

更健康 更清洁 更安全

赛默飞色谱及痕量元素分析

饲料检测解决方案

ThermoFisher
SCIENTIFIC

赛默飞色谱及痕量元素分析

饲料检测解决方案

2014年我国饲料总产量达到1.83 亿吨，居全球第一。随着饲料产业发展，其品质和安全性等问题受到普遍关注。饲料及添加剂掺假、营养成分添加不足、农兽药和毒素超标等潜在风险不仅有损行业形象，制约产业发展，对人类健康和环境也存在巨大影响。

中华人民共和国农业部令2014年第1号《饲料质量安全管理规范》自2015年7月1日起施行。该规范适用于添加剂预混合饲料、浓缩饲料、配合饲料和精料补充料生产企业。质控章节要求企业每周从生产产品中至少抽取5批次自行检验以下主成分指标：（一）维生素预混合饲料：两种以上维生素；（二）微量元素预混合饲料：两种以上微量元素；（三）复合预混合饲料：两种以上维生素和微量元素；（四）浓缩饲料、配合饲料、精料补充料：粗蛋白质、粗灰、钙、总磷。赛默飞在饲料检测的各个环节都能提供领先的检测产品及技术，为饲料检测提供解决方案。



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

- 赛默飞提供饲料检测产品及技术 1-2
- GC、GC-MS检测解决方案 3-4
- HPLC检测解决方案 5-6
- IC检测解决方案 7
- AA、ICP-OES、ICP-MS检测解决方案 8





Trace 1300-ISQ系列GC-MS

ISQ系列是久经考验的单四极杆质谱,代表了质谱仪近50年的创新积累,具有行业领先的灵敏度,满足严格法规要求。

- Trace 1300系列气相色谱仪采用模块化设计,可随时插拔各种检测器,完全满足饲料中丙酸、异硫氰酸酯(FID)和农药残留、氯霉素、多氯联苯(ECD, FPD, NPD)等分析
- 专利真空锁定装置,快速维护离子源,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同步采集,同时定性和定量
- 不卸真空更换色谱柱模块,可保证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



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。

双三元系统能够对样品进行在线二维分析、在线固相萃取、串联或并联分析。样品分析中,样品复杂程度很大程度上影响了分析的速度和准确性。这种配置可通过在线二维柱切换法同时测定饲料中维生素A、D和E的含量,大大简化了分析过程,节省了时间和成本的同时,也提高了分析的可靠性,是样品分析的发展方向。



ICS-2100 — 免化学试剂离子色谱

ICS-2100是一款集成RFIC-EG设计的离子色谱体系,具有便利与可扩展的分析能力。体积小能够有效节省工作台空间同时方便接触流体。只需添加去离子水即可在线电解产生淋洗液,完全支持等度和梯度洗脱,重现性极佳。

在线电解淋洗液发生器是免化学试剂(RFIC)离子色谱的心脏。其通过电解水按需产生高纯度淋洗液,使用单泵就可实现等度或各种梯度淋洗。配置RFC-30淋洗液发生器模块,ICS-600/ICS-900/ICS-1100/ICS-1600等离子色谱仪也可轻松升级有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CO₃²⁻/HCO₃⁻)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

相比传统方法,使用RFIC-EG技术,拓展了等度泵兼容梯度分析的功能,免去了淋洗液配制过程。避免了手工配制淋洗液的不准确性、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。



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。结构紧凑、时尚且使用方便。有单原子化器系统(如单火焰,单石墨炉),与双原子化器系统的不同配置选择。

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。



iCAP 7000 Plus系列电感耦合等离子体发射光谱仪

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 Q系列电感耦合等离子体质谱仪

iCAP Q系列ICP-MS具备低质量数剔除功能的最佳碰撞/反应池技术:Cr, As, Se是样品分析中的常规分析项目,易受到C⁺,Cl⁺,Ar⁺形成的ArC⁺,ArCl⁺,ArAr⁺的干扰,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。

最宽的元素分析动态范围: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GC-FID 测定饲料中的三种抗氧化剂

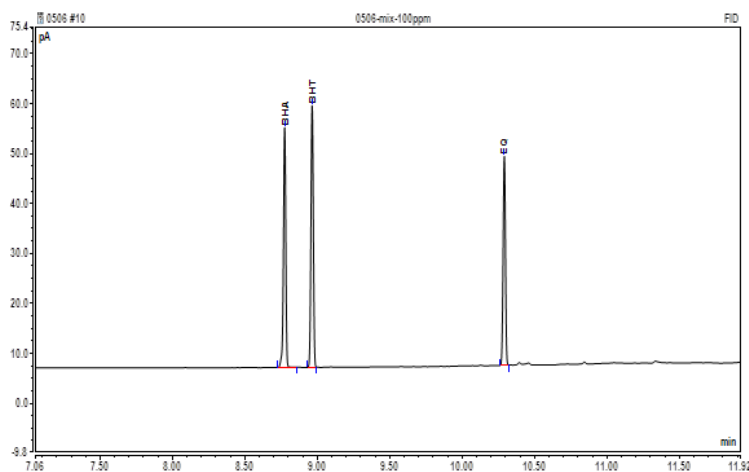
抗氧化剂即为防止或延缓饲料中某些活性成分发生氧化变质而添加于饲料中的制剂。主要用于含有高脂肪的饲料，以防止脂肪酸败变质，也常用于含维生素的预混料中，它可防止维生素的氧化失效。

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

试剂与标准品：丁基羟基茴香醚(BHA)、二丁基羟基甲苯(BHT)、乙氧喹(EQ) 标准品：含量≥99%；乙腈、正己烷：色谱纯；氯化钠，分析纯

样品前处理：准确称取粉碎后的饲料样品1.0g，加7mL水浸泡，再加10mL乙腈和1.0gNaCl，振荡提取3min，然后以10000rpm的速度冷冻离心，离心后取上清液2mL加C18吸附剂和无水硫酸镁各100mg，振荡后过0.22 μm滤膜后上机分析。

分析条件：色谱柱：TG-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm)；柱温：50℃ (1 min)，20℃/min到250℃ (5 min)；进样模式：分流进样，分流比：20:1，进样量：1 μL；进样口温度：250℃；载气：高纯氮气 (99.999%)，恒流模式，1.2 mL/min；检测器温度：250℃，氢气35mL/min，空气350mL/min，尾吹气氮气40mL/min。



100 mg/L 标准溶液气相色谱图

实际样品测定结果 (mg/kg)

	鸡饲料	猪前期饲料	猪浓缩饲料
BHA	1.126	ND	ND
BHT	45.97	ND	ND
EQ	515.4	71.17	20.63

饲料中的抗氧化剂经乙腈提取，分散固相萃取的方法净化，采用赛默飞世尔新型气相色谱仪进行检测。该方法操作简单，提取效率高，回收率和重现性均能满足实验室日常检测的要求。

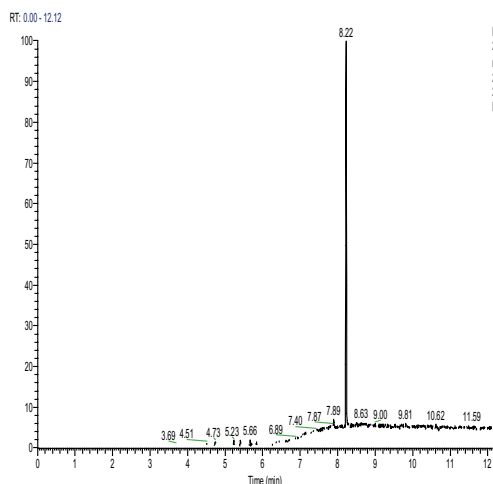
赛默飞GCMS-NCI测定饲料中氯霉素

氯霉素 (Chloramphenicol, CAP) 是一种广泛使用的广谱类抗生素, 由于它对人体具有严重的毒副作用, 医学界至今还没有确定氯霉素的人体安全接触剂量。美国和欧盟都禁止在食用性动物和动物饲料中使用氯霉素, 在法规中CAP的残留量为不得检出。

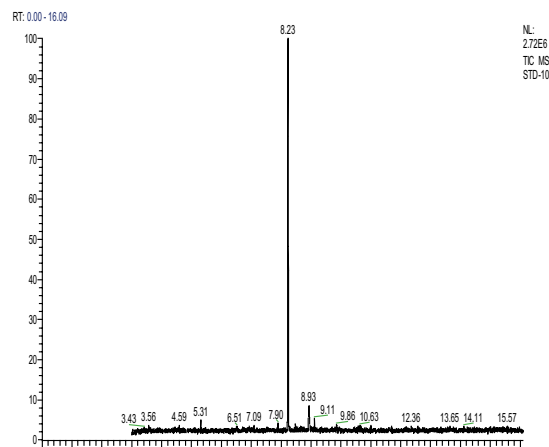
仪器: Trace1310-ISQ气相色谱质谱联用仪, 配CI源; Triplus RSH 三合一自动进样器

样品前处理: 提取: 称取饲料5.00g左右, 置于50 mL塑料离心管内, 加入40 mL乙酸乙酯, 盖好密封盖于涡旋混合器上混合2 min, 超声提取20 min。离心机上4000 r/min离心分离4 min, 取上清液20.0 mL, 用氮气吹至近干, 再通过液液萃取和固相萃取柱净化。衍生化: 向干的残留物中加入100 μ L衍生化试剂, 盖塞并涡旋混合10 s。在65 $^{\circ}$ C的水浴中反应60 min, 然后用氮气吹除多余的试剂。加入0.25 mL正己烷, 涡旋混合10 s, 供色谱分析使用。标准溶液, 吹干后, 采用同样的衍生化方法处理。

分析条件: 色谱柱: TG-5MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m), 柱温: 100 $^{\circ}$ C (1 min) -30 $^{\circ}$ C /min-280 $^{\circ}$ C (9 min); 进样模式: 不分流进样; 进样量: 1.0 μ L; 进样口温度: 250 $^{\circ}$ C; 载气: 氦气 (99.999%), 恒流模式, 1.5 mL/min; 质谱离子源温度: 200 $^{\circ}$ C, 传输线温度: 200 $^{\circ}$ C; 扫描模式: 选择离子监测模式, m/z=376, 466, 468, 定量离子为466。



氯霉素 EI Full scan TIC 图



氯霉素 NCI Fullscan 质谱图

表 2. 方法线性关系、检出限、定量限

化合物	保留时间 min	定量离子	线性范围 mg/L	相关系数 r^2	检出限 μ g/L	定量限 μ g/L
氯霉素	8.22	466	0.00-0.2	0.9954	1.0	2.0

表 3. 方法回收率和精密度数据

化合物	添加水平 ()		添加水平 ()	
	回收率 (%)	RSD (%)	回收率 (%)	RSD (%)
氯霉素	80.0	3.2	95.0	1.4

Thermo Scientific的ISQ质谱仪具有不泄真空更换离子源的功能。在本试验中, 可以在2 min内将EI源和CI源进行切换, 不需要卸真空等过程, 节省了分析时间。配合Thermo Triplus RSH三合一的自动化平台, 在分析氯霉素质量浓度为1-200 μ g/L时, 线性良好, 重现性高。

HPLC检测解决方案

赛默飞在线二维液相色谱法同时测定饲料中维生素ADE的含量

维生素是维持机体正常活动必不可少的物质，其作为饲料添加剂能够产生显著的经济效益。国标GBT 17817-2010、GBT 17818-2010 和GBT 17812-2010采用HPLC法分别测定饲料中维生素A、D和E的含量，样品前处理复杂，尤其是Vitamin D含量较低，易受基质干扰，需要经过制备液相色谱净化后再进行分析，过程极其繁琐。采用赛默飞双三元液相系统，可通过在线二维中心切割方法，一次进样同时完成维生素ADE的测定。

仪器： UltiMate DGP 3600 RS系列（配置一个六通阀和一个十通阀），Chromeleon软件，仪器连接图见下：

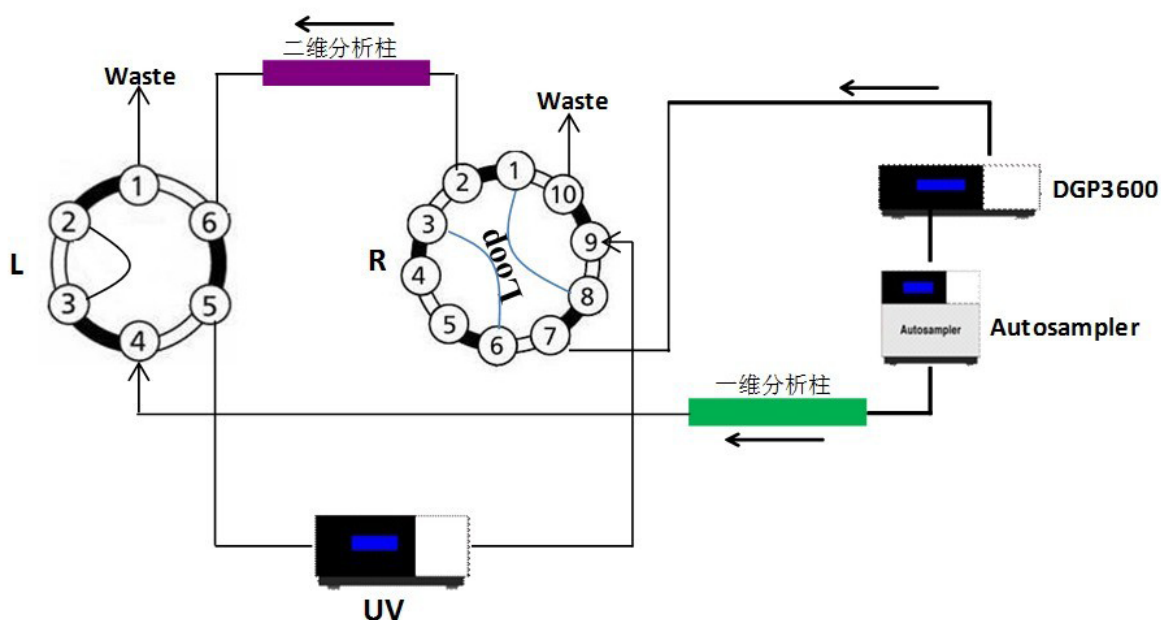


图 1. 仪器连接图

样品前处理：精密称取饲料样品5g，于150mL锥形瓶中，加入5g/L的维生素C乙醇溶液100mL，再加入500g/L的氢氧化钾溶液25mL，在沸水浴回流30分钟，不时振荡，取出锥形瓶并冷却至40℃。将皂化液转移至500mL分液漏斗中，以石油醚萃取3次，每次100mL，合并萃取液，萃取液以水洗3~5次，至中性，收集石油醚层，经过无水硫酸钠脱水。低温减压回收石油醚，至1~2mL时转移至10mL棕色瓶中，氮气吹干，再以3~5mL甲醇使溶解并转移至10mL量瓶中，甲醇定容至刻度，摇匀，待用。

分析条件：分析柱：一维色谱柱Acclaim C18, 120Å, 3×150mm, 3μm，二维色谱柱Acclaim Polar Advantage II C18 120 Å, 4.6×150mm, 3μm；柱温：30℃；流动相A：甲醇，流动相B：一维：水；二维：乙腈，流动相C：二维：水。流速：一维：0.5 mL/min，二维：0.8 mL/min。进样量：5μL。

表 1. 一维流动相条件及阀切换时间

时间 (min)	Flow mL/min	A%	B%	阀切换时间	右阀位置	左阀位置
0	0.5	85	15	0	1-2	1-6
1.5	0.5	85	15	17	1-10	1-6
15	0.5	100	0	17.6	1-2	1-6
30	0.5	100	0	25.0	1-2	1-2
30.2	0.5	85	15	35.0	1-2	1-6

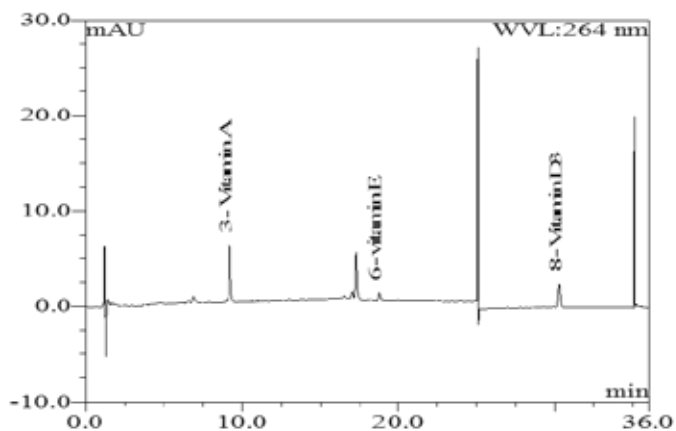


图 2. 混合标准品谱图 (0~25min 为第一维谱图; 25~35min 为第二维谱图)

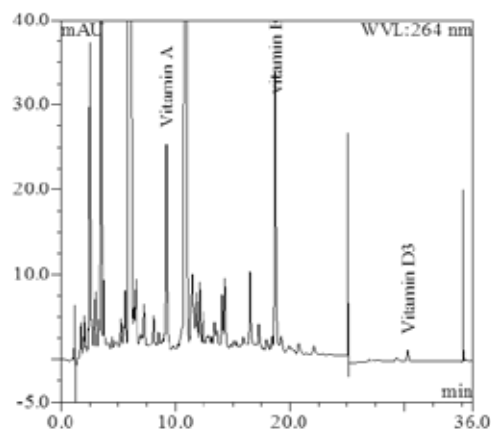


图 3. 浓缩饲料样品分离谱图

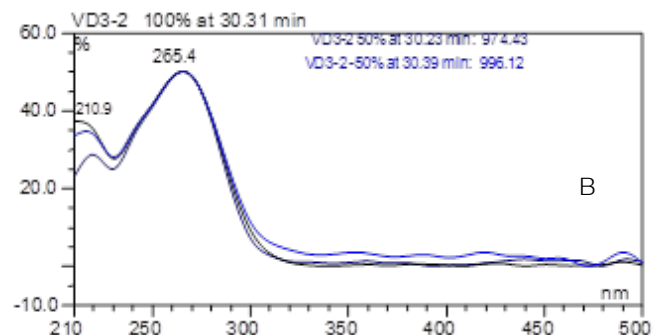
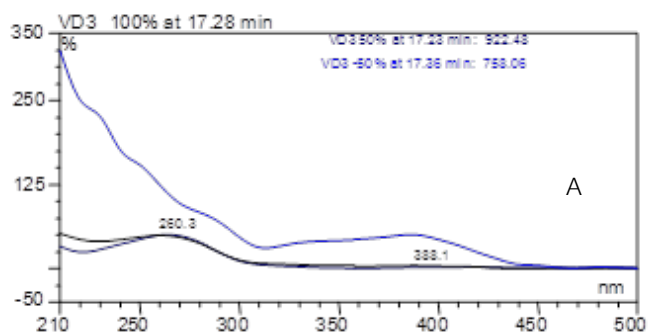


图 4. 浓缩饲料第一维和第二维分离中 VD3 色谱峰 UV 扫描图 (A 为第一维; B 为第二维)

本方法利用双梯度液相色谱 (DGLC) 建立了在线二维柱切换法同时测定饲料中脂溶性维生素 ADE 含量的方法, 与常规方法比较, 本法简便、快速, 简化了样品前处理过程, 提高样品分析效率。

IC检测解决方案

赛默飞离子色谱法测定饲料中甜菜碱的含量

甜菜碱具有较好的诱食作用，并能提供大量幼畜新陈代谢所需甲基，具有促进生长、改善胴体品质的功效，因而广泛用作饲料添加剂。甜菜碱为三甲基甘氨酸，不具有特征紫外吸收，相较于HPLC-ELSD或者LC-MS的高成本分析方法，选用阳离子柱交换分离-非抑制电导检测具有成本低、方法简单等优势。方法选用阳离子交换分离柱IonPac SCS1，10分钟之内即可完成一次样品分析，且甜菜碱与常见阳离子之间分离度较好。

样品前处理：精确称取饲料样品2.5g（精确至0.0001g），置于100mL的高纯度聚丙烯酯瓶中，准确加入50mL超纯水，混合后置于振荡器上以300r/min剧烈震荡30min，静置10min过滤。取3mL滤液于离心管中，加入3mL三氯甲烷，剧烈震荡后放置10min，5000r/min离心10min，移取上层清液过0.22 μ m滤膜。如发现样品水溶液中仍明显含有色素等有机物质，建议用Onguard RP柱净化处理并稀释到合适倍数后上机测定。

色谱条件：IonPac SCS1，250 \times 4mm(P/N: 061521)；IonPac SCG1，50 \times 4mm (P/N: 061523)，50 \times 4mm；淋洗液：3.0mmol/L MSA（含10%乙腈）；流速：1.0mL/min；检测方式：非抑制电导；进样体积：25 μ L。

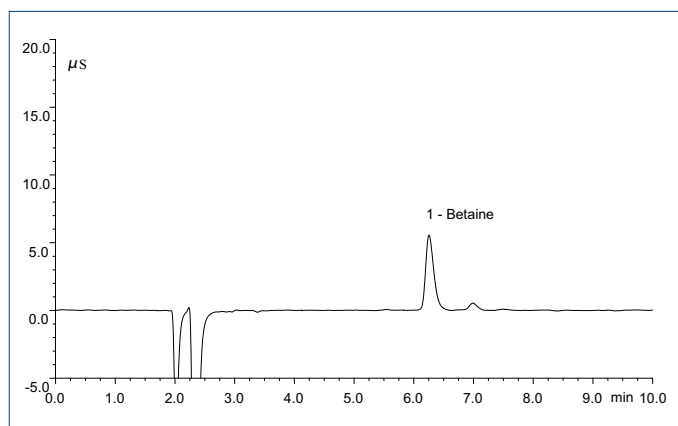


图1. 饲料样品中甜菜碱分离谱图

部分样品中甜菜碱加标回收测定结果：

	测得值 (mg/L)	原样浓度 (g/kg)	加标量 (mg/L)	加标后 (mg/L)	回收率 (%)
饲料样品1	96.29	1.926	80.00	176.66	100.5
饲料样品2	86.47	1.729	100.00	187.61	101.0
饲料样品3	93.39	1.868	100.0	194.19	100.7

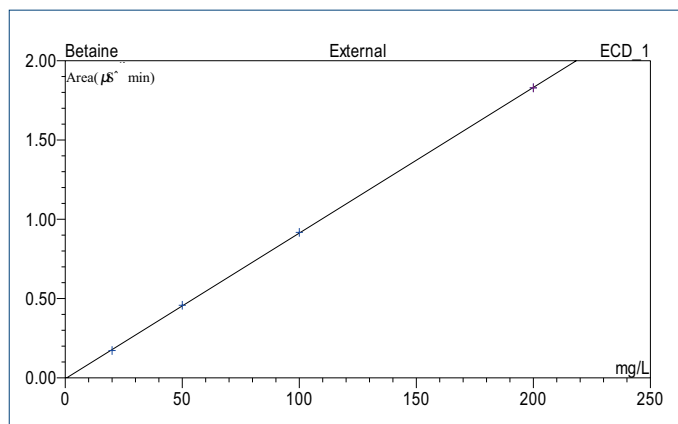


图2. 甜菜碱标准曲线

甜菜碱线性范围及相关系数：

No.	Peak Name	Cal.Type	Coeff.Det.	Offset	Slope	Range (mg/L)
1	甜菜碱	LOff	0.9999	-0.0057	0.0092	20-200

此外，饲料中胆碱、氟、亚硝酸、硝酸、碘、硫氰酸盐等离子物质，甚至氨基酸和糖类物质也均可以采用离子色谱法进行检测。

AA、ICP-OES、ICP-MS检测解决方案

赛默飞iCE3500测定大麦粉、大米粉、大豆粉中Pb、Cd

由于环境污染等因素，不同饲料或食品中也可能积累相当浓度的重金属。对这些元素，有毒有害元素要严格控制。铅、镉可在人体内逐渐积累引起急性慢性中毒，造成对神经、骨骼、肾脏、造血等系统的损害。本文采用赛默飞iCE3500测定大麦粉、大米粉、大豆粉中Pb、Cd元素。

仪器： iCE 3500

试剂及标准品： 高纯硝酸， 单元素储备液

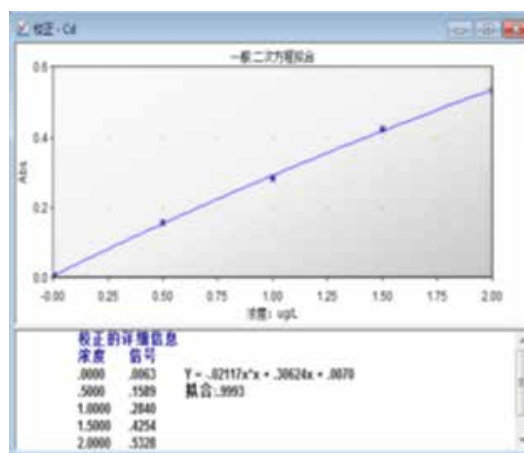
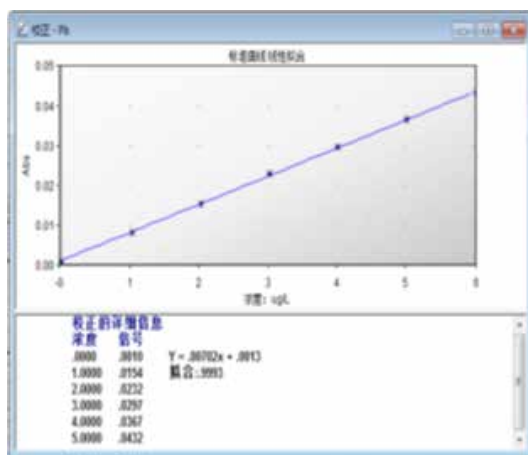
样品测定： 准确称取粉末样品0.5000g于微波消解罐中，加入5mL HNO₃，4mL H₂O，盖盖后进行微波消解，待程序结束冷却赶酸后，采用超纯水稀释，定容至20mL，摇匀后直接进样测定。

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 (μL)
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	1
Cd 228.8	600	20	150	1200	3	1

标准工作曲线：



样品测试结果：

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

本文采用赛默飞iCE3500石墨炉原子吸收法测定大麦粉、大米粉、大豆粉中Pb、Cd元素，灵敏度高，结果稳定可靠。

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