



目录

(GB5009.24-2016)乳和乳制品中黄曲霉毒素 M1 的测定	2
(中国药典)酸枣仁中黄曲霉毒素 B1, B2, G1, G2 的测定 (液相色谱荧光法).....	5
离子交换固相萃取-HPLC 检测粮食赭曲霉毒素 A(OA)研究	10

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



(GB5009.24-2016)乳和乳制品中黄曲霉毒素 M1 的测定

案例来源:博纳艾杰尔; 应用编号: AF10018

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. 样品前处理

牛乳样品:

- 称取 50 mL 牛乳样品, 加热到 35°C~37°C;
- 于 10000 r/min 离心 15 min;
- 去除乳脂及沉淀, 取上层全部溶液用于上样检测。稀释倍数: 0.02 固体奶粉及制品:
- 10 g 固体样品, 用 50 mL 50°C 热蒸馏水溶解混匀;
- 冷却至 20°C, 并定容至 100 mL;
- 于 10000 r/min 离心 15 min;
- 去除乳脂及沉淀;
- 取上层溶液 10 mL, 用蒸馏水定容至 50 mL;
- 取定容后的液体, 全部用于上样检测。稀释倍数: 1

3. 操作步骤

- 取出免疫亲和柱, 将上方塞子取出斜剪断, 再插回亲和柱上; (3 mL 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 10 mL 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 1 mL 甲醇, 用样品瓶接洗脱液, 流速 1d/s;
- 洗脱后液体可用于检测。

4. 注意事项

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

5. 色谱条件

色谱柱: Venusil® XBP C18(L); 150 mm×2.1 mm, 5 μm;

流动相: A 液, 0.1% 甲酸溶液;

B 液, 乙腈:甲醇溶液 (1:1);

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



流速：1.0 mL/min； 柱温：35°C；
试液温度：20°C； 进样量：10 μL；

梯度洗脱：

时间(min)	流动相 A%	流动相 B%	梯度变化曲线
0	68	32	-
4.2 0	55	45	6
5.0 0	0	100	6
5.7 0	0	100	1
6.0 0	68	32	6

注：1 为即时变化,6 为线性变化。

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。

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

6.相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7209	黄曲霉素 M1	Aflatoxin M1	6795-23-9

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



7. 订货指南

产品名称	规格包装	订货号
Venusil® XBP C18(L)	2.1×250 mm, 5 μm, 100 Å	VX951502-L
黄曲霉毒素 M1 免疫亲和柱	3 mL	BAC09003-1

8. 质控指标

项目：黄曲霉毒素 M1

标准：GB5413.37—2010

限量：0.5 μg/kg

表 1 离子选择参数表						
黄曲霉毒素	母离子	定量离子	碰撞能量	定性离子	碰撞能量	离子化方式
M1	329	273.5	22	259.5	22	ESI+

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn

(中国药典)酸枣仁中黄曲霉毒素 B1, B2, G1, G2 的测定

(液相色谱荧光法)

案例来源: 博纳艾杰尔; 应用编号: CU1009

1.混合对照品溶液的制备

精密量取黄曲霉毒素混合标准品(黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 标示浓度分别为 1.0 µg/mL、0.3 µg/mL、1.0 µg/mL、0.3 µg/mL) 1 mL, 置 10 mL 量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 作为储备液。精密量取储备液 1 mL, 置 50 mL 量瓶中, 用 70% 甲醇溶液稀释至刻度, 即得。

2.样品提取及净化

取供试品粉末约 10 g, 精密称定, 加入氯化钠 2 g, 精密加入 70% 甲醇溶液 100 mL, 超声处理 20 分钟, 离心 5 分钟(离心速度 8000 转/分), 精密量取上清液 10 mL, 置 50 mL 量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀, 精密量取 25 mL, 通过免疫亲和柱, 流速每分钟 2-3 mL, 用水 5 mL 淋洗, 洗液弃去, 使空气进入柱子, 再用甲醇 1.4 mL 分 2 次洗脱, 收集洗脱液, 用水定容至 2 mL, 即得。

分别精密吸取上述混合对照品溶液 20 µL、供试品溶液 20 µL, 注入液相色谱仪, 测定峰面积, 从标准曲线上读出供试品中相当于黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的量, 计算, 即得。

3.色谱条件

仪器: LC-10F 高效液相色谱仪, 荧光检测器, 光化学柱后衍生装置(德国 LC Tech)

色谱柱: Venusil® MP C18, 4.6×150 mm; 定货号: VA951505-0

进样量: 20 µL; 柱温: 40°C; 流速: 1.1 mL/min

梯度洗脱程序: 见表 1(B: 乙腈; C: 甲醇; D: 水)

表 1 梯度洗脱程序

	Time	Flow	A%	B%	C%	D%
1	0.01	1.1	0	10	25	65
2	17	1.1	0	10	45	45
3	17.5	1.1	0	10	25	65

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

4. 实验结果

4.1 柱回收实验

取酸枣仁提取液 5 mL，加 2 ppb 混标 5 mL，用水稀释至 50 mL，同法以 IAC 柱净化，测定，计算回收率，见表 2。

表 2 柱回收率实验(2ng/mL)

		G2	G1	B2	B1
峰面积	标液	43312	70186	71599	102448
	1	50909	81338	84045	123450
	2	50909	81338	84045	123450
	3	52124	84091	86785	125209
	4	52832	83899	86318	121965
	5	49030	77503	81502	115793
回收率 (%)	1	94.03	92.71	93.91	96.4
	2	94.03	92.71	93.91	96.4
	3	96.28	95.85	96.97	97.77
	4	97.58	95.63	96.45	95.24
	5	90.56	88.34	91.06	90.42
	平均	94.5	93.05	94.46	95.25
	RSD	2.83	3.26	2.5	2.99

4.2 进样精密度实验，见表 3

表 3 精密度实验(n=6)

n	G2	G1	B2	B1
1	40388	64089	73374	104343
2	40275	64031	73154	104405
3	41324	64982	73406	104862

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



4	40265	64785	73938	104432
5	40993	65243	74473	105622
6	40726	64987	74403	106207
平均	40661.83	64686.17	73791.33	104978.5
RSD	1.06%	0.78%	0.76%	0.73%

4.3 实验图谱

图 1 供试品(酸枣仁)加标, 对照品叠加色谱图

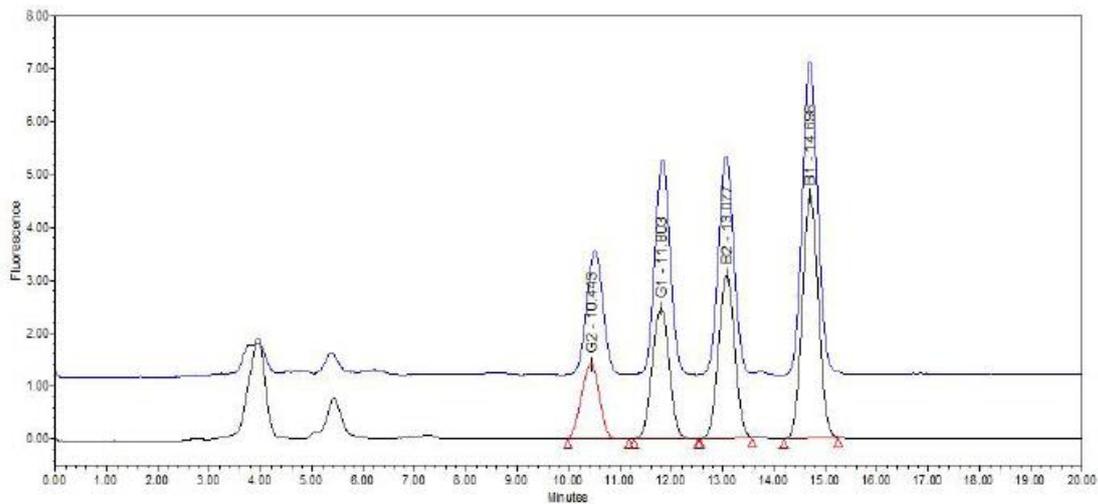
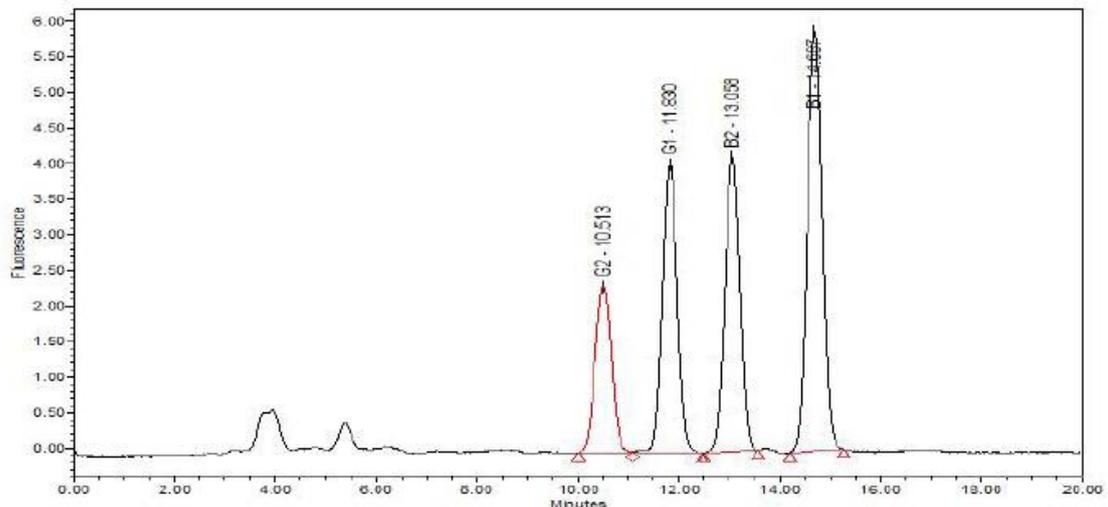


图 2 混合对照品色谱图



天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

图3 供试品(酸枣仁)加标色谱图

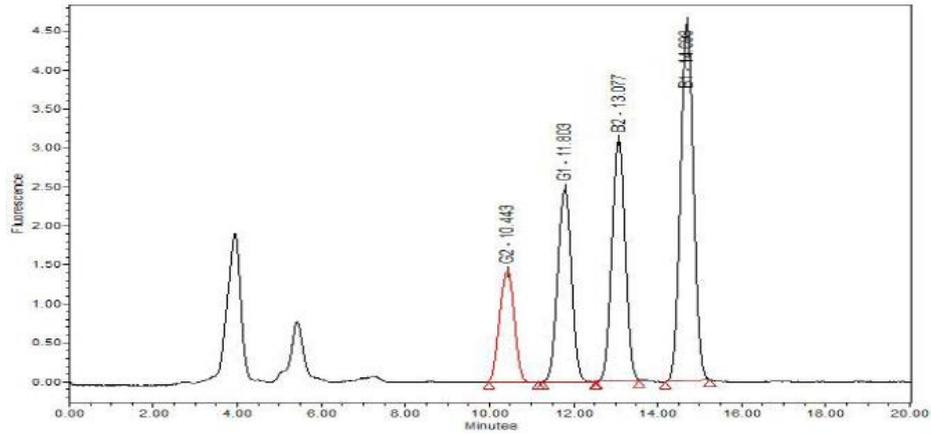


图4 酸枣仁样品色谱图

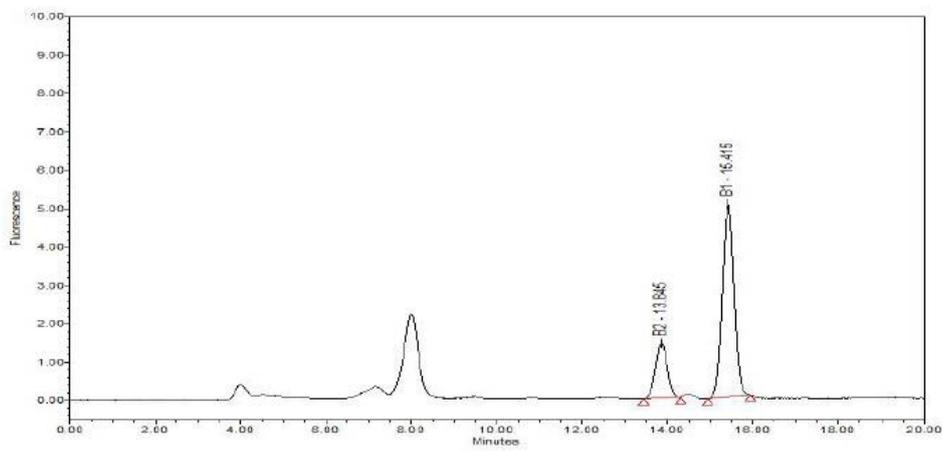
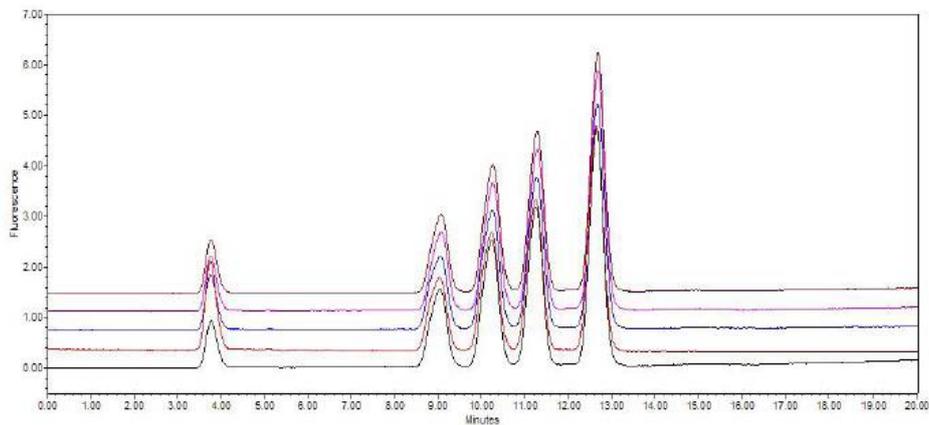


图5 精密度实验



天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

5. 相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CAS#
1ST7205	黄曲霉素 B1	Aflatoxin B1	1162-65-8
1ST7206	黄曲霉素 B2	Aflatoxin B2	7220-81-7
1ST7207	黄曲霉素 G1	Aflatoxin G1	1165-39-5
1ST7208	黄曲霉素 G2	Aflatoxin G2	7241-98-7

6. 订货信息:

订货号	产品名称	规格包装
FL-LC010GS	LC-10F 高效液相色谱仪	10 mL/min, 梯度系统, 200-800 nm 双波长检测器
CC-100	CC-100 分析型色谱柱温箱	温控范围: 5-70°C 可安装 1-2 支 300 mm 色谱柱
BAC09001	黄曲霉毒素总量(B1, B2, G1, G2)免疫亲和柱	1 mL, 25 支/pk
VA951505-0	Venusil MP C18 液相色谱柱	4.6×150 mm, 5 μm
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm, 100/pk
0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45° Shore A 1.0 mm, 100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/瓶

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn

离子交换固相萃取-HPLC 检测粮食赭曲霉毒素 A(OA)研究

案例来源：博纳艾杰尔；应用编号：CU1010

1. 样品处理

1.1 提取用试剂

提取液：含 20% 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液 60% 甲醇水溶液；

淋洗液：含 30% 0.1 mol/L 氢氧化钾溶液，50% 乙腈水溶液；

洗脱液：甲醇：乙腈：甲酸：蒸馏水=4：5：0.5：0.5

1.2 提取

a) 玉米：将样品粉碎，称取玉米粉 10 g，加入 50 mL 氯仿，震荡 3~5 分钟，用滤纸过滤，取滤液 10 mL 进入一个 100 mL 平底烧瓶中，于 60°C 水浴中旋转蒸发至近干，用 20 mL 石油醚溶解残渣，加入 10 mL 提取液，震荡 3~5 分钟，分层后，用滤纸过滤，取下层提取液 5 mL 进行固相萃取。

b) 糙米、小麦、小麦粉和大豆：将样品粉碎，称取粉碎样品 10 g，加入 50 mL 提取液，震荡 3~5 分钟，用滤纸过滤，取滤液 10 mL 进入一个 100 mL 平底烧瓶中，加入 20 mL 石油醚，震荡 3~5 分钟，分层后，用滤纸过滤，取下层提取液 5 mL 至 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪上样管中进行固相萃取操作。

2. 固相萃取净化

Cleanert PAX 固相萃取柱置于 Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪中，上样管至于对应位置，设定操作程序如下：5 mL 甲醇，3 mL 提取液活化，加样 5 mL，10 mL 淋洗液淋洗，吹干，最后用 5 mL 洗脱液洗脱 OA，收集(以上操作流速均为 1 mL/min)。收集液于 60°C 水浴中旋转蒸发至干，用 1 mL 流动相溶解残留物，经滤器过滤后上液相色谱检测。

3. 色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18 柱 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

保护柱：Venusil ASB C18 柱 (4.6 mm×10 mm, 5 μm)

流动相：乙腈：水：乙酸=48：51：1；

检测器波长：激发光 333 nm，发射光 460 nm；

进样量：25 μL；流速：1 mL/min；柱温：30°C

4. 结果

以小麦粉、小麦、玉米、糙米和大豆为研究对象，分别作三个不同浓度 OA 添加水平，这三个浓度分别为 0.8 μg/kg、4 μg/kg、10 μg/kg，每个浓度水平作 6 次平行性检测。检测回收率和精密度数据见表 1、表 2 和表 3；典型色谱图见图 3。

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编：300457

电话：(0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱：sales@altascientific.com

网址：www.altascientific.com.cn



表 1 添加 OA 浓度为 0.8 µg/kg 时各种粮食回收率和精密度

粮食	各个平行试验回收率(%)						平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
小麦粉	101.8	107	101.4	89.1	107.6	93.4	104.1	4.93
小麦	98.2	94.6	90.2	102.5	89.9	93.4	94.8	5.13
玉米	1130.3	112.2	100.5	98.5	101.9	105.7	104.8	5.13
糙米	86.7	89	90.9	85.7	90	86.7	88.2	2.36
大豆	101.2	100.9	92.9	92.2	99.4	98.4	97.5	4.07

表 2 添加 OA 浓度为 4 µg/kg 时各种粮食回收率和精密度

粮食	各个平行试验回收率(%)						平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
小麦粉	96.8	92.8	83.7	85.5	89.8	92.6	90.2	5.34
小麦	101	99.3	98.8	106.2	100.2	98.6	100.7	2.78
玉米	91.5	92.7	90.8	86.8	87.7	91.3	90.1	2.6
糙米	90.3	85.7	94.1	96.3	96.1	95.8	93	4.56
大豆	89.5	93.8	93.7	89.4	89.1	88.9	90.7	2.61

表 3 添加 OA 浓度为 10µg/kg 时各种粮食回收率和精密度

粮食	各个平行试验回收率(%)						平均回收率(%)	RSD(%)
	1	2	3	4	5	6		
小麦粉	98	95.8	92.2	78.2	95.6	89.8	91.6	7.85
小麦	85.9	91.7	90.1	86	90.5	88.9	88.8	2.71
玉米	91.5	93.3	83.3	82.1	88.1	90.6	88.1	5.22
糙米	96.2	87.9	92.6	91.1	95.4	94.7	93	3.35
大豆	99	95.3	102.8	97.2	98.4	91	97.3	4.05

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

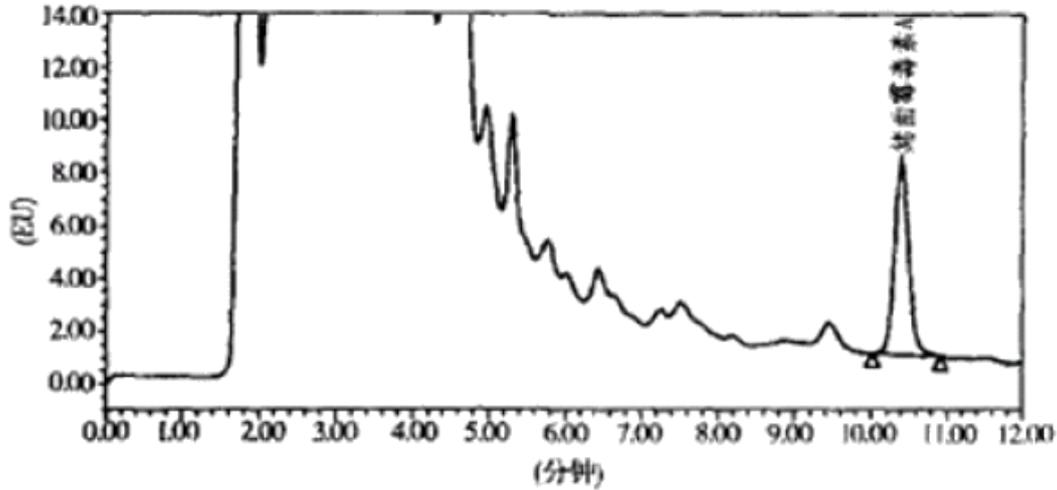
QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



表 3 小麦中 OA 检测典型色谱图:



5.相关标准品

订货号	中文名称	英文名称	CASA#
1ST7211	赭曲霉毒素 A	Ochratoxin A	303-47-9

6.订货信息

订货号	产品名称	规格包装
SPE-40	Qdaura 卓睿全自动固相萃取仪	4 通道 24 位
FL-LC010GS	LC-10F 高效液相色谱仪	10 ml/min, 梯度系统,200-800 nm 双波长检测器
CC-100	CC-100 分析型色谱柱温箱	温控范围: 5-70°C;可安装 1-2 支 300 mm 色谱柱
AX2006	Cleanert PAX 固相萃取柱	200 mg/6 mL, 30/pk
VS952505-0	Venusil ASB C18 液相色谱柱	4.6 mm ×250 mm, 5 μm
VS950105-0	Venusil ASB C18 保护柱	4.6 mm×10 mm, 5 μm
AS021320	针式过滤器(Nylon)	0.22 μm, 直径 13 mm,200/pk
ZSQ-5ML	一次性无针头注射器	5 mL, 100/pk
1109-0519	1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写 32×11.6 mm,100/pk

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn



First Standard
Analytical Reference Standards
分析检测标准品

0915-1819	1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖, 红色橡胶/米色 PTFE 隔垫, 45. Shore A 1.0 mm, 100/pk
AH230-4	甲醇	4×4 L/箱
AH015-4	乙腈	4×4 L/箱

天津阿尔塔科技有限公司

天津经济技术开发区第四大街80号天大科技园 C5楼405室

邮编: 300457

电话: (0086) 22-6537-8550

QQ: 2850791073

邮箱: sales@altascientific.com

网址: www.altascientific.com.cn