

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（本实验用菜籽油为基质）

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、溶液的配制

- 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) 提取液：甲醇：水=8:2 量取甲醇 800mL，水 200mL，混匀。
- 3) 磷酸缓冲液：称取 8.0g 氯化钠，1.2g 磷酸氢钠，0.2g 磷酸二氢钾，0.2g 氯化钾溶解于 990mL 水中，用浓盐酸调节 pH=7.0，用水稀释至 1L。
- 4) 乙腈-2%乙酸水溶液（50+50）
- 5) 乙酸水溶液（2%）：移取 20mL 冰乙酸，溶于 980mL 水。

3、提取步骤

- 1) 称取 5.0 g（精确至 0.1g）样品于离心管中，加入 1g 氯化钠，10ml 提取液，振荡，超声 20min，离心 8000r/min 10min，移取上清液；往原先离心管中再加入 10ml 提取液，再提取一次，移取上清液后；再加入 5ml 提取液，再提取一次，合并三次上清液
- 2) 准确移取 15mL 上清液，加入 30mL 磷酸缓冲液，混匀，并过玻璃纤维滤纸，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱 规格： 3mL。

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：将赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱放置到室温，然后将小柱中的缓冲液流出，弃去；

上样：取净化液 30mL 上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：10mL 磷酸缓冲液，10mL 水，弃去，抽干小柱；

洗脱：2mL 甲醇洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干

将洗脱液置于 45℃ 下氮吹吹干，用乙腈-2%乙酸水溶液复溶并定容到 1mL，上机测定。

5、注意事项

- 1) 加标水平：5g 样中，分别加入 0.05ml 和 0.125ml 100 μ g/L 标准工作液，最终都给定容到 1ml，因此加标水平分别为 1 μ g/kg 和 2.5 μ g/kg，最终机读数为 2ng/mL 和 5ng/mL。
- 2) 氮吹不要吹干，近干即可。
- 3) 本实验采取多次提取，效果会比提取一次要好。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18 4.6 \times 150mm, 5 μ m

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：10 μ L

检测波长：激发波长：333nm，发射波长：460nm

7、色谱图或者加标回收率结果

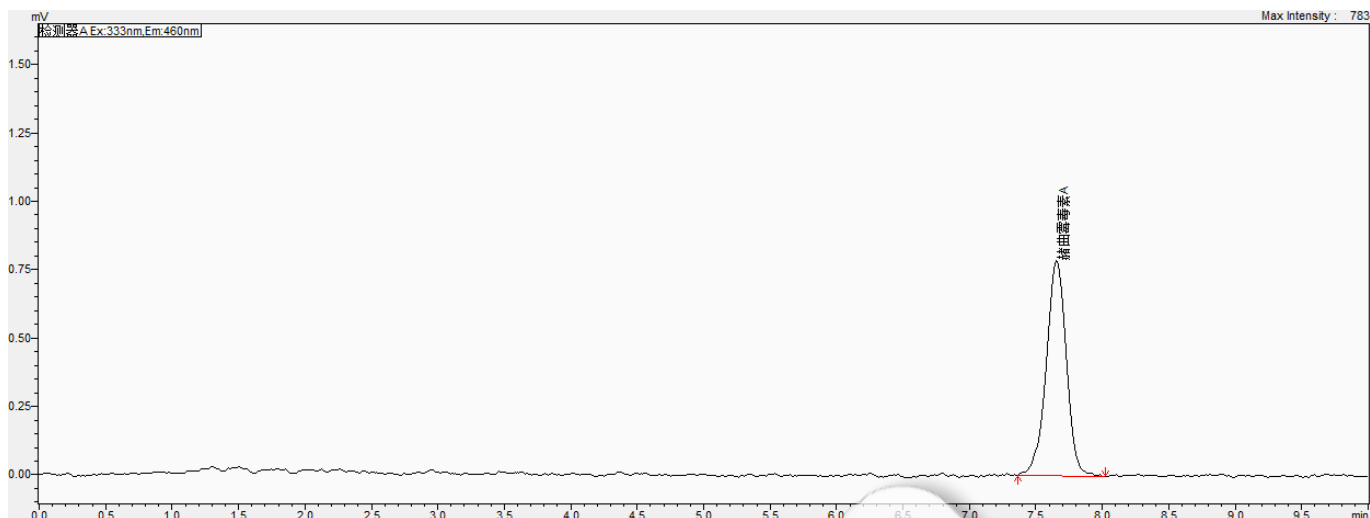


图 1.赭曲霉毒素 A 2ng/mL 图谱

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	7.653	8309	786	100	0.973	--	11748

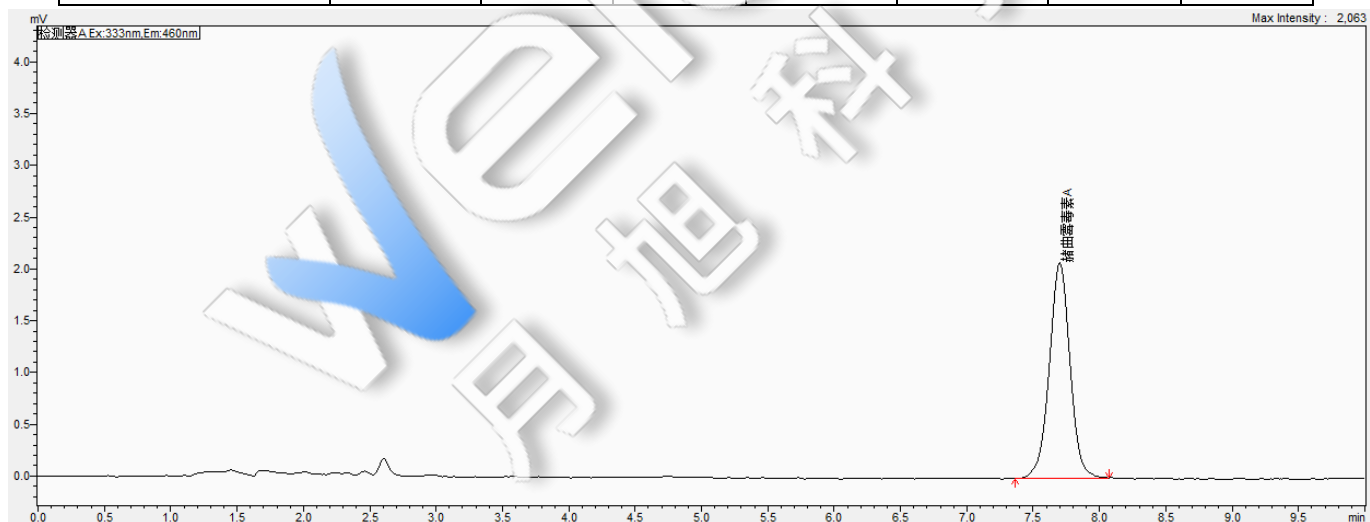


图 2 赭曲霉毒素 A 5ng/mL 图谱

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

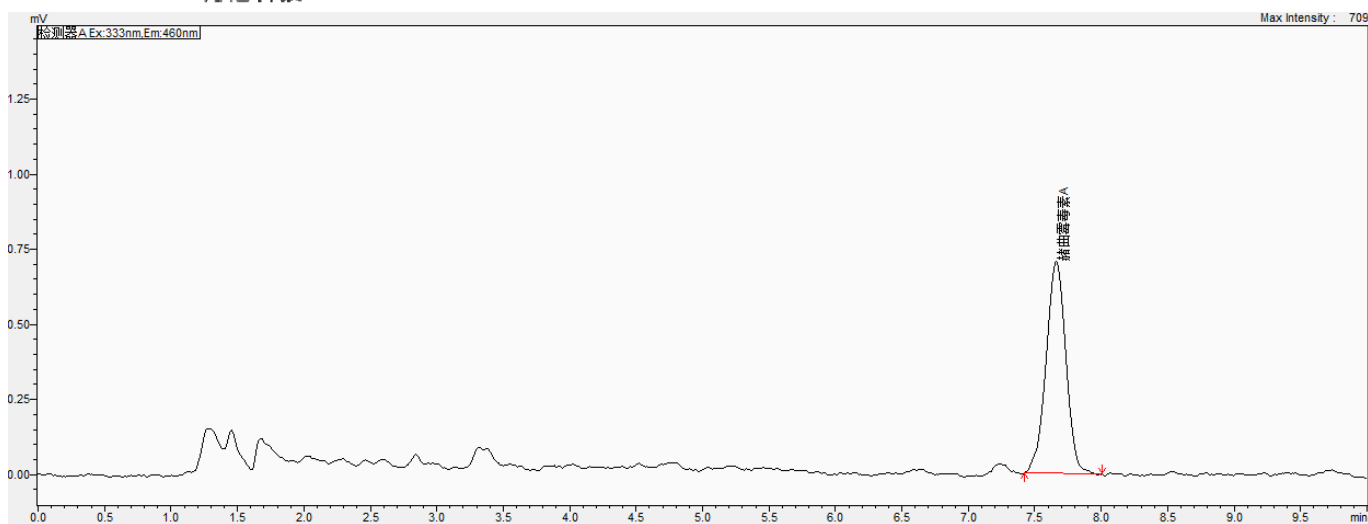


图 3 样品加标 1 μ g/kg 图谱

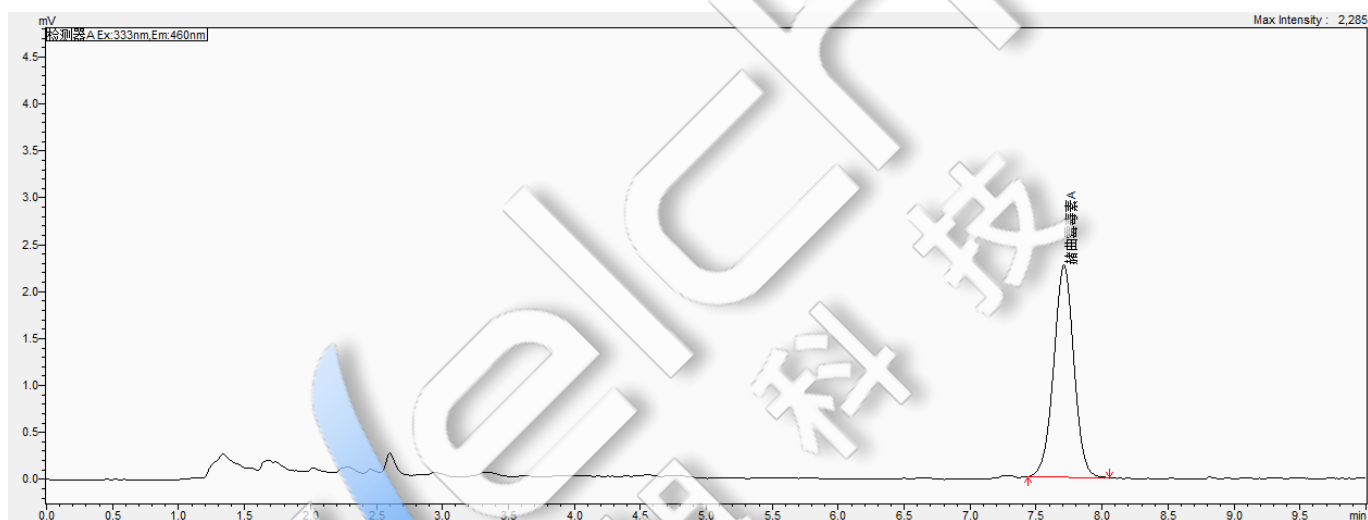


图 4 样品加标 2.5 μ g/kg 图谱

表 2 加标回收表

名称	加标水平 μ g/kg	回收率	RSD 值
赭曲霉毒素 A	1	88%	0.38%
	2.5	97%	0.10%

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

8、相关产品信息

货号	名称	规格
01140-06032	赭曲霉毒素 A	3ml, 15 支
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 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm
00826-0029S10 0ANVC	赭曲霉毒素 A 标准品	CAS No.: 303-47-9, 100μg/ml 于 乙腈, 1.1ml
1827-110	玻璃纤维滤纸	直径 11cm, 孔径 1.5μm, 无荧光特性

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