

## 大豆油中黄曲霉毒素的测定

### 1、适用范围

适用于大豆油中黄曲霉毒素的测定

参考标准：《GB 5009.22-2016 食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》

### 2、溶液的配制

标准使用液：将 1mL 标准储备液（1 $\mu$ g/mL）转移至 100ml 容量瓶中，用乙腈定容至刻度。浓度为 10 $\mu$ g/L。

磷酸盐缓冲溶液（PBS）：称取 8.00g 氯化钠、1.20g 磷酸氢二钠、0.20g 磷酸二氢钾、0.20g 氯化钾，用 900ml 水溶解，用盐酸调节 pH 至 7.0，用水定容至 1L。

70%甲醇水：量取 700ml 甲醇，加入 300ml 水，混匀。

### 3、提取步骤

称取 2g 试样，加入 10ml 70%甲醇水，涡旋混匀 2min，超声 15min，6000r/min 离心 5min，移取 4ml 上清液，加入 12ml PBS 待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® 黄曲霉毒素免疫亲和柱规格：3mL

回温：提前半小时将免疫亲和柱从低温条件下取出后，恢复至室温，将柱内液体放出

上样：待净化液全部上样，流速 1d/s，直至 2-3ml 空气通过柱体，弃去；

淋洗：10ml 水，流速 1-2 d/s，直至 2-3ml 空气通过柱体，弃去，抽干柱子；

洗脱：加入 1mL 甲醇洗脱，流速 1d/s，抽干柱子；将搜集到的洗脱液置于洁净的离心管中，用流

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

动相定容至 2ml，过 0.22 $\mu$ m 滤膜后供液相色谱测定。

## 5、注意事项

- 1) 上样过程不能过快，保持在 1ml/min;
- 2) 加标水平：2g 样中，添加 0.2mL 10 $\mu$ g/L 标准使用液，得到加标水平分别为 1.0 $\mu$ g/kg 最终定容到 2mL，机读数为 0.4 $\mu$ g/L。

## 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®ODS-3, 4.6 $\times$ 150mm,5 $\mu$ m

流动相：水：甲醇(55:45)

流速：1.0mL/min

柱温：40 $^{\circ}$ C

进样量：20 $\mu$ L

检测波长：Ex=360nm, Em=420nm。

## 7、色谱图或者加标回收率结果

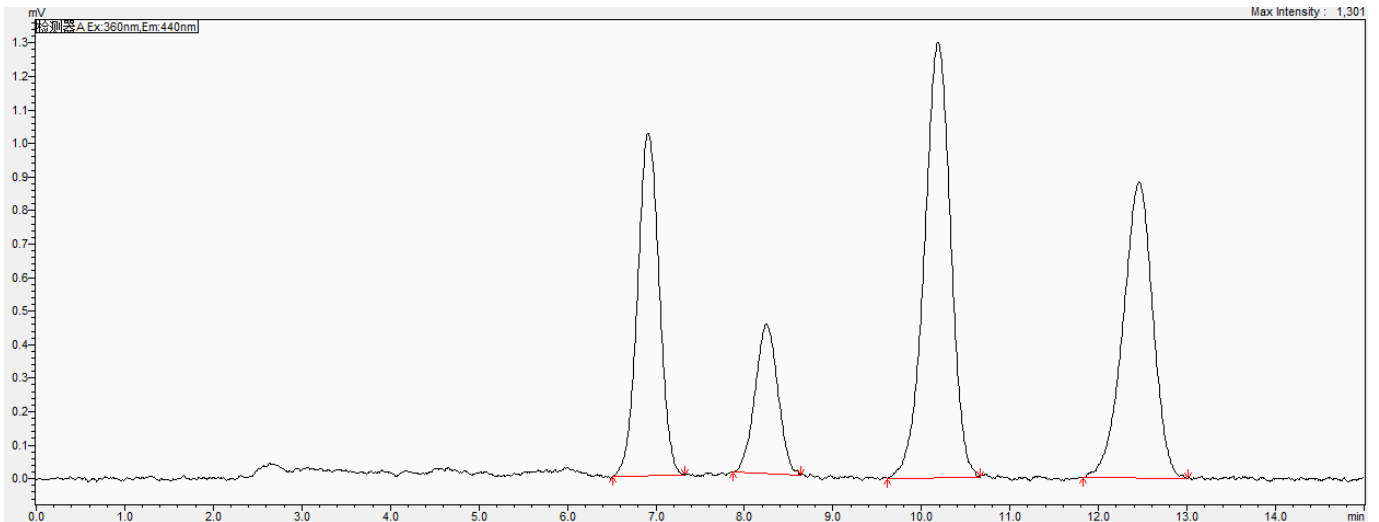


图 1.黄曲霉毒素标准品 0.4 $\mu$ g/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	拖尾因子	塔板数
1	G2	6.914	17349	1021	23.804	n.a.	1.002	3762
2	G1	8.245	7986	445	10.957	2.831	1.001	4540
3	B2	10.187	26747	1297	36.698	3.735	0.938	5481
4	B1	12.457	20803	884	28.542	3.878	0.920	6447

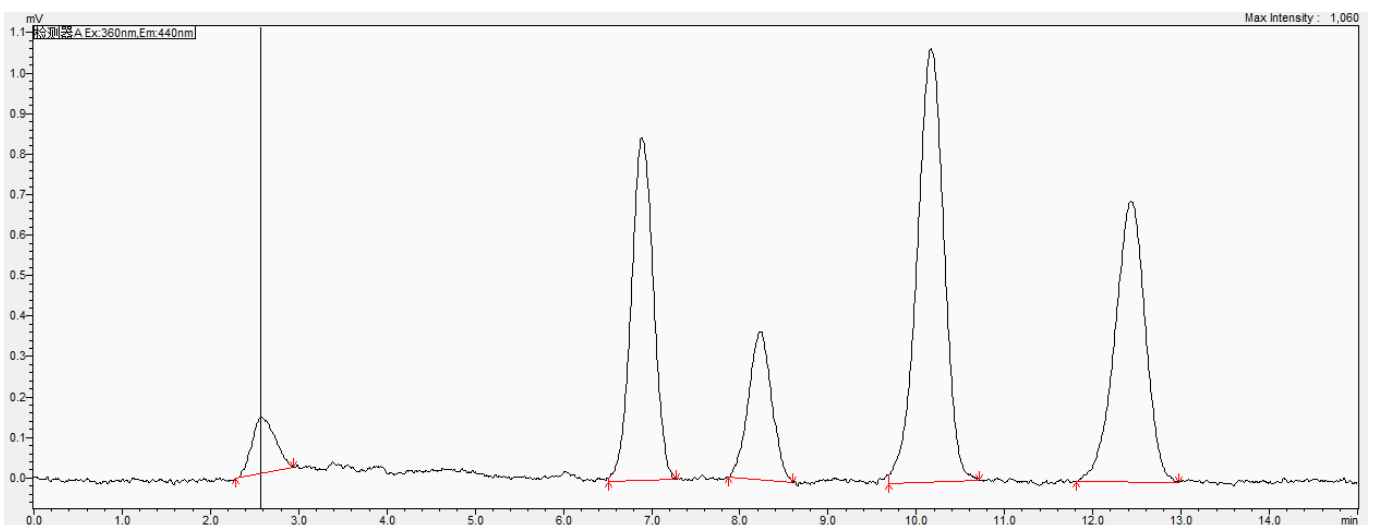


图 2.大豆油样品加标 1.0 $\mu$ g/kg 图谱

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:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：大豆油样品加标回收率

分类	加标水平 $\mu\text{g}/\text{kg}$	回收率%
黄曲霉 G2	1.0	84.9
黄曲霉 G1		83.8
黄曲霉 B2		85.0
黄曲霉 B1		80.5

## 8. 相关产品信息

货号	名称	规格
01140-00032	黄曲霉毒素免疫亲和柱	3ml, 15pk
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
00275-31041	液相色谱柱	Ultimate® ODS-3, 4.6×150mm, 5 $\mu\text{m}$
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0. 22 $\mu\text{m}$ , 100pk
00826-A239M 001ANWE	黄曲霉毒素 B1、B2、G1、 G2 混标	1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 于乙腈, 1.1 ml

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