

乳和乳制品中黄曲霉毒素 M1 的测定

- (1) 执行标准：《GB 5413.37—2010 食品安全国家标准 乳和乳制品中黄曲霉毒素 M1 的测定》
- (2) 质控指标

项目	依据标准	限量
黄曲霉毒素M1	5413.37—2010	0.5µg/kg

(3) 样品前处理：

牛乳样品：

- 1) 称取 50ml 牛乳样品，加热到 35℃~37℃；
- 2) 于 10000r/min 离心 15min；
- 3) 去除乳脂及沉淀，取下层全部溶液用于上样检测。

稀释倍数：0.02

固体奶粉及制品：

- 1) 10g 固体样品，用 50ml 50℃热蒸馏水溶解混匀；
- 2) 冷却至 20℃，并定容至 100mL；
- 3) 于 10000r/min 离心 15min；
- 4) 去除乳脂及沉淀；
- 5) 取下层溶液 10ml，用蒸馏水定容至 50ml；
- 6) 取定容后的液体，全部用于上样检测。

稀释倍数：1

取出免疫亲和柱，将上方塞子取出斜剪断，再插回亲和柱上；(3ml 的免疫亲和柱去掉上方塞子，安装上转接头，将转接头另一端与针筒固定后使用)

将柱子与气控操作架上的针筒连接固定，处理后的溶液上样；

去掉亲和柱下方堵头，调节开关，使液体以 1~2d/s 的速度流出；

待液体排干后，更换新针筒，用 10mL 蒸馏水洗涤 1 次，流速 2~3d/s；

待液体排干后，更换新针筒，上样 1mL 甲醇，用样品瓶接洗脱液，流速 1d/s；

洗脱后液体可用于检测。

注意事项：

- * 使用前，免疫亲和柱需回至室温（22~25℃）。
- * 每次上样前都要将上次液体完全排干。
- * 也适用于 GB 5413.37-2010。

(4) 实验条件及图谱

液相色谱参考条件：

色谱柱：Venusil XBP C18 (L)，2.1×150，5µm

流动相：A 相，0.1% 甲酸溶液；B相，乙腈-甲醇溶液=1:1。

流速：0.3 mL/min；柱温：35 ℃；试液温度：20 ℃；进样量：10µL

梯度洗脱：

时间（min）	流动相A%	流动相B%	梯度变化曲线
0	68.0	32.0	-
4.2 0	55.0	45.0	6
5.0 0	0.0	100.0	6
5.7 0	0.0	100.0	1

6.0 0	68.0	32.0	6
注:1为即时变化, 6为线性变化。			

质谱参考条件:

检测方式: 多离子反应监测 (MRM), 详见表 1 中母离子、子离子和碰撞能量。

表 1 离子选择参数表

黄曲霉毒素	母离子	定量子离子	碰撞能量	定性子离子	碰撞能量	离子化方式
M1	329.0	273.5	22	259.5	22	ESI+

离子源控制条件

电离方式	电喷雾电离, 负离子
毛细管电压 (kV)	3.5
锥孔电压 (V)	45
射频透镜1电压 (V)	12.5
射频透镜2电压 (V)	12.5
离子源温度 (℃)	120
锥孔反吹气流量 (L/h)	50
脱溶剂气温度 (℃)	350
脱溶剂气流量 (L/h)	500
电子倍增电压 (V)	650

(5) 订货指南

产品名称	订货号	报价 (元)
Venusil XBP C18 (L)	VX951502-L	3200
黄曲霉毒素 M1 免疫亲和柱 3 mL	BAC09003-1	2800