

《食品中司美格鲁肽的测定 超高效液相色谱-串联质谱法》

编制说明

一、项目背景

（一） 打击食品非法添加行为，保障公众身体健康

司美格鲁肽（Semaglutide）为胰高血糖素样肽-1（GLP-1）受体激动剂类药物，临床上用于2型糖尿病血糖控制以及超重、肥胖人群的长期体重管理，属于处方药，须在医师指导下使用。近年来，随着社会公众对体重管理的关注度持续升温，一些不法商家为牟取非法利益，在压片糖果、固体饮料、咖啡、减肥茶等普通食品中非法添加司美格鲁肽，并宣称具有“快速瘦身”等功效，通过电商平台、微商等渠道销售。此类产品添加剂量不明、来源不清，消费者在不知情的情况下摄入处方药成分，可能引发恶心、呕吐、腹泻等胃肠道不良反应，以及低血糖、急性胰腺炎等严重风险，危害身体健康。市场监管部门持续加大执法力度，先后查处多起在“减肥咖啡”“瘦身糖果”等食品中非法添加司美格鲁肽的典型案件。准确、灵敏、规范的检测方法是发现和查处此类违法行为的核心技术支撑。

（二） 服务深圳市质量强链战略部署，推动特殊食品产业高质量发展

当前，深圳市正深入推进“质量强市”建设，大力实施“质量强企、强链、强县（区、镇）”的“质量三强一基”战略，印发《质量强链实施指南》，为产业链质量提升提供系统实施框架。依托“特殊及特膳食品行业质量提升项目”，本文件以质量强链理念为引领，聚焦特殊食品非法添加检测这一关键技术环节，为产业链各方提供统一的检验技术依据，从“技术支撑”维度补齐全产业链质量管理短板，是落实质量强链战略的具体举措。

（三） 填补检测方法标准空白，完善非法添加检验技术支撑

目前，我国尚未发布针对食品中司美格鲁肽测定的食品安全国家标准或食品补充检验方法，国际标准化组织（ISO）、国际食品法典委员会（CAC）、美国分析化学家协会（AOAC）等也未制定相应国际标准。各地监管部门和检验机构多参照科技文献方法或自行建立方法开展检测，缺乏统一规范的技术依据，影响检测结果的可比性和执法办案的规范性。已有文献报道的液相色谱-串联质谱方法检出限多在0.5

mg/kg 水平，灵敏度难以满足低剂量非法添加的筛查需求。因此，亟需制定统一、科学、灵敏的检测方法标准。

二、工作简况

（一）任务来源

2026 年 8 月，根据《关于批准〈保健食品生产企业质量管理能力评价与提升规范〉等 6 项团体标准立项的通知》，《食品中司美格鲁肽的测定 超高效液相色谱-串联质谱法》正式获批立项。本文件由深圳市标准技术研究院提出，深圳市深圳标准促进会归口，深圳市标准技术研究院作为牵头单位，联合食品检验机构、科研院所及相关企业组成标准起草组。

（二）主要起草过程

项目任务下达后，组织成立了标准起草组，明确任务分工及进度安排。主要起草过程包括如下：

1. 起草阶段

（1）2026 年 4-5 月，系统收集并梳理特殊食品领域产业政策及国内外相关标准资料，深入开展特殊食品监管法规和标准体系的对比研究，在此基础上启动标准预研工作，明确标准编制方向，为标准立项和草案起草提供理论支撑。

（2）2026 年 5 月-7 月，持续赴特殊食品生产经营企业、零售药店等开展实地调研，通过座谈交流、现场考察、问卷调查等方式，全面了解零售药店特殊食品经营的现状、存在的问题及标准化需求，广泛听取监管机构、经营主体等多方意见和建议，在此基础上形成标准草案。

（3）2026 年 7 月，组织召开标准专家论证会，邀请医疗机构、特殊食品经营、生产经营许可证等领域的专家，就标准的适用范围、标准框架、主要技术内容等进行研讨与论证。同时，组织召开起草组内部工作会议，围绕起草原则、主要技术内容及工作进度安排等方面达成共识，会后根据专家意见和会议讨论结果对标准文本进行系统性修改完善。

（4）2026 年 8 月，同时定向征求相关方意见和建议，并对标准草案进行修改完善，形成征求意见稿。

三、标准主要内容的依据以及与国内领先、国际先进标准的对标情况

（一） 编制原则

1. 规范性：本文件的编制严格遵循《中华人民共和国食品安全法》《中华人民共和国标准化法》及有关法律法规要求，按 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》和 GB/T 20001.5—2017《标准编写规则 第 5 部分：规范标准》要求进行编写，保证标准的合规性及规范性。

2. 科学性：本文件以超高效液相色谱-串联质谱技术为基础，各项技术参数均经过充分的试验优化和方法学验证，确保方法准确、可靠、可溯源。

3. 先进性：本文件检出限达 10 $\mu\text{g/kg}$ ，灵敏度显著优于现有文献报道水平，单次色谱分析仅需 6 min，技术指标达到国内领先、国际先进水平。

4. 实用性：本文件前处理操作简便，仅需提取、过滤两步，无需复杂的净化过程；试剂和仪器均为检验机构常规配置，便于方法的推广应用。

（二） 标准主要内容的依据

本文件遵循《中华人民共和国食品安全法》及其实施条例、《食品安全抽样检验管理办法》《食品补充检验方法管理规定》等法律法规和规范性文件的要求，在充分吸纳国内外相关文献方法研究成果和起草单位方法学研究、验证数据的基础上编制而成。试验用水符合 GB/T 6682 的规定，定性确证规则参照欧盟 2002/657/EC 决议及国内液相色谱-质谱联用定性确证的通行准则。

（三） 与国内领先、国际先进标准的对标情况

目前，国内外均无针对食品中司美格鲁肽测定的国际标准、国家标准或行业标准。已发表文献中，高效液相色谱法（HPLC-UV）定量限约为 10 mg/kg ，液相色谱-串联质谱法（LC-MS/MS）检出限约为 0.5 mg/kg ，且多针对单一或少数基质。本文件采用超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法，检出限为 10 $\mu\text{g/kg}$ 、定量限为 30 $\mu\text{g/kg}$ ，灵敏度较文献方法提高约 50 倍，可满足低剂量非法添加的筛查确证需求；适用基质覆盖饮料、固体饮料、糖果、饼干、咖啡、蛋白粉、片剂、胶囊、口服液等当前非法添加违法行为高发的食品类别，并涵盖同类基质形式的保健食品及特殊食品。综上，本文件在方法的灵敏度、适用性和可操作性方面达到国内领先水平。本文件与现行法律、法规和强制性国家标准、行业标准等无冲突。

四、主要条款的说明以及主要技术指标、参数、试验验证的论述

（一）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，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。适用范围的确定兼顾了当前非法添加案件高发的产品形态和监管执法实际需求。

（二）原理及前处理

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测定。选择甲醇作为提取溶剂，是因为司美格鲁肽易溶于甲醇等极性有机溶剂，且甲醇兼具沉淀蛋白、萃取目标物的作用，可实现“提取—净化”一步完成；常温超声提取 10 min 即可达到满意的提取效率，避免了加热对多肽结构的影响。固体样品粉碎至约 1 mm 并混匀；硬胶囊连同胶囊壳一起捣碎，软胶囊取内容物与剪碎的胶囊壳一起混匀；液体样品充分混匀，保证取样的均匀性和代表性。

（三）仪器参考条件

液相色谱条件：采用 C18 色谱柱（1.7 μm ，100 mm $\times$ 2.1 mm，或性能相当者），以 0.1% 甲酸水溶液和乙腈为流动相梯度洗脱，流速 0.3 mL/min，柱温 30 $^{\circ}\text{C}$ ，进样量 2 μL ，6 min 完成一次分析。亚二微米填料的超高效色谱柱可实现快速、高效分离；流动相中添加 0.1% 甲酸可促进司美格鲁肽的质子化、改善峰形和离子化效率。

质谱条件：采用电喷雾离子源（ESI）正离子模式、多反应监测（MRM）方式检测。司美格鲁肽相对分子质量为 4113.58，属大分子多肽，在电喷雾离子源下易形成多电荷离子，本方法选择四电荷母离子（ m/z 1029.2）进行监测，选取响应强、干扰小的两个特征碎片离子 m/z 1238.1（定量离子）和 m/z 1110.8（定性离子），兼顾检测灵敏度与定性选择性。标准中同时注明质谱条件为参考条件，可根据所用仪器性能优化调整，保证了方法的适用性和可推广性。

（四）定性与定量测定

定性确证采用保留时间与离子丰度比双重判据：试样中司美格鲁肽的保留时间与标准溶液的偏差应在 $\pm 2.5\%$ 之内，定性离子相对丰度与浓度接近的标准溶液比较，最大允许偏差不超过标准表 3 规定的范围，该规则与欧盟 2002/657/EC 决议及国内

液相色谱-质谱联用定性确证的通行准则一致，可有效避免假阳性。定量测定采用外标法定量，标准曲线范围为 1.0 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$ （7 个浓度点）；试样溶液响应值超出线性范围时应稀释后重新测定；每批试验同步进行空白试验，扣除试剂本底。

（五） 结果计算与精密度

试样中司美格鲁肽含量按标准公式（1）计算，结果保留三位有效数字。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%，与痕量非法添加物检测的通行精密度要求相衔接。

（六） 检出限与定量限

当取样量为 1.0 g、定容体积为 10 mL 时，本方法的检出限为 10 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限为 30 $\mu\text{g/kg}$ ，可满足食品中低剂量非法添加司美格鲁肽的筛查与确证需求。

（七） 方法验证情况

起草组在饮料、固体饮料、糖果、饼干、咖啡、蛋白粉、片剂、胶囊、口服液等代表性基质中开展了线性范围、检出限、定量限、准确度、精密度等方法学验证。验证结果表明：方法在 1.0 $\mu\text{g/L}$ ~100 $\mu\text{g/L}$ 范围内线性良好，相关系数大于 0.99；各基质加标回收率、重复性满足检测要求（具体验证数据待征求意见后根据协同验证结果补充完善）。

（八） 附录

附录 A（资料性）给出了司美格鲁肽标准品的中文名称、英文名称、CAS 号（910463-68-2）、分子式（ $\text{C}_{187}\text{H}_{291}\text{N}_{45}\text{O}_{59}$ ）和相对分子质量（4113.58）等信息；附录 B（资料性）给出了司美格鲁肽标准溶液（10 $\mu\text{g/L}$ ）的多反应监测色谱图，便于标准使用者参照开展定性确认和条件核对。

五、是否涉及专利等知识产权问题

否。

六、重大意见分歧的处理依据和结果

本文件无重大意见分歧条款。

七、实施标准的措施建议

（一） 加强宣传培训

本文件发布后，由标准起草单位联合相关行业协会、检验机构组织开展标准宣贯活动，通过专题培训、实操演示、案例分享等方式，帮助检验机构和监管人员准确理解和掌握方法的技术要点，推进标准的贯彻和实施。

（二）强化标准跟踪与监督

建议各级市场监管部门将本方法应用于食品安全抽检、风险监测和非法添加案件查办工作，充分发挥标准的技术支撑作用。标准实施过程中，将跟踪收集方法使用情况和相关方意见建议，对标准实施效果进行评估，及时发现并解决实施中存在的问题，按需开展修订完善工作，不断提升标准的科学性和适用性。