



更健康 更清洁 更安全



赛默飞第三方检测实验室

食品行业检测整体解决方案

Thermo
SCIENTIFIC

完整的检测技术解决方案

食品安全关系到人们的身体健康。国家制定《食品安全法》，有力的保障公众身体健康和生命安全。《食品安全法》的实施，市场对第三方检测的需求越来越多，同时，对于食品检测实验室的检测技术、应用能力、检测结果也提出更高的要求。为了使第三方检测实验室不断满足食品检测市场的需求，赛默飞为第三方检测实验室在检测设备、应用技术支持、售后服务方面提供完整的解决方案。

离子色谱检测技术

ICS-2100 — 免化学试剂离子色谱

在线电解淋洗液发生器(EG)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等度淋洗或各种梯度淋洗。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。通过配置RFC-30淋洗液发生器模块，ICS600/ICS900/ICS1100/ICS1600等系列离子色谱仪也可以轻松升级实现RFIC功能。

RFIC-EG：强大的功能与兼容性：

- 可提供用于阴离子分离的KOH (NaOH , LiOH , 或 $\text{CO}_3^{2-}/\text{HCO}_3^-$) 以及阳离子分离的MSA淋洗液
- 可在线产生高纯淋洗液，浓度范围：0.1-100 mmol/L
- 泵只通过高纯去离子水，可延长泵及密封圈的使用寿命
- 采用变色龙软件控制及诊断错误

对于食品等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。线性梯度淋洗可得到比等度分离响应更高、峰宽更窄、更对称的色谱峰。比如国标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。

相比传统方法，使用RFIC-EG技术不再需要购买价格昂贵的梯度泵，也不需要手工配制浓淋洗液。实验中仅使用高纯水，无需人工配制任何化学试剂。也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。



痕量元素检测技术

iCE 3000 系列原子吸收光谱仪

iCE 3000系列原子吸收光谱仪配备火焰、石墨炉，完全由PC控制的火焰原子吸收光谱仪。高精度双光束全自动化光学系统：新型自准直单色器，自动选择波长与通带，提供无与伦比的检测范围和光学稳定性。铂 / 铱合金毛细管和聚四氟乙烯喷嘴，无论是有机或是无机溶液都能得到最高的灵敏度和稳定性。通用型燃烧器，耐腐蚀，耐高盐，大幅提高火焰的效率和火焰分析准确性。独特的一体化石墨炉可视系统：简化石墨炉方法开发。双背景校正功能，可供选择最适合你的方式。全自动气体控制：能自动完成安全点火、熄火和切换，能自动优化助燃气与燃气流量比，保持最佳恒定比值，并实施全自动的监控。



iCAP 7000系列电感耦合等离子体发射光谱仪



iCAP 7000系列ICP-OES不仅性能先进、分析效率高，而且使用简便，在遵循国际规范及标准的同时持续提供可靠的数据。对于实验室高通量分析，在Thermo Scientific Qtegra智能科技数据处理方案（ISDS）软件平台的支持下，创新性的电感耦合等离子体发射光谱（ICP-OES）技术均可提供快速低成本的分析。

iCAP 7000系列ICP-OES 简化了工作流程，并实现了快速、低成本、痕量元素分析。Qtegra ISDS从样品导入到生成报告和数据处理，为用户量身定制工作流程。预优化方法 简化甚至省去新方法建立过程。强大的方法开发工具 意味着新用户 can 体验方便、可靠的方法开发。iCAP 7000系列ICP-OES可以实现元素周期表中70多种元素的定性及精确定量分析，一次进样就可以实现所有元素的测定，该产品在目前世界上同类产品中体积最小，分析速度最快。

iCAP Q系列电感耦合等离子体质谱仪

iCAP™ Q系列ICP-MS采用全新的先进工艺和突破性的技术，是ICP-MS发展过程中的革命性进步。iCAP™ Q采用自准直中心管、锥和透镜组件，很少的维护即可获得准确的结果。专利iCAP™ Q接口：由一对可靠的镍锥组成，提高了样品抗沉积能力，延长两次日常清洁的间隔时间。RAPID透镜技术：确保了最佳的三维离子聚焦，同时使离子束偏转90°。专利的Qcell池，先进的Flatapole技术、结合业已验证的氢KED（动能歧视效应）干扰消除与独特的低质量数剔除功能，可在全质谱范围内采用单氢KED模式，即便是低质量元素（如锂、铍和硼）也可获得ppt级的检测限。灵活性的附件及联用技术，可与IC（离子色谱）和LC（液相色谱）联用，进行形态和价态的分析；可与不同品牌的自动进样器联用，提高分析样品的工作效率。



GC、GC-MS检测技术



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，可随时插拔各种检测器，完全满足食品中胆固醇、脂肪酸（FID）和农、兽药残留（ECD, FPD, NPD）等分析，采用功能强大的变色龙软件控制。
- 专利真空锁定装置，快速维护质谱离子源和EI/CI切换，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。
- 对于多农残分析采用独有的T-SIM模式，方法编辑更简单，结果更加准确可靠。
- 拓展的不卸真空更换色谱柱模块，保证各种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。
- Triplus RSH三合一平台集中液体进样、顶空和SPME于一体，同时满足常规分析、食品中风味物质分析等。

HPLC检测技术



Ultimate 3000系列HPLC

Ultimate 3000标准分析型系统为常规液相应用提供最佳性能和可靠性，620bar耐压和100Hz的数据采集频率使Ultimate 3000标准分析型系统支持所有常规应用并兼容超高效的功能，让超高效液相不再遥不可及。可根据不同应用灵活配置，最高流速可达10mL/min，满足全方位应用需求。Ultimate 3000标准分析型系统自动进样器的自动衍生功能，可以让您省略繁琐的手动衍生过程，一次性实现17种氨基酸的高灵敏度分析。

如果您需要更大的样品处理量或者想要实现在线样品处理等自动化技术，Ultimate 3000双三元系统将是您的完美选择。

Ultimate 3000双三元系统灵活性强，可明显增加样品处理量，并带来先进的自动化处理技术：

并联和串联LC带来2倍的样品处理量

可实现两个应用间的自动切换，简洁方便

在线SPE-LC可实现样品的在线富集和预分离

柱后衍生功能在不需衍生仪的情况下完美实现黄曲霉毒素的在线检测

完整的应用支持解决方案

GC、GC-MS应用解决方案

T-SIM 功能结合596 种农残数据库快速建立多农残筛查方法

仪器

Thermo Scientific™ ISQ 单四极杆气质联用仪，包括：

-TRACE 1310 气相色谱，配程序升温进样口

-ISQ LT 单四极杆质谱

-AS1310 自动进样器

Thermo Scientific™ TraceFinder 3.1 数据处理系统

恒温干燥箱 (Thermo Scientific)

离心机 (Thermo Scientific)

天平

漩涡混合器 (Thermo Scientific)

耗材

色谱柱：TG-5silMS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm) (Thermo Scientific, PN 26096-1420)

试剂与标准品

乙腈：色谱级。

冰醋酸。

无水醋酸钠。

0.1% 醋酸 - 乙腈溶液：加 10 mL 冰醋酸到 990 mL 的乙腈。

无水硫酸镁，用前在 500°C 马弗炉内烘 5 h，200°C 时取出贮存于干燥器中，冷却备用。

C18 吸附剂：40-60 μm。

乙二胺 -N- 丙基硅烷 (PSA) 吸附剂：40-60 μm。

农药标准物质：标准物质清单见表 1，标准物质纯度 ≥ 95%。

标准溶液的制备

标准储备溶液

准确称取适量标准品（精确至 0.1 mg），用丙酮溶解，配制成浓度为 1000 μg/mL 的标准储备溶液，-18°C 避光保存，有效期为 3 个月。

混合标准中间溶液

移取一定体积的单个农药标准储备溶液于 100mL 容量瓶中，用丙酮 + 正己烷混合溶剂定容至刻度。混合标准溶液避光 4°C 保存，可使用一个月。

基质混合标准工作溶液

根据需要将混合标准中间溶液用空白基质稀释成适当浓度的基质标准工作液，现用现配。

农药数据库的建立

农药数据库的内容包括596种常见农药的名称、CAS号、分子式、分子量、保留时间、定量离子、定性离子等信息，储存于Tracefinder软件的化合物数据库当中。

农药残留分析方法的建立

建立分析方法时，可以直接从数据库中选取要分析的目标化合物，相关化合物的所有信息即刻转入到方法中，无需手动输入化合物的任何信息，使用方便，节约了大量的工作时间，也避免了手动输入引起的错误。

建立的农药分析方法包包含了仪器采集方法和数据处理方法，可直接用于相同配置的另一仪器上对农药残留进行分析。

保留时间校准软件的使用

保留时间校准软件可以实现两台相同配置仪器间的保留时间重现，方法是采用正构烷烃分别在两台仪器上进样，分别记录保留时间，采用保留时间校准软件计算，即可实现保留时间的完全重现。该功能也可用于色谱柱柱头维护后的保留时间修正，即使色谱柱柱头截去一段后通过保留时间校准软件修正仍可实现保留时间的完全重现，仪器采集方法和处理方法无需进行修改。

样品前处理

取试样可食用部分，粉碎并混合均匀，准确称取 15 g（精确至 0.01 g），置于 100 mL 塑料离心管，加入 6.0 g 无水硫酸镁，1.5 g 醋酸钠，15 mL 0.1% 冰醋酸 / 乙腈溶液，均质提取 2 min。以 10000 r/min 离心 10 min。准确吸取 10 mL 提取液于旋蒸瓶中，蒸至近干，N₂ 吹干，用 2.0 mL 乙腈涡混溶解残渣。于另一塑料离心管中分别称入 200 mg C18、150 mg PSA 吸附剂，将上述 2 mL 溶解液转入此离心管中，涡混 2 min，5000 r/min 离心 3 min。用一次性注射器取上清液，过 0.45 μm 滤膜，供气相色谱 - 质谱测定。

实验条件

色谱柱：TG-5silMS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm)；

柱温：40°C (1.5 min)，25°C /min 到 90°C (1.5 min)，25°C /min 到 180°C (0 min)，5°C /min 到 280°C (0 min)，10°C /min 到 300°C (5 min)；

进样模式：不分流进样，不分流时间为 1min；

进样量：1 μL；

进样口温度：75℃ (0.1min) ， 2.5℃ /sec 到 300℃ (3 min) ，
14.5℃ /sec 到 330℃ (20 min) ；
载气：氦气 (99.999%) ， 恒流模式， 1.2 mL/min；
质谱离子源温度： 300℃， 传输线温度： 300℃ ；
扫描模式： 定时选择离子监测模式 (timed-SIM)

结果与讨论

建立的农药分析方法包应用于 46 种有机磷农药的检测，
结果如下。

线性关系及测定低限：准确移取标准中间液适量，添加

到空白样品按上述前处理方法处理得到的基质溶液中，
分别配制得到浓度为 0、20、50、100、200、500µg/L 的基
质标准工作液，供气相色谱质谱测定。以测定峰面积为
纵坐标，对应的标准溶液浓度为横坐标，绘制标准曲线。
定量离子、保留时间、方法检出限 (3 倍信噪比) 列于表 1。

回收率及精密度实验：用标准添加法，在空白胡萝卜样
品中，添加农药标准溶液，做加标回收实验，按规定方
法进行提取、净化和测定，添加浓度为 10µg/kg、50µg/kg
两个水平，各做 5 个平行，结果见表 1。

表 1. 检测化合物名称、定量离子、检出限、回收率和精密度

农药名称	定量离子	保留时间	方法检出限 (µg/kg)	准确度及精密度			
				添加 10µg/kg		添加 50µg/kg	
				回收率 (%)	RSD(%)	回收率 (%)	RSD(%)
Methamidophos	94.00	8.00	5.0	87.0	8.7	88.6	3.5
Dichlorvos	109.00	8.09	5.0	91.9	6.5	90.1	6.2
Mevinphos	127.00	9.29	5.0	89.0	6.9	90.7	9.5
Acephate	136.00	9.35	5.0	87.1	4.9	85.4	8.6
Omethoate	156.00	10.59	5.0	90.6	3.3	79.5	7.0
Ethoprophos	158.00	10.98	5.0	80.9	3.0	90.6	7.1
Dicrotophos	127.00	11.16	5.0	85.9	6.9	85.5	5.9
Naled	109.00	11.19	5.0	92.8	7.6	85.9	4.7
Sulfotep	322.00	11.29	5.0	97.6	7.7	91.4	4.7
Monocrotophos	127.00	11.33	5.0	90.8	8.7	92.9	5.8
Phorate	75.00	11.54	5.0	87.3	8.1	93.8	5.2
Dimethoate	87.00	11.86	5.0	84.9	2.9	85.9	5.6
Terbufos	231.00	12.38	5.0	97.0	8.9	83.6	7.2
Diazinon	179.00	12.50	5.0	92.2	3.2	82.9	1.9
Fonofos	109.00	12.51	5.0	89.0	7.8	88.8	2.2
Disulfoton	88.00	12.77	5.0	87.3	2.8	76.9	1.8
Dichlorfenthion	279.00	13.49	5.0	83.7	5.9	77.7	8.4
Chlorpyrifos Methyl	286.00	13.66	5.0	93.7	6.7	89.0	5.5
Methyl parathion	263.00	13.85	5.0	93.8	7.7	97.4	6.2
Fenchlorfos	285.00	14.08	5.0	86.6	5.5	78.0	8.3
Paraoxon-ethyl	109.00	14.09	5.0	87.0	7.7	98.3	1.9
Pirimiphos-methyl	290.00	14.37	5.0	85.2	8.6	99.9	5.5
Fenitrothion	277.00	14.44	5.0	93.8	7.0	90.6	3.7
Malathion	173.00	14.67	5.0	94.1	4.0	89.4	5.6
Chlorpyrifos	197.00	14.88	5.0	95.2	3.7	88.9	4.7

农药名称	定量离子	保留时间	方法检出限 ($\mu\text{g/kg}$)	准确度及精密度			
				添加 10 $\mu\text{g/kg}$		添加 50 $\mu\text{g/kg}$	
				回收率 (%)	RSD(%)	回收率 (%)	RSD(%)
Fenthion	278.00	14.95	5.0	93.8	5.7	79.9	3.3
Parathion	291.00	15.10	5.0	95.2	5.5	78.9	7.7
Isocarbophos	136.00	15.19	5.0	87.6	4.8	77.9	5.2
Pirimiphos-ethyl	333.00	15.45	5.0	88.4	3.5	85.6	4.6
Bromophos	331.00	15.47	5.0	88.7	4.4	81.1	3.8
Phosfolan	140.00	16.07	5.0	104.3	7.4	83.5	6.4
Quinalphos	146.00	16.29	5.0	102.7	8.7	85.3	5.5
Bromophos-ethyl	359.00	16.71	5.0	92.0	5.9	94.4	8.3
Phoxim	109.00	16.80	5.0	93.2	5.4	97.1	2.6
Tetrachlorvinphos	329.00	16.90	5.0	87.6	7.5	98.3	5.5
Ditalimfos	130.00	17.19	5.0	88.9	3.1	79.0	7.7
Ethion	231.00	19.20	5.0	90.7	1.8	94.7	3.8
Triazophos	161.00	19.67	5.0	89.6	4.6	92.8	4.2
Famphur	218.00	19.88	5.0	90.3	5.8	105.9	7.4
Phosmet	160.00	21.91	5.0	98.0	6.3	76.9	6.8
EPN	157.00	22.06	5.0	85.7	4.4	78.0	3.3
Phosalone	182.00	23.20	5.0	95.4	5.8	84.8	8.4
Azinphos-methyl	160.00	23.28	5.0	88.3	6.6	82.0	6.4
Pyrazophos	221.00	24.27	5.0	84.2	8.6	89.6	6.9
Azinphos-ethyl	132.00	24.39	5.0	90.8	9.0	94.5	2.8
Coumaphos	362.00	25.57	5.0	99.2	3.4	79.6	5.4

结论

建立的农药数据库利用 tracefinder 软件可以实现数据库的共享，无需用户自行进标准品确定保留时间，也无需自行对分析物保留时间、选择离子等进行设定。Tracefinder 软件中的样品分析方法包可直接为用户提供农药残留检测的服务，即使在没有标准品的情况下也可对未知样品

的农药残留进行筛选。
将该方法用于实际样品中 46 种有机磷农药的测定，结果表明，46 种农药的平均回收率为 76.9-105.9%，5 次平行测定的 RSD 值 $\leq$ 9.5%，方法测定低限为 5 $\mu\text{g/kg}$ 。该数据库用于实际样品测定效果良好，可行性强。

痕量元素应用解决方案

iCAP Qc-ICPMS 测定植物性食品中的稀土元素

引言

稀土元素(包括镧系元素、钪和钇)属人体非必需金属元素。稀土农用是我国独立开创的稀土应用领域,至今已有十几年历史。目前稀土农用产品已有60余种,生产企业180家,总生产能力达500万吨,累计推广面积3亿亩。因而各种环境样品和植物中稀土元素(尤其是镧系元素)的含量近年受到越来越多的关注。植物可以从土壤中吸取稀土元素,而稀土新型肥料不仅能大幅度增加农作物产量,提高质量,如谷子、小麦、玉米和水稻等,还能减少污染,改良土壤,深受广大农民欢迎。由于生物富集作用,进食某些植物性食品可导致人体内稀土元素的含量增加。我国国家标准 GB5009.94-2012 对植物性食品中稀土元素限量作了明确规定,本文建立 ICP-MS 同时测定植物性食品中16种稀土元素的方法,具有检出限低、灵敏度高、简便、快捷等优点。

1 实验

1.1 仪器和试剂

iCAP Q ICPMS (Thermo Scientific); 超纯水机 (Fisher Scientific); 分析天平 (0.0001g); 高纯硝酸 (Trace Metal Grade, Fisher Scientific); 元素标准溶液 (Inorganic); 20-100 µL、200-1000 µL 微量移液器 (Fisher Scientific); 50 mL、100 mL HPDE 瓶 (NALGENE; Fisher Scientific)

1.2 实验方法

1.2.1 样品处理

称取约0.5000 g 食品样品于微波消解罐中,加入5 mL 硝酸,在预消解器上70 °C,预消解30 min后,冷却加入4 mL 去离子水,上微波消解仪上程序升温,完成后冷却定容到100 mL 后上机测试。

表 1. 微波升温程序

步骤	温度 °C	升温时间 min	保持时间 min
1	120	5	5
2	150	5	5
3	185	5	10

1.2.2 标准曲线的配制

将16个元素的混合标准溶液用1%的硝酸稀释成浓度为0.1、0.5、1.0、5.0 µg/L, 上机待测。

1.2.3 ICPMS 工作条件

采用 Thermo Scientific iCAP Qc ICP-MS 进行所有测量。所用的进样系统包括标准的 Peltier 冷却石英旋流雾室、PFA 同心雾化器和可拆卸石英矩管 (2.5 mm 内径, 石英中心管)。标准的镍采样锥和截取锥。仪器使用纯氦作为碰撞气体, 以单一动能歧视 (KED) 碰撞池模式运行。为避免内标对待测元素产生干扰, 因此本实验采用 Rh 和 Re 作为虚拟内标。ICPMS 仪器参数如下表 2。

表 2. ICPMS 的工作参数

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	7.57E-07	Plasma Power (W)	1550.00
Spray Chamber Temperature (°C)	2.70	Peristaltic Pump Speed (rpm)	40.00
Cool Flow (L/min)	14.00	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
Sampling Depth (mm)	5.00	Nebulizer Flow (L/min)	1.08
Torch Horizontal Position	-1.43	Torch Vertical Position	-0.90

2. 结果与讨论

2.1 校准性能

对稀土的16种元素(如图1、2中的45Sc和175Lu示例)采用空白、0.1、0.5、1、5 µg/L 标准点线性拟合(如图1、2所示), 各元素的拟合相关系数、BEC、IDL 列于表3中。

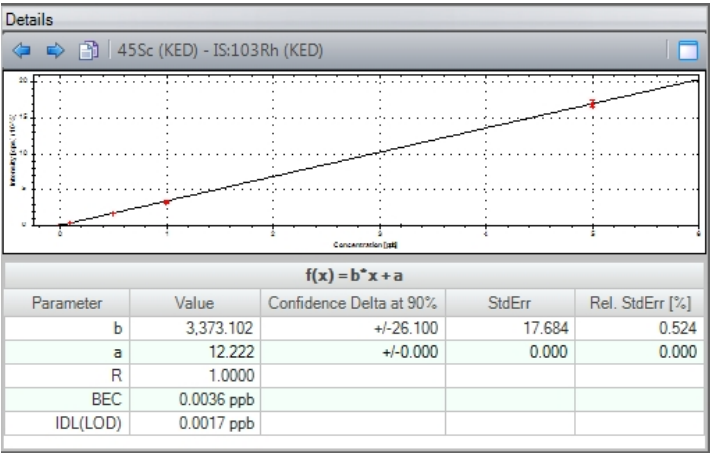


图 1. 45Sc 校准曲线

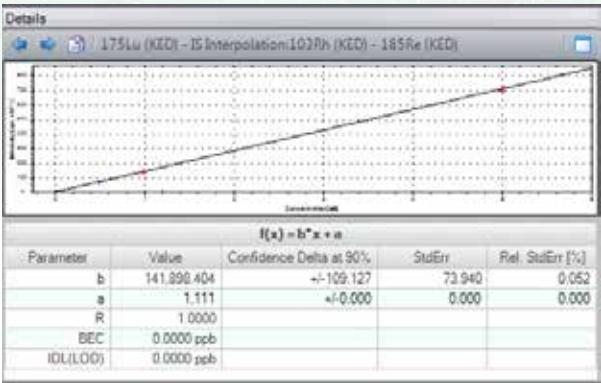


图 2. 175Lu 校准曲线

表 3. 校准相关系数 (R) 和 BEC(µg/kg) 数据

同位素	R	BEC	IDL	同位素	R	BEC	IDL
45Sc	1.0000	0.0036	0.0017	157Gd	1.0000	0.0001	0.0005
89Y	1.0000	0.0011	0.0012	159Tb	1.0000	0.0002	0.0002
139La	1.0000	0.0001	0.0002	163Dy	1.0000	0.0000	0.0000
140Ce	1.0000	0.0002	0.0003	165Ho	1.0000	0.0000	0.0000
141Pr	1.0000	0.0001	0.0001	166Er	1.0000	0.0001	0.0003
146Nd	1.0000	0.0001	0.0003	169Tm	1.0000	0.0000	0.0001
147Sm	1.0000	0.0000	0.0000	172Yb	1.0000	0.0000	0.0000
153Eu	1.0000	0.0000	0.0000	175Lu	1.0000	0.0000	0.0000

2.2 准确度实验

实验室选取 4 个 CRM 标准物质 GBW10052 (A 绿茶)、GBW10014 (B 圆白菜)、GBW10016 (C 茶叶) 和 GBW10021 (D 豆角) 采用微波消解后, 定容后上机测试, 结果如下表 4

µg/kg	A 测定值	A 证书值	B 测定值	B 证书值	C 测定值	C 证书值	D 测定值	D 证书值	MDL
45Sc	0.067	0.07	/	/	24.5	23	/	/	0.002
89Y	0.054	0.52	0.016	0.015	0.19	0.23	0.147	0.155	0.001
139La	0.54	0.54	/	/	256	250	/	/	0.0004
140Ce	0.79	0.81	/	/	443	420	0.33	0.35	0.002
141Pr	0.095	0.093	/	/	44.8	42	0.034	0.038	0.0006
146Nd	0.34	0.35	0.012	0.015	161	150	0.13	0.14	0.001
147Sm	0.065	0.066	0.032	0.029	32	29	/	/	0.0009
153Eu	0.020	0.022	0.014	0.012	6.4	6.7	/	/	0.002
157Gd	0.077	0.076	0.014	0.015	31.6	31	/	/	0.001
159Tb	0.010	0.011	/	/	4.5	4.5	/	/	0.002

µg/kg	A 测定值	A 证书值	B 测定值	B 证书值	C 测定值	C 证书值	D 测定值	D 证书值	MDL
163Dy	0.067	0.065	0.021	0.023	26.7	25	/	/	0.0009
165Ho	0.011	0.013	/	/	5.6	5.4	/	/	0.002
166Er	0.037	0.037	0.011	0.012	15.4	14	/	/	0.001
169Tm	/	/	/	/	2.8	2.6	/	/	0.0007
172Yb	0.035	0.038	0.010	0.011	18.7	18	/	/	0.0008
175Lu	/	/	1.8	1.77	3.1	3	/	/	0.002

/ 未检出

2.3 结论

实验结果表明, 本方法能同时、快速、准确地测定植物性食品中 16 种稀土元素, 本法具有操作简便、省时和准确性良好等优点, 适合于植物性食品中痕量级稀土元素的分析检测。



iCE3500测定大麦粉、大米粉、大豆粉中Pb、cd

1. 方法

1.1 仪器

iCE 3500 (Thermo Scientific)

1.2 试剂及标准品

高纯硝酸 (Trace Metal Grade, Fisher Scientific) ;
单元素储备液 (上海市计量测试研究院) ;

1.3 水标液测试溶液

Cd采用外标法进行测定：采用国家标准物质水溶液，将Cd标准溶液配置为2ppb，利用iCE3000石墨炉自动进样器自动稀释进行工作曲线测定；Pb采用标准加入法进行测定：采用国家标准物质水溶液，将Pb标准溶液配置为5ppb，利用iCE3000石墨炉自动进样器自动稀释，在线加入样品中进行工作曲线测定。

1.4 样品测定

准确称取粉末样品0.5000g于微波消解罐中，加入5mLHNO₃，4mLH₂O，盖盖后进行微波消解，待程序结束冷却赶酸后，采用超纯水稀释,定容至20mL,摇匀后直接进样测定。

1.5 仪器参数

采用石墨炉原子吸收法测定Pb、Cd，参数设置及石墨炉升温程序：

元素及波长 (nm)	石墨管类型	积分方式	基体改进剂	背景校正	进样量 (uL)
Pb 283.3	普通	峰高	0.5%NH ₄ H ₂ PO ₄	塞曼	20
Cd 228.8	普通	峰高	0.5%NH ₄ H ₂ PO ₄	塞曼	20

元素及波长 (nm)	灰化阶段			原子化阶段		
	温度 (°C)	时间 (秒)	斜坡 (°C / 秒)	温度 (°C)	时间 (秒)	斜坡 (°C / 秒)
Pb 283.3	700	20	150	1300	3	0
Cd 228.8	600	20	150	1200	3	0

2. 分析结果

2.1 标准工作曲线：（横坐标：元素浓度；纵坐标：该浓度下元素谱线吸光度值）

试样标识	信号	(信号)	标准偏差	浓度	校正后浓度
分析 50				13:33:59	2013/5/20
Pb	Abs (峰高)	Abs (峰面积)		ug/L	ug/L
空白	.0010	.0003	.0000	.0000	
S1-1	.0083	.0047	.0000	.9985	39.4441
标准加入1	.0154	.0093	.0000	1.0000	
标准加入2	.0232	.0137	.0000	2.0000	
标准加入3	.0297	.0175	.0023	3.0000	
标准加入4	.0367	.0226	.0000	4.0000	
标准加入5	.0432	.0252	.0001	5.0000	
S1-1	.0081	.0050	.0000	.9700	38.3183
S2-1	.0042	.0015	.0003	.4143	16.9206
S3-1	.0044	.0029	.0002	.4499	17.9862
S4-1	.0088	.0054	.0003	1.0698	42.9025

试样标识	信号	(信号)	标准偏差	浓度	校正后浓度
分析 35				18:19:55	2013/5/18
Cd	Abs (峰高)	Abs (峰面积)		ug/L	ug/L
空白	.0063	.0050	.0000	.0000	
标准1	.1589	.0804	.0000	.5000	
标准2	.2840	.1430	.0000	1.0000	
标准3	.4254	.2155	.0000	1.5000	
标准4	.5328	.2744	.0000	2.0000	
S1-1	.1352	.0682	.0000	.4315	17.0458
S2-1	.0674	.0343	.0000	.2000	8.1688
S3-1	.0875	.0413	.0000	.2678	10.7072
S4-1	.2760 I	.1348 I	.0000	.9394	91.8893

2.2 样品测试结果

元素含量 (ug/kg)	1#	2#	3#	4#
Pb	38	16	17	43
Cd	17	8	10	92

备注：由于样品中Pb含量较低，故采用其中一个样品进行标准加入法测定标准工作曲线，以避免基体干扰效应。

IC应用解决方案

食品中的硝酸盐和亚硝酸盐

食品中硝酸盐和亚硝酸盐的含量都必须得到有效监测，以保障人类生活安全。GB2762-2005 对食品中亚硝酸盐的含量进行了严格的限定，GB5009.33-2010 提供了食品中硝酸盐和亚硝酸盐的含量的检测方法，其中离子色谱法为第一法，其对亚硝酸盐和硝酸盐的检出限分别为 0.2mg/kg 和 0.4mg/kg。

食品种类繁多，基质组成千差万别，针对不同类型的样品，请参照 GB5009.33-2010 对样品进行预处理，然后参照如下色谱条件进行分离检测：

淋洗液梯度程度：

一般试样：6 mmol/L KOH，0-30 min；6-70 mmol/L KOH，30-30.1 min；70 mmol/L KOH，30.1-35 min；70-6 mmol/L KOH，35-35.1 min；6 mmol/L KOH，35.1-40 min；

流速：1.0 mL/min。

粉状婴幼儿配方食品：5 mmol/L KOH 溶液，0-33 min；

5-50 mmol/L KOH，33-33.1 min；50 mmol/L KOH，33.1-38 min；

50-5 mmol/L KOH，38-38.1 min；5 mmol/L KOH，38.1-43 min；

流速：1.3 mL/min。

离子色谱法测定小麦粉中的溴酸盐

溴酸钾是一种致癌物质，过量食用会损害人的中枢神经、血液及肾脏。国际癌症研究机构也已将该化合物列为致癌物质。

2006 年 7 月 1 日，中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局与中国国家标准化管理委员会发布了“小麦粉中溴酸盐的测定 离子色谱法”国家标准 GB/T 20188-2006。

1.1 样品制备

小麦粉样品：准确称取 10 g（精确至 0.1 g）小麦粉于 250 mL 具塞三角瓶中，加入 100.0 mL 高纯水，迅速摇匀后置振荡器上振荡 20 min（或在间歇搅拌下于超声波中提取 20 min），静置，转移 20 mL 上层液于 50 mL 离心管中，3000 r/min 离心 20 min，上清液备用。

以上上清液经 0.22μm 的水性样品滤膜过滤后进入下面的净化步骤。

经过过滤的样品用固相柱净化。对含 Cl⁻ 高的样品，选用 OnGuard II Ag/H 柱去除样品提取液中的 Cl⁻，弃去前 5 mL 流出液，收集其后 2 mL 流出液进行下一步净化，对含 Cl⁻ 量在 1 g/kg 以下的小麦粉，也可省略此条件操作，直接进入下一步净化过程。

- 色谱柱：IonPac AS-HC，IonPac AG-HC
- 抑制器：ASRS 连续自动再生膜阴离子抑制器
- 进样体积：50 μL（可根据试样中被测离子含量进行调整）

典型食品样品的分离检测谱图如下图 1 和 2 所示：

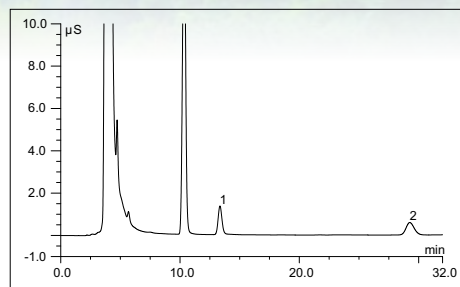


图 1. 某肉粉样品中亚硝酸盐和硝酸盐的分离检测谱图
(峰表：1-NO₂⁻，2-NO₃⁻)

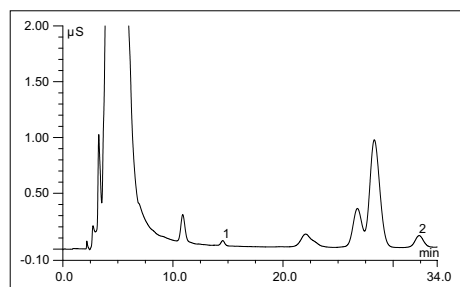


图 2. 某品牌婴儿奶粉样品中亚硝酸盐和硝酸盐的分离检测谱图
(峰表：1-NO₂⁻，2-NO₃⁻)

上述溶液过 OnGuard II RP 柱，弃去前 5 mL 流出液，收集其后 2 mL 直接进行色谱分析。也可采用截流分子量为 1 0000 MW 的超滤膜法进行处理，取所得清液进行色谱分析。

1.2 离子色谱测定条件 — IonPac AS19 梯度分离，电导检测（图 3）（GB/T20188-2006 小麦粉中溴酸盐的测定 - 离子色谱法）

- 色谱柱：IonPac AS19 4 × 250 mm(带 IonPac AG19 保护柱)
- 流动相：KOH 梯度，由 RFC-30 或 EG 自动淋洗液发生器自动产生
- 抑制器：ASRS 4mm 阴离子抑制器，外加水抑制模式，抑制电流 100 mA
- 检测器：电导检测器，检测池温度：30 °C
- 进样量：根据样液中 BrO₃⁻ 含量选择进样 20-200 μL

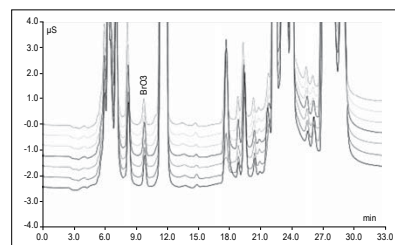


图 3. 面粉样品连续 7 次进样色谱图

HPLC应用解决方案

高效液相色谱法测定动物性食品中常山酮残留量

仪器

Thermo Scientific™ Dionex™ UltiMate™ 3000 SD 四元系统，包括：

- LPG-3400 SD 四元分析泵（带在线脱气单元）
- WPS-3000 SL 自动进样器（配置 100 μ L 定量环）
- TCC-3000 RS 柱温箱（具备控温功能）
- VWD-3400 SD（检测池体积 11 μ L）

Thermo Scientific Dionex Chromeleon 色谱系统控制软件，版本 7.2 SR1

试剂与标准品

超纯水机（Thermo Scientific GenPure Pro UV-TOC/UF xCAD plus，P/N：50136146）

针式过滤器（Fisher 品牌，尼龙膜，孔径 0.45 μ m，P/N：CNG#431225）

固相萃取小柱（HyperSep Retain PEP，60 mg/3mL，P/N：60107-203）

甲醇（色谱纯，Fisher Chemical，P/N: A452-4）

乙腈（色谱纯，Fisher Chemical，P/N: A998-4）

乙酸铵，色谱纯，购自阿拉丁。

常山酮标准品，99.99%，购自 Sigma-Aldrich。

标准溶液的制备

常山酮标准储备液：准确称取常山酮标准品 5 mg、精确到 0.1 mg，置于 50 mL 容量瓶中，用 0.125 M 乙酸铵缓冲液溶解并定容至刻度，配置成浓度为 0.1 mg/mL 的标准储备液。

常山酮标准工作液：分别移取适量体积的上述常山酮标准储备液，加入适量的流动相，配置成常山酮浓度为 0.05、0.1、0.2、0.5、1 μ g/mL 的标准工作溶液。

样品溶液制备

提取：称取 4.0 g 鸡肉组织匀浆，加入到 100 mL 离心管中，加入胰蛋白酶 50 mg 和 10 mL 水，涡动 1 min；接着用 10% 碳酸钠溶液调节 pH 至 8.0，40 $^{\circ}$ C 恒温酶解 3 h；取出，放置室温，加入 2 mL 10% 碳酸钠溶液，涡动 1 min；加入 20 mL 乙酸乙酯，振荡 3 min，以 5000 r/min 离心 5 min；移取上清液后同样步骤提取一次，合并乙酸乙酯层。加入 0.125 M 乙酸铵溶液 15 mL，振荡 3 min，静置，收集下层水相；再加 0.125 M 乙酸铵溶液重复萃取一次，合并水

相层。转至旋蒸瓶中，于 38 $^{\circ}$ C 旋转蒸发除去残余乙酸乙酯，备用。

净化：精确量取 3 mL 提取液至已活化的固相萃取小柱中（固相萃取柱，依次用 3 mL 甲醇、3 mL 水和 3 mL 0.125 M 乙酸铵溶液淋洗活化），用甲苯 2 mL 洗涤，挤干；用甲醇 3 mL 洗脱，收集洗脱液，于 38 $^{\circ}$ C 氮气吹干；用流动相 1.0 mL 溶解残余物，微孔滤膜过滤，供高效液相色谱仪测定。

色谱条件

色谱柱：Acclaim C18；250 $\times$ 4.6 mm，5 μ m；P/N 059149

流动相：ACN：0.05 M 乙酸铵（pH=4.3）= 25：75

进样体积：25 μ L

流速：1 mL/min

柱温：30 $^{\circ}$ C

检测：紫外， λ 243 nm

结果与讨论

标准品及样品色谱图

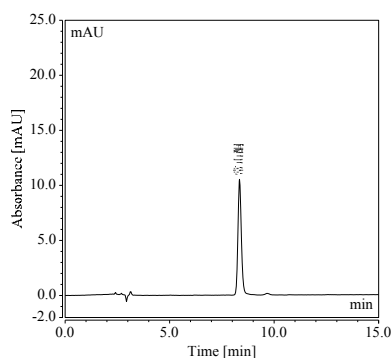


图 1. 常山酮对照品色谱图

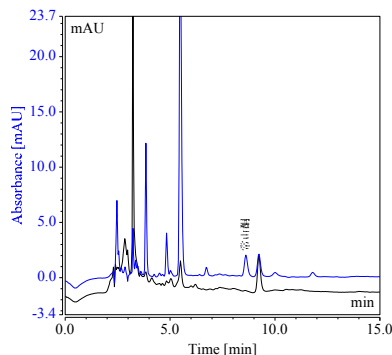


图 2. 样品、样品加标图谱
（上面 - 蓝色 - 样品加标，下面 - 黑色 - 样品溶液）。

线性、检出限及重现性

取系列浓度标准品溶液，进样 25 μL 。以峰面积为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准曲线，考察相关系数。结果表明，常山酮在 0.05-1 $\mu\text{g/mL}$ 范围内呈现良好线性，结果见表 1 和图 3。以仪器信噪比 $S/N=10$ 计算，常山酮的最低定量限约为 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。

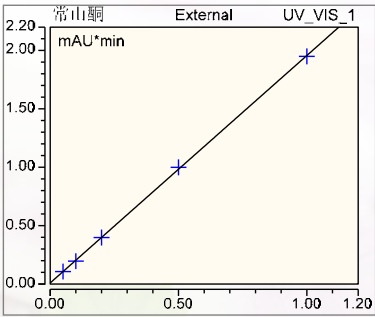


图 3. 标准曲线

表 1. 常山酮线性相关参数

No.	Ret.Time (min)	Peak Name	Cal.Type	Point	Offset (C0)	Slope (C1)	Range ($\mu\text{g/mL}$)	Corr.Coeff %
1	8.4	常山酮	L0ff	5	0.0096	1.9472	(0.05~1)	99.98

取标准品溶液，重复进样 7 次，计算保留时间和峰面积的 RSD，结果常山酮保留时间和峰面积的 RSD 分别为 0.04%，0.35%。

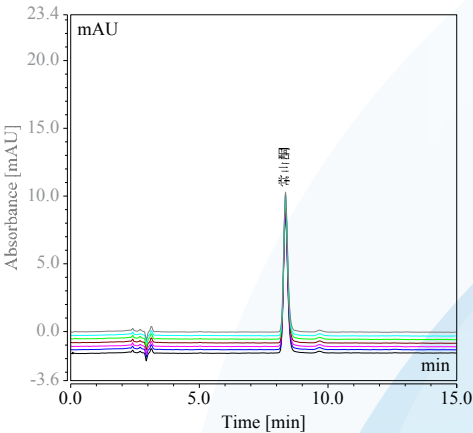


图 4. 重复性谱图 (n=7)

回收率

取鸡肉组织样品，匀浆，加入一定量的常山酮标准溶液，按照样品前处理方法制备成供试品溶液，测得回收率为 87%，符合规定。

实际样品测定结果

按照样品制备方法，测定从菜市场随机采购的鸡组织样品，样品中均未检出常山酮残留。

讨论

本实验采用国家标准 GB 29693-2013 测定动物性食品中常山酮，各项方法学数据均满足测定要求，可用于动物性食品中常山酮残留的测定。值得注意的是，本实验前处理比较繁琐复杂，需要操作者对各项前处理过程严格操作，以保证方法回收率符合规定。

检测技术符合标准法规要求

标准号	标准名称
GB 22255-2014	食品安全国家标准 食品中三氯蔗糖（蔗糖素）的测定
GB 2763-2014	食品安全国家标准 食品中农药最大残留限量
GB 29681-2013	食品安全国家标准 牛奶中左旋咪唑残留量的测定 高效液相色谱法
GB 29693-2013	食品安全国家标准 动物性食品中常山酮残留量的测定 高效液相色谱法
GB 29696-2013	食品安全国家标准 牛奶中阿维菌素类药物多残留的测定 高效液相色谱法
GB 29699-2013	食品安全国家标准 鸡肌肉组织中氯羟吡啶残留量的测定 气相色谱-质谱法
GB 5009.33-2010	食品安全国家标准食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定
GB 5009.94-2012	食品安全国家标准 植物性食品中稀土元素
GB 5009.204-2014	食品安全国家标准 食品中丙烯酰胺的测定
GB 5413.21-2010	食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定
GB 5413.11-2010	食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素 B1 的测定
GB 5413.13-2010	食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中维生素 B6 的测定
GB 5413.15-2010	食品安全国家标准 婴幼儿食品和乳品中烟酸和烟酰胺的测定
GB/T 20188-2006	小麦粉中溴酸盐的测定 - 离子色谱法
GB/T 21533-2008	蜂蜜中淀粉糖浆的测定 - 离子色谱法
GB/T 21911-2008	食品中邻苯二甲酸酯的测定
GB/T 22507-2008	动植物油脂 植物油中反式脂肪酸异构体含量测定 气相色谱法
GB/T 23372-2009	食品中无机砷的测定 液相色谱 - 电感耦合等离子体质谱法
GB/T 23374-2009	食品中铝的测定 电感耦合等离子体质谱法
GB/T 25225-2010	动植物油脂 挥发性有机污染物的测定 气相色谱 - 质谱法
GB/T 5009.19-2008	食品中有机氯农药多组分残留量的测定
GB/T 5009.11-2003	食品中总砷及无机砷的测定
GB/T 9695.10-2008	肉与肉制品 六六六、滴滴涕残留量测定
GB/T 9695.24-2008	肉与肉制品 胆固醇含量测定
GB/T 9695.32-2009	肉与肉制品 氯霉素含量的测定
GB/T 18932.11-2002	蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法 (ICP-AES)
SN/T 2210-2008 (2012)	保健食品中六价铬的测定 离子色谱 - 电感耦合等离子体质谱法

注：部分食品检测行业分析标准方法

赛默飞中国服务体系

完善的售后服务体系

- 拥有600多名员工，工程师数量超过500名
- 服务网点覆盖全国50多个城市
- 支持客户超过18,000家
- 服务70,000多台仪器
- 拥有3大支持中心：在线技术支持中心
维修中心
培训中心



24小时免费服务热线：

客户可随时拨打免费服务热线400-650-5118，工程师7*24小时全天候无休地为客户提供维修安装、技术咨询及相关服务，让客户享受完备的服务体验。

赛默飞作为行业领导者，服务范围广泛，提供的服务产品包括：

仪器及系统 配套服务产品：

- | | |
|----------|----------------------------------|
| 延长保修服务计划 | • 购买新仪器时独享的服务，最长可达 5 年 |
| 保修服务计划 | • 涵盖人工保障及备件保障 |
| 零备件供应 | • 原厂备件，9 大仓库，及时满足客户维修维护需求 |
| 预防性维护保养 | • 主动性 + 预防性 + 专业性维护，呈现仪器最佳使用状态 |
| 法规认证（3Q） | • 安装认证服务、操作认证服务、性能认证服务 |
| 培训服务 | • 4 大培训中心，80 名培训工程师，350 场培训班 / 年 |

实验室及企业整体解决方案：

- | | |
|-----------|---------------------------|
| 整体实验室搬家 | • 专业人员拆装、搬迁、安调及验收，全程可跟踪 |
| 资产管理 | • 资产托管，驻场工程师，管家式服务 |
| 供应链管理 | • 订单管理、化学品追溯管理、库存管理、收发货管理 |
| 实验室支持 | • 科研活动支持服务，如培养基配备及玻璃器皿清洗 |
| 运维服务 | • 中国区各环境监测站的运行和维护服务 |
| 泄露检测与修复服务 | • 石化企业 VOC 泄漏检测、维护与修复服务 |



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.com

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

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

Thermo
SCIENTIFIC
Part of Thermo Fisher Scientific