

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 °C; 试液温度: 20 °C; 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	-
4.20	55.0	45.0	6
5.00	0.0	100.0	6
5.70	0.0	100.0	1

6.00	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 (°C)	120
锥孔反吹气流量 (L/h)	50
脱溶剂气温度 (°C)	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