

饲料中呕吐毒素的测定

1、适用范围

适用于饲料中呕吐毒素的测定

参考标准：《GB/T30956-2014 饲料中脱氧雪腐镰刀菌烯醇的测定 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法》

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 样品于 50ml 刻度离心管中，加入 2g 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。

浓缩：将洗脱液置于 50 $^{\circ}$ C 水浴中氮吹至干，用 20%甲醇水定容至 1ml，用 0.22 μ m 滤膜过滤，上机

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

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: 5g 样中, 添加 1mL 10mg/L 标准使用液, 得到加标水平为 2.0mg/kg。最终定容到 1mL, 机读数为 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

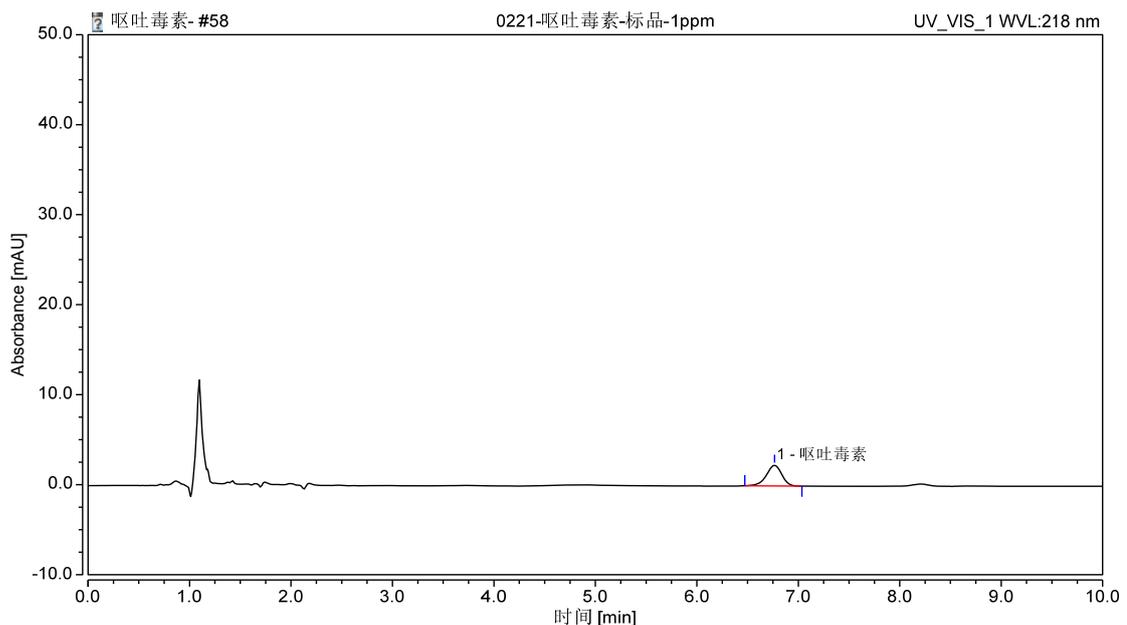


图 1. 呕吐毒素标准品 1mg/L 图谱

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 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 | 6.767 | 0.404 | 2.291 | 100.00 | n. a. | 0.91 | 9755 |

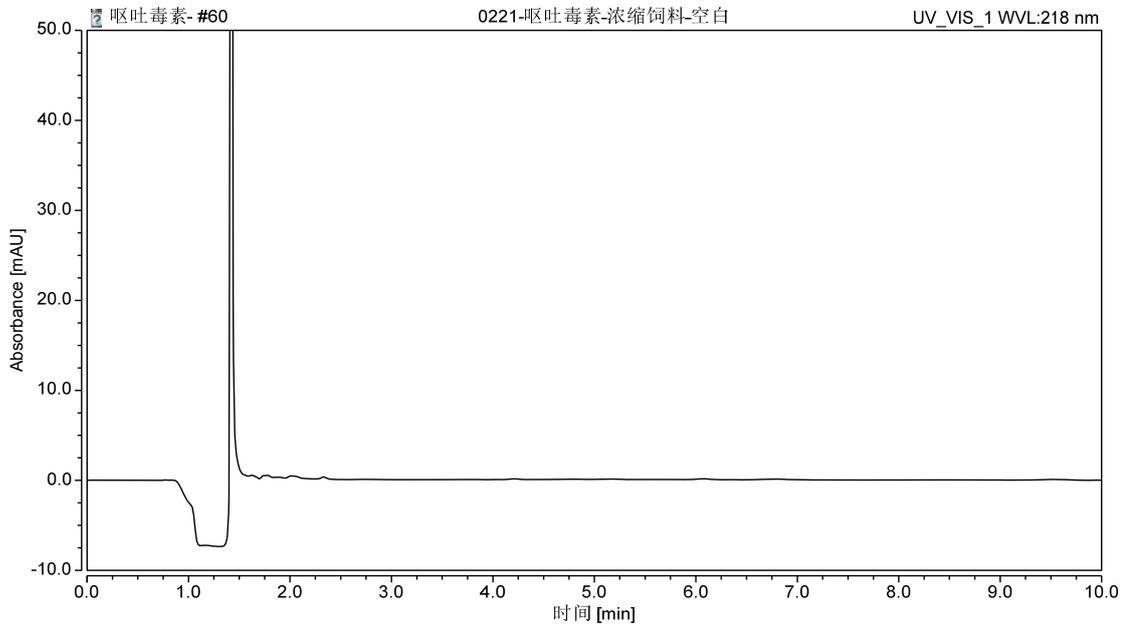


图 2.饲料样品空白图谱

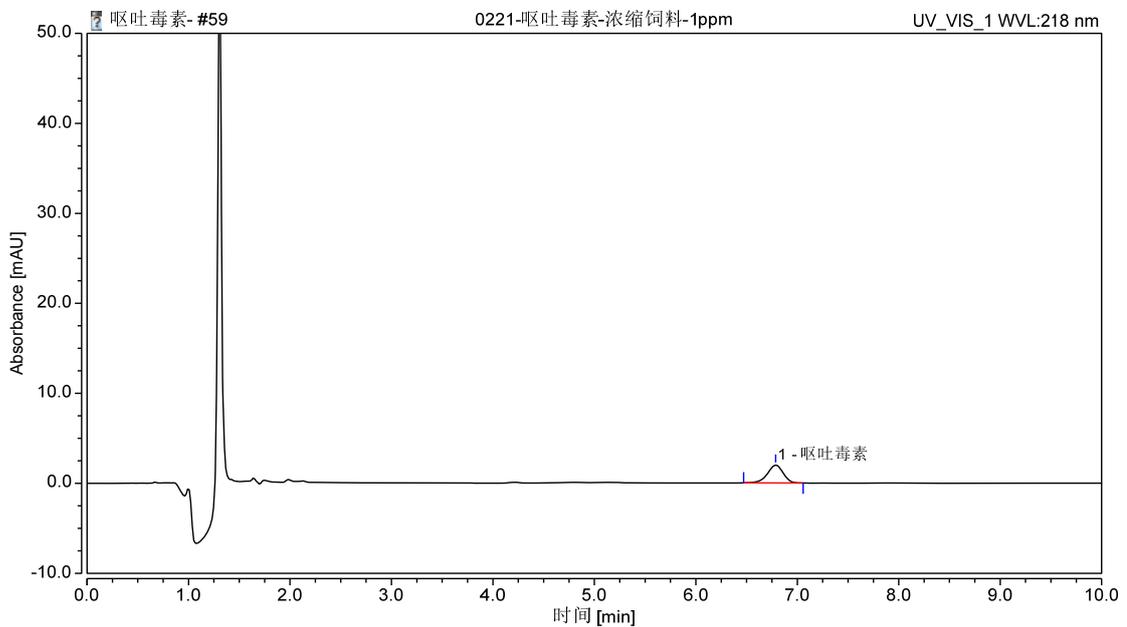


图 3.饲料样品加标 2.0mg/kg 图谱

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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2：加标回收率

| 基质 | 分类 | 加标水平 mg/kg | 回收率% |
|----|------|------------|-------|
| 饲料 | 呕吐毒素 | 2 | 88.37 |

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 | 50mL 螺口尖底离心管 | 50 支/包 |
| 00000-30013 | 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-D164S1 00ANVC | 呕吐毒素(脱氧雪腐镰刀菌烯醇)DON 标准品 | CAS No.:51481-10-8, 100 $\mu\text{g/ml}$ inAcetonitrile,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:321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com