月旭科技酱油中玉米赤霉烯酮的测定

1、适用范围

适用于酱油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、溶液的配置

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

精密称取酱油 10g，置于 50mL 离心管中，加乙腈定溶至 40mL，振荡，超声 30min，定量滤纸过滤。移取 4mL 滤液并加入 16mL 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 4mL 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 10mLPBS 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 10g 样中加入 100μL 5mg/L 的玉米赤霉烯酮标准工作液，加标水平 50μg/kg，机度数 10μg/L。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate®XB-C18，4.6×150mm,5μm

流动相：乙腈：水：甲醇（46：46：8）

流速：1.000mL/min

柱温：30℃

进样量：20μL

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

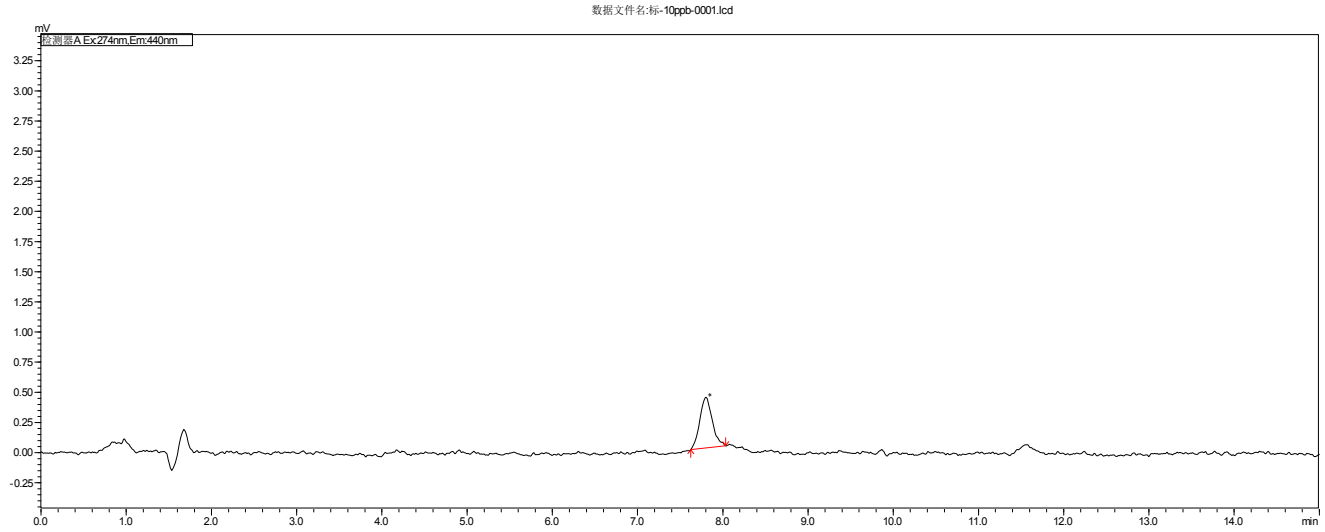

图 1.玉米赤霉烯酮 10μg/L 标准图谱

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	4279	420	100.000	n.a.	12631

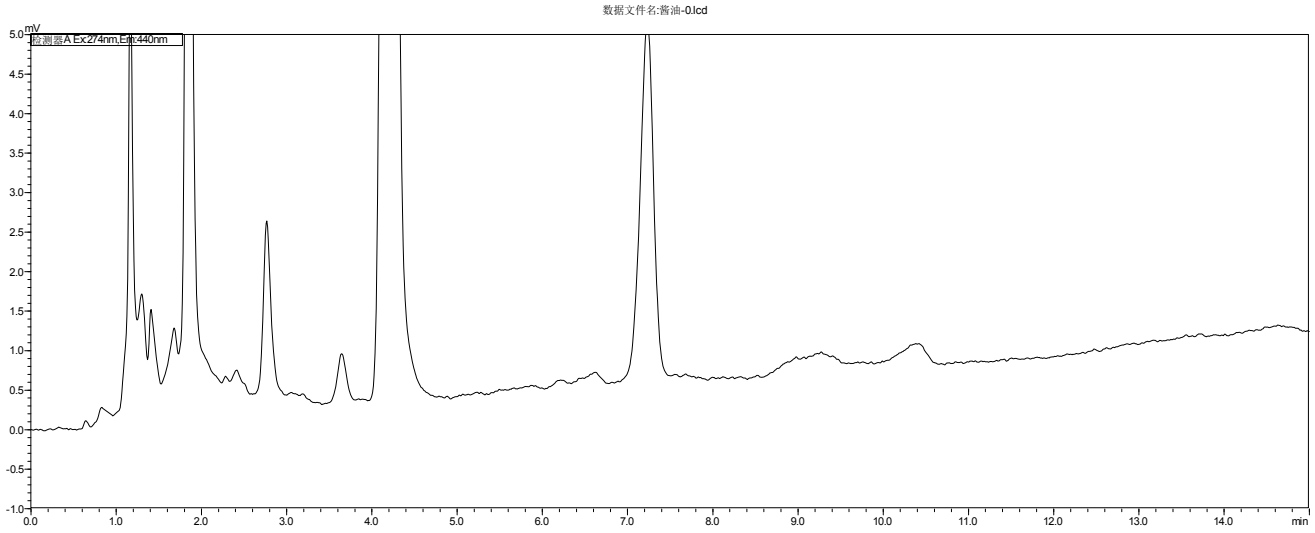

图 2.　酱油样过柱图谱

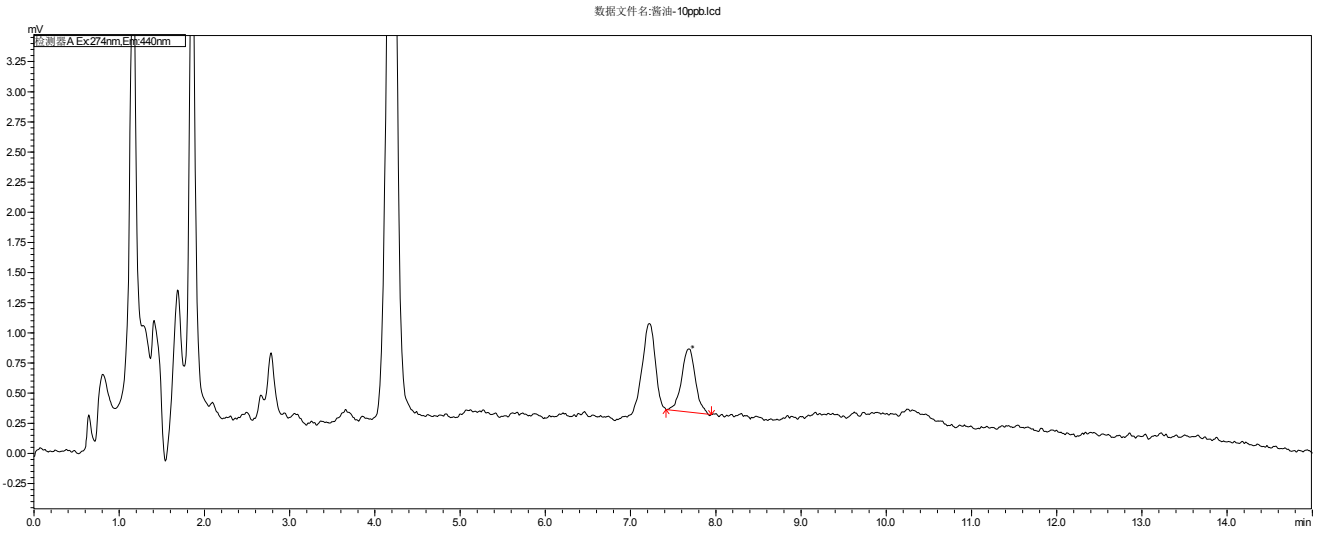

图 3.　酱油样加标 50μg/kg 过柱图谱

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 μg/kg	回收率%
1	玉米赤霉烯酮	50	100

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
00201-31041	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×150mm,5μm
00826-Z003S05 0ANML	玉米赤霉烯酮 ZEN 标准品	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