



更健康 更清洁 更安全



赛默飞色谱及痕量元素分析

乳制品食品安全检测解决方案

禹重科技[®] ÜZONGLAB
成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

ThermoFisher
SCIENTIFIC

赛默飞色谱及痕量元素分析

乳制品食品安全检测解决方案

随着我国经济不断发展，人民生活水平大幅提高和对健康营养知识的了解增加，对于乳品的需求也越来越大。再加上国家政策的支持，乳制品行业在我国有了突飞猛进的发展。乳制品质量安全直接关系到消费者的身体健康和生命安全，关系着奶农的利益和企业的生存发展，对乳制品行业的健康发展意义重大。但是，乳制品生产不断出现的质量安全问题，如“毒奶粉”事件，“黄曲霉毒素严重超标问题”等等更是将中国的乳制品行业推到了风口浪尖，严重影响了我国乳制品行业的健康发展。

影响乳制品质量安全的因素主要包括环境污染、兽药和饲料添加剂残留、有害微生物以及人为因素等。这些不安全因素贯穿于整个乳业之中，涉及从原料乳、加工过程、贮藏、运输、销售到消费者购买后至食用前的各个环节。赛默飞在乳制品食品安全的各个环节提供领先的检测产品及技术，为乳制品食品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

- 赛默飞提供乳制品食品安全检测产品及技术 2
- GC, GC-MS检测解决方案 3
- AA, ICP, ICP-MS检测解决方案 4
- HPLC检测解决方案 5
- IC检测解决方案 7





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，完全满足胆固醇、脂肪酸（FID）和农药残留（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，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，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三合一样品处理平台集中液体进样、顶空和SPME于一体，同时满足常规分析、奶的风味物质分析等。



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。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。



ICS-5000* HPIC高压离子色谱系统

模块化设计，灵活性极大，功能更全面，操作更简便。ICS-5000* HPIC兼有高压离子色谱和毛细管色谱的功能，其完美卓越的性能将色谱分析带入全新境界，分辨率更佳，分析速度更快。

Dionex ICS-5000* 系统特性

- 泵耐压高达6000 psi
- 支持多通道分离，兼容毛细管体系，时刻待机，随时进样
- 采用标准型或微孔型色谱柱进行第一维色谱分析，毛细管柱进行第二维分析，获取质谱级检出限
- 支持包括电导、电化学、紫外可见光吸收、质谱在内的多种检测技术
- 解放您的双手——利用去离子水在线电解产生精确浓度的淋洗液

Thermo Scientific Dionex提供多种分离机理、不同选择性的离子色谱柱，能够满足阴离子、阳离子、有机酸、有机胺、糖类和氨基酸等不同的分析需求，抑制器、连续再生捕获柱（CR-TC）和二氧化碳抑制系统（CRD）可有效降低噪音，提高检出限。



iCE 3000系列原子吸收光谱仪

iCE 3000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。结构紧凑、时尚且使用方便。

iCE 3000原子吸收光谱仪分析效率高，灵敏度高，同时火焰气体消耗低，石墨管寿命长，通用型燃烧头耐腐蚀等都能降低用户的使用成本，使用的SOLAAR Security软件满足CFR21规范，而Wizards向导软件，方便仪器的使用和掌握。



iCAP 7000系列等离子体发射光谱仪

新一代Thermo Scientific iCAP 7000系列ICP-OES可对大量样品中的微量元素进行低成本的多元素同时分析。本产品不仅性能先进、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。

无论是常规高通量分析，还是科学研究，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 Q等离子体质谱仪

具备低质量数剔除功能的最佳碰撞反应池技术：Cr, As, Se是肉类样品分析中的常规分析项目，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。

优异的耐有机试剂的变频RF发生器：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。在针对肉类样品的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出极佳稳定性，一般有机试剂溶液的色谱移动相（如：甲醇溶液）无需加氧即可分析。

最宽的元素分析动态范围：iCAP Q具备针对不同元素更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

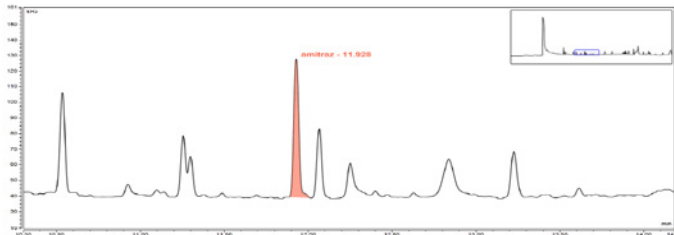
赛默飞气相色谱法测定牛奶中的双甲脒及其代谢物残留量

双甲脒 (Amitraz) 是一种广谱性的杀螨剂, 曾在国内外被大量使用, 研究发现其代谢产物2,4-二甲基苯胺具有致癌作用, 并且双甲脒可通过食物链的传递, 吸入、摄入或经皮肤吸收后会引引起中毒, 对人体造成潜在的致癌危险。因此, 我国农业部、卫生部发布的《农药安全使用规定》将它列为高毒杀螨剂, 明确规定禁止使用, CAC和EU也禁止其使用。

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

样品前处理: 称取牛奶样品5.0克于50 mL离心管中, 加入1 mol/L盐酸溶液10 mL, 于60 °C恒温干燥箱中静置30 min, 冷却, 10000 rpm 离心10 min, 取上清液于另一离心管中, 加入4 mol/L 氢氧化钠溶液10 mL, 正己烷5 mL, 漩涡混匀, 静置5 min, 10000 rpm 离心10 min, 取上层正己烷液2 mL于另一离心管中, 加七氟丁酸酐10 μL, 混匀, 于60 °C恒温90 min, 期间每隔30 min超声5 min, 衍生后静置10 min, 加饱和碳酸氢钠溶液2 mL, 混匀, 取有机相层, 加入无水硫酸钠1 g去除水分, 供气相色谱测定。

分析条件: 色谱柱: TG-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 柱温: 50 °C (1 min), 10 °C/min 到250 °C (5 min); 进样



0.4mg/L 2,4-二甲基苯七氟丁胺酰溶液色谱图

模式: 不分流进样, 不分流时间为1 min; 进样量: 1 μL; 进样口温度: 260 °C; 载气: 高纯氮气 (99.999%), 恒流模式, 1 mL/min; 检测器温度: 300 °C, 尾吹气, 氮气, 15 mL/min。

结论: 样品中的双甲脒在酸性条件下水解为2,4-二甲基苯胺, 碱化后用正己烷提取, 衍生后采用赛默飞世尔新型的气相色谱仪检测, 外标法定量。结果表明, 双甲脒的平均回收率为84.1-87.3%, 3次平行测定的RSD值 ≤ 5.96%, 方法测定低限为2 ng/g。此法操作简单, 科学准确, 灵敏度高, 能够满足牛奶中双甲脒的残留分析要求。

赛默飞Trace1310-ISQ同时检测奶及奶制品中的3种雌激素残留

雌激素是由卵巢分泌的一类类固醇激素, 其通过食物链进入人体后会扰乱体内激素平衡, 影响生殖系统、神经系统, 诱发乳腺癌、卵巢癌等疾病。1996年欧盟明令禁止使用具有促生长作用的激素 (Council Directive 96/22/EC, 96/23/EC)。《中华人民共和国农业部公告第235号》也规定了雌激素为禁用药物。但是食品中微量雌激素残留问题依然存在, 为了有效地监督动物源性食品的质量, 开发具有高灵敏、高通量检测雌激素残留的确证分析方法是非常必要的。

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

样品前处理:

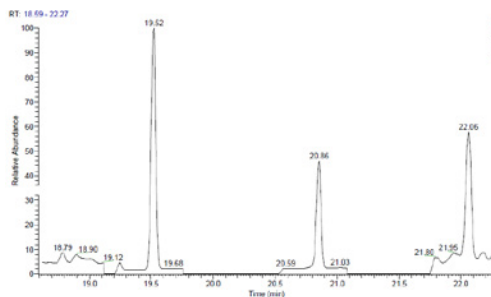
提取: 以液态样品为例, 准确称取10 g牛奶样品, 于50 mL离心管中, 加乙腈5 mL、乙酸乙酯15 mL, 漩涡振荡3 min, 10000 r/min离心10 min, 收集上清液于40 °C水浴旋转蒸发至近干, 用1 mol/L氢氧化钠溶液6 mL分三次溶解, 转至另一50 mL离心管中, 加正己烷20 mL漩涡振荡1 min, 10000 r/min离心10 min, 收集下层提取液, 用5 mol/L盐酸溶液调pH至5.0-5.2, 备用。

净化: C18柱依次用甲醇5 mL和水5 mL活化, 取备用液过柱, 用水5 mL淋洗, 抽干, 用甲醇5 mL洗脱, 收集洗脱液, 加正己烷1 mL, 振荡, 弃去正己烷层, 重复两次, 甲醇层于40 °C水浴氮气吹干。

衍生: 残余物加吡啶和衍生化试剂各100 μL溶解, 混匀, 封口, 在80 °C烘箱中衍生60 min, 冷却, 加吡啶800 μL, 混匀, 过0.22 μm 滤膜, 供气相色谱质谱测定。

分析条件: 色谱柱: TG-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm); 柱温: 60 °C (1 min), 20 °C/min 到200 °C (3 min), 20 °C/min 到260 °C (5 min), 20 °C/min 到280 °C (10 min); 进样模式: 大体积进样; 进样量: 5 μL; 进样口温度: 50 °C (0.05 min), 14.5 °C/sec 到80 °C (1 min) (分流出口流量20 mL/min), 14.5 °C/sec 到260 °C (15 min); 载气: 氦气 (99.999%), 恒流模式, 1 mL/min; 质谱离子源温度: 300 °C, 传输线温度: 300 °C; 扫描模式: 选择离子监测模式, 17β-雌二醇: 285,286,416*,417; 炔雌醇: 285,300,425*,440; 雌三醇: 311,345,386,504*

结果表明, 样品中的雌激素经乙酸乙酯提取后, 经C18固相萃取小柱净化, 衍生后采用赛默飞世尔新型的气相色谱质谱仪检测和确证, 外标法定量。结果表明, 三种雌激素的平均回收率为61.7-84.6%, 3次平行测定的RSD值 ≤ 14.1%, 方法测定低限为0.5 ng/g, 三种雌激素的线性相关系数R² > 0.99。此法灵敏度高, 能够满足牛奶和奶粉中雌激素的残留分析要求。



200ng/mL 雌激素标准溶液衍生产物色谱图

AA、ICP、ICPMS检测解决方案

赛默飞iCE3500 GFAA 直接进样法测定奶粉中铅元素

铅为重金属元素，其毒性最大，它可在人体内积蓄，直到引起慢性中毒，除损伤神经系统的同时，还会对消化系统和骨骼造血功能造成严重危害。奶粉中铅元素的检测，均要求采用指定的《GB 5009.12食品安全国家标准-食品中铅的测定》分析方法，而该标准中的第一法《石墨炉原子吸收法》使用最为广泛，通常采取灰化或消解的样品前处理方法，使用石墨炉原子化方式测定消解液中的铅元素，但在实际过程中容易受到试剂空白等因素的影响，对于较低的检测下限往往存在一定难度。本文采用 iCE3500原子吸收光谱仪，基于乳粉易溶的特性，通过改善样品前处理方法，优化仪器条件和石墨炉温度参数，实现了多种类型的乳粉样品直接进样分析的石墨炉测量方法。

实验设备及器皿: iCE 3500原子吸收分光光度计；Pb空心阴极灯；普通石墨管；蒸馏水（屈臣氏，Watsons）；15 mL离心管（NUNC）；涡旋振荡器，用于溶液初期混匀；超声波清洗器，用于振荡提取

样品前处理: 取奶粉样品1.0000 g于15 mL离心管中，加入适量的0.2% m/v Triton X-100溶液，旋紧管盖后放置于涡旋振荡器上至样品充分混匀、溶解，之后放置于超声波清洗器中振荡提取1小时。振荡提取完成后，以0.2% m/v Triton X-100溶液稀释定容至10 mL，再次放置于涡旋振荡器上混匀即为待测溶液。

实验采用赛默飞 iCE3500石墨炉原子吸收直接进样法测定各种类型奶粉中铅元素含量，数据结果表明，该方法样品前处理过程简单，既不需要样品消解，避免使用大量的酸溶液，从而降低了酸试剂空白干扰的影响，又可以实现奶粉样品的直接快速分析，能够满足检测周期短和灵敏度高的要求，同时保证具有较为理想的分析精密度和测量结果准确度，在各类奶粉中重金属铅元素的检验方面有着实际应用意义。

样品名称	称样量 (g)	体积 (mL)	吸光度 (Abs)	溶液浓度 (ug/L)	测量值 (mg/kg)	推荐值 (mg/kg)	准确度 (%)
GBW08509a	1.0000	10	0.0468	2.4104	0.0241	0.024±0.001	100.4
GBW08509a	1.0000	10	0.0469	2.4286	0.0243	0.024±0.001	101.3
婴幼儿	1.0000	10	0.0484	2.7009	0.0270	---	---
婴幼儿	1.0000	10	0.0477	2.5829	0.0258	---	---
德国某品牌	1.0000	10	0.0461	2.2773	0.0228	---	---
德国某品牌	1.0000	10	0.0453	2.1381	0.0214	---	---
婴幼儿 加标 2ppb	1.0000	10	0.0582	4.4891	---	回收率: 97.8%	---
婴幼儿 加标 2ppb	1.0000	10	0.0595	4.7070	---		
德国某品牌 加标 2ppb	1.0000	10	0.0575	4.3590	---	回收率: 107.4%	---
德国某品牌 加标 2ppb	1.0000	10	0.0575	4.3530	---		

测量结果信息

赛默飞IC - ICPMS联用技术分析母乳及奶粉中的碘离子及碘酸根离子

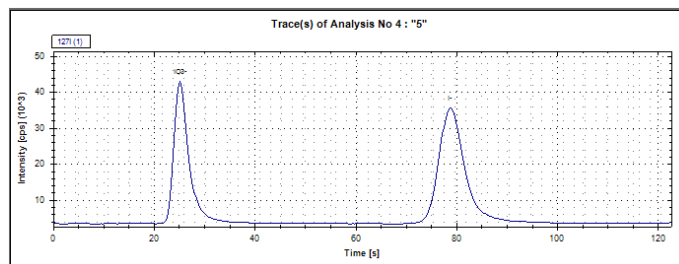
人体内碘元素的匮乏或过量将影响婴幼儿的成长发育及成人甲状腺的正常功能。根据美国食品和药品管理局(FDA)的建议，人类每天只须摄取150微克的碘。对于婴幼儿来说，其摄入碘的主要食物之一为母乳或配方食品（包括配方奶粉）。本文通过有效的提取方式对母乳及奶粉中的碘形态进行提取，然后采用离子色谱与电感耦合等离子体质谱联用技术，建立了一种快速、有效的母乳及配方奶粉中碘形态分析方法。

仪器: ICS1100离子色谱，AG14A阴离子柱，iCAP Qc ICP-MS

样品前处理: 样品提取过程中采用乙腈沉淀奶粉中的蛋白，实验发现受样品基质的影响，碘酸根离子较易转化成碘离子，提取时加0.50%V/V氨水溶液能防止碘酸根的转化。

分析条件: ICS 1100 离子色谱运行参数: 色谱柱: Dionex IonPac AG 14A (4*50mm)，流动相50mmolNH4NO3，用氨水溶液调pH=8.7左右，流速1.2 mL/min，进样体积: 25 μL，持续时间: 120s; iCAP Q运行参数: RF功率1550 W，冷却气14 L/min，辅助气0.8 L/min，雾化气1.02 L/min，QCell气体: 氦气4.0 mL/min，KED电压3 v，驻留时间100 ms，分析质量数: ¹²⁷I

结果表明所建立的IC-ICP-MS方法，采用硝酸铵作为流动相，适合后续ICP-MS进样，采用AG14A柱子进行分离，两种碘形态分离效果好，能在100s完成碘酸根及碘离子的快速准确分析，是一种有效可行的母乳及奶粉中碘酸根和碘离子分析方法。



5 µg/L 碘酸根和碘离子混合校准溶液色谱分离图

(mg/kg或mg/L)	样品编号	IO3-	I-
母乳1#	1#	ND	0.380
	加标测试值	ND	0.746
	回收率(%)	/	92
母乳2#	2#	ND	0.397
	加标测试值	0.374	0.799
	回收率(%)	94	101
奶粉1#	1#	ND	1.35
	加标测试值	1.80	3.40
	回收率(%)	90	102
奶粉2#	2#	ND	1.27
	加标测试值	1.91	3.21
	回收率(%)	95	97

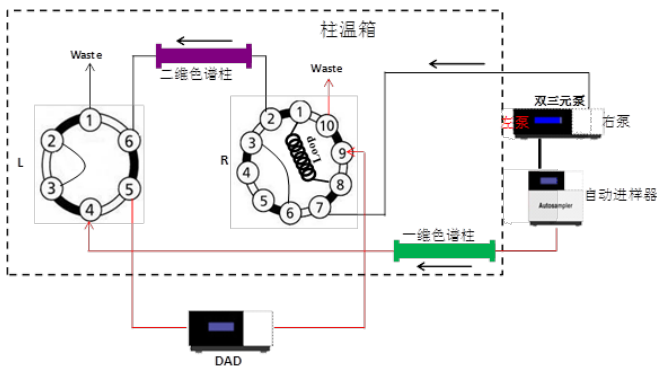
样品中碘酸根、碘离子测试结果及回收率

HPLC检测解决方案

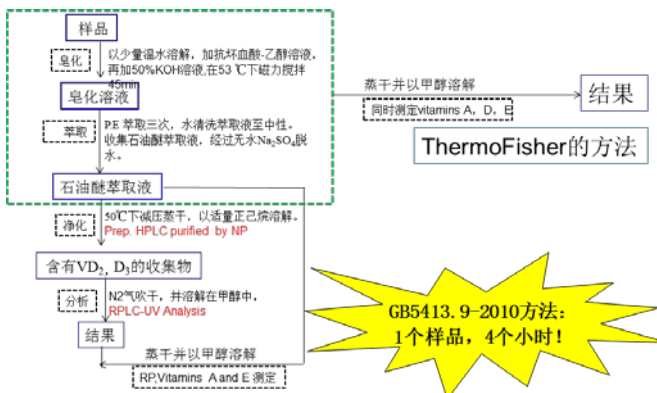
赛默飞 UltiMate3000二维色谱测定强化乳品中Vitamins ADE

维生素A,D,E是属于脂溶性维生素，目前国标方法GB5413.9-2010对奶粉中脂溶性维生素A、D、E测定的前处理方法多采用皂化方法去除脂肪，皂化后使用适宜的有机溶剂进行萃取以去除杂质，由于维生素D在婴幼儿配方奶粉中含量很低（通常0.05~0.1 μg/mL），稳定性差，易受光、热影响，且基质成分复杂（脂肪、乳化剂、蛋白、甾醇和其他脂溶性物质），这些都给乳品中维生素D的测定带了很多困难。因此在维生素D的测定过程中，还需采用正相的制备液相色谱做进一步的制备净化，所以需要两套仪器才能完成维生素D测定，整个样品制备过程非常繁琐，不利于大批量样品的检测。赛默飞提供的基于在线二维色谱分离技术的方法可快速同时测定乳品中维生素A,D,E的含量，样品经过皂化萃取后，即可进样分析。

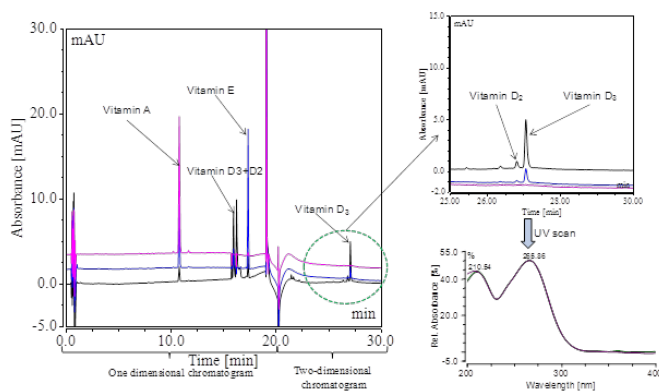
仪器：Ultimate 3000 DGLC系列VWD或DAD检测器，Chromleon软件，仪器连接图见下：



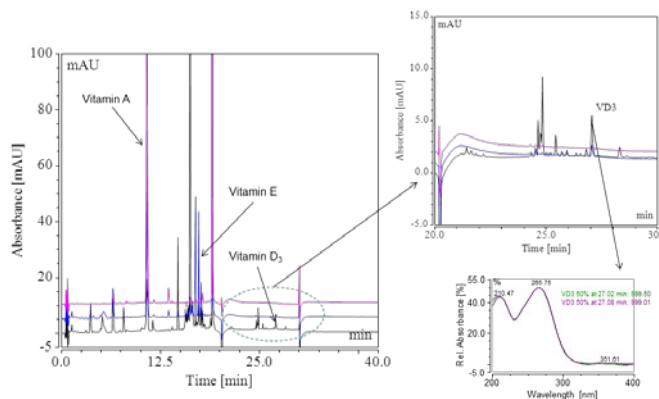
前处理：下图为赛默飞方法与国标方法GB5413.9-2010的比较：



分析过程：赛默飞Ultimate 3000 DGLC的二维应用可以通过阀的切换，同时分析维生素A,D,E。样品由左泵系统进样，经过一维色谱柱的分离，可完成维生素A和E的定量及维生素D的净化，利用二维中心切割方法可将含有维生素D的馏分收集到右阀的LOOP环中，通过右泵将馏分带入二维色谱柱柱进行分离，并完成维生素D的定量。



维生素ADE混标色谱图



市售婴儿配方奶粉中维生素A,D,E的色谱图

基于UltiMate3000 DGLC的在线二维色谱分离技术的强化乳品中Vitamins ADE测定方案主要特点：首先在检测效率上，无需正相色谱的净化过程，一次进样同时测定脂溶性维生素A、E和D3的含量，大大提高了样品的分析效率；第二，在检测成本上，DGLC+VWD检测器的波长切换方式，比LC-MS及国标法检测成本更低；第三，在测定的准确度上，利用一维和二维色谱柱分离选择性差异，可减少色谱峰重叠，降低复杂基质成分对维生素D测定的干扰，另外采用VD2作为内标物，可以校正复杂前处理过程的影响，提高测定结果准确性；第四，在方法重现性上，样品净化及二维分离过程都在密闭系统中完成，减少人为因素造成的误差，改善方法重现性；第五，在方法适用性上，本法完全适用于婴幼儿及其他强化乳品和食品中维生素A、D和E测定。

赛默飞Online SPE-HPLC法快速测定牛奶中喹诺酮的残留量

氟喹诺酮类药物在治疗和预防动物疾病、促进动物生长、提高饲料转化率上应用相当广泛。这类药物的原形及其代谢产物可蓄积或贮存于动物的细胞、组织、器官或可食性产品(如蛋、奶)中,便形成药物残留,从而危害人类健康。建立灵敏度较高的动物性食品中喹诺酮类抗生素残留量的测定方法,以符合法规检测的要求,具有重要的意义。本文采用双三元液相色谱(DGLC) Online-TFC-LC-FLD法,结合在线稀释,建立了快速测定牛奶中环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、沙拉沙星和二氟沙星残留的分析方法。

仪器: 双三元液相色谱(DGLC), UV/FLD检测器

样品制备: 称取牛奶样品(1 ± 0.02) g, 于15 mL聚丙烯离心管中, 加乙腈-0.2%三氯乙酸(10:90)溶液5 mL, 涡旋混匀, 超声5 min, 于10000 r/min离心5 min, 取上清液, 直接进样测定, 进样1000微升。

色谱条件:

Online SPE柱: TurboFlow HTLC Cyclone, 0.5×50 mm;

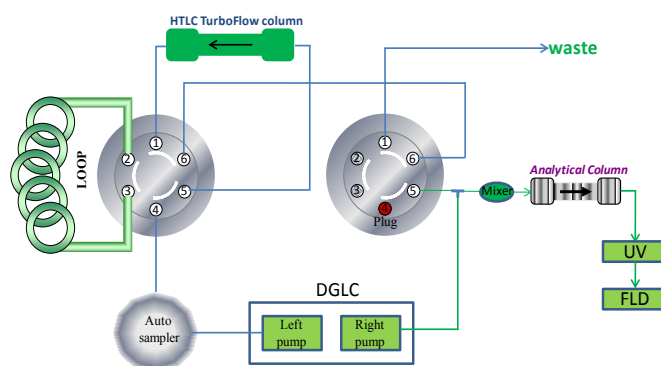
分析柱: Acclaim C18 3.0×150 mm $3 \mu\text{m}$;

柱温: 40°C ;

流动相: A相的上样净化泵为甲醇, 分析泵为乙腈; B相为柠檬酸-醋酸铵缓冲盐(含0.1%TEA); 两个泵均采用梯度洗脱。

进样量: 1000 μL

系统连接图:



阀切换过程如下:

表 阀切换时间和位置
Table Valve switching time and positions

阀切换时间 Switching time	阀位置 Valve position		说明 Comments
	Left	Right	
0	6-1	6-1	左泵: SPE上样富集、净化; 右泵: 分析柱平衡。
10	1-2	1-2	左泵: 将SPE上的目标物转移至分析柱; 右泵: 进行在线稀释。
12	6-1	6-1	目标分析物转移结束, 右泵: 开始分析。
18.0	1-2	6-1	左泵: 反向冲洗SPE柱, 并填充loop环中洗脱溶剂。右泵: 分析
20.0	6-1	6-1	左泵: SPE柱清洗和平衡, 等待下一次进样。右泵: 分析

主要分析谱图:

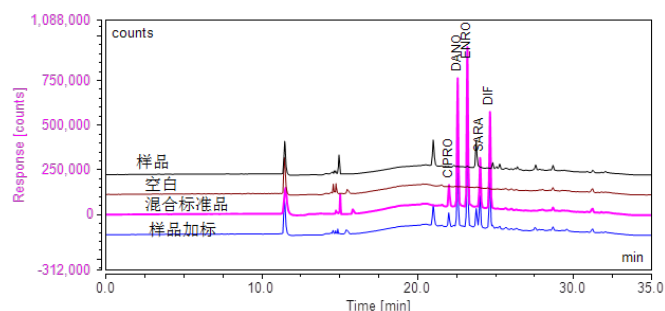


图 采用online SPE方法分析叠加谱图

方法回收率在75.8%-95.6%之间, 且混合标准品连续进样, 盐酸环丙沙星(CRPIO)、达氟沙星(DANO)、沙拉沙星(SARA)、二氟沙星(DIF)和恩诺沙星(ENRO)峰面积的RSD分别为1.64%、1.93%、1.1%、1.02%和1.54%, 表明方法精密度较好。按照S/N=3:1计算, 环丙沙星、达氟沙星、恩诺沙星、沙拉沙星和二氟沙星的检出限分别为0.13、0.01、0.04、0.12和0.05 $\mu\text{g/L}$ 。

结论: 本研究利用在线固相萃取技术建立了快速测定牛奶中5种氟喹诺酮残留量的测定方法, 经过系统的方法学验证, 表明本法可用于牛奶基质中氟喹诺酮残留量的测定。该法采用在线稀释方式, 利用柱头浓集效应, 提高了色谱分离度; 方法充分利用涡流色谱技术特点, 有效的去除了大分子基质成分干扰, 多次进样耐用性和重复性较好, 结合荧光法检测, 使单次检测成本更低, 使方法更具有普适性。

IC检测解决方案

赛默飞离子色谱检测乳制品中的硝酸盐和亚硝酸盐

大量的亚硝酸盐被人体血液吸收后，可使正常的血红蛋白（二价铁）变成变性血红蛋白（三价铁），从而失去携带氧气的功能，出现组织缺氧现象；另外亚硝酸盐与蛋白质代谢的中间产物仲胺反应，还能生成亚硝胺，亚硝胺具有致癌性。因此，GB 2762-2012《食品安全国家标准食品中污染物限量》对食品中亚硝酸盐的含量进行了严格的限定。

自然界中含氮有机物在微生物的作用下，可逐渐分解成氨，在氧的作用下，氨可进一步被微生物转化为亚硝酸盐和硝酸盐，硝酸盐在一定条件下亦可还原为亚硝酸盐。在奶牛的喂养过程中，如果环境水源、喂养饲料的添加剂以及奶牛生长环境等硝酸盐、亚硝酸盐含量过高，都会发生牛奶中的硝酸盐及亚硝酸盐的超标。随着人们生活质量的提高，牛奶及奶制品在人们日常生活中所占比重越来越大，因此，加强预防和检测牛奶及奶制品的硝酸盐污染是非常必要的。GB 5009.33-2010 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。

样品前处理：

牛乳：称取试样10 g，置于100 mL 容量瓶中，加水80 mL，摇匀，超声30 min，加入3%乙酸溶液2 mL，于4 °C放置20 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤，取上清液备用。

乳粉：称取试样2.5 g，置于100 mL 容量瓶中，加水80 mL，摇匀，超声30 min，加入3%乙酸溶液2 mL，于4 °C放置20 min，取出放置至室温，加水稀释至刻度。溶液经滤纸过滤，取上清液备用。

净化：取滤液15 mL依次通过0.22 μm的尼龙滤膜，OnGuard II RP固相萃取小柱（1.0 cc，P/N：057083），弃去前面3 mL，收集后面洗脱液待测。

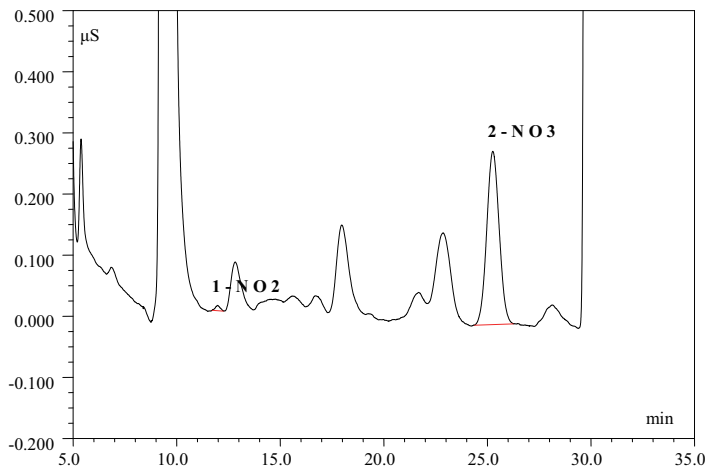
色谱条件：

分析柱：IonPac AS11-HC，250×4 mm，P/N：052960；**保护柱：**IonPac AG11-HC，50×4 mm，P/N：052962；**柱温：**30 °C；

淋洗液：KOH梯度淋洗（淋洗液在线发生装置产生）：0-33 min，5.0 mmol/L；33-33.1 min，5.0-50.0 mmol/L；33.1--43 min，50 mmol/L；43-43.1 min，50.0-5.0 mmol/L

流速：1.3 mL/min；**进样体积：**50 μL（可根据试样中被测离子含量进行调整）

检测方式：抑制型电导，AERS 500，4 mm，P/N：082540，外接水模式。



乳粉样品色谱图

赛默飞离子色谱法测定液态奶中硫氰酸根

硫氰酸钠的毒性主要由其在体内释放的氰根离子而引起。氰根离子在体内能很快与细胞色素氧化酶中的三价铁离子结合，抑制该酶活性，使组织不能利用氧而产生中毒。此外，硫氰酸盐是致甲状腺肿物质，可阻滞甲状腺激素合成，引起甲状腺肿。原料乳或奶粉中掺入硫氰酸钠后可有效的抑菌、保鲜，延长产品的保质期，故很多不法奶户利用这点将硫氰酸钠掺入原料乳或者奶粉中，损害了消费者的健康。

2008年12月12卫生部发布的《食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂品种名单（第一批）》中明确规定乳及乳制品中硫氰酸钠属于违法添加

物质。卫生部食品整治办[2009]29号文件和SN/T 3927-2014《出口乳制品中硫氰酸钠含量的测定》中均推荐使用赛默飞世尔科技的离子色谱法测定牛奶中硫氰酸根，该方法使用强亲水性色谱柱进行分离检测。利用本方法对零售市场的几种液态奶进行了检测和加标回收试验，加标回收率在85%~97%之间，该方法对这些样品均具有良好的适用性，无色谱干扰。RSD小于3%，表明方法重现性良好。

样品前处理：

取液态奶样品4 mL至玻璃刻度管中，加入5 mL乙腈，涡旋混匀，常温下沉降10 min。高速离心取上清液用超纯水稀释10倍，过0.22 μm的尼龙滤膜和OnGuard RP固相萃取小柱（1.0 cc，P/N：057083）

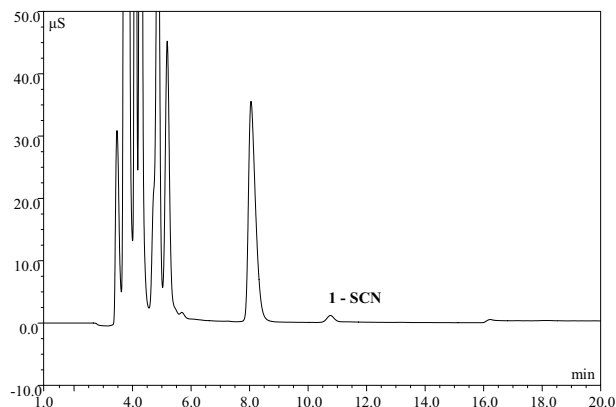
除去样品中脂肪，弃去前面3 mL，收集后面洗脱液待测。

色谱条件：

分析柱： IonPac AS 16, 250×4 mm, P/N: 055376；
保护柱： IonPac AG 16, 50×4 mm, P/N: 055377；
柱温： 30℃；

淋洗液： KOH梯度淋洗（淋洗液在线发生装置产生），
0-13 min, 45 mmol/L；13.1-18 min, 70 mmol/L；
流速： 1.00 mL/min；**定量环：** 100 μL；

检测方式： 抑制型电导，AERS 500, 4 mm, P/N: 082540, 外接水模式。



牛奶实际样品色谱图

赛默飞离子色谱法测定乳制品中的低聚果糖

低聚果糖能明显改善肠道内微生物种群比例，是肠内双歧杆菌的活化增殖因子，可减少和抑制肠内腐败物质的产生，抑制有害细菌的生长，调节肠道内平衡；能促进微量元素铁、钙的吸收与利用，以防止骨质疏松症；可减少肝脏毒素，能在肠中生成抗癌的有机酸，有显著的防癌功能。作为一种水溶性膳食纤维，长期服用可以降低血清胆固醇，改善脂质代谢。

卫生部发布的2012年第6号公告，批准增补食品添加剂(营养强化剂)低聚果糖的质量规格要求，因此低聚果糖也成为婴幼儿食品尤其配方乳粉中的合法添加成分。美国分析家协会标准方法AOAC Official Method 997.08《Fructans in Food Products》中推荐离子色谱法进行果聚糖的测定。而正制定的食品安全国家标准《食品中低聚果糖的测定》（征求意见稿）中结合了AOAC999.03《Measurement of Total Fructan in Foods Enzymatic/Spectrophotometric Method》和AOAC997.08方法的前处理技术特点，同样采用离子色谱法测定食品中低聚果糖。

样品前处理：

样品经热水浸提，经蔗糖混合酶将蔗糖、麦芽糊精、淀粉水解成葡萄糖和果糖，再经由硼氢化钠还原成相应的糖醇。而样品中低聚果糖经过果聚糖混合酶水解成果糖和葡萄糖，定容后依次通过0.22 μm的尼龙滤膜，OnGuard II RP固相萃取小柱（1.0cc, P/N: 057083），弃去前面3 mL，收集后面洗脱液待测。

色谱条件：

色谱柱： CarboPac PA1, 4×250 mm, P/N: 035391；
CarboPac PA1, 4×50 mm, P/N: 043096；
柱温： 30℃；

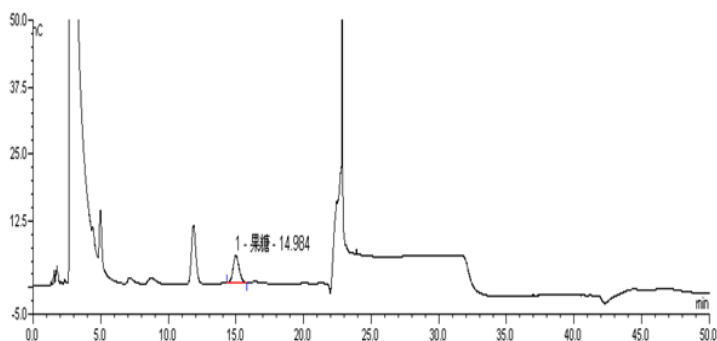
淋洗液： A: 水；B: 氢氧化钠（200 mmol/L）；C: 氢氧化钠（150 mmol/L），乙酸钠（500 mmol/L）

流速： 1.00 mL/min；**进样体积：** 10 μL；

检测方式： 脉冲安培检测，糖四电位波形；
金电极，1 mm, P/N: 061875；
银/氯化银参比电极，P/N: 061879。

梯度洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	淋洗液 %			曲线
		A	B	C	
0~20	1.0	85	15	0	线性
20.1~30	1.0	0	0	100	线性
30.1~40	1.0	0	100	0	线性
40.1~50	1.0	85	15	0	线性



奶粉样品色谱图

除这三项外，赛默飞离子色谱还可提供乳制品中亚氯酸、氯酸和高氯酸等有毒有害物质，反式低聚半乳糖TGOS、低聚果糖FOS、棉子糖、聚葡萄糖、碘、胆碱、乙酰胆碱和左旋肉碱等营养物质的分析测试方案。其它违法添加物，如三聚氰胺、皮革水解液添加带来的三六价格和羟脯氨酸等也均可以通过离子色谱法进行测定。

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个国家拥有员工约50,000人。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Thermo Scientific、Life Technologies、Fisher Scientific和 Unity™ Lab Services四个首要品牌，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。

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，员工人数超过3800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。我们在全中国共设立了7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。

禹重科技® UZONGLAB

成分分析仪器 | 表面测试仪器 | 样品前处理仪器

上海市闵行区春申路2525号芭洛商务大楼
电话：021-8039 4499 传真：021-5433 0867
上海|北京|沈阳|太原|长沙|广州|成都|青岛|香港
全国销售和售后服务电话：400-808-4598

邮编：201104, China
邮箱：shanghai@uzong.cn

更多信息请访问：www.uzong.cn

ThermoFisher SCIENTIFIC



了解我们



微信公众号