

赛默飞粮油检测解决方案







粮油产品是维持人类生存的必需品,也是保证国家稳定和社会发展的不可或缺的物资。粮油安全关乎每一个人的日常生活。随着经济不断发展和人们生活水平的提高,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着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乃至国家的生存和发展。近期出现的粮油产品的质量安全问题,如"陈化粮"、"地沟油"等事件,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非法使用的农药;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。

目录

重金属解决方案1
真菌毒素解决方案
农药残留解决方案
溴酸盐解决方案4
塑化剂解决方案5
多环芳烃解决方案
反式脂肪酸解决方案7





iCE 3000 系列 原子吸收光谱仪

Thermo Scientific™ 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。结构紧凑、时尚且使 用方便。

iCE 3000系列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 Plus系列 电感耦合等离子体发射光谱仪

Thermo Scientific™ iCAP 7000 Plus 系列ICP-OES可对大通量样品中的痕量元素进行低成本的多元素同时分析。仪器不仅性能先进、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ICP-OES提供快速低成本的分析。



iCAP RQ 电感耦合等离子体质谱仪

Thermo Scientific™ iCAP RQ是ICP-MS发展的一个飞跃,采用人体工程学和多项突破性的技术,具有卓越的仪器操控性,维护简单便捷,与同类仪器相比将带给您全新的操作体验和卓越性能。

iCAP RQ电感耦合等离子体质谱仪可进行多元 素每周7天24小时不间断连续分析需要,操作 简单的同时,还能够满足各种级别检测的需 要。适用于对定量分析有较高要求和那些日常 测试样品量非常大的实验室,比如环境分析、 食品质量控制和地矿等行业的相关实验室。满 足超痕分析的需要,如对分析有着很高要求的 半导体行业等,操作简单便捷。



TRACE GC 1300系列气相色谱

全新的Thermo Scientific™ TRACE GC 1300系列气相色谱,业内唯一能实现用户可直接更换的模块化进样口和检测器的气相色谱仪。重新定义了气相色谱在常规分析及高通量实验室中的适用性。

模块化的设计实现了进样口和检测器的即时联接,减少仪器的维护时间,让用户可以根据具体的应用及日常分析工作快速提高仪器性能。TRACE GC 1300系列气相色谱将给您带来突破性的仪器性能,极大改善分析效率。



ISQ系列单四极杆气质联用仪

Thermo Scientific™ ISQ™系列气相色谱-质谱联用仪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。ISQ™系列气相色谱-质谱联用仪的设计目标是成为您实验室的真正主力,整合了坚固的元件、简单的接入方式以及精简的工具等要求,在为日常GC-MS分析提供优秀性能的同时,集成了创新技术,帮助您轻松扩展实验室的测试范围或整合新的样品分析技术,因此无论是研究领域还是日常应用,ISQ均可满足GC-MS的分析需求。



Vanquish 系列UHPLC

该系列是我们所有知识和热情的结晶,提供前所未有的革 命性的色谱体验。您可得到更好的结果、更多的信息、更 强的人机交互。

- 高压二元体系泵提供更强的分离能力,最高耐压1500 bar (22,000 psi),流速可达5 mL/min
- 低压四元体系泵提供更多的溶剂选择性,最高耐压 1034 bar (15,000 psi),流速高达达8 mL/min
- 更精准的样品操作,最多可以加载23块多孔板,高达 8832份样品
- 更有效地控制分离,2种温控模式,拥有主动式预加热功能
- 更灵敏地进行检测,使用LightPipe™技术,扩散更小

Dionex Integrion 高压离子色谱(HPIC)系统

Thermo Scientific™ Dionex™ Integrion是一款可靠的集成式高压离子色谱仪。灵活性极大、功能全面,操作简便,配置丰富,更高分辨率,更快分析速度,挑战分离极限。

- 泵耐压高达6000 psi, 流速范围更宽, 完全兼容4 µm等小粒径色谱柱分离, 大大提高分辨率
- HPIC 淋洗液自动生成,利用去离子水电解产生精确浓度的淋洗液,在减少劳动力的同时大幅改善实验结果的重现性
- 集成检测器灵活配置,支持多种检测器,无限拓展离子色谱应用 范围
- 无线智能设备监控,随地完整详尽地控制系统及其状态,主动维护,防止出错





TSQ 8000 Evo 三重四极杆气质联用仪

Thermo Scientific™ TSQ™ 8000 Evo三重四极杆质谱仪专为寻找进一步提高生产率的实验室设计。它是高度成功的TSQ8000 GC-MS/MS的进化版,为您带来更高的生产率,MS/MS易用性和SRM更出色的表现。

我们的仪器能够在单位时间内采集更多的信息,分析更多化合物,并提供更多的结果。从而,在分析流程中实现更高水平的生产率及效率。

TSQ8000 Evo GC-MS/MS特定的AutoSRM软件,以实现SRM方法建立和优化的自动化。涵盖范围上至全扫下至完整方法的建立,方便,简单,易用性强。

TSQ Quantis™三重四极杆液质联用仪

Thermo Scientific™ TSQ Quantis™质谱仪是基于最先进的硬件和软件基础上的新一代三重四极杆质谱仪,旨在为每一天的分析提供前所未有的信心。

从Thermo Scientific™ OptaMax™ NG 离子源外 壳发射端到增强型电子倍增器的检测端。AIM+集成了分段四极杆和增强型RF 和DC 电子元件,以进一步优化离子管理精度,可靠性,速度和重现性。

重金属解决方案

1. 原子吸收光谱应用实例:

测定样品: 国家大米标准物质 (GSB-1)

使用仪器: Thermo Scientific™ iCE 3500 原子吸收光谱仪

测定元素: Cd

测试结果:

样品编号	前处理方法	测定值(μg/kg)	标准值(µg/kg)
GSB-1	微波消解	84±2	87 ± 5

实验结果表明,使用 iCE 3000 系列原子吸收光谱仪能够实现对粮食中特定重金属元素进行检测,且能够得到非常准确的数据。使用本系统时,不管操作者是否具有丰富的经验或者知识背景,丰富的自动向导功能都能够准确的帮助分析人员得出分析结果。

2. ICP-MS 应用实例:

测定样品:有证标准物质(IRMM-804 大米)

使用仪器: Thermo Scientific™ iCAP RQ ICP-MS

测定元素: Pb, Cd, Se, As

测试结果:

稀释校正的 MDL 和参比物质测定结果。除非另有说明,所报告的浓度均为 $\mu q \cdot L^{-1}$

日位主	方法检出限	IRMM-804 大米			
同位素	(MDL)	测得值	认证值		
75As	0.2	52.3 ± 0.8	49 ± 4		
77Se	1	35.1 ± 1.0	38 (Reference value)		
111Cd	0.3	1620 ± 9	1610 ± 70		
208Pb	0.1	460 ± 8	420 ± 70		

本实验中,重金属元素浓度的测定值与认证值非常一致,确认了此方法在谷物类样品中重金属元素检测的可行性。并且,在经过 8 小时,150 多份样品的测试,内标信号的漂移极小,证明无论是在集体耐受还是干扰消除方都体现出了 iCAP RQ ICP-MS 卓越的稳定性。

3. ICP-OES 应用实例:

测定样品:有证标准物质 (IRMM-804 大米)及小麦

使用仪器: Thermo Scientific™ iCAP 7400 Duo ICP-OES

测定元素: Cd, Fe, Zn

测试结果:

方法定量限 MDL 和参比物质测定结果

 	方法检出限(MDL)	IRMM-804 大米		
检测元素		测得值 (μg∙kg ⁻¹)	认证值 (μg∙kg⁻¹)	
Cd	0.3	1603 ± 13	1610 ± 70	

实际小麦样品中铁、锌元素的测定结果

样品编号	测得值		样品编号	测得值	
件四编写	Fe(mg·kg ⁻¹)	Zn(mg∙kg⁻¹)	件四编写	Fe(mg∙kg ⁻¹)	Zn(mg∙kg⁻¹)
S1	70.2	54.4	S6	39.5	27.6
S2	35.8	31.5	S7	44.4	34.1
S3	40.1	31.1	S8	35.6	32.7
S4	36.9	30.8	S9	77.2	30.2
S5	45.3	37.3	S10	45.5	35.9

通过本实例证明,Thermo Scientific™ iCAP 7000 Duo ICP-OES 采用炬管水平放置结构的双向观测设计,同时采集垂直 炬管放置方向和水平炬管放置方向的等离子体光源信号,可采集主光轴长度为 65mm 的光源信号通道,对比炬管垂直 放置结构的双向观测设计能够极为明显地提高了全波长范围内各个元素的灵敏度指标,同时又保证了最佳的线性范围。 对于准确测定谷物类样品中的重金属及矿物质等元素具有重要帮助,并且分析操作简单,分析时间较短,数据准确。

除此之外,iCAP 7000 系列 ICP-OES 还可以选择自动进样器及快速进样阀系统,可将样品溶液提升、数量采集、进样系统冲洗等总时间控制在 20 秒内完成,能够极大的提高检测效率,在更短的时间内提供更多准确有效的数据。

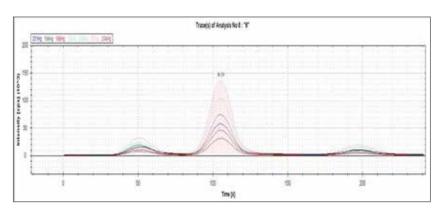
重金属解决方案

4. IC/HPLC/GC-ICP-MS 联用应该实例

测定样品: 实际大米粉样品

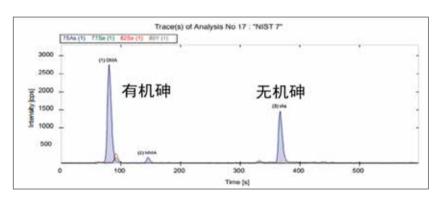
使用仪器: Thermo Scientific™ U3000 系列 HPLC 以及 Thermo Scientific™ IC 1100

测试结果:

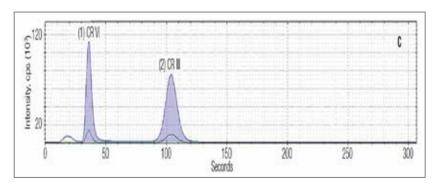


大米样品中汞的色谱图(三个峰由左至右依次 Hg^o、10ng MeHg 及 Hg²⁺)

本实例中,大米中的三种主要汞形态,两种最主要的无机砷形态以及毒性较强的六价铬能够通过使用不同的色谱技术实现完美分离,且在使用 ICP-MS 作为检测器的情况下,对以上元素形态的检测限可低至 ppt 级,因此能够实现对各种元素形态的准确定量。



砷形态分析色谱图(样品为 NIST 1568a 大米粉标准物质)



离子色谱分离的样品中三价及六价铬色谱图



真菌毒素解决方案

1. 液相色谱光化学衍生测定实例

测定样品: 谷物

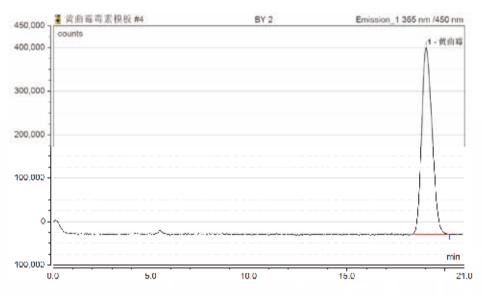
使用仪器: Thermo Scientific™ Ultimate 3000SD 系统,泵: LGP-3400SD, 自动进样器, 柱温箱, 柱后光化学衍生器,

荧光检测器。

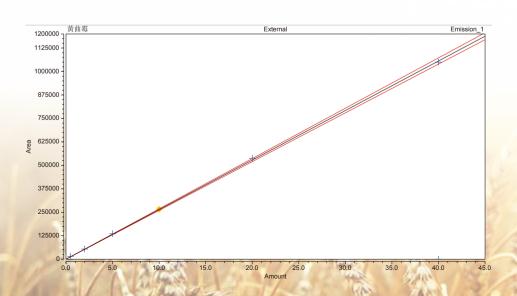
色谱柱: Thermo Scientific™ Acclaim™ C18 色谱柱 (150×3 mm, 3 μm)

参照国标 GB 5009.220-2016 中第三法,液相色谱-柱后衍生,测定谷物中的黄曲霉毒素。

测试结果:



黄曲霉毒素标准品色谱图浓度为 10 μg/L



黄曲霉毒素标准曲线(R2: 0.9998)

真菌毒素解决方案

2. 液相色谱三重四极杆质谱联用法测定实例

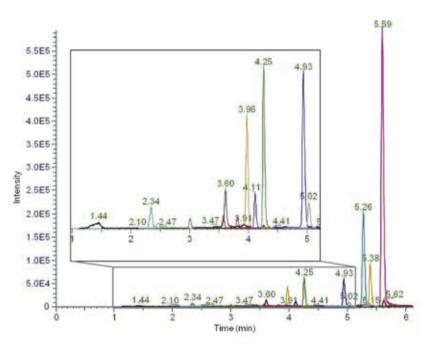
测定样品: 小麦和玉米样品

使用仪器: Thermo Scientific™ UltiMate 3000 液相系统, Thermo Scientific™ TSQ Endura 三重四极杆质谱系统。

色谱柱: Accucore 色谱柱 C18 (100 x 2.1 mm, 2.6 µm)

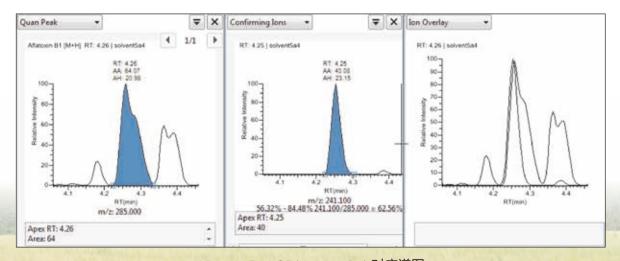
测试结果:

LOD/LOQ					
	Solvent [ug/kg]	Wheat [ug/kg]	Maize [ug/kg]		
Nivalenol	10/20	200/400	200/400		
Deoxynivalenol	10/20	10/20	10/20		
Deoxynivalenol-3-glucoside	5/10	20/100	100/200		
Fusarenon X	15/20	20/100	20/100		
3-Acetyl-deoxynivalenol	15/20	15/20	10/20		
15-Acetyl-deoxynivalenol	15/20	20/100	20/100		
Aflatoxin B ₁	0.04/0.2	0.1/0.4	0.2/0.4		
Aflatoxin B ₂	0.09/0.3	0.6/0.6	0.3/0.6		
Aflatoxin G ₁	0.1/0.2	0.2/0.4	0.4/1		
Aflatoxin G ₂	0.6/0.9	0.9/1.2	1.2/6		
Ochratoxin A	1/1.5	0.5/1	0.5/1		
Zearalenone	1/2	1/1.5	1/1.5		
Sterigmatocystin	0.2/0.5	Blank contam.	0.15/0.5		
Fumonisin B ₁	1.5/5	2/5	Blank contam.		
Fumonisin B ₂	1.5/5	1./1.5	Blank contam.		
HT-2 toxin	0.5/1	1/1.5	0.5/1		
T-2 toxin	0.5/1	0.5/1	0.5/1		



小麦基质中提取离子流图

方法检出限



Aflatoxin B1 LOD(0.04 µg/kg) 对应谱图

该方法适用于谷物和谷类食品中 17 种真菌毒素的分析。此方法简单快速,LOD/LOQ 及线性范围均可满足法规要求。

农药残留解决方案

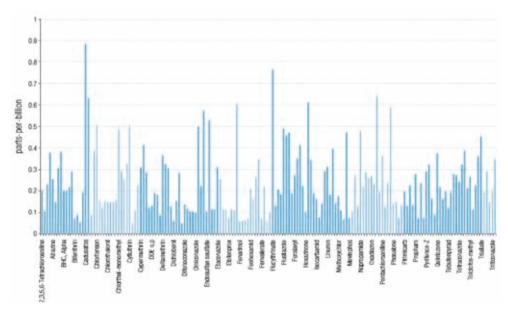
1. 气相色谱三重四极杆质谱联用测定实例

测定样品: 大米

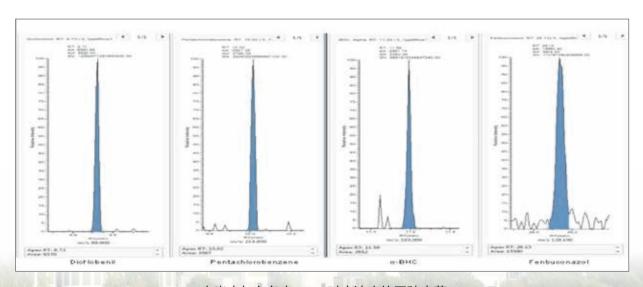
使用仪器: Thermo Scientific™ Trace 1310 气相色谱仪, Thermo Scientific™ TSQ 8000 Evo 三重四极杆质谱仪

色谱柱: TraceGOLD TG-5SILMS 30m×0.25mm×0.25 µm

测试结果:



大米基质中 LOD 低于 1 ppb 的农药



大米中加入各自 LOD 对应浓度的四种农药

结果表明,在本实验中,针对大米基质中的 262 种农药,以每种农药 2 至 3 个离子对的水平进行了考察。大部分农药都能在远低于 1ppb 的情况下进行定量,并且表现出很好的选择性。该灵敏度已经完全可满足国标 GB 2763-2016 对于农 残检测的定量水平,也满足欧盟监管条例或者日本肯定列表对农残的"一律"要求(10ppb)。

农药残留解决方案

2. 液相色谱三重四极杆质谱联用法测定实例

测定样品: 小麦

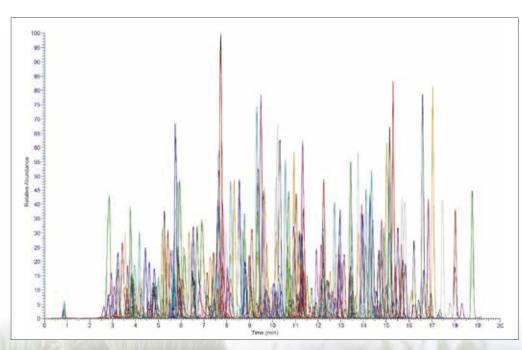
使用仪器: Thermo Scientific™ UltiMate 3000 液相系统,Thermo Scientific™ TSQ Endura 三重四极杆质谱系统。

色谱柱: Thermo Scientific™ Accucore aQ (100 × 2.1 mm, 2.6 µm)

测试结果:

农药名称	LOD (ppb)	LOQ (ppb)	RT (min)	Parent->Product m/z SRM transitions++	Polarity
矮壮素	0.20	0.50	0.81	122.195->58.413, 122.195->63.318	+
丙烯酰胺	1.00	2.00	0.82	72.300->55.433, 72.300->45.450	+
亚乙基硫脲	0.05	0.50	0.84	103.205->44.497, 103.205->60.324	+
烟碱	0.50	1.00	0.85	163.220->130.156, 163.220->117.173	+
甲胺磷	0.05	0.10	0.85	142.135->94.176, 142.135->125.049	+
盐酸甲哌	0.05	0.10	0.85	114.180->98.269, 114.180->58.426	+
灭蝇胺	0.50	1.00	0.86	167.200->85.266, 167.200->68.324	+
叔丁胺	0.05	0.10	0.86	74.325->41.515, 74.325->58.418	+
丙烯硫脲	2.00	5.00	0.87	117.200->60.340, 117.200->72.273	+
氯氨吡啶酸	5.00	10.00	1.95	206.970->161.033, 206.970->134.082	+
吡蚜酮	2.00	5.00	2.42	218.175->105.192, 218.175->78.286	+
乙酰甲胺磷	0.05	0.10	2.59	184.045->143.046, 184.045->95.174	+
氧乐果	0.05	0.10	2.67	214.105->125.072, 214.105->155.072	+
霜霉威	0.05	0.10	2.71	189.260->102.220, 189.260->74.300	+
蚨虫胺	0.20	0.50	2.73	203.085->129.186, 203.085->112.238	+
灭害威	0.02	0.05	2.84	209.205->152.164, 209.205->137.181	+
氨氯吡啶酸	20.00	50.00	2.89	238.895->194.888, 238.895->158.908	-
丁酮砜威	0.20	0.50	2.97	223.145->63.315, 223.145->86.269	+
棉隆	0.20	0.50	2.98	163.140->120.088, 163.140->44.518	+
亚砜磷	0.05	0.10	2.99	247.095->169.027, 247.095->109.123	+
烯啶虫胺	0.20	0.50	2.99	271.150->237.098, 271.150->224.099	+

本实验建立了一种简单快速的粮食中多农残检测的液质连用方法。实验严格综合考虑峰面积的变异系数 CV %(LOD浓度点处三次重复进样的 CV% 开始稳定重现地小于 30%,LOQ浓度点处小于 20%)、色谱峰形与信噪比等三种因素,确定了 440 种农残进行同时检测的LOD与LOQ值,LOD在 0.005 pg/µL(5 ppb)之间,LOQ分布在 0.01 pg/µL(10 ppt)到 50 pg/µL(50 ppb)范围内。



440 种农残的提取离子色谱图(10 pg/µL)

3. 气相色谱单四极杆质谱联用测定实例

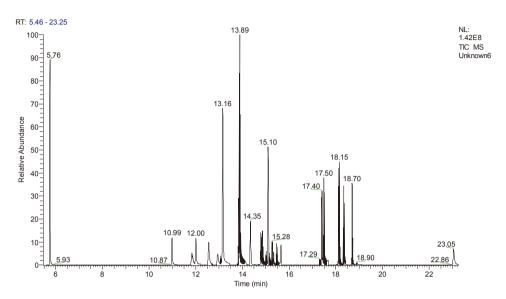
测定样品: 大米

使用仪器: Thermo Scientific™ Trace 1310 气相色谱仪, Thermo Scientific™ ISQ-LT 单四极杆质谱仪

色谱柱: TG-5silMS (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

测试结果:

该方法基于《GB/T 19649-2006 粮谷中 475 种农药及相关化学品残留量的测定 气相色谱 - 质谱法》,结合赛默飞特有的 ASE 提取技术、CSR 大体积进样技术和Time-SIM 功能建立了测定大米中常检农药多残留检测方法。实验结果表明各组分在0.02~0.5 µg/mL 浓度范围内,相关系数 R²>0.999,线性关系良好。



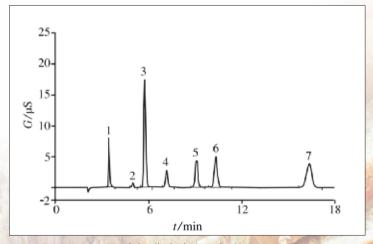
标准溶液色谱图

溴酸盐解决方案

4. 离子色谱法测定实例

测定样品: 面粉

使用仪器: Thermo Scientific™ Dionex 系列离子色谱仪

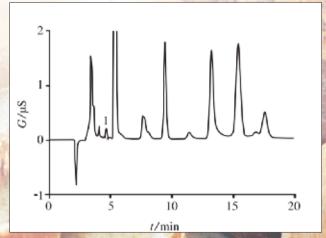


混合标准溶液离子色谱图

1. F (2.000mg/L) 2. BrO₃ (2.000mg/L) 3. Cl (10.000mg/L)

4. NO₂ (3.286 mg/L) 5. Br (10.000mg/L)

6. NO₃ (10.000 mg/L) 7. SO₄²⁻⁽10.000mg/L)



面粉样品离子色谱图 1. BrO₃ (0.457 mg/L)

塑化剂解决方案

1. 气相色谱三重四极杆质谱联 用测定实例

测定样品: 食用油

使用仪器: Thermo Scientific™ Trace 1310

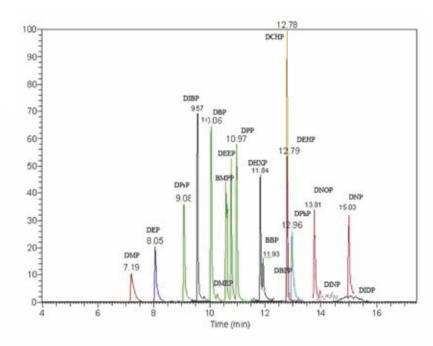
气相色谱仪

Thermo Scientific™ TSQ 8000

Evo 三重四极杆质谱仪

测试结果:

采用 TSQ 8000 Evo,同时配合 TR-5MS 色谱柱,使 19 种邻苯二甲酸酯在 16 min 内分析完毕,并且能得到很好的分离。并且 TSQ 8000 Evo 提供的离子对扫描可以极大得去除假阳性的干扰,从而使检测结果更加准确。



10 ppb 19 种邻苯二甲酸酯扣去溶剂背景的色谱图

反式脂肪酸解决方案

1. 气相色谱测定实例

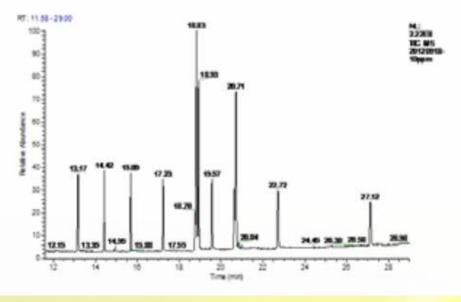
测定样品: 食用油

使用仪器: Thermo Scientific™

Trace 1310 气相色谱仪

测试结果:

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。



总浓度为 400mg/L 的 37 种反式脂肪酸甲酯标准溶液色谱图

多环芳烃解决方案

1. 液相色谱荧光检测器测定实例

测定样品: 食用油

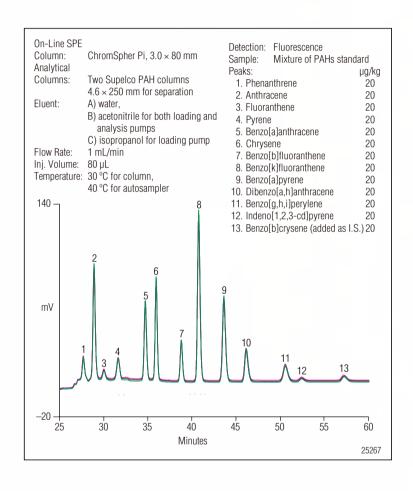
使用仪器: Thermo Scientific™ Ultimate DGP 3600 系列(包括有带在线脱气单元的双三元梯度泵;带有两个六通阀的

柱温箱; 荧光检测器)

表 3 PAHs 线性、检出限

WOLVING WITH IMPR						
分析物	线性范围 (µg/kg)	内标浓度 (µg/kg)	线性系 数	检出限 * (μg/L)		
菲	1~20	1	0.9952	0.42		
茵	1~20	1	0.9910	0.26		
荧蒽	1~20	1	0.9808	1.19		
芘	1~20	1	0.9905	0.69		
苯并 (a) 蒽	1~20	1	0.9852	0.68		
屈	1~20	1	0.9864	0.34		
苯并(b)荧 蒽	1~20	1	0.9907	0.21		
苯并(k)荧蒽	1~20	1	0.9907	0.39		
苯并(a)芘	1~20	1	0.9911	0.75		
二苯并(a, h) 蒽	1~20	1	0.9914	0.41		
苯并(g,h,i) 二萘嵌苯	1~20	1	0.9920	0.58		
茚苯(1, 2, 3-cd)芘	1~20	1	0.9941	0.59		

注:a—t 检测估算 MDL,置信度为 99% 时,MDL 等于一定浓度的标准溶液($2 \mu g/kg$)重复测定 7 次的峰面积标准偏差 S 与对于的 t 值



测试结果:

本方法利用双三元液相系统,使用在线固相萃取方法对食用油中多环芳烃进行测定。一套系统即可实现在线富集,大大加快了试验过程,操作简单,灵敏度高,重复性好,试验成本低。

赛默飞世尔科技

再重科技[®]ÜZONGLAB

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







微信公众号

