大允许偏差不超过表3规定的范围，则可判定为试样中存在司美格鲁肽。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度(k)/%	k>50	50≥k>20	20≥k>10	k≤10
最大允许偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.5.2 定量测定

将试样溶液注入超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱仪（6.1）中，得到相应的峰面积，根据标准曲线得到试样溶液中司美格鲁肽的质量浓度。试样溶液中司美格鲁肽的响应值应在标准曲线的线性范围内，超出线性范围时应将试样溶液适当稀释后重新测定。

7.6 空白试验

除不加试样外，完全按照上述操作步骤进行。

8 结果计算

试样中司美格鲁肽的含量按式（1）计算：

$$X = (\rho - \rho_0) \times V \times f / m \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中司美格鲁肽的含量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；

ρ ——试样溶液中司美格鲁肽的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

ρ_0 ——空白试验溶液中司美格鲁肽的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）；

V——试样溶液的定容体积，单位为毫升（mL）；

f——稀释倍数；

m——试样的取样量，单位为克（g）。

计算结果保留三位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的20%。

10 其他

当取样量为1.0g、定容体积为10mL时，本方法的检出限为 $10\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 $30\mu\text{g/kg}$ 。

附 录 A

(资料性)

司美格鲁肽标准品的相关信息

司美格鲁肽标准品的中文名称、英文名称、CAS号、分子式、相对分子质量见表A.1。

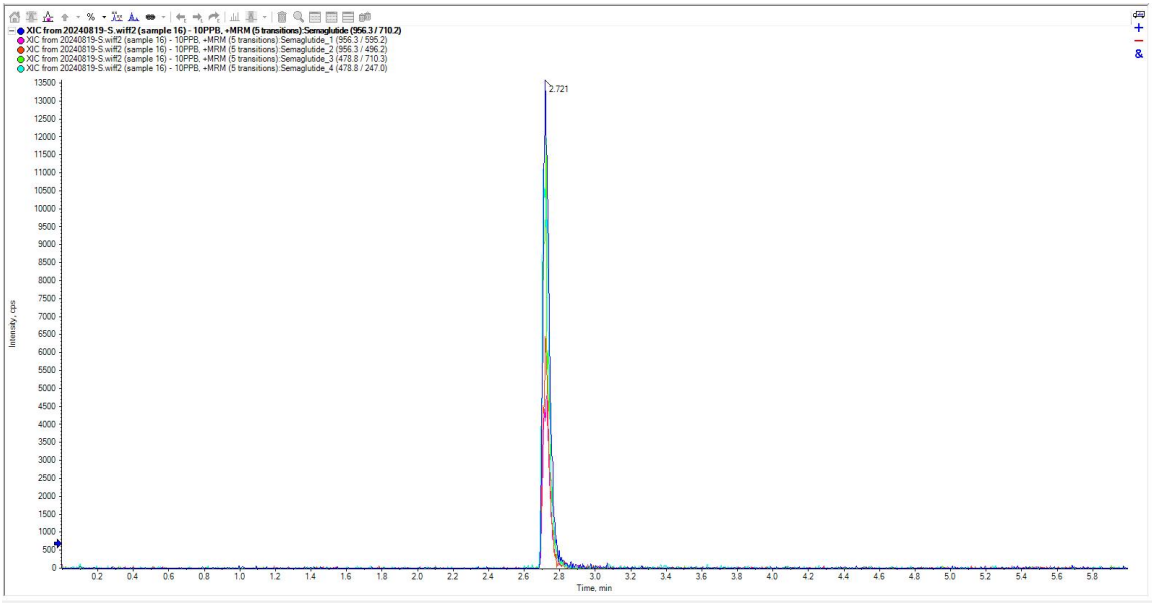
表 A.1 司美格鲁肽标准品的相关信息

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	相对分子质量
司美格鲁肽	Semaglutide	910463-68-2	C ₁₈₇ H ₂₉₁ N ₄₅ O ₅₉	4113.58

附录 B
(资料性)

司美格鲁肽标准溶液的多反应监测色谱图

司美格鲁肽标准溶液（10 μg/L）的超高效液相色谱-串联质谱多反应监测色谱图见图B. 1。



图B.1 司美格鲁肽10μg/L标准溶液的多反应监测色谱图