

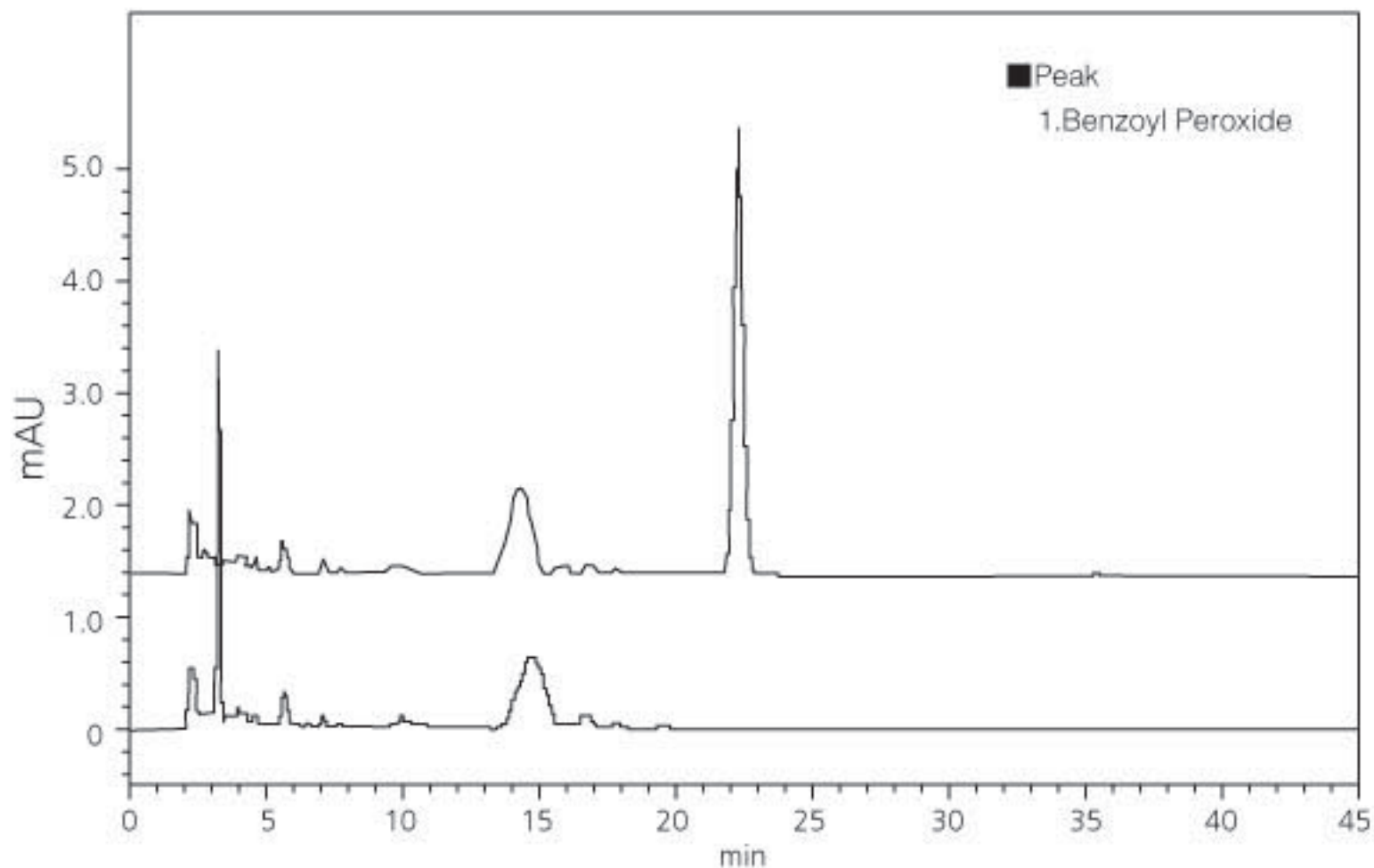
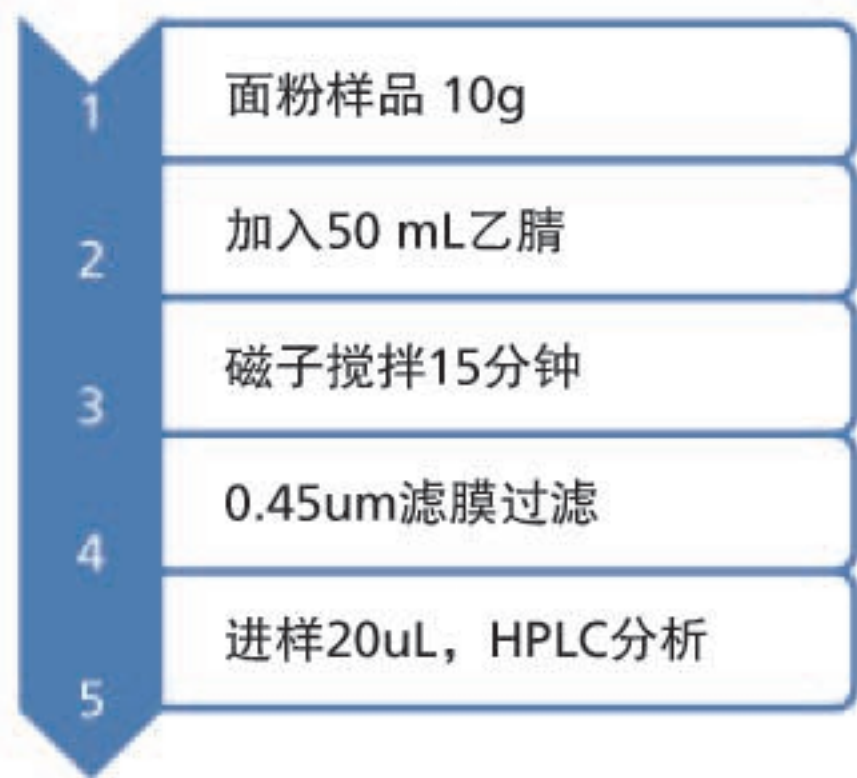
粮油中添加剂、生物毒素等的检测

粮油检测涉及各个方面内容，其中液相色谱为粮油中各种添加剂、生物毒素等的检测和确认提供了诸多便利。除了稳定剂、增白剂、防腐剂等较常规的添加剂检测外，岛津公司一直致力于在复杂样品分析中为用户提供快捷、准确的检测技术，例如针对粮油食品的生物污染检测，主要是真菌（霉菌）毒素的污染，如黄曲霉毒素、F2毒素、赭曲毒素、T2毒素、呕吐毒素DON等。

粮油中添加剂的检测

■ 岛津液相色谱分析面粉中的过氧化苯甲酰

应用于面粉的增白剂几乎全是过氧化苯甲酰，这种添加剂一般在制粉工艺的尾路加入，经过混合后打包出厂。存在的问题是，这种十万分之几的添加比例，经过有限的搅拌很难达到均质的程度，其增白的效果自然大打折扣，很多厂家通过增加使用量达到增白效果，导致加入量超标。2011年2月11日卫生部等六部委发布通告，自2011年5月1日起，禁止在面粉生产中添加过氧化苯甲酰、过氧化钙，食品添加剂生产企业不得生产、销售食品添加剂过氧化钙、过氧化苯甲酰。



上方左图表示用于小麦粉中过氧化苯甲酰的样品前处理方法，经过简单处理，通过岛津液相色谱LC-20A系统可得到高灵敏度的分析结果，上方右图是为1.0 mg/L标准添加样品与空白样品的对比情况。（数据出自日本CSC）



岛津Prominence SPD-20A/20AV

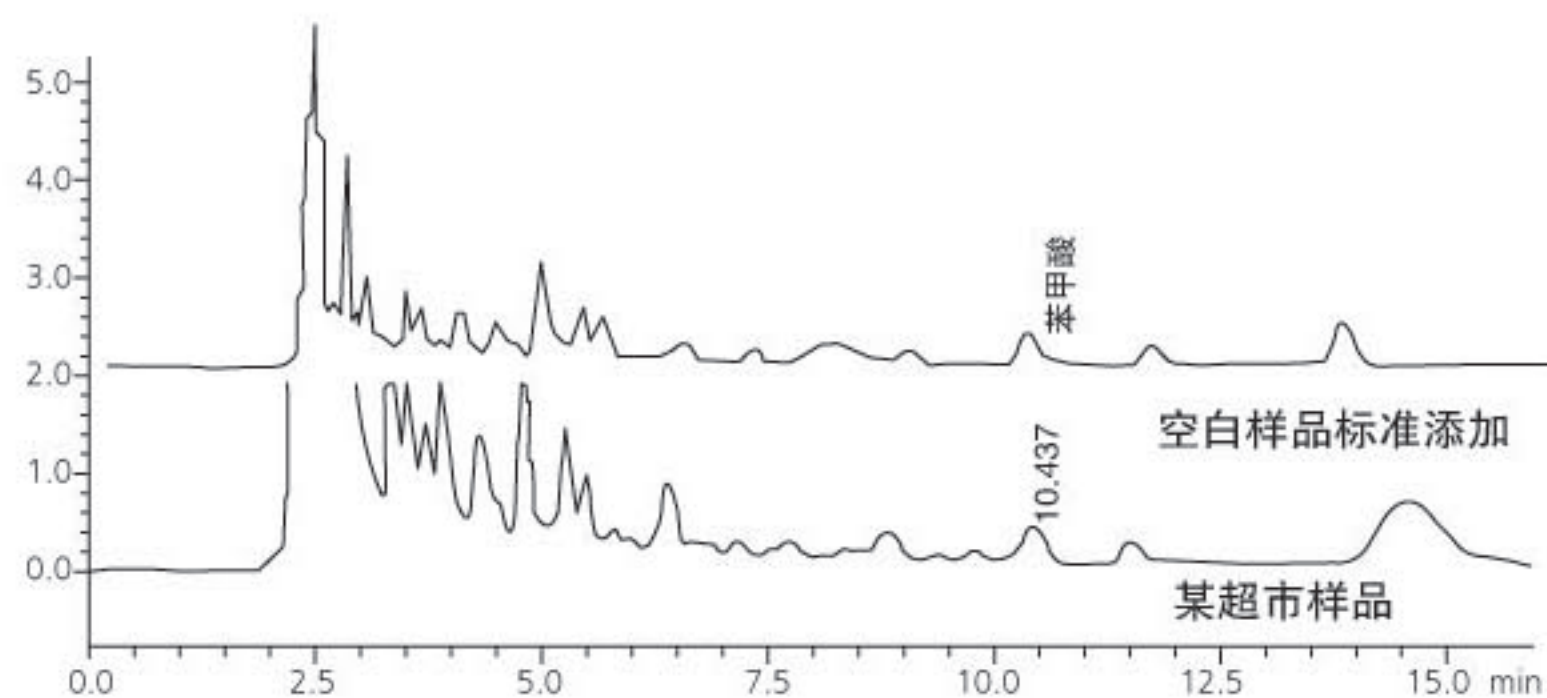
主要特点：

- ◆ 内置低压汞灯—紫外区域的波长校正，使波长确认变得简单（波长有效性报告自动生成）
- ◆ 温控检测池—可缓冲室温变化，使基线稳定，提高微量组分分析的可靠性
- ◆ 应用功能丰富—波长时间程序、双波长模式、比例色谱、紫外光谱扫描，提高实验效率

■ 岛津液相色谱分析食品中的防腐剂

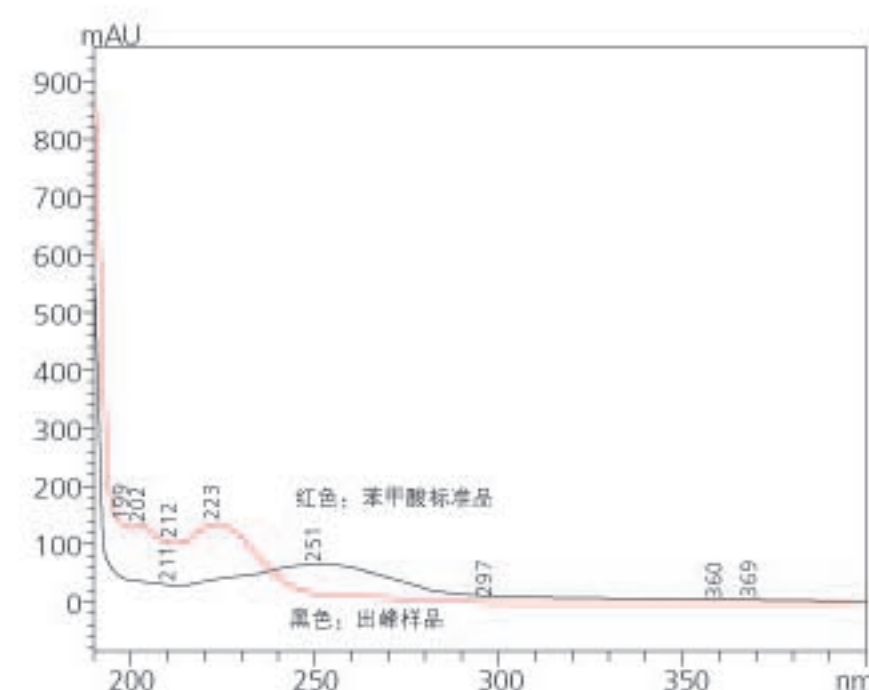
过氧化苯甲酰水解后生成的苯甲酸及其钠盐是广泛使用的食品防腐剂之一。对人体，苯甲酸有一定毒性，需限制使用。

苯甲酸的检测通常使用配有紫外检测器的HPLC，在230nm处进行检测，但是在实际检测中，由于样品种类繁多，基质复杂，干扰物多，使用紫外检测器仅有保留时间判断往往会出现假阳性结果，无法准确定性；而二极管阵列检测器，通过光谱图比较，可以排除假阳性结果，得到真实可靠的结果。



苯甲酸样品分析色谱图

(标准添加浓度为20mg/L，回收率为93%，数据由岛津分析中心提供)



光谱图对比

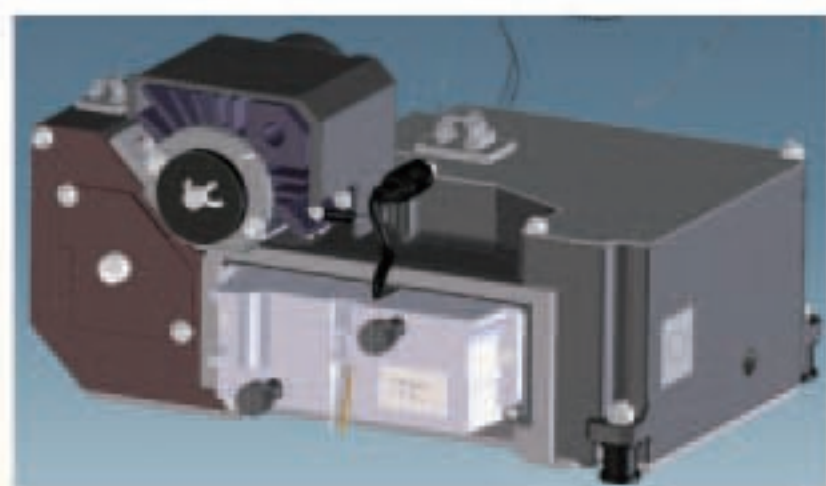
对照空白样品加标色谱图可看出，超市样品在苯甲酸保留时间附近有色谱峰，但该峰与苯甲酸标准光谱图计算谱图相似度，相似系数仅为0.693，另外，从光谱图的形状以及最大吸收波长等方面都可判断，此处出峰物质非苯甲酸。由此可看出，使用二极管阵列检测器，可有效排除假阳性结果。

主要特点：

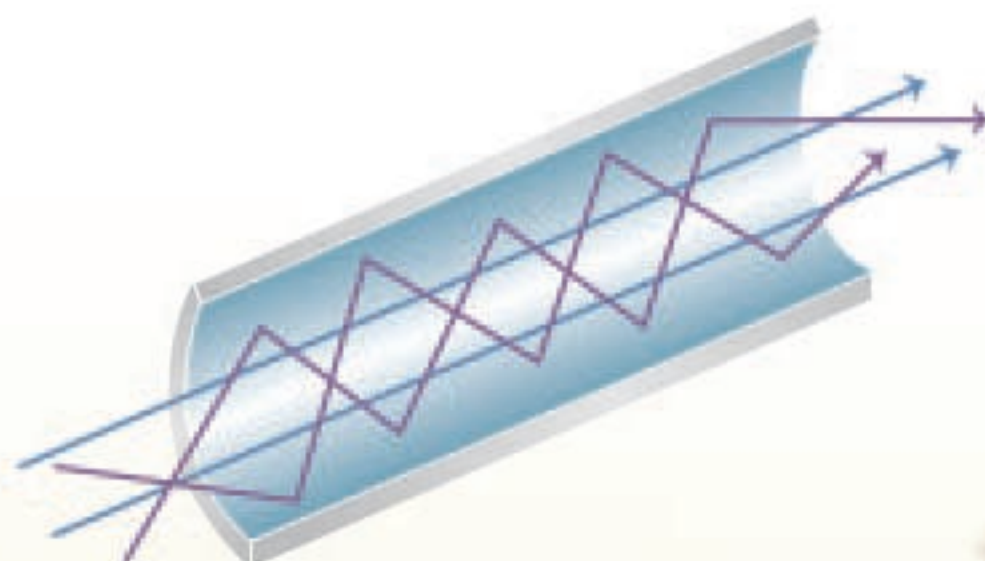
- ◆ 先进的控温技术—全温控光路系统，使系统噪音更低，结果输出更稳定
- ◆ 全反射毛细管池及高辉度灯—极低的噪音 0.2×10^{-5} AU，实现最高灵敏度
- ◆ 出色的谱图分辨能力—更优越的光学系统，苯谱图的峰顶与峰谷比率 $B/A=2.9$
- ◆ 智能数据处理功能—智能峰解卷积功能(i-PDeA)、智能动态范围扩展功能(i-DReC)



岛津Prominence SPD-M30A



全温控光路系统



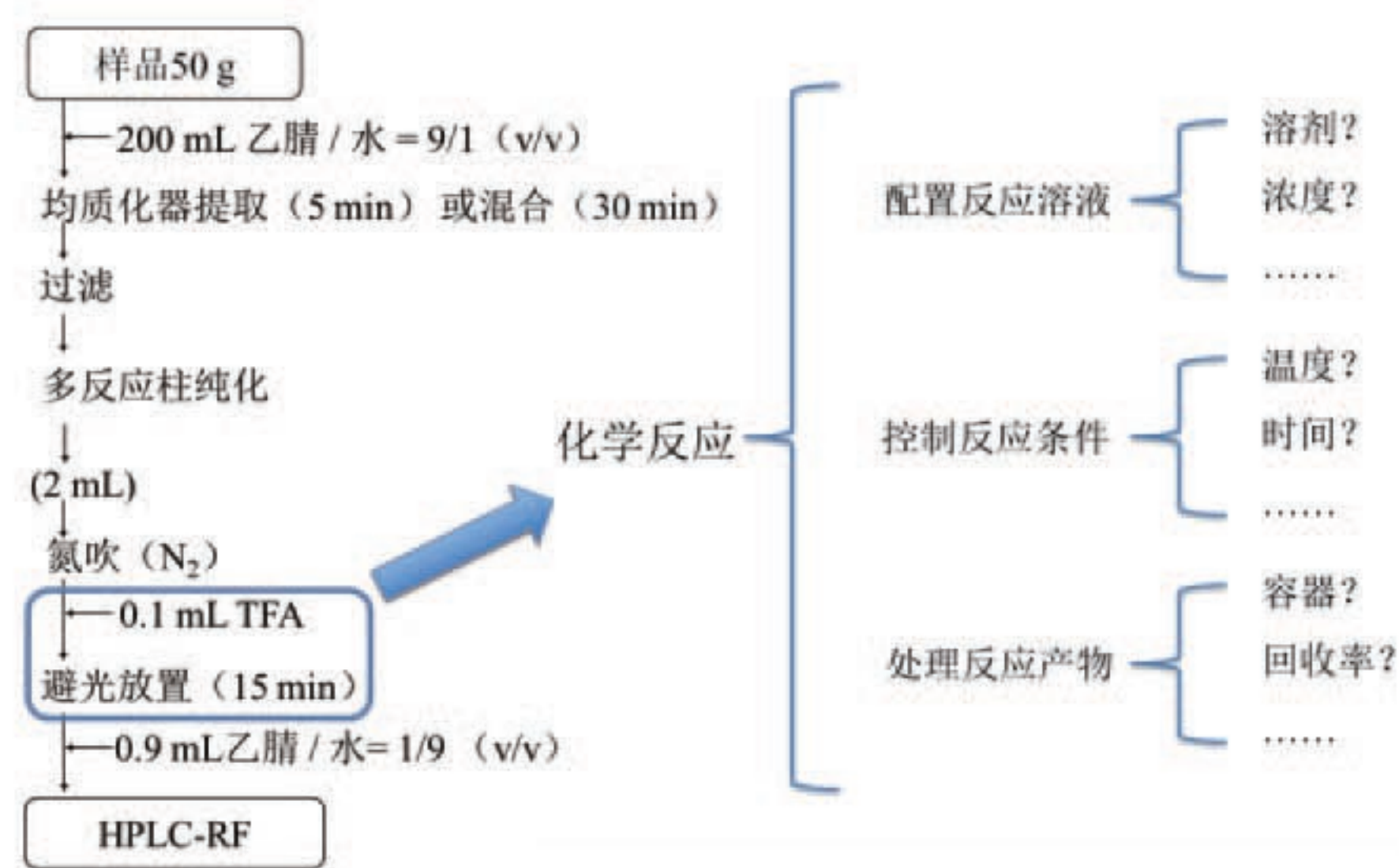
全反射毛细管池

粮油中添加剂、生物毒素等的检测

生物毒素的测定—岛津柱后衍生分析系统测定黄曲霉毒素

自2003年8月1日起，凡在我国境内从事米、面、油、酱油、醋生产加工的企业，其产品须经检验合格后方可上市。国家质检总局发布的《关于印发小麦粉等5类食品生产许可证实施细则的通知》中明确规定，黄曲霉毒素B1必须检测。目前关于黄曲霉毒素检测方法的国标有：GB/T 18979-2003 《食品中黄曲霉毒素的测定-免疫亲和层净化高效液相色谱法和荧光光度法》、GB/T 18980-2003 《乳和乳粉中黄曲霉毒素M1的测定-免疫亲和层净化高效液相色谱法和荧光光度法》。各国、各地区对于黄曲霉毒素的检出量有明确规定。

在反相色谱洗脱过程中，由于黄曲霉毒素在水中会发生荧光淬灭，因此，通常采用衍生化后荧光检测方法来进行分析。衍生方法一般有柱前及柱后两类，对于柱前衍生来讲，操作所需时间，人力成本较高，并且操作误差会对最终检测结果造成很大影响。

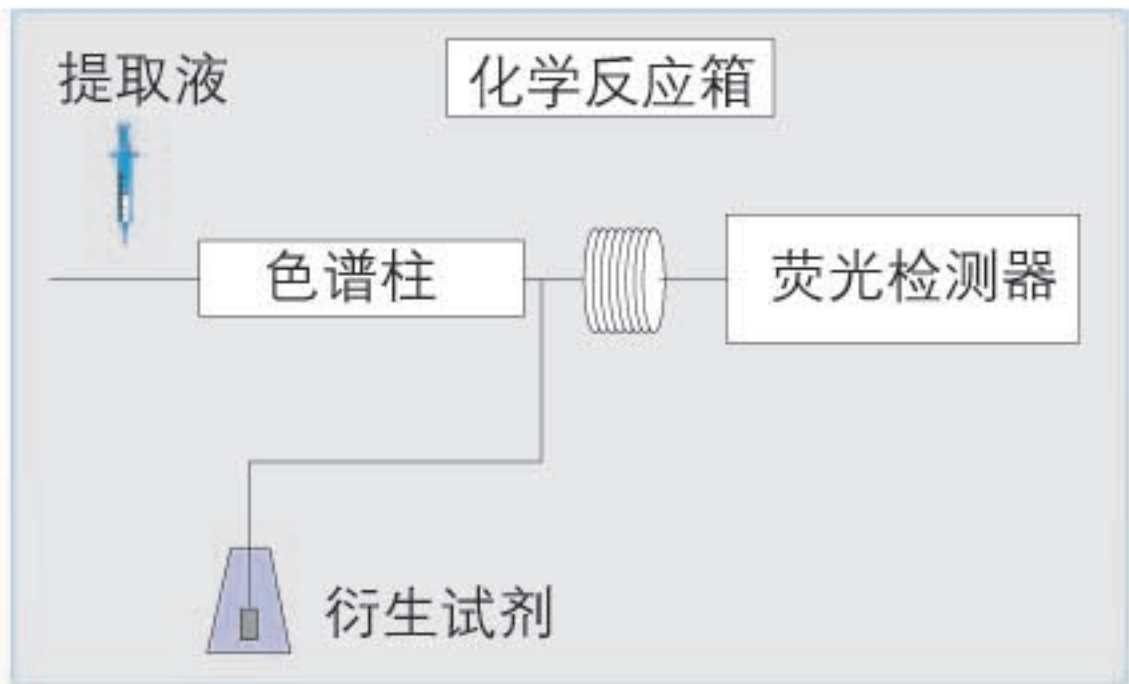


谷类、豆类等样品的前处理流程

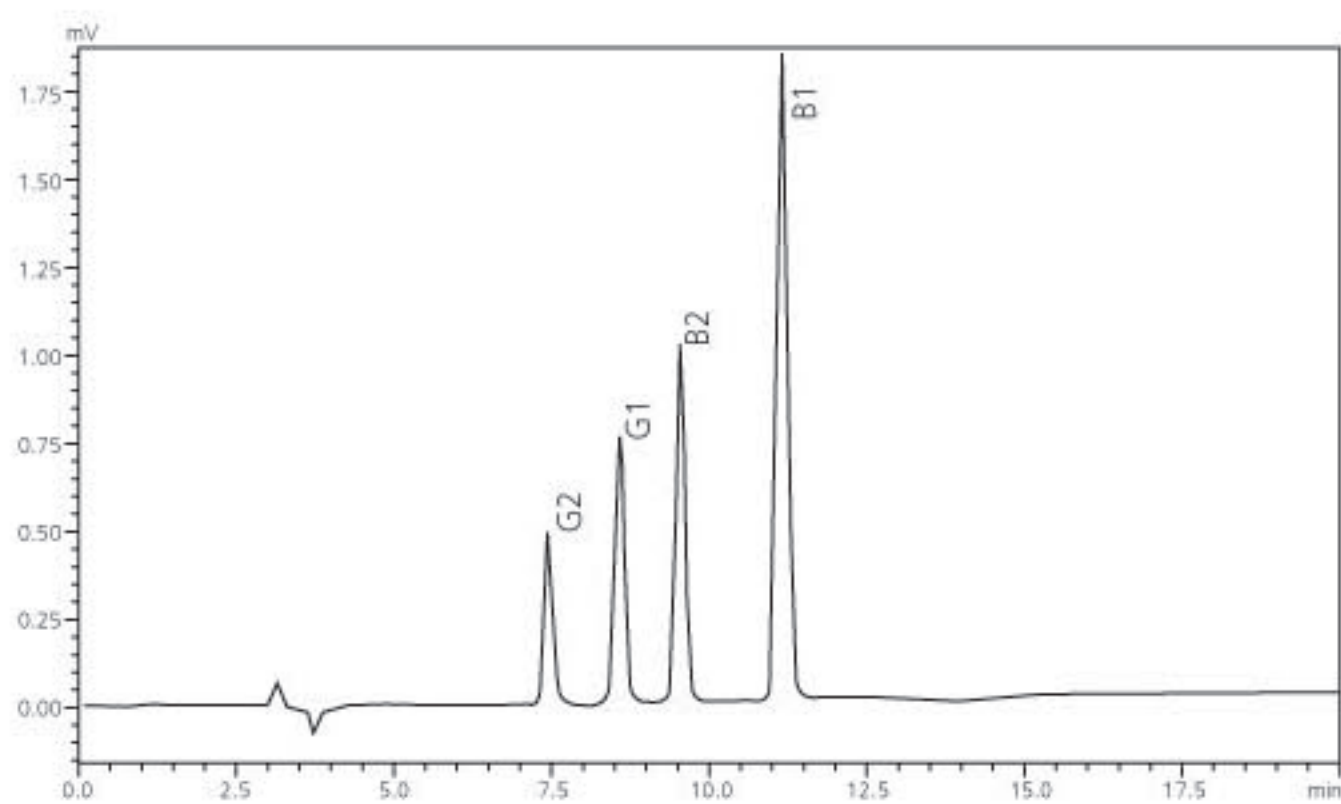
相比之下，柱后衍生（也称在线衍生）系统对提高分析效率以及确保结果重现性有很大意义。另外，样品经过色谱柱富集与纯化，其与衍生化试剂反应的效率及选择性更好，并且衍生化试剂不经过色谱柱，避免色谱柱污染，提高使用寿命。



岛津柱后衍生分析系统



使用岛津黄曲霉毒素在线碘衍生分析系统对实际样品中四种黄曲霉毒素进行分析，所得加标色谱图如右图所示。该分析方法简单，操作方便，灵敏度高，重现性好，回收率在89.5%~101.6%之间，适合黄曲霉毒素毒素类样品检测。



岛津在线衍生系统分析加标样品色谱图

组分	检出限 (ng/mL)	定量限 (ng/mL)	峰面积重现性 RSD	加标回收率% (括号内为加标浓度)
黄曲霉毒素G2	0.074	0.247	0.40%	101.6(3 ug/mL)
黄曲霉毒素G1	0.159	0.530	0.78%	100.8(10 ug/mL)
黄曲霉毒素B2	0.060	0.200	1.25%	93.7(3 ug/mL)
黄曲霉毒素B1	0.136	0.454	0.83%	89.5(10 ug/mL)

岛津在线衍生分析方法检出限、定量限与加标回收率

■ 超高灵敏度荧光检测器，无需衍生即可直接检测黄曲霉毒素

岛津RF-20Axs荧光检测器具有超高灵敏度，采用新设计的光学系统，使水的拉曼峰S/N 2000。凭借其超高灵敏度，可使黄曲霉毒素检测更为简便—不需衍生直接检测，右表展示了面粉样品未经衍生化而直接检测的精密度与灵敏度考察结果，可以看出，四种黄曲霉毒素的检测线远远低于相关法规要求。

精密度考察(n=6)								
	B1		B2		G1		G2	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
数值	13.601	599.0	10.946	937.0	9.230	199.0	7.551	494.0
%RSD	0.036	2.734	0.013	1.154	0.051	2.745	0.017	1.295
(B1 & G1: 20ng/L, B2 & G2: 5ng/L)								
LOD和LOQ (20 μL进样)								
	B1		B2		G1		G2	
LOD(ng/L)	2.98		0.39		6.41		0.57	
样品中相应含量值(ng/kg)	5.96		0.78		12.8		1.14	
LOQ(ng/L)	9.03		1.19		19.4		1.72	
*LOD,SN 3.3; LOQ,SN 10								



岛津Prominence RF-20A/20Axs

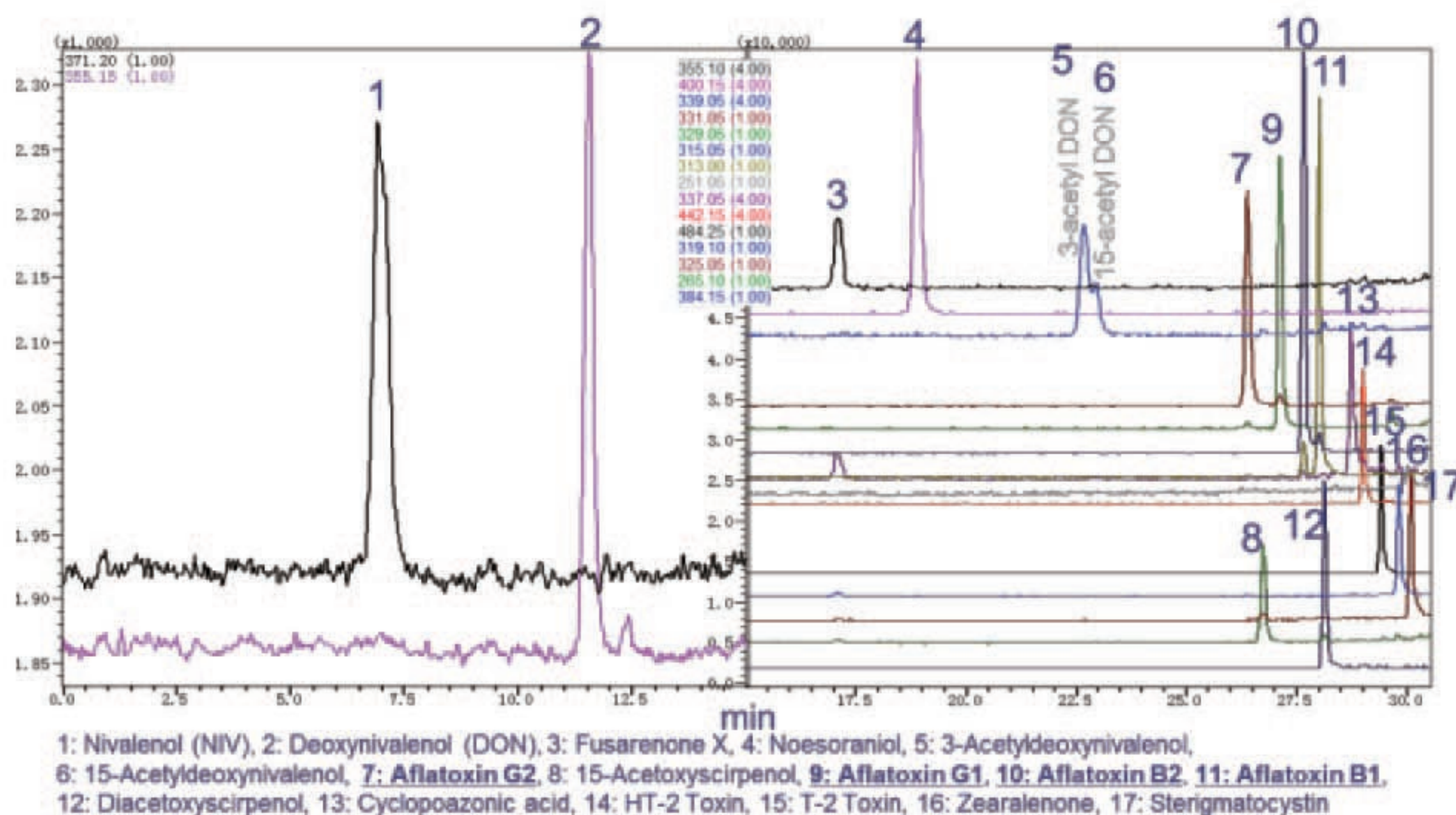
主要特点：

- ◆ 超高灵敏度—采用新设计的光学系统，使水的拉曼峰 S/N 2000
- ◆ 世界上唯一采用带冷却功能的温控检测池—避免检测池温度上升使峰强度降低，重现性恶化。
- ◆ 维护性大幅提高—不须使用工具，从仪器前部更换氙灯
- ◆ 内置低压汞灯—紫外区域的波长校正，使波长确认变得简单（波长有效性报告自动生成）

粮油中添加剂、生物毒素等的检测

全线LCMS以及LCMS/MS产品为基质更复杂、目标毒素种类更多的样品提供更高准确度、更高灵敏度和更高效率的解决方案

岛津公司具有全线LCMS和LCMS/MS产品，对于基质更为复杂，目标毒素种类更多的样品，提供更高准确度、更高灵敏度，更高效率的解决方案。下图为使用岛津公司LCMS产品测定多种霉菌毒素的结果，均可在极短时间内实现快速检测。



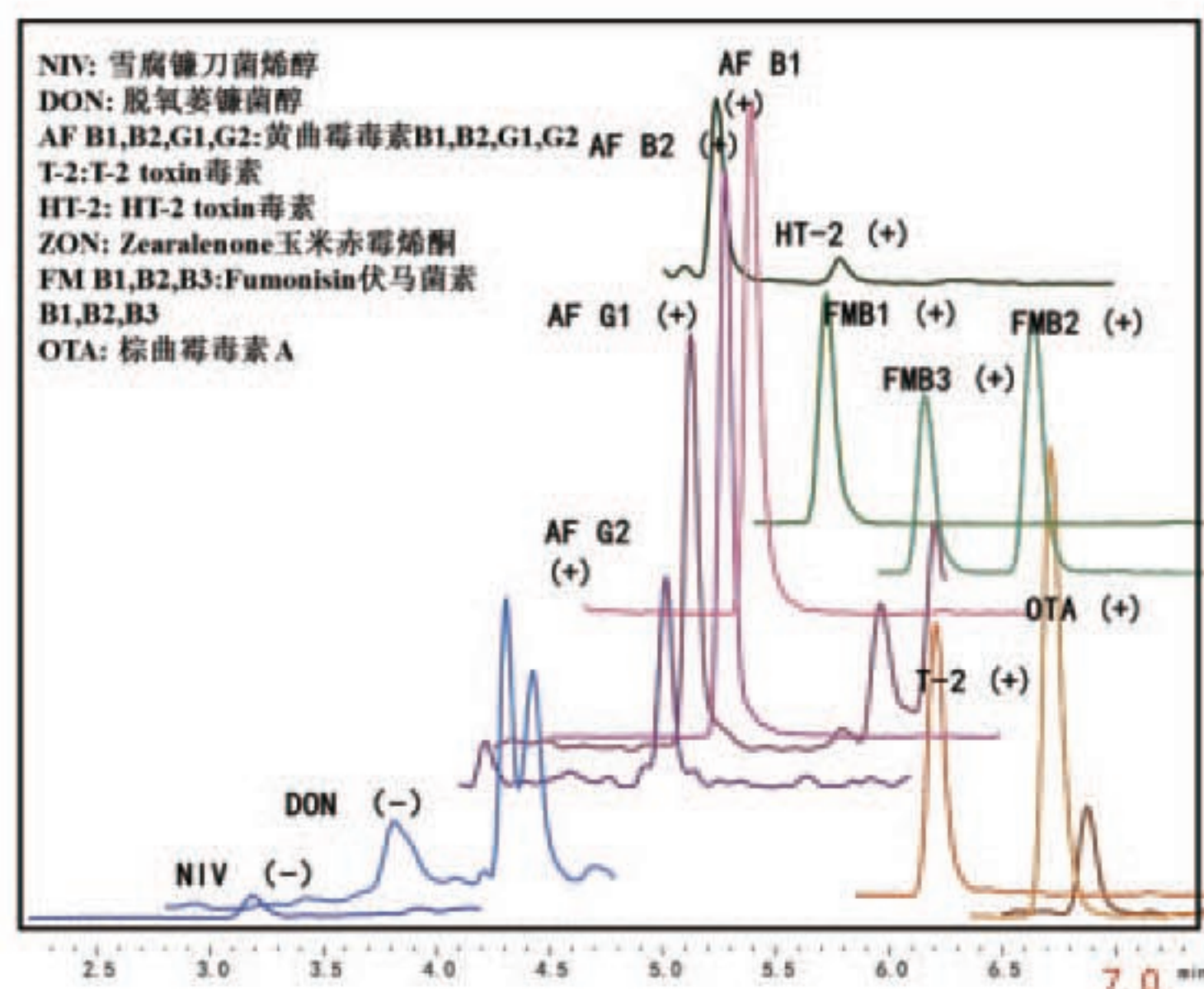
LCMS-2020对17种霉菌毒素的同时分析



岛津液相色谱质谱联用装置
LCMS-2020

主要特点:

- ◆ 超高灵敏度—利血平10pg, S/N>600(ESI+)
- ◆ 最快的质量扫描速度—15,000质量单位/秒
- ◆ 最快的正负极切换速度—15毫秒



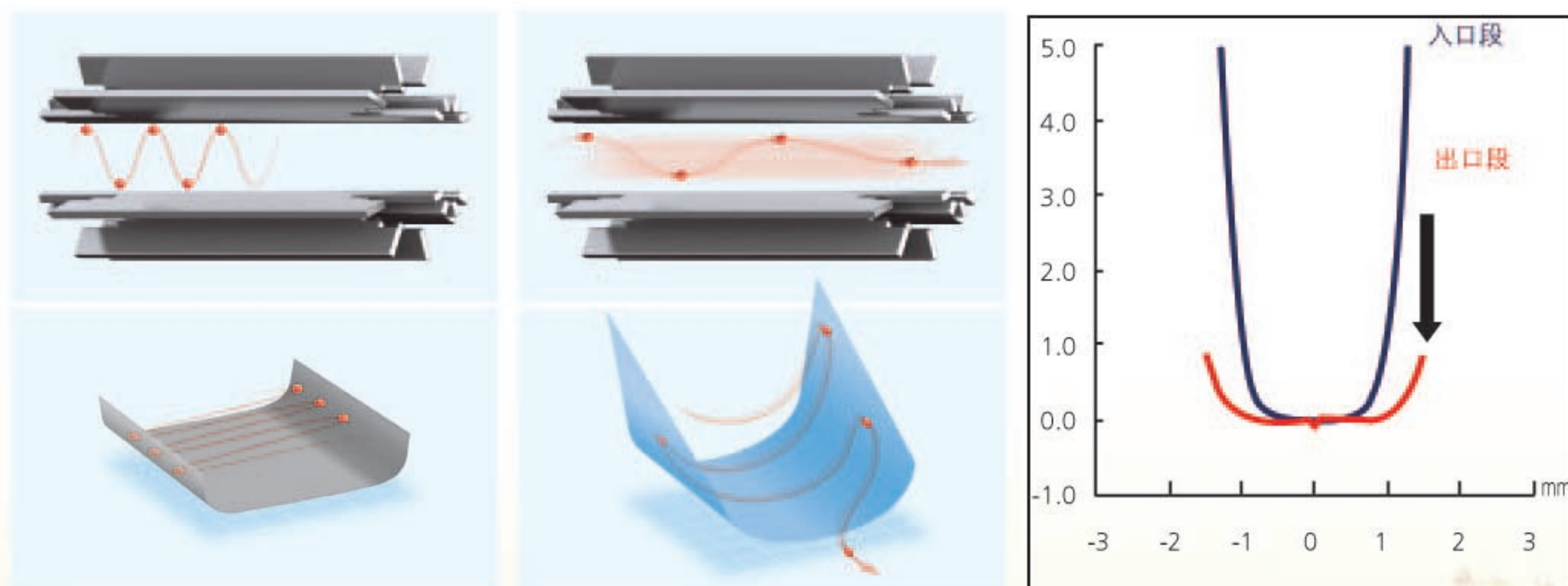
LCMS-8040对啤酒中多种霉菌毒素的同时分析
(岛津UFMS对于复杂基质也可以实现超快速准确检测，数据来源：朝日集团)

主要特点：

- ◆ UF Lens—更快速、更汇聚地快速传输离子
- ◆ UF Sweeper II —更高效排空碎片离子，抑制串扰，将交叉污染降至最低
- ◆ UF Switching—超快速极性切换技术，正负离子化切换仅需15ms，LCMS中最快的切换时间，满足不同样品正负离子模式同时检测
- ◆ UF Scanning—超快扫描速度，所有扫描模式下均能获得最高15,000u/sec的扫描速度



岛津液相色谱质谱联用装置
LCMS-8040



UF Sweeper II™ 碰撞室技术通过 Pseudo potential (赝势) 梯度快速传输离子