



更健康 更清洁 更安全



赛默飞色谱及痕量元素分析

粮油安全检测解决方案

ThermoFisher
SCIENTIFIC

赛默飞色谱及痕量元素分析

粮油安全检测解决方案

随着经济不断发展，人们生活水平大幅提高，对粮油产品需求大幅增加的同时，粮油产品质量安全问题也受到广泛关注。粮油产品质量安全直接关系到消费者的身体健康和生命安全，也关系着生产者的利益和企业的生存发展，对粮油行业的健康发展意义重大。但是，粮油产品不断出现的质量安全问题，如“陈化粮”、“地沟油”事件等，严重影响了我国粮油行业的健康发展。

影响粮油质量安全的因素主要包括：粮食作物种植期间过量或其他不当使用的农药；环境污染；收购、调运、储藏过程中，接触了未经净化处理的设施、器材、包装物或进行混储混运，造成的微生物、害虫、有毒有害物质和杂质的交叉污染，黄曲霉毒素等真菌毒素的污染以及人为因素等。赛默飞在粮油质量安全的各个环节提供领先的检测产品及技术，为粮油质量安全检测提供解决方案。



- + 优化的附件
- + 信息丰富的软件
- + 基于丰富知识的方法开发
- + 及时的服务
- + 无与伦比的承诺

目录

- 赛默飞提供粮油质量安全检测产品及技术 1-2
- GC, GC-MS检测解决方案 3-4
- HPLC检测解决方案 5-6
- AA, ICP, ICP-MS检测解决方案 7
- IC检测解决方案 8



Trace 1300-ISQ系列GC-MS

ISQ系列是久经时间考验的单四极杆质谱，代表了质谱仪在创新方面近50年的积累，具有行业领先的灵敏度，更低的仪器检测限，满足更严格法规要求。

- Trace 1300系列气相色谱仪采用最新模块化设计，随时插拔各种检测器，完全满足脂肪酸、醇类（FID）和农药残留（ECD,FPD,NPD）等分析。
- 专利真空锁定装置，维护或切换质谱离子源均无需卸真空，保证高通量分析的连续性。
- 带透镜保护双灯丝，保证灯丝的长寿命。
- 一次进样，FS/SIM同步进行，同时定性和定量。
- 拓展的不卸真空更换色谱柱模块，不同应用之间切换色谱柱时质谱无需停机。
- 专利的氦气节省模块，一瓶氦气可使用3.5-14年。



iCE 3000系列原子吸收光谱仪

iCE 3000系列原子吸收光谱仪有别于其他传统设计的原子吸收光谱仪，是令人耳目一新的仪器。

仪器结构紧凑、时尚且使用方便。有单原子化器系统，与双原子化器系统的不同配置选择。仪器可自动进行光路准直，自动调节波长、狭缝宽度、灯电流和负高压，来进行火焰和石墨炉原子吸收光谱分析。

火焰系统采用全钛可拆卸式燃烧器，能迅速达到热平衡。采用层流设计，低气、耐腐蚀抗氧化低结碳，适用于高盐溶液的直接喷吸。全聚四氟乙烯材料的惰性雾化室、包括撞击球与扰流器，高效铂/铑合金毛细管和聚四氟乙烯喷嘴雾化器，独特的雾室锥度和后排水设计将记忆效应降至最低。全自动气路控制，可自动优化助燃气与燃气流量比，确保火焰法的高灵敏度与良好的重现性。专利的四线氘灯扣背景技术，减少了氘灯的发射噪声，提高稳定性。

石墨炉系统采用精密光学与电压反馈式的双重控温系统。仪器具有多功能石墨炉背景校正技术，可校正高达3A的背景。独特的石墨炉可视系统（GFTV），有利于样品的灰化原子化过程的观察，有利于设计最佳灰化原子化加热程序。



UltiMate® 3000高效液相色谱

双三元系统是UltiMate 3000系列色谱的卓越组合，通过共享自动进样器、柱温箱、软件实现两套分析系统的功能。无论是常规分析、微量分析或纳升级分析，双三元系统均能提供完美的解决方案。

双三元系统能够实现复杂样品的二维分析，且对样品也可以进行在线固相萃取、净化或预浓缩、衍生化。现代食品分析中，样品复杂程度很大程度上影响了分析的速度和准确性。这种配置就能把离线、多步骤的样品预处理变成自动化的在线处理，不仅节省时间和成本，也大大提高了分析的可靠性，是食品分析的发展方向。



iCAP 7000系列等离子体发射光谱仪

iCAP7000系列电感耦合等离子体光谱仪是一款性能优越，超紧凑型仪器。仪器可选用垂直观察和双向观察二种不同结构的配置。

仪器采用独特的中阶梯光栅高分辨率光路设计，极大地提高光传输效率，同时保证了仪器的高分辨率性能，增强了仪器的检测能力。紧凑的光谱仪结构可进行高效的光路气体吹扫，降低了运行成本和提高了工作效率。整个光学系统采用尽可能少的光学元件，减少光线折反射所引起的光能量损失，提高了光传输效率，保证了较高的灵敏度、最佳的信噪比和较低检测限。

仪器配置高效卓越的全固态RF发生器，结实耐用，即便是最复杂的样品基质，也能应对自如，同时实现低功率和低气体消耗。

仪器使用功能强大的专利电荷注入检测器装置，配置全新一代的CID86芯片，噪声低，稳定性好，动态响应范围广。无损读取方式对不同浓度信号实现了最佳信噪比测量，有效地避免光晕和信号溢出效应，同时具备全谱摄谱功能，无丢失分析谱线现象。



ICS-2100 — 免化学试剂离子色谱

在线电解淋洗液发生器是免化学试剂（RFIC）离子色谱系统的核心。该装置通过电解水得到高纯度淋洗液，使用单等度泵轻松实现各种梯度淋洗。ICS-2100是一款集成RFIC-EG的离子色谱体系，可为您带来极大便利与扩展分析能力。

对于粮油基质复杂样品的分析，浓度线性梯度可以在洗脱强保留物质的同时分离弱保留物质，得到比等度分离响应更高、峰宽更窄、更对称的色谱峰。国标GB2762-2005食品中硝酸盐与亚硝酸盐的测定方法即采用赛默飞淋洗液发生器实现梯度淋洗，实验中仅使用高纯水，无需人工配制任何化学试剂，避免了手工配制淋洗液造成的浓度不准确、系统噪音高、基线漂移严重和重现性差等问题，堪称离子色谱发展的里程碑。



iCAP Q等离子体质谱仪

iCAPQ系列电感耦合等离子体质谱仪是一款性能超群，功能齐全的新型电感耦合等离子体质谱仪。仪器配置了具备低质量数剔除功能的最佳碰撞/反应池技术。

Cr, As, Se易受到一些低质量数离子（C⁺, Cl⁺, Ar⁺）形成的多原子离子（如：ArC⁺, AsCl⁺, ArAr⁺）的干扰，iCAPQ的碰撞反应池（Qcell）具备独特的质量筛选功能，可有效地剔除低质量数的干扰物离子，抑制其多原子干扰离子的形成。

仪器配置最新设计的变频RF发生器，极大地提升了等离子体对有机试剂的耐受性。在针对各种元素形态分析中，常需要与使用有机试剂的液相色谱的联用，变频RF发生器对有机试剂表现极佳的稳定性。

仪器具备最宽的元素分析动态范围：iCAP Q具备针对不同元素改换使用不同的分辨率的功能，可以在检测高浓度的常量元素（如：K, Na, Ca, Mg等）的同时准确地检测痕量级的有害元素（如：Pb, Cd, Hg等）。

GC、GC-MS检测解决方案

赛默飞气相色谱法测定食用油中的反式脂肪酸含量

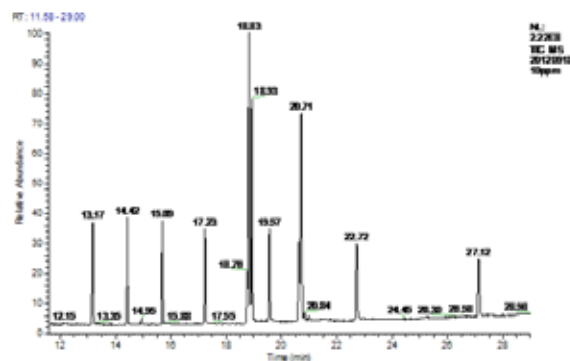
反式脂肪酸 (Trans Fatty Acids-TFA) 又称反式酸, 是所有含反式双键的不饱和脂肪酸的总称, 广泛存在于人造黄油、食用油、培烤食品和面包等典型食品中, 是油脂或含有油脂食物中常见的一个组分。近几年, 国内外学者对反式脂肪酸进行了比较深入的研究, 发现它可能是危害人体健康的潜在因素, 已有研究表明反式脂肪酸可增加人们患心血管疾病、II型糖尿病的危险性, 并抑制人类的早期发育与生长, 这些研究结果引起了各国权威部门的高度关注。

本文采用甲酯化-气相色谱法对食用油中的反式脂肪酸含量进行测定, 方法简单, 适用于相关实验室开展对反式脂肪酸的检测。

仪器: TRACE GC 1310气相色谱仪, FID检测器; AS1310液体自动进样器。

样品前处理: 称取60 mg食用油样品, 置于10 mL具塞试管中, 加入4 mL异辛烷溶解, 加入0.2 mL氢氧化钾-甲醇溶液, 涡旋混匀1 min, 至试管内混合液澄清。加入1 g磷酸氢二钠中和过量的氢氧化钾, 涡旋混匀30 s, 4000 r/min离心5 min, 取上清液经0.45 μm滤膜过滤后进行测定。

分析条件: 色谱柱: TR-FAME (100 m × 0.25 mm × 0.2 μm); 柱温: 60°C (1 min), 20°C/min到150°C (2 min), 3°C/min到240°C (10 min); 进样模式: 分流进样, 分流比10:1; 进样量: 1 μL; 进样口温度: 250°C; 载气: 高纯氮气 (99.999%), 恒流模式, 1.2 mL/min; 检测器温度: 250°C, 氢气: 35 mL/min, 空气: 350 mL/min, 尾吹气, 氮气, 40 mL/min。



总浓度为400mg/L的37种反式脂肪酸甲酯标准溶液色谱图

反式脂肪酸甲酯的检出限、转换为脂肪酸的转换系数; 按文中方法测定了10个食用油样品中反式脂肪酸的含量, 测定结果如下表:

化合物	检出限	转换系数f	样品1	样品2	样品3	样品4	样品5	样品6	样品7	样品8	样品9	样品10
14:1T	0.12	0.9417	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
15:1T	0.24	0.9449	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
16:1T	0.24	0.9477	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
17:1T	0.24	0.9503	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
18:1T	1.60	0.9527	ND	0.03	ND	0.05	ND	ND	ND	0.04	0.14	ND
18:2T	0.24	0.9524	ND	ND	0.03	ND	0.03	0.04	0.03	ND	ND	ND
19:1T	0.72	0.9530	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
20:1T	0.12	0.9568	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
22:1T	0.24	0.9602	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND	ND
总量			ND	0.03	0.03	0.05	0.03	0.04	0.03	0.04	0.14	ND

ND:未检出

食用油中的脂肪酸主要成分为油酸和亚油酸, 在精炼加工过程中形成的反式脂肪酸主要是反式油酸 (18:1T) 和反式亚油酸 (18:2T), 测定结果也表明在食用油中存在的反式脂肪酸成分主要为反式油酸和反式亚油酸。所有样品中反式脂肪酸的含量均低于美国规定的限量值, 都是可以放心食用的。

结论: 建立了食用油中反式脂肪酸的检测方法, 采用甲醇甲酯化后气相色谱仪检测, 方法简单, 适用于相关实验室开展对反式脂肪酸的检测。采用本方法测定了10个食用油样品中反式脂肪酸的含量, 测定结果表明在食用油中存在的反式脂肪酸成分主要为反式油酸和反式亚油酸。

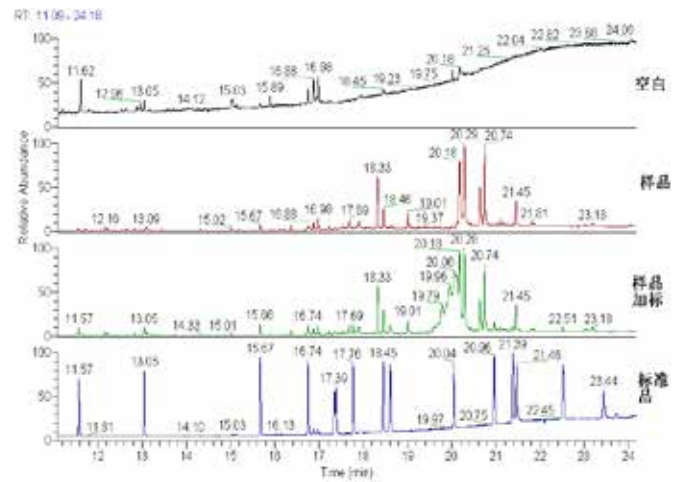
分散固相萃取净化结合GC/MS测定芝麻油中的塑化剂

邻苯二甲酸酯类化合物 (Phthalate Acid Esters, 缩写PAEs), 普遍用于塑料工业的主要增塑剂和软化剂, 其作用是增大塑料的可塑性和韧性, 提高塑料强度。PAEs 是一种环境激素, 可以模拟体内的天然荷尔蒙, 干扰荷尔蒙作用, 影响身体内的最基本的生理调节机能, 具有致癌、致畸、致突变性作用, 对人体健康已构成危害。2011 年6 月1 日卫生部发布公告, 邻苯二甲酸酯类物质被明确为违禁添加的非食用物质禁止在食品中使用。PAEs 主要通过食品包装材料进入食品, 芝麻油对PAEs 具有很好的溶解性, 芝麻油中也存在这类化合物污染的风险。

仪器: Trace1310-ISQ气相色谱质谱联用仪, EI源; AS1310 自动进样器

样品前处理: 称取1.0 g芝麻油于15 mL玻璃具塞刻度试管中, 加5 mL乙腈, 涡旋萃取2 min, 用玻璃滴管取出乙腈层3 mL, 置于另一玻璃具塞刻度试管中, 加入1 mL乙腈饱和的正己烷, 涡旋1 min, 弃去正己烷, 必要时重复加入正己烷去除乙腈中的油脂。取乙腈层2 mL于预先称好100 mg PSA 和100 mg C18 的玻璃试管中, 涡旋1 min, 静置, 吸取上清液进行气相色谱质谱分析。特别注意: 整个样品前处理过程中, 全部使用玻璃容器, 以防引入塑化剂污染。

分析条件: 色谱柱: TR-35MS (30m×0.25mm×0.25μm); 柱温: 80°C (1 min), 10°C/min到280°C, 保持10 min。质谱条件: 扫描范围50-350 amu; 传输线温度: 250°C; 离子源温度: 200°C。载气: 氦气, 恒流模式, 流速: 1 mL/min; 进样模式: splitless, 进样口温度: 240°C; 进样体积: 1 μL



标准品与样品对照谱图

塑化剂保留时间、定量离子、检测限及检测结果 (mg/kg)

化合物	简称	保留时间	定量离子	检测限	回收率%	检测结果
邻苯二甲酸二甲酯	DMP	11.27	163	0.005	108	0.296
邻苯二甲酸二乙酯	DEP	12.77	149	0.005	115	ND
邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	15.41	149	0.005	95.0	1.022
邻苯二甲酸二丁酯	DBP	16.50	149	0.005	95.0	0.858
邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	BMPP	17.15	149	0.02	77.0	ND
邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	BMEP	17.53	59	0.01	127	ND
邻苯二甲酸二戊酯	DAP	18.22	149	0.005	86.7	ND
邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	BEEP	18.38	72	0.01	108	ND
邻苯二甲酸二己酯	DHP	19.82	149	0.005	115	ND
邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	20.74	149	0.01	107	ND
邻苯二甲酸二正辛酯	DOP	21.17	149	0.01	75.0	ND
邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	BBEP	21.25	149	0.1	117	ND
邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	22.25	149	0.01	80.0	ND
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	BEHP	23.15	149	0.01	78.1	ND
邻苯二甲酸二苯酯	DPP	23.41	225	0.01	126	ND

ND: 未检出

结果表明, 本实验采用赛默飞世尔科技气相色谱质谱联用仪测定芝麻油中的塑化剂, 乙腈提取后, 正己烷除油, 再用分散固相萃取方法净化, 方法准确, 灵敏度高, 满足检测要求。

HPLC检测解决方案

赛默飞双三元柱后碘衍生测定芝麻中的5种黄曲霉毒素

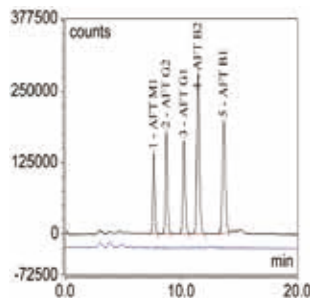
黄曲霉毒素 (AFT) 是一类化学结构类似的化合物, 均为二氢呋喃香豆素的衍生物。黄曲霉毒素是主要由黄曲霉 (aspergillus flavus) 寄生曲霉 (a.parasiticus) 产生的次生代谢产物, 是目前粮油中毒性最大、波及面最广的霉菌毒素之一。B1是二氢呋喃氧杂萜邻酮的衍生物。即含有一个双呋喃环和一个氧杂萜邻酮 (香豆素)。前者为基本毒性结构, 后者与致癌有关。M1是黄曲霉毒素B1在体内经过羟化而生成的代谢产物, 与致癌性有关。黄曲霉毒素的主要分子型式含B1、B2、G1、G2、M1、M2等。

GB2761-2005中规定我国玉米、花生等粮油中黄曲霉毒素B1的最高残留量限值是 $\leq 20 \mu\text{g}/\text{kg}$, GB/T 18979-2003中规定了食品中黄曲霉毒素测定的标准方法, 其中采用免疫亲和柱层析净化-高效液相色谱法测定黄曲霉毒素B1以及黄曲霉毒素B1、B2、G1和G2总量检出限为 $1 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。本方法利用双三元高效液相系统 (DGLC-3600), 双三元右泵作为分析泵, 而左泵作为衍生泵提供衍生试剂, 柱温箱提供衍生反应温度, 对黄曲霉毒素柱后衍生后, 荧光检测器检测。对5种黄曲霉毒素的检出限可达 $0.013\text{--}0.075 \mu\text{g}/\text{kg}$, 同时满足标准方法及国标限值的检测要求。

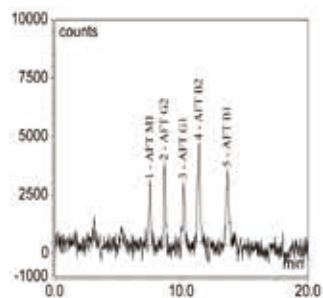
仪器: UltiMate DGP 3600系统, 包括有带在线脱气单元的双三元梯度泵, 自动进样器, 柱温箱, 荧光检测器。配置Dionex reaction coil衍生反应管。

分析条件: 分析柱: Thermo Synchronis C18, $5 \mu\text{m}$, $4.6 \times 150 \text{ mm}$; 衍生反应管: Reaction Coil $750 \mu\text{L}$ + Reaction Coil $375 \mu\text{L}$; FLD: 激发波长 365 nm 发射波长 435 nm ; 进样量: $100 \mu\text{L}$; 流动相: (右泵) 22% 乙腈+ 22% 甲醇+ 56% 水; 流速: (右泵): $0.8 \text{ mL}/\text{min}$; 衍生泵 (左泵): $0.2 \text{ mL}/\text{min}$; 衍生泵 (左泵): 0.05% 碘溶液; 衍生化温度: $70 \text{ }^\circ\text{C}$ 。

样品前处理: 准确称取经过磨细的芝麻样品 10.0 g , 于 250 mL 的具塞锥形瓶中, 加入 2.0 g 氯化钠及甲醇/水 ($70/30$) 至 50 mL , 震荡提取 (约 5 min), 定量滤纸过滤。准确移取 10.0 mL 滤液, 加入 40 mL 水稀释, 用玻璃纤维滤纸过滤2次, 保证滤液澄清。准确移取 25 mL 上述样品提取液上到免疫亲和柱 (美国VICAM) 上, 流速控制在 $1 \text{ 滴}/\text{s}$ 。上样完成后, 注入 20 mL 水清洗, 并将空气通过免疫亲和柱, 去除水分。取 4 mL 甲醇洗脱免疫亲和柱, 流速为 $1 \text{ 滴}/\text{s}$ 。收集全部洗脱液于刻度管中, 氮气吹至 $<0.5 \text{ mL}$, 用 50% 甲醇/水定容至 1 mL , 待测。



芝麻样品及加标对比谱图
(加标量AFT M1: $5 \mu\text{g}/\text{L}$; AFT G1、G2、B1、B2: $1.5 \mu\text{g}/\text{L}$)



黄曲霉毒素检出限浓度谱图
(AFT M1: $0.075 \mu\text{g}/\text{L}$; AFT G1、G2、B1、B2: $0.0225 \mu\text{g}$)

5种黄曲霉毒素线性范围及检出限

	时间min	相关系数	C0 (Offset)	C1 (Slope)	线性范围 ($\mu\text{g}/\text{L}$)	LOD (S/N=3) ($\mu\text{g}/\text{Kg}$)	LOQ (S/N=10) RSD (%)
黄曲霉毒素M1	7.589	0.9994	6.4397	5005.3058	0.5-15	0.075	1.8
黄曲霉毒素G2	8.709	0.9997	1345.6901	18171.8937	0.15-4.5	0.02	4
黄曲霉毒素G1	10.213	0.9997	1290.9989	13835.0040	0.15-4.5	0.025	0.6
黄曲霉毒素B2	11.418	0.9999	68.7725	46151.0730	0.15-4.5	0.013	0.1
黄曲霉毒素B1	13.626	0.9999	95.7629	36853.7696	0.15-4.5	0.016	2

结论:

本方法利用双三元液相色谱系统左右两个泵的附注作用, 实现了黄曲霉毒素柱后碘衍生—荧光检测。其中左泵做衍生泵, 右泵做分析泵, 柱温箱提供 $70 \text{ }^\circ\text{C}$ 的衍生反应温度, 在一套系统上即可实现柱后衍生, 大大节省了试验成本, 方法易操作, 重现性高, 回收率好。

赛默飞双三元在线净化分析芝麻油中的苯并芘

多环芳烃化合物是一类具有较强诱癌作用的食物化学污染物，目前已经鉴定出数百种。苯并芘是多环芳烃类化合物中致癌性最强的一种物质，其化学性能稳定，且在烹调过程中不易被破坏。本文采用双三元液相色谱在线除杂的方法对芝麻油样品中苯并芘进行测定，操作简单，结果稳定可靠。

仪器：Ultimate 3000 系列；泵：DPG-3400；自动进样器：WPS-3000SL；柱温箱：TCC-3000；检测器：RF-2000

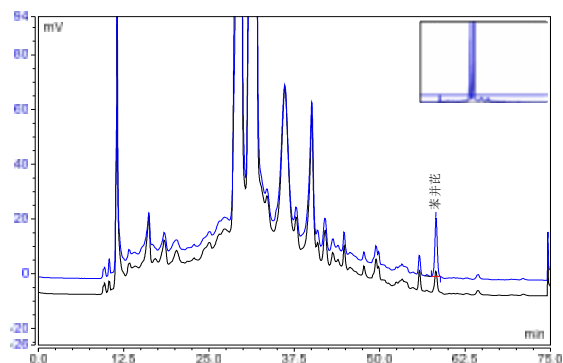
样品制备：将芝麻油试样过0.22 μ m 尼龙滤膜，取续滤液待测。。

色谱条件：色谱柱：富集柱：ChromSpher Pi (3.0 mm \times 80 mm)；分析柱：2 根SUPELCO SİLTM LC-PAH (5 μ m, 4.6 mm \times 250mm)；

流速：萃取泵：0.5 mL/min；分析泵：1.2 mL/min；进样量：80 μ L；柱温：30 $^{\circ}$ C；

梯度及阀切换条件：

时间 (min)	左泵 A--乙腈; B--水; C--异丙醇				左泵 A--乙腈; B--水			Right valve
	流速 (mL/min)	A%	B%	C%	流速 (mL/min)	A%	B%	
0.00	0.5	0	0	100	1.2	40	60	1_2
5	0.5	0	0	100				
5.1	0.5	40	60	0				
7								10_1
7.1	0.5	40	60	0				
12	0.5	100	0	0	1.2	40	60	
30								1_2
49	0.5	100	0	0	1.2	100	0	
60	0.5	0	0	100				
70					1.2	100	0	
70.1					1.2	40	60	
75	0.5	0	0	100	1.2	40	60	



样品测定谱图

(黑色为样品，蓝色为样品2ppb 加标)

苯并芘标准曲线：

时间 min	Cal.Type	Points	相关系数	C0 (Offset)	C1 (Slope)	线性范围 (μ g/L)	LOD (S/N=3) (μ g/L)
58.238	LinOff	6	0.9998	0.2943	-0.0975	0.25-5	0.03

芝麻油样品加标回收结果：

	检测值	加标量 μ g/L	加标后浓度 μ g/L	加标回收%
芝麻油	0.9806	2	2.77	89.5

结论：

本研究利采用Ultimate 3000 双三元液相色谱在线除杂的方法对芝麻油样品中苯并芘进行测定。芝麻油经尼龙膜净化后，可直接上样检测。由色谱图及加标回收可以看出，芝麻油的基质不会影响对苯并芘准确检测。相较于油品中苯并芘检测的国标方法，该方法操作简单，节省时间，适用于此类样品中苯并芘的测定。

AA、ICP、ICPMS检测解决方案

赛默飞ICP-MS 测定大米中有毒有害元素

大米是世界上种植范围第二广泛的谷物，全球每年的产量大约有 6亿吨。大多数亚洲国家都以大米作为主食，每人每天食用量在 200g到400g之间。无论是从基础研究还是营养学，还是从毒理学角度，农作物及其相关产品中的痕量元素分析都非常重要。

电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)测定微量元素具有操作简单、干扰少等优点，而且可多元素同时测定、灵敏度高、动态范围宽，可直接测定食品中的重金属元素。大米的主要成份为碳水化合物，大米中铅、砷、铜、镉等重金属元素含量很低，而ICP-MS对大多数金属元素具有ng/L 级的检出限，无需富集处理，从而减少了环境对样品的污染，提高了分析方法的可靠性和准确性。

仪器：iCAP Qc ICP-MS

检测项目：Al、Cu、Cr、As、Ca、Hg、Pb

样品前处理：样品在 85°C下干燥 12h，取出冷却，精确称量大约0.50 g 的样品数份并将其转移至微波消解罐中，加入2mL H₂O, 2mL HCl ,5mL HNO₃，放入微波消解仪中按程序消解，待程序结束后，冷却开盖，赶酸仪赶酸，转移定容至50mL 待测定。

结果表明采用ICP-MS方法测定微量元素具有操作简单、干扰少等优点，可进行多元素同时分析，具有快速、准确等特点。

测定结果：

µg/kg	GSB-1测定	GSB-1参考	A大米	B大米	C大米
As	100	102 ± 8	83	123	94
Al (mg/kg)	400	390 ± 40	22	28	68
Cd	90	87 ± 5	9	32	6
Cr	87	90	358	932	1150
Cu	5019	4900 ± 300	2035	2869	2164
Pb	64	80 ± 30	25	20	23
Hg	3.4	5.3 ± 0.5	0.4	0.7	0.3

赛默飞IC-ICPMS 联用分析大米样品中六价铬

铬有两种价态存在，分别为三价铬和六价铬。三价铬对人没有危害，但在一定的情况下被氧化后产生的六价铬却是一种对人体有害的致癌物。六价铬化合物在体内具有致癌作用，还会引起诸多的其他健康问题。传统的AA/ICP/ICPMS方法只能分析铬的总量，采用IC-ICPMS联用技术可准确分析六价铬的含量。

仪器：IC1100；iCAP Q ICP-MS Qc

分析条件：色谱柱：IonPac AG7(4 × 50mm)；淋洗液：0.076mol NH₄NO₃、定容至1000mL 去离子水中，用氨水调pH至7.1左右，1.0mL/min；ICP-MS：RF功率：1550 W，冷却气：14 L/min，辅助气：0.8L/min，雾化气：1.05 L/min，Q Cell 气体(He)：4.5 mL/min，KED 电压：3v，驻留时间：200 ms，分析质量数：52Cr。

样品前处理：缓冲溶液：8.71g 磷酸氢二钾和6.8g 磷酸二氢钾溶于100mL 水中混匀；样品提取液制备：用50%NaOH 水溶液稀释后配制150mM NaOH 水溶液。将大米样品研磨后过筛，烘箱105°C中烘干。在50mL 离心管中加入0.5mL 磷酸盐缓冲溶液，加入10mL 样品提取液混匀，称0.5g 米粉样于该离心管中，最后用样品提取液定容至25mL。在涡旋混合器上混匀，35°C超声振荡60min，然后再转速6500 r/min 4°C离心6min。吸取清液过微孔滤膜(0.45µm)。待上机测定。空白样品同上步骤操作。

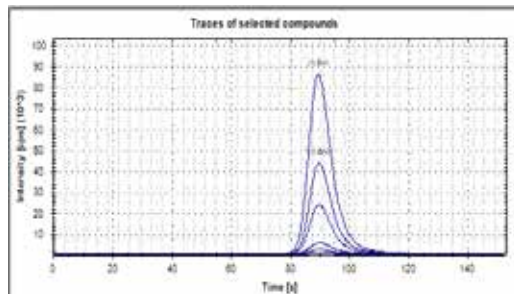
线性和线性范围：

取1000 mg/L 的Cr(VI) 配置成1mg/L 标准储备溶液，调节pH 至7.1，测定时用流动相逐级稀释1mg/L 标准储备溶液配置成0.01、0.05、0.1、0.5、1.0、2.0µg/L混合标准溶液，作校准溶液，以流动相作为空白。

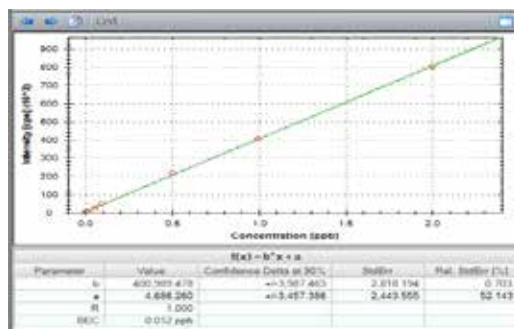
检出限和定量限、回收率：

稀释并检测铬(VI)标准溶液，采用大于三倍信噪比(S/N>3)的峰高所对应的Cr(VI)形态含量作为方法检出限，溶液中为5ppt。添加量为0.05、1mg/L水平的回收率分别为82%、94%。

标准溶液色谱图：



标准溶液色谱叠加图



离子色谱-质谱联用测定面包中溴酸盐

溴酸盐是一种广泛用作烘焙面包的添加剂，在面团的发酵、醒发及焙烤工艺过程中可以起到一种缓慢氧化的作用。它一直被烘焙业视为价廉物美的面团氧化剂而广泛应用于食品行业。1992年世界卫生组织确认溴酸根是一种氧化性致癌物，可导致生命组织发生癌变。

随着近年来化学检测能力的增强，已能够检出在烘焙后的面包中仍残留0.02-0.3 mg/kg溴酸根。近十年来发达国家先后颁布了禁用溴酸钾作为面粉改良剂的政令，卫生部于2005年发布《2005年第9号公告》，根据溴酸钾危险性评估结果，决定自2005年7月1日起，取消溴酸钾作为面粉处理剂在小麦粉中使用，同时也规定最终面制品中溴酸盐检出为零。

本文采用离子色谱-质谱联机检测法，有效降低复杂背景对溴酸根测定的影响，排除假阳性的可能，具有快速、直接进样等优点，在实际样品分析中得到较好的应用。



仪器：ICS 3000系统

分析柱：IonPac AS 19, 250×2 mm；保护柱：IonPac AG 19, 50×2 mm；柱温：30 °C

淋洗液：KOH（淋洗液在线发生装置产生），梯度淋洗，0-18 min，5 mmol/L；18-25 min，50 mmol/L；

流速：0.3 mL/min；

质谱：Thermo MSQ；Mode：-ESI；离子源电压：-3 KV；锥孔电压：50 V；离子源温度：400 °C；选择离子扫描方式，SIM 127 m/z。

样品前处理：

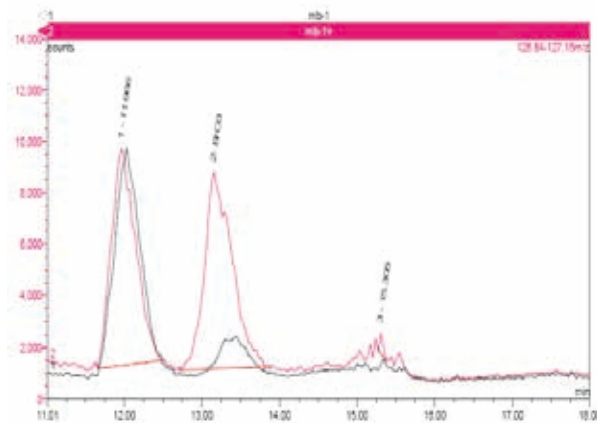
称取5 g（精确至0.1 g）样品于具塞三角瓶中。加入30 mL×3次石油醚洗去油脂。倾去石油醚，在50 °C下干燥。加入50 mL去离子水，迅速摇匀置振荡器上振荡20 min，取下，静置，将大部分清液转入离心管中，10000转/min离心15 min，移出上清液备用。将上清液依次通过0.22 μm水性样品滤膜和OnGuard RP， OnGuardAg/H柱，弃去前10 mL流出液，收集其后流出液直接进行色谱分析。

面包样品加标谱图

线性、检出限和定量限：

取0.1 mg/L浓度的溴酸根离子标准溶液，在上述条件下重复进样9次，计算其相对标准偏差（RSD）。溴酸根离子的保留时间和峰面积RSD分别为0.23%和0.68%。结果表明，其精密度较好。

取溴酸根离子系列标准溶液按上述色谱条件进样，以峰面积对浓度计算线性回归方程，以3倍信噪比计算检出限为0.5 μg/L。结果表明，其线性曲线拟合方程(以面积计算)为 $Y=132.22x-132.59$ ，线性相关系数 $r=0.9996$ 。



面包样品加标谱图

更安全

ThermoFisher
SCIENTIFIC

更清洁

更健康

赛默飞致力于帮助您使世界变得

关于赛默飞世尔科技

赛默飞世尔科技（纽约证交所代码：TMO）是科学服务领域的世界领导者。公司年销售额170亿美元，在50个国家拥有约50,000名员工。我们的使命是帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。我们的产品和服务帮助客户加速生命科学领域的研究、解决在分析领域所遇到的复杂问题与挑战，促进医疗诊断发展、提高实验室生产力。借助于首要品牌Thermo Scientific、Applied Biosystems、Invitrogen、Fisher Scientific和Unity Lab Services，我们将创新技术、便捷采购方案和实验室运营管理的整体解决方案相结合，为客户、股东和员工创造价值。

欲了解更多信息，请浏览公司网站：www.thermofisher.com

赛默飞世尔科技中国

赛默飞世尔科技进入中国已超过30年，在中国的总部设于上海，并在北京、广州、香港、台湾、成都、沈阳、西安、南京、武汉等地设立了分公司，员工人数约3700名。为了满足中国市场的需求，现有8家工厂分别在上海、北京和苏州运营。我们在北京和上海共设立了9个应用开发中心，将世界级的前沿技术和产品带给国内客户，并提供应用开发与培训等多项服务；位于上海的中国创新中心结合国内市场需求和国外先进技术，研发适合中国的技术和产品；我们拥有遍布全国的维修服务网点和特别成立的中国技术培训团队，在全国有超过2000名工程师提供售后服务。我们致力于帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。

欲了解更多信息，请登录 www.thermofisher.cn

赛默飞世尔科技(中国)有限公司



欢迎扫描关注官方微信

免费服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher
SCIENTIFIC