

白酒中呕吐毒素的测定

1、适用范围

适用于白酒中呕吐毒素的测定

参考标准：《GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》

2、溶液的配制

标准使用液：移取 1mL 0.1mg/mL 呕吐毒素标准储备液于 10mL 容量瓶中，用 20%甲醇水定容到 10mL，配成标准使用液,浓度为 10 μ g/mL。

20%甲醇水溶液：量取 20ml 甲醇与 80ml 水，混匀。

磷酸盐缓冲溶液：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。

3、提取步骤

称取 5g 白酒样品（事先脱去乙醇）于 50ml 刻度离心管中，加入 1g 聚乙二醇，加水至 25ml，50 $^{\circ}$ C 超声 30min。10000r/min 离心 2min，取 2.5ml 上清液待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom $^{\circledR}$ 脱氧雪腐镰刀菌烯醇免疫亲和柱 规格： \geq 1000ng，3mL

回温：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，弃去

淋洗：5ml 磷酸盐缓冲液，5ml 水，弃去，抽干柱子

洗脱：加入 2mL 甲醇洗脱，抽干柱子。

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

浓缩：将洗脱液置于 50℃ 水浴中氮吹至干，用 20% 甲醇水定容至 1ml，用 0.22μm 滤膜过滤，上机测定。

5、注意事项

- 1) 上样过程不能过快，保持在 1ml/min;
- 2) 白酒样品提前旋蒸除去乙醇，避免影响回收率
- 3) 加标水平：5g 样中，分别添加 0.5mL、1mL 10mg/L 标准使用液，得到加标水平分别为 1.0mg/kg、2.0mg/kg。最终定容到 1mL，机读数为 0.5mg/L 、1mg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18 4.6×150mm, 5μm

流动相：水：甲醇 (80:20)

流速：1.0mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

波长：218nm

7、色谱图或者加标回收率结果

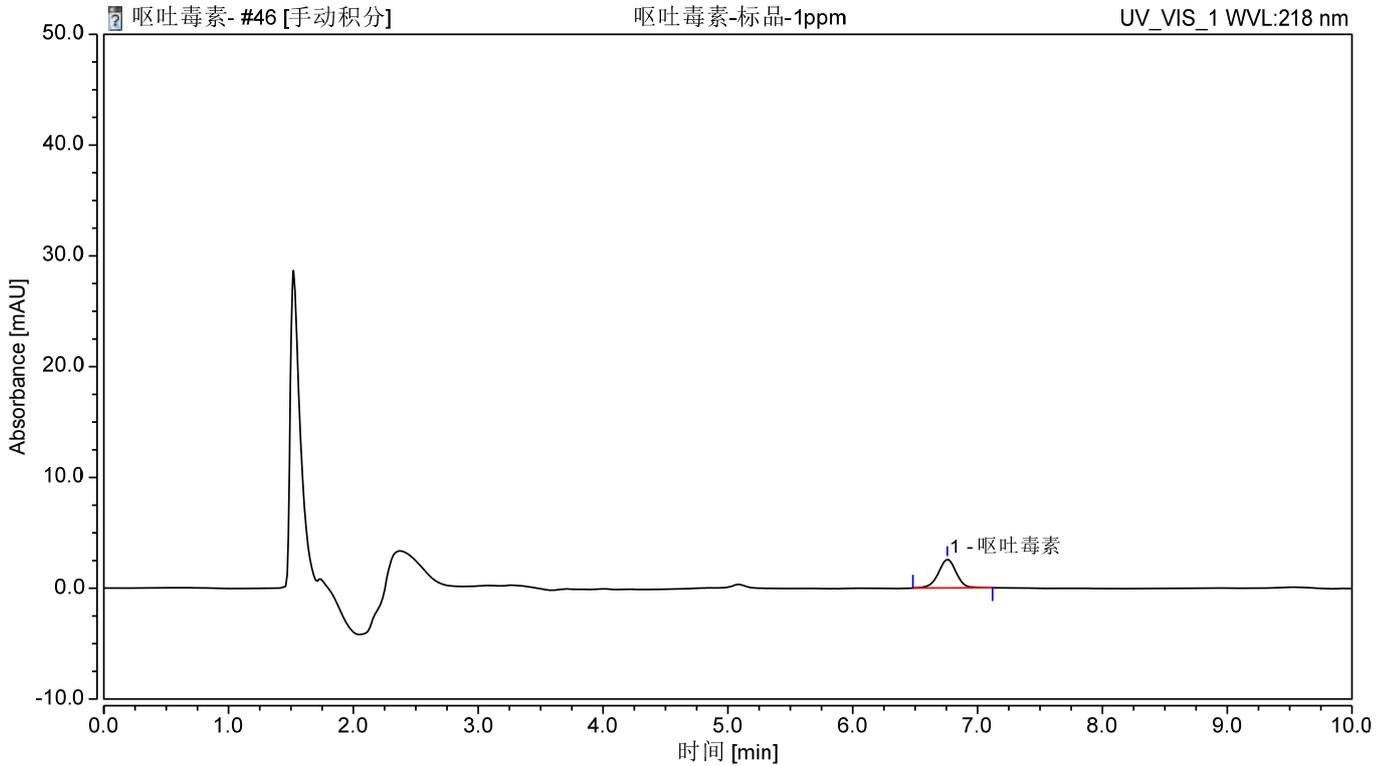


图 1.呕吐毒素标准品 1mg/L 图谱

表 1：相关峰信息

序号	峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	分离度	不对称度	塔板数
1	呕吐毒素	6.758	0.427	2.566	100.00	n. a.	0.97	11075

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

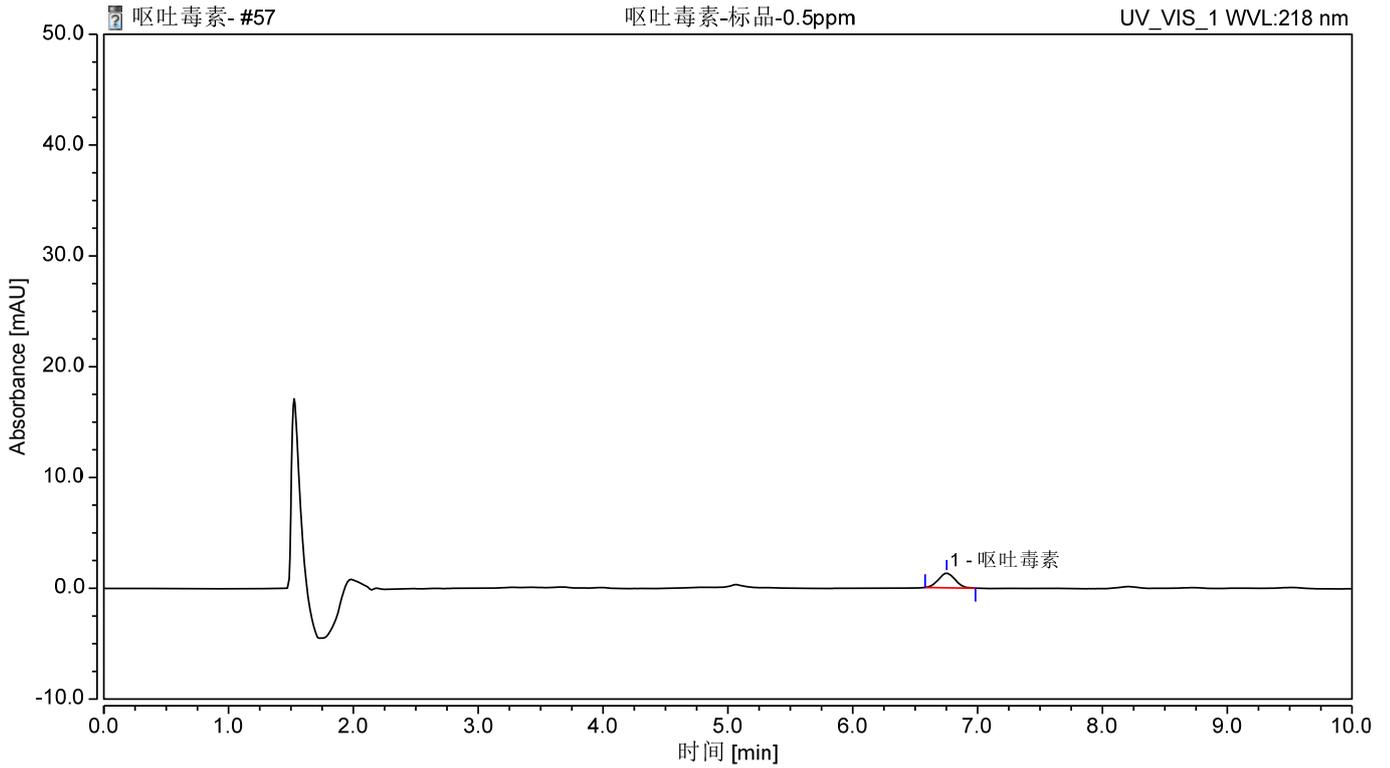


图 2.呕吐毒素标准品 0.5mg/L 图谱

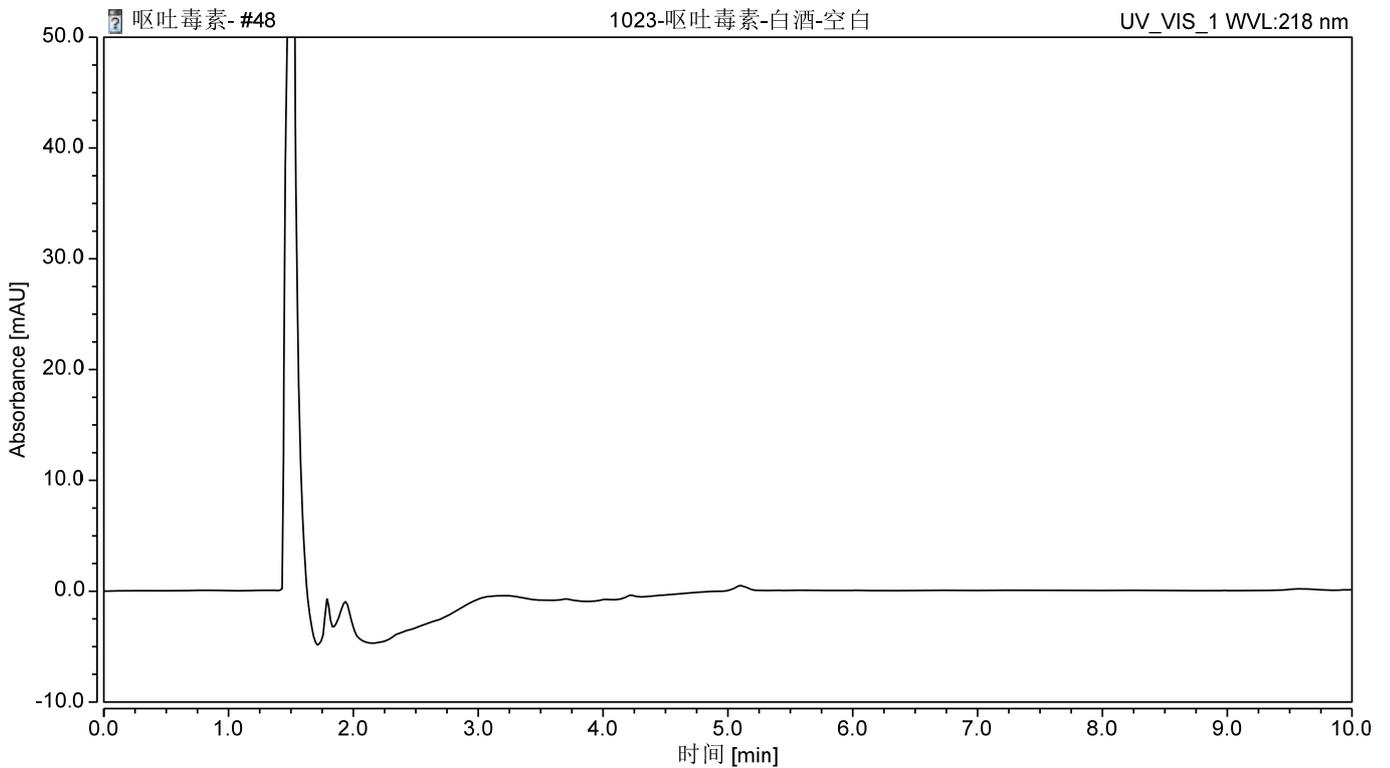


图 3.白酒样品空白图谱

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

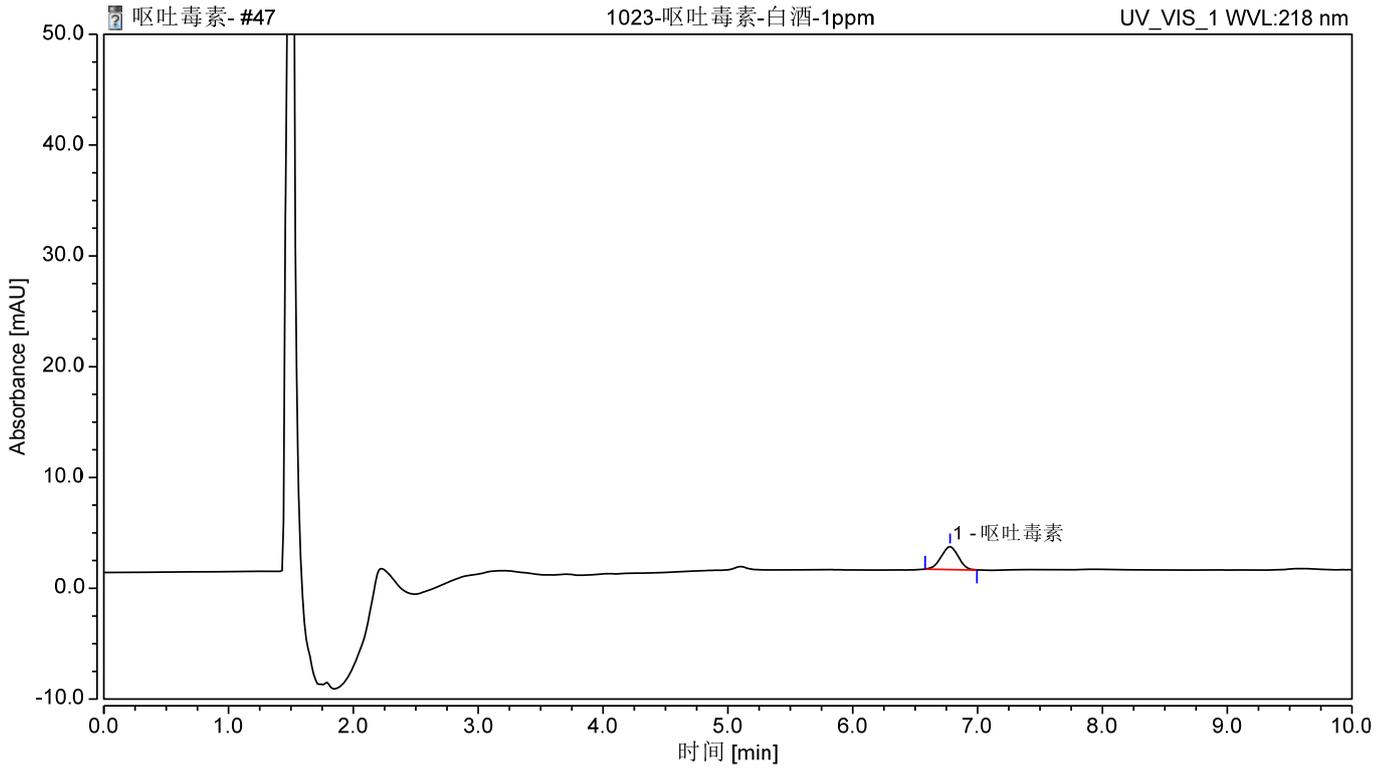


图 4.白酒样品加标 2.0mg/kg 图谱

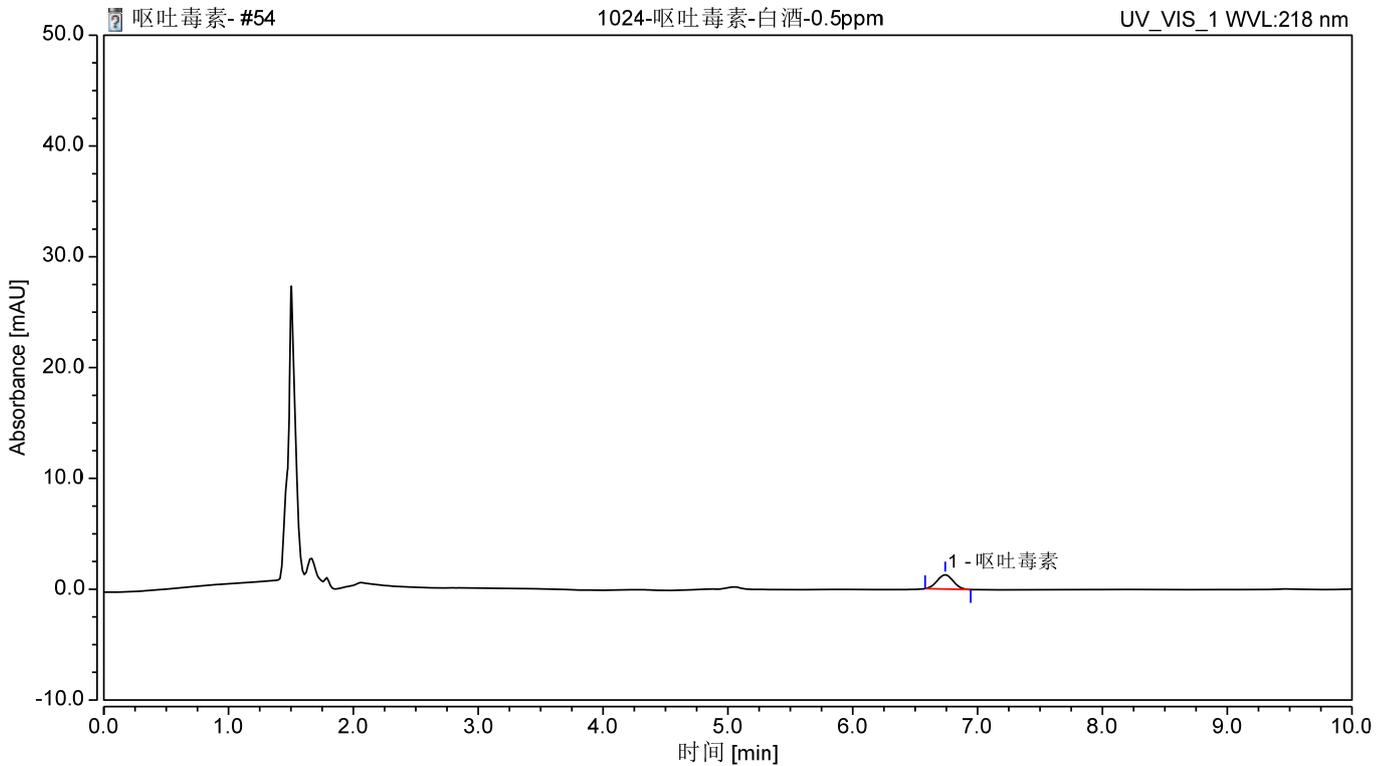


图 5.白酒样品加标 1.0mg/kg 图谱

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：白酒样品加标回收率

分类	加标水平 mg/kg	回收率%
呕吐毒素	2.0	83.17
	1.0	95.57

8. 相关产品信息

货号	名称	规格
01140-02032	免疫亲和柱	呕吐毒素免疫亲和柱, $\geq 1000\text{ng}$, 3ml, 15pk
00000-30016	离心管	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
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY, 13mm*0.22 μm 100pk
00826-D164S 100ANVC	呕吐毒素(脱氧雪腐镰刀 菌烯醇)DON 标准品	CAS No.:51481-10-8, 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ in Acetonitrile, 1.1ml
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6 \times 150mm, 5 μm

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