

月旭科技食品中赭曲霉毒素 A 的测定

1、适用范围

适用于食品中赭曲霉毒素 A 的测定（本实验用玉米为基质）

参考标准：《GB 5009.96-2016 食品安全国家标准食品中赭曲霉毒素 A 的测定》

2、溶液的配置

- 1) 标准工作液：准确移取 1.1mL 的标准品溶液，用甲醇溶解至 100ng/mL。
- 2) 氢氧化钾溶液（0.1mol/L）：称取 0.56g 氢氧化钾，加水至 100mL。
- 3) 乙酸水溶液（2%）：移取 20mL 冰乙酸，溶于 980mL 水。
- 5) 提取液：氢氧化钾溶液（0.1mol/L）-甲醇-水（2+60+38）
- 6) 淋洗液：氢氧化钾溶液（0.1mol/L）-乙腈-水（3+50+47）
- 7) 洗脱液：甲醇-乙腈-甲酸-水（40+50+5+5）
- 8) 乙腈-2%乙酸水溶液（50+50）

3、提取步骤

称取 10.0 g（精确至 0.01g）样品，加入 50 mL 提取液，在涡旋振荡器上振荡 3min-5 min，用定性滤纸过滤，取 10mL 滤液至鸡心瓶中，加入 20mL 石油醚，在涡旋振荡器上振荡 3min-5 min，静置分层后，取下层溶液，用滤纸过滤，取 5mL 滤液进行固相萃取净化

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®P-SAX 规格：150 mg/6mL。

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

活化：5 mL 甲醇、5 mL 提取液, 弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：5mL 淋洗液，5mL 水，5mL 甲醇，弃去，抽干小柱；

洗脱：5mL 洗脱液洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干

将洗脱液置于 45℃ 下氮吹吹干，用 1mL 乙腈-2%乙酸水溶液溶解，过 0.22 μ m 有机滤膜，上机测定。

5、注意事项

- 1) 加标水平: 10g 样中, 分别加入 0.1mL100ng/L 混标, 最终定容到 1mL, 因此加标水平分别为 1μg/kg。最终机读数为 1ng/mL。
- 2) 过滤时尽量避免损失, 使用玻璃漏斗。
- 3) 氮吹不要吹干, 近干即可。
- 4) 如果按照国标第二法玉米的提取方法, 发现回收率偏低; 尝试用其他提取方式提取, 回收能达到百分之七八十。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18 4.6×150mm, 5μm

流动相：A 冰乙酸-水 (2+100), B-乙腈

等度洗脱条件：A-B(50+50)

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：10μL

检测波长：激发波长：333nm，发射波长：460nm

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

7、色谱图或者加标回收率结果

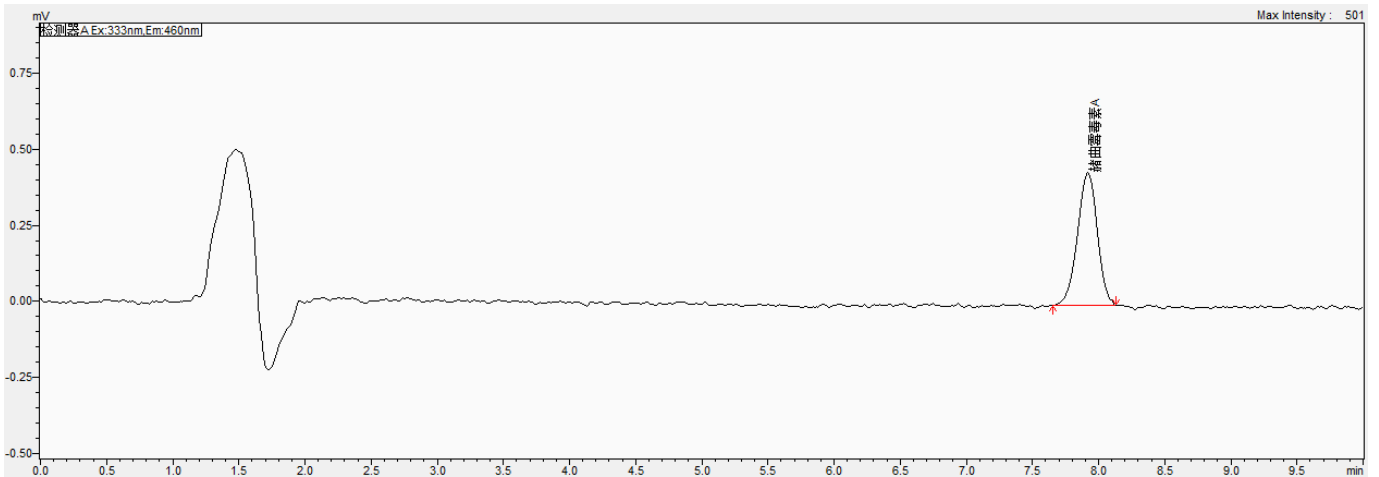


图 1.赭曲霉毒素 A 1ng/mL 图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	理论塔板数
	min		Mv	%		(EP)	(USP)
赭曲霉毒素 A	7.919	4605	437	100	0.966	--	12494

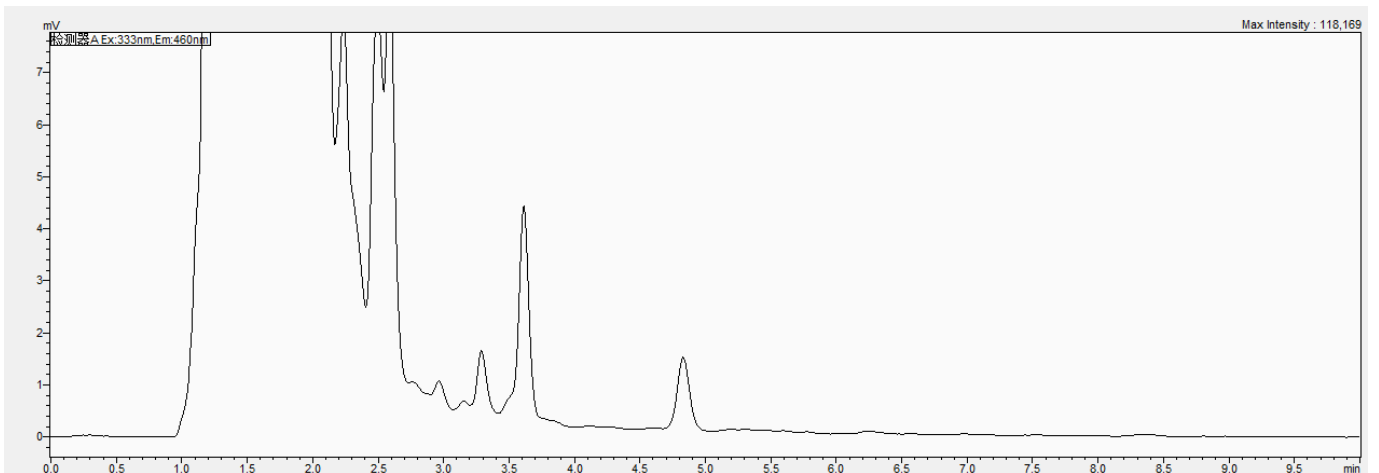


图 2 样品图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

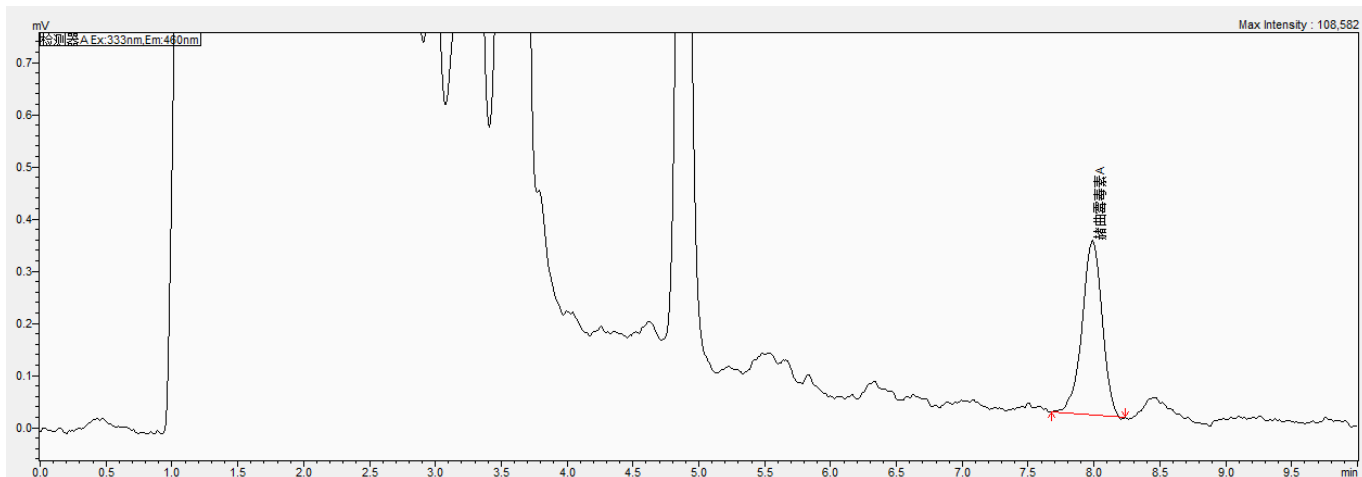


图 3 样品加标 1 μ g/kg 图谱

表 2 加标回收表

名称	加标水平 μ g/kg	回收率%			平均回收 率%	RSD% (n=3)
		86%	81%	82%		
赭曲霉毒素 A	1	86%	81%	82%	83%	3.28%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00524-20043	SPE 小柱	Welchrom® P-SAX , 150mg/6ml, 30pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺 纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

		11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22 μ m, 100pk
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate [®] XB-C18, 4.6 \times 150mm, 5 μ m
00826-0029S10 0ANVC	赭曲霉毒素 A 标准品	CAS No. : 303-47-9, 100 μ g/ml 于 乙腈, 1.1ml

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000 E-mail: lingyuyu@welchmat.com