

## 月旭科技白酒中玉米赤霉烯酮的测定

### 1、适用范围

适用于白酒中玉米赤霉烯酮的检测

参考标准：《GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》

### 2、溶液的配制

- 1) 标准工作液：精确称取 1mL 的 50mg/L 玉米赤霉烯酮，用乙腈定容到 10mL，浓度为 5mg/L。
- 2) PBS 清洗缓冲液：称取 8.0g 氯化钠、1.2g 磷酸氢二钠、0.2g 磷酸二氢钾、0.2g 氯化钾，用 990mL 水将上述试剂溶解，用盐酸调节至 7.0，用水定容至 1L。
- 3) 流动相：460mL 乙腈、460mL 水和 80mL 甲醇混成一相。
- 4) 50%乙腈：50mL 乙腈和 50mL 水互溶。

### 3、提取步骤

精密称取白酒（若含二氧化碳，需先脱气）20g，置于 50mL 离心管中，加乙腈定溶至 50mL，振荡，超声 30min，定量滤纸过滤。移取 10mL 滤液并加入 40mL 水稀释混匀，经玻璃纤维滤纸过滤至滤液澄清，滤液备用，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom®免疫亲和柱，规格：3mL。

上样：准确移取 10mL 待净化液，注入免疫亲和柱中，调节速度使溶液以 1 滴/s-2 滴/s 的流速缓慢通过免疫亲和柱，直至有部分空气进入亲和柱中。

淋洗：依次使用 10mL PBS 清洗缓冲液和 10mL 水淋洗免疫亲和柱，流速为 1 滴/s-2 滴/s，直至空气进入免疫亲和小柱中，弃去全部流出液。

洗脱：准确加入 2.0mL 甲醇洗脱，流速为 1 滴/s。收集洗脱液，

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

于 40℃ 下氮吹至近干后，用 50% 乙腈定容至 1mL，供液相色谱测定。

## 5、注意事项

加标水平：在 20g 样中加入 50 $\mu$ L 5mg/L 的玉米赤霉烯酮标准工作液，加标水平 12.5 $\mu$ g/kg，机度数 10 $\mu$ g/L。

## 6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18, 4.6 $\times$ 150mm, 5 $\mu$ m

流动相：乙腈：水：甲醇（46：46：8）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20 $\mu$ L

检测波长：激发波长 274nm，发射波长 440nm。

## 7、色谱图或者加标回收率结果

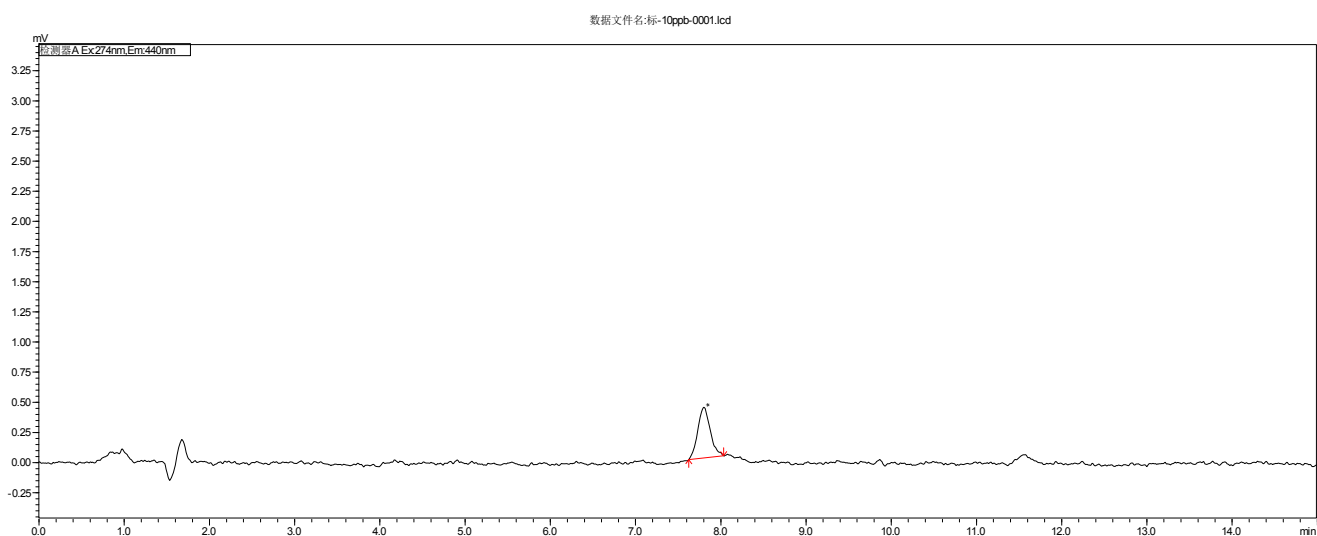


图 1.玉米赤霉烯酮 10 $\mu$ g/L 标准图谱

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

| 序号 | 峰名称    | 保留时间  | 峰面积     | 峰高  | 相对峰面积   | 分离度   | 塔板数   |
|----|--------|-------|---------|-----|---------|-------|-------|
|    |        | min   | mAU*min | mAU | %       | (EP)  | (EP)  |
| 1  | 玉米赤霉烯酮 | 7.801 | 4629    | 433 | 100.000 | n. a. | 11585 |

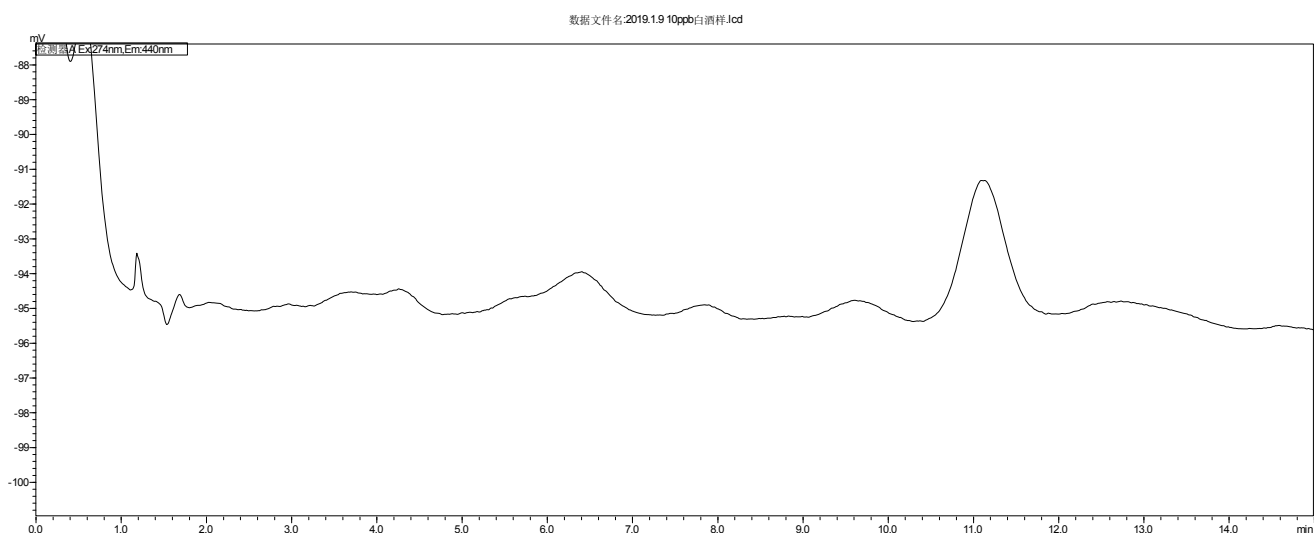


图 2. 白酒样过柱图谱

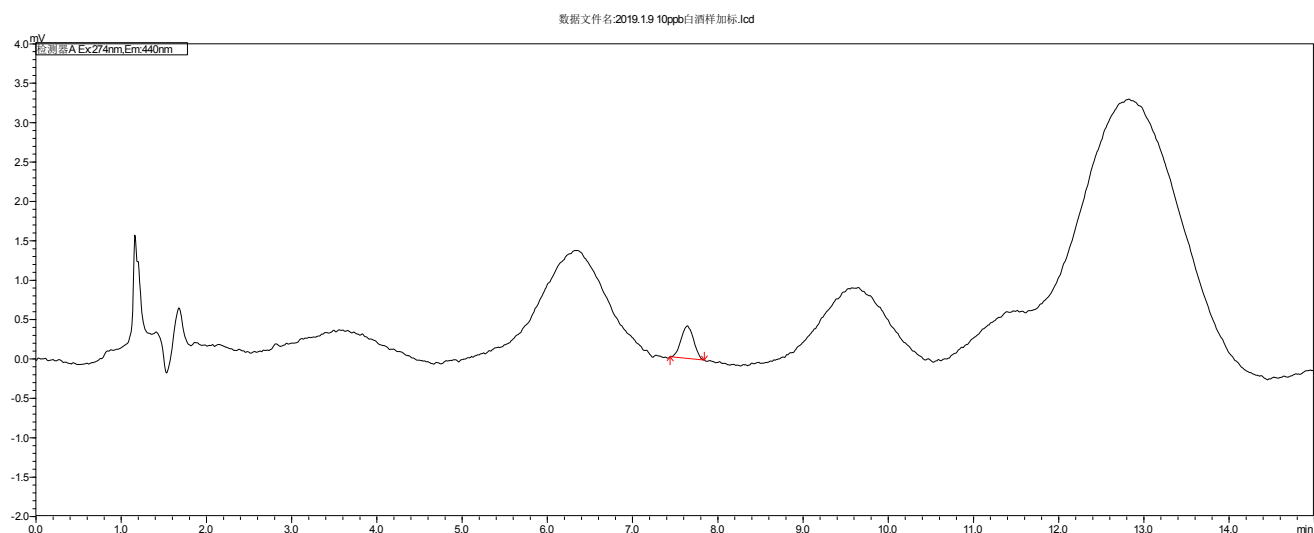


图 3. 白酒样加标 12.5µg/kg 过柱图谱

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 1.加标回收表

|   | 名称     | 加标水平<br>μg/kg | 回收率% |
|---|--------|---------------|------|
| 1 | 玉米赤霉烯酮 | 12.5          | 99   |

## 8、相关产品信息

| 货号                     | 名称                 | 规格                                              |
|------------------------|--------------------|-------------------------------------------------|
| 01140-04032            | SPE 小柱             | Welchrom®免疫亲和柱 , 3ml,15pk                       |
| 00000-30016            | 50mL 螺口尖底离心管       | 50 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<br>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<br>11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk   |
| 00201-31041            | 液相色谱柱              | Ultimate® XB-C18, 4.6×150mm,5μm                 |
| 00826-Z003S05<br>0ANML | 玉米赤霉烯酮 ZEN 标准<br>品 | CAS No. :17924-92-4, 50μg/ml 于 乙腈, 1ml          |
| 00802-02201            | 针头式过滤器             | 进口 NY,13mm*0.22μm,100pk                         |
|                        | 双圈定量滤纸             | 15cm*100 张                                      |
|                        | 玻璃纤维滤纸             | 直径 11cm, 孔径 1.5μm, 无荧光特性                        |

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