

测试报告

样品信息			
样品名称	饼干	编号	Z20220513-001
样品重量	/	剂型	/
收样日期	2022/5/9	测试期间	2022/5/10-2022/5/11
样品描述	/		
测试需求			
测试成分	黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2		
参考标准			
参考标准	GB 5009.22-2016	标样	有
仪器信息			
测试仪器	高效液相色谱串联质谱仪	仪器型号	Xevo TQ-S micro

● 色谱条件:

色谱柱:	月旭 Xtimate® UHPLC C18(2.1×100mm,1.8μm)		
流动相:	时间	流动相 A(5mmol/L 乙酸铵溶液)	流动相 B(乙腈/甲醇 50+50)
	0	68%	32%
	0.5	68%	32%
	3.0	55%	45%
	4.0	55%	45%
	4.2	0	100%
	4.8	0	100%
	5.0	68%	32%



流动相	7.0	68%	32%
柱温：	40°C		
流速：	0.3mL/min		
进样量：	10μL		
注意事项：	建议内标法		

● 流动相的配置：

流动相 A：0.39 g 乙酸铵，用水溶解后稀释至 1000 mL，混匀，经 0.22 μm 滤膜抽滤，即得；

流动相 B：取色谱级乙腈和甲醇，各取 50 mL，混匀，经 0.22 μm 滤膜抽滤，即得。

● 质谱条件：

离子源：ESI

检测方式：MRM

干燥气：氮气，500°C，流速：1000L/Hr

碰撞气：氩气

离子喷雾电压：0.5 kV

名称	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	Cone (V)	Collision (V)	Polarity
AFT B1	313.1	241.4	28	30	Positive
		269.5	28	30	
		284.9	28	22	
AFT B2	315.1	259.1	16	28	Positive
		287.1	16	24	
AFT G1	329.1	243.1	8	26	Positive
		283.1	8	26	
		311.1	8	20	
AFT G2	331.1	245.1	12	30	Positive
		285.1	12	28	
		313.1	12	22	



● 样品溶液的配置：

称取 5.0117 g 试样，置于 50 mL 离心管中。用乙腈-水（84+16）至 20 mL，震荡提取 20 min，6000 r/min 离心 10 min，备用。

免疫亲和柱恢复至室温，待免疫亲和柱内原有液体流尽后，取备用溶液 4 mL，用 PBS 缓冲溶液稀释至 50 mL，注入免疫亲和柱中，20 mL 水淋洗免疫亲和柱，流速为每秒 1 滴，直至空气流入亲和柱中，弃去全部流出液，抽干小柱。

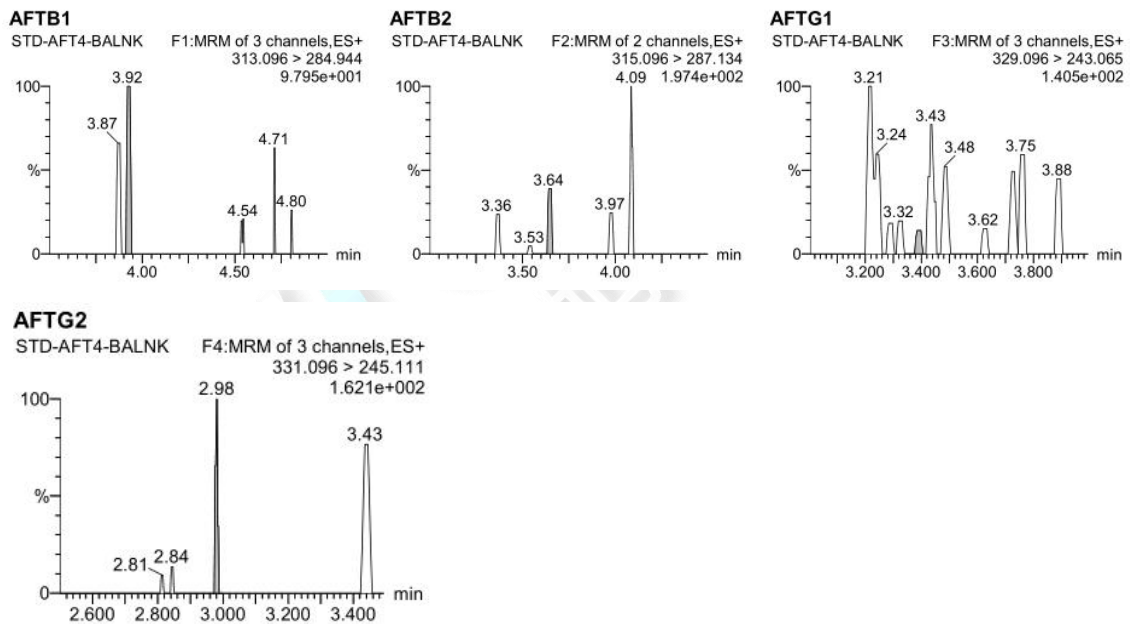
准确加入 2 mL 甲醇溶液洗脱，流速为每秒 1 滴，全收集，45℃氮吹至近干，加入 1.0 mL 初始流动相，涡旋 30 s，0.22 μm 滤膜过滤，上机。

注：

如有必要，可以配制 1%的吐温 20PBS 溶液，用于净化杂质。

● 谱图和数据

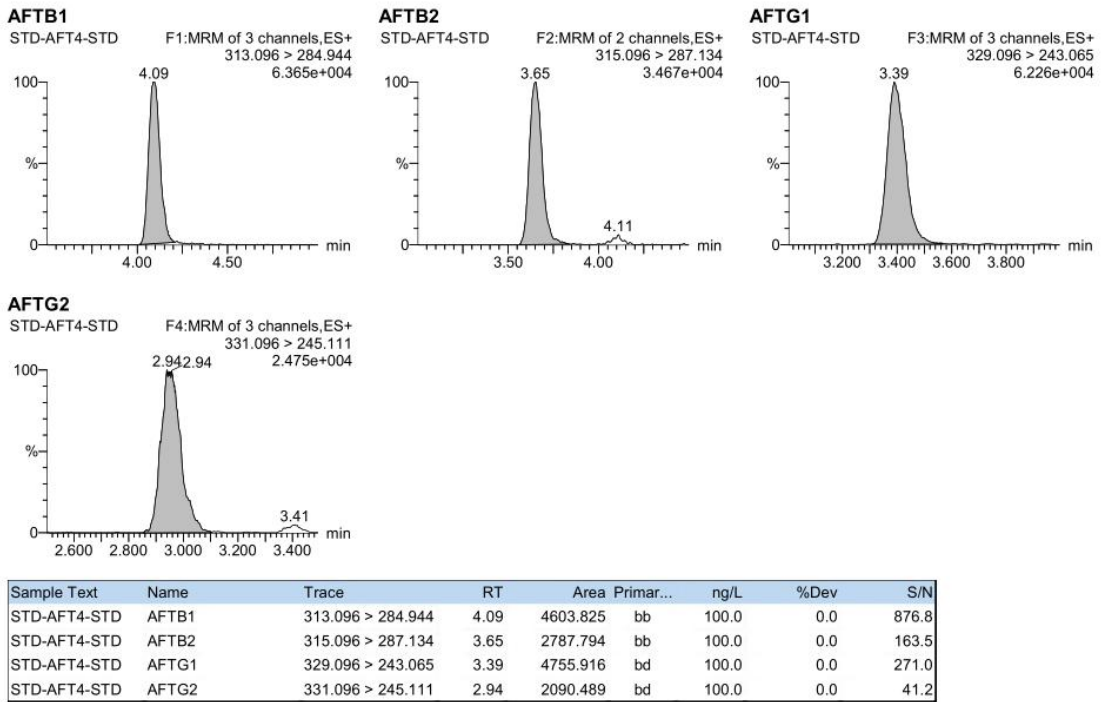
(1) 试剂空白。



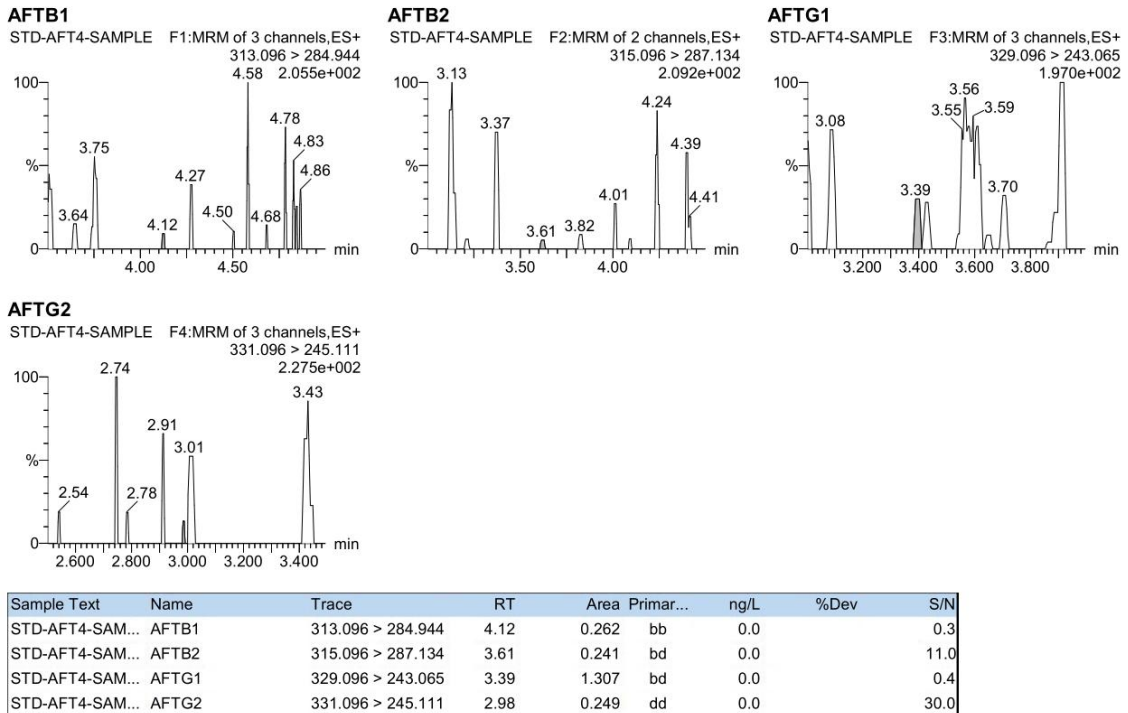
Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/L	%Dev	S/N
STD-AFT4-BALNK	AFTB1	313.096 > 284.944	3.92	2.179	bb	0.0		98.0
STD-AFT4-BALNK	AFTB2	315.096 > 287.134	3.64	1.709	db	0.1		1.3
STD-AFT4-BALNK	AFTG1	329.096 > 243.065	3.38	0.431	db	0.0		0.3
STD-AFT4-BALNK	AFTG2	331.096 > 245.111	2.98	1.337	bb	0.1		3.1



(2) 黄曲霉毒素混合标准品溶液 100 ng/L。

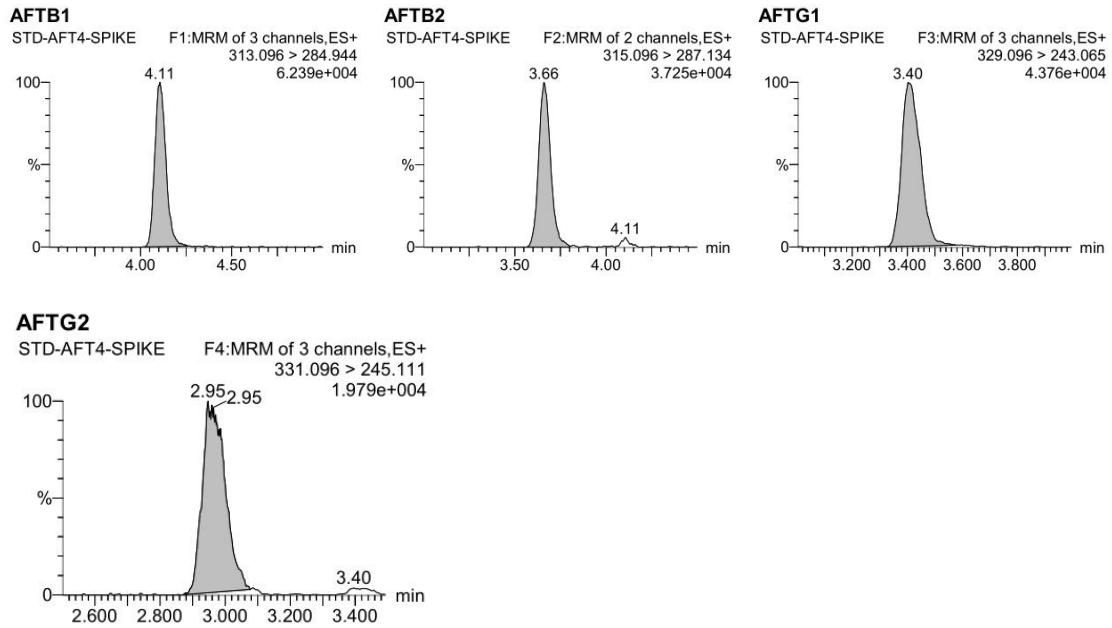


(3) 饼干本底。



(4) 加标回收: 黄曲霉毒素混标加标浓度 100 ng/L





Sample Text	Name	Trace	RT	Area	Primar...	ng/L	%Dev	S/N
STD-AFT4-SPIKE	AFTB1	313.096 > 284.944	4.11	4345.153	bb	94.4		599.1
STD-AFT4-SPIKE	AFTB2	315.096 > 287.134	3.66	2791.591	bd	100.1		224.4
STD-AFT4-SPIKE	AFTG1	329.096 > 243.065	3.40	3418.116	bb	71.9		70.7
STD-AFT4-SPIKE	AFTG2	331.096 > 245.111	2.95	1577.694	bb	75.5		19.5

● 结论:

化合物	实际浓度 ng/L	理论浓度 ng/L	回收率, %
AFT B1	94.4	100	94.4
AFT B2	100.1		100.1
AFT G1	71.9		71.9
AFT G2	75.5		75.5

使用 Welchrom® 黄曲霉毒素免疫亲和柱 3ml 检测黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 回收率良好, 质谱法中, G1、G2 基质影响较大, 建议使用内标法。

日期: 2022/05/13

