

特殊医学用途全营养配方食品中

黄曲霉毒素 B₁ 检验方法研究

李俊楠

(辽宁海思科制药有限公司, 辽宁 葫芦岛 125000)

摘要: 目的: 依据 GB 5009.22-2016《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法 高效液相色谱-柱后衍生法对特殊医学用途全营养配方食品中黄曲霉毒素 B₁ 含量进行检测, 对黄曲霉毒素 B₁ 响应值偏低的风险问题进行分析研究。

本次实验应用国标参考条件, 对标准曲线低浓度点、检出限浓度点、定量限浓度点上机检测后, 发现主峰响应值偏低, 很难进行有效积分, 直接影响检验结果准确度。通过控制变量、调整检测参考条件等方法, 对检验过程进行分析研究, 对检验方法进行有效验证。最终得到提高黄曲霉毒素 B₁ 灵敏度及响应值的重要条件: 调节流动相比比例已达到色谱主峰有效积分效果; 增加样品上机检测的进样量; 增加过免疫亲和柱用的样液体积, 以减少样品稀释倍数。三个条件同时满足时, 所测得的结果准确且灵敏度高, 精密度重复性良好。

关键词: GB 5009.22; 高效液相色谱; 黄曲霉毒素 B₁; 检出限; 定量限; 灵敏度; 信噪比

Abstract: Objective: To detect the content of aflatoxin B₁ in full nutrition formula food for special medical purposes according to the third method of high performance liquid chromatography post column derivation in GB 5009.22-2016 National Food Safety Standard Determination of Aflatoxin Groups B and G, and analyze and study the risk of low response value of aflatoxin B₁.

In this experiment, the national standard reference conditions were applied to detect the low concentration point, detection limit concentration point and quantitative limit concentration point of the standard curve on the computer. It was found that the main peak response value was low, so it was difficult to conduct effective integration, which directly affected the accuracy of the test results. The inspection process is analyzed and studied by means of controlling variables, optimizing the reference conditions for inspection, and the inspection method is effectively verified. Finally, the important conditions to improve the sensitivity and response value of aflatoxin B₁ on the instrument were obtained: adjust the proportion of mobile phase to achieve the effective integration effect of the main chromatographic peak; Increase the sample injection

volume of the sample for on-line detection; Increase the volume of the sample solution used for the immunoaffinity column to reduce the dilution ratio of the sample. When the three conditions are met at the same time, the measured results are accurate, with high sensitivity and good precision repeatability.

Key words:GB 5009.22; High performance liquid chromatography; Aflatoxin B₁; Detection limit; Limit of quantitation; Sensitivity; Signal-to-noise ratio.

1 绪论

1.1 研究对象

黄曲霉毒素 B₁ 的毒性高于氰化钾毒性, 而且具有极强的致癌性、致突变性及致畸性。黄曲霉毒素 B₁ 耐热, 280℃才可裂解, 故一般烹调加工温度下难以破坏。黄曲霉毒素的污染可导致严重的婴幼儿急性、慢性中毒和癌症, 导致生长障碍、肝脏损伤和肝癌等脏器损伤, 甚至死亡^[1]。特殊医学用途全营养配方食品是为了满足进食受限、消化吸收障碍、代谢紊乱或特定疾病状态人群对营养素或膳食的特殊需要, 专门加工配制而成的配方食品^[2]。其配方及基质复杂, 严格控制原料的质量安全, 同时按照 GB 29922-2013 食品安全国家标准 特殊医学用途配方食品通则的要求对特殊医学用途全营养配方食品黄曲霉毒素 B₁ 进行重点检测, 保障终端产品安全。本文旨在对黄曲霉毒素 B₁ 检验方法进行研究, 对标准曲线低浓度、检出限浓度、定量限浓度在仪器上灵敏度及响应值低不易检出、难积分的风险问题进行分析验证, 并得出有效结论。

1.2 立题依据

高效液相色谱-柱后衍生法检测食品中的黄曲霉毒素 B₁, 适用于谷物及其制品、豆类及其制品、坚果及籽类、油脂及其制品、调味品、婴幼儿配方食品和婴幼儿辅助食品^[3]。研究表明, 高效液相色谱法是当前在黄曲霉毒素定量检测方面有着相当应用广度的方法。此种方法将样品中的黄曲霉毒素 B₁ 经柱层析分离后, 通过测量色谱峰的面积实现定量检测。高效液相色谱法在实际应用过程中表现出灵敏、准确并且重复性好等多方面优点, 并且适合食品中四种黄曲霉毒素含量的检测^[4]。依据 GB 5009.22-2016 《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》为特殊医学用途全营养配方食品中黄曲霉毒素 B₁ 检测方法应用提供有效依据。对检测方法的线性关系、回收率、检出限、定量限、精密度进行验证, 结果均符合 GB/T27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测^[5]的要求。

2 材料

2.1 仪器

Agilent 高效液相色谱仪（安捷伦科技（中国）有限公司）、KRC 光化学柱后衍生器（青岛普瑞邦生物工程有限公司）、BSA224S-CW 万分之一电子天平（赛多利斯科学仪器（北京）有限公司）、BL-220H 千分之一电子天平（日本岛津）、TGL-10B 高速离心机（上海安亭科学仪器厂）、固相萃取装置（青岛普瑞邦生物工程有限公司）、方形水浴氮吹仪（上海习仁科学仪器有限公司）。

2.2 试剂、标准品、耗材

色谱纯甲醇（20211224）、分析纯氯化钠（20210310）、分析纯磷酸氢二钠（20171127）、优级纯磷酸二氢钾（20201209）、分析纯氯化钾（20210114）、分析纯盐酸（20200715）、优级纯吐温-20（20170323）、一次性微孔滤头（20211109）购自国药集团化学试剂有限公司、色谱纯乙腈（203023）购自 Thermo Fisher、黄曲霉毒素 B₁ 标准品 CAS 号 1162-65-8（21040251）购自坛墨质检科技股份有限公司、玻璃纤维滤纸（50150030）购自上海安谱实验科技股份有限公司、免疫亲和柱（P0828B1）购自北京华安麦科生物技术有限公司、水为 GB/T 6682-2008^[6]规定的一级水。

3 方法与结果

3.1 特殊医学用途全营养配方食品中黄曲霉毒素 B₁ 的测定

3.1.1 色谱条件：

- a) 流动相：水：乙腈-甲醇(50+50)=68%：32%
- b) 色谱柱：C18 柱(柱长 250mm,柱内径 4.6mm,填料粒径 5 μ m);
- c) 流速：1.0mL/min;
- d) 柱温：40℃;
- e) 进样量：50 μ L;
- f) 光化学柱后衍生器;
- g) 高效液相色谱仪配有配荧光检测器激发波长：360nm;发射波长：440nm;

3.1.2 标准溶液的配制：

- a) 标准储备液(100ng/mL)：准确移取黄曲霉毒素 B₁ 标准储备溶液（10 μ g/mL）1mL 至 100mL 容量瓶中，乙腈定容。密封后避光-20℃下保存，三个月内有效。
- b) 标准系列工作溶液：准确移取标准工作液 10 μ L、50 μ L、200 μ L、500 μ L、1000 μ L、

2000μL、4000μL 至 10mL 容量瓶中，用初始流动相定容至刻度，即得黄曲霉毒素 B₁ 浓度为 0.1ng/mL、0.5ng/mL、2.0ng/mL、5.0ng/mL、10.0ng/mL、20.0ng/mL、40.0ng/mL 的系列标准溶液。

3.1.3 样品制备

称取 5g 试样(精确至 0.01g)于 50mL 离心管中，加入甲醇-水溶液（70+30），涡旋混匀，置于超声波振荡器 20min，在 6000r/min 下离心 10min，取上清液备用。准确移取 4mL 上述上清液，加入 23mL 吐温-20 的 PBS，混匀。将低温下保存的免疫亲和柱恢复至室温。免疫亲和柱内的液体放弃后，将上述样液移至 50mL 注射器筒中，调节下滴速度，控制样液以 1mL/min~3mL/min 的速度稳定下滴。待样液滴完后，往注射器筒内加入 2×10mL 水，以稳定流速淋洗免疫亲和柱。待水滴完后，用真空泵抽干亲和柱。脱离真空系统，在亲和柱下部放置西林瓶，取下 50mL 的注射器筒，2×1mL 甲醇洗脱亲和柱，控制 1mL/min~3mL/min 的速度下滴，再用真空泵抽干亲和柱，收集全部洗脱液至西林瓶中。在 50℃下用氮气缓缓地将洗脱液吹至近干，用初始流动相定容至 1.0mL，涡旋 30s 溶解残留物，0.22μm 滤膜过滤，收集滤液于进样瓶中以备进样。不称取试样，同法制备空白试验。

3.1.4 线性关系考察

将黄曲霉毒素 B₁ 系列标准工作溶液由低到高浓度依次进样检测,以峰面积为纵坐标、浓度为横坐标绘制标准曲线。在色谱积分过程中发现标准曲线第一点 0.1ng/mL 目标峰不明显，响应值低几乎接近设备噪声，强制手动积分会导致线性偏离或拟合程度失信，影响检验结果。

3.1.5 试样溶液的测定

待测样液中待测化合物的响应值应在标准曲线线性范围内,浓度超过线性范围的样品则应稀释后重新进样分析。试样中黄曲霉毒素 B₁ 的残留量按公式计算：

$$X = \frac{\rho \times V_1 \times V_3 \times 1000}{V_2 \times m \times 1000}$$

式中：

X——试样中黄曲霉毒素 B₁ 的含量，μg/Kg；

ρ——进样液中黄曲霉毒素 B₁ 按照外标法在标准曲线中对应的浓度,单位为纳克每毫升 (ng/mL)；

V₁——试样提取液体积，mL；

V₃——样品经免疫亲和柱净化洗脱后的最终定容体积,单位为毫升 (mL)；

V_2 ——用于免疫亲和柱的分取样品体积,单位为毫升(mL);

1000——换算系数;

m ——试样的称样量, g;

3.1.6 数据分析

GB 5009.22-2016《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法 高效液相色谱-柱后衍生法, 检出限为 0.03 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 。分析对比浓度关系, 检出限低于标准系列工作溶液最低点 (0.1ng/mL), 定量限相当于标准系列工作溶液最低点 (0.1ng/mL)。而标准系列工作溶液最低点 (0.1ng/mL) 上机检测目标峰不明显, 响应值低几乎接近设备噪声。所以规定的检出限、定量限按照现在的检验参数不易检出、很难积分。并采用加标回收的方式对检出限 0.03 $\mu\text{g/kg}$, 定量限 0.1 $\mu\text{g/kg}$ 进行验证。色谱峰均不能有效积分。

对检验方法中的参数条件进行分析, GB 5009.22-2016《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法 高效液相色谱-柱后衍生法中规定待测样液中待测化合物的响应值应在标准曲线线性范围内,浓度超过线性范围的样品则应稀释后重新进样分析。若提高标准曲线最低点浓度可进行有效积分,但黄曲霉毒素 B₁为真菌毒素,且 GB 2761-2021《食品安全国家标准 食品中真菌毒素限量》中标准限值为 $\leq 0.5\mu\text{g/Kg}$ 。提高标准曲线最低点浓度,不能保证样品中黄曲霉毒素 B₁完全检出,存在食品安全风险。

分析方法中流动相、进样量均为色谱参考条件。以调整流动相比例、增加进样量、减少样品稀释倍数来控制变量,来弥补黄曲霉毒素 B₁在仪器设备响应值低的缺陷,设计了实验进行分析如表 1:

表 1 分析实验设计

Table 1 Analysis Experiment Design

项目	GB 5009.22-2016 色谱条件	调整后色谱条件
色谱参考条件	流动相比例:	流动相比例:
	水: 乙腈-甲醇(50+50)=68%: 32%	水: 乙腈-甲醇(50+50)=60%: 40%
	进样量: 50 μL	进样量: 80 μL

对上机后标准曲线进行分析, 流动相比例为水: 乙腈-甲醇(50+50)=68%: 32%调整为水: 乙腈-甲醇(50+50)=60%: 40%, 即增加有机相比例, 提高流动相极性, 目标峰出峰时间提前。出峰速度快, 色谱峰两个拐点的切线在基线上截距间的距离减少, 在设备对黄曲霉

毒素 B1 响应值不变的前提下峰高增加,同时进样量由 50μL 调整为 80μL 也提高了仪器设备的响应值。并使用该方法制作标准曲线,得到标准曲线回归方程式为 $y=5375837.2661x-194170.2330$ ($R^2=1.0000$) 如图 1,结果表明在 0.1ng/L~40.0 ng/L 范围内呈良好的线性关系。

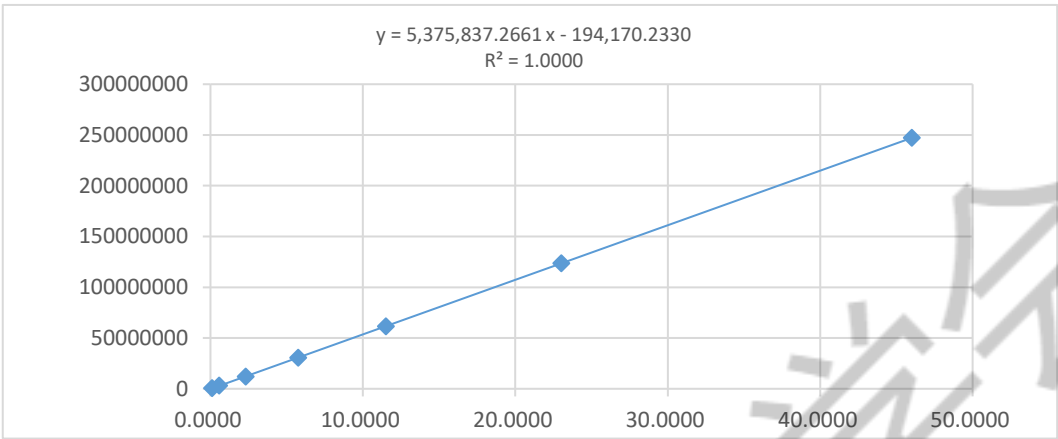


图 1 黄曲霉毒素 B1 标准曲线

Figure 1 Standard curve of aflatoxin B1

3.2 样品测定

对特殊医学用途全营养配方食品样品按照 3.1.3 过程进行处理,同时将准确移取 4mL 上清液,调整为移取 10mL 上清液,即增加用于免疫亲和柱的分取样品体积,以减少样品稀释倍数。用 3.1.5 过程进行计算,结果均未检出,符合 GB 29922-2013 食品安全国家标准 特殊医学用途配方食品通则要求。检验结果如表 2:

表 2 检测结果

Table 2 Test Results

样品名称	样品编号	检测结果, μg/Kg	检测结果平均值, μg/Kg
特殊医学用途全	1	未检出	未检出
营养配方食品	2	未检出	

3.3 加标回收率实验（检出限、定量限验证）

准备 4 个梯度加标样品,分别加入已知含量标准溶液。配置成检出限浓度 0.03μg/Kg、定量限浓度 0.1μg/Kg、随机选取一点浓度 0.2μg/Kg、国标限量浓度 0.5μg/Kg 进行回收率实验。

对以上样品按照调整后条件进行检测。用测得量减去样品中的含量,并除以加标量。得

到黄曲霉毒素 B₁ 检出限浓度 0.03μg/Kg 能够有效积分,且 S/N 值为 3.0;定量限浓度 0.1μg/Kg 能够有效积分,且 S/N 值为 7.3,回收率为 69%;随机选取一点浓度 0.2μg/Kg 能够有效积分,回收率为 100%;随机选取国标限量浓度 0.5μg/Kg 能够有效积分,回收率为 74%。回收率结果均符合 GB/T 27404 中附录 F 中 60%~120%范围的标准要求。表明本方法准确度好、灵敏度高,加标回收率实验(检出限、定量限验证)结果如表 3:

表 3 样品加标回收率实验

Table 3 Sample spiking recovery rate experiment

样品编号	样品本底含量,mg	加标量,mg	测得量,mg	加标回收率, %	平均回收率, %
1-1	0	0.09777	0.064523	65.99	69
1-2	0	0.09777	0.061363	62.76	
1-3	0	0.09777	0.071259	72.88	
1-4	0	0.09777	0.074496	76.20	
1-5	0	0.09777	0.066477	67.99	
1-6	0	0.09777	0.066277	67.79	
2-1	0	0.1955	0.19884	101.71	100
2-2	0	0.1955	0.20075	102.69	
2-3	0	0.1955	0.19582	100.16	
2-4	0	0.1955	0.19651	100.52	
2-5	0	0.1955	0.18979	97.08	
2-6	0	0.1955	0.19403	99.25	
3-1	0	0.4946	0.37336	75.49	74
3-2	0	0.4946	0.36375	73.54	
3-3	0	0.4946	0.34956	70.69	
3-4	0	0.4946	0.37416	75.65	
3-5	0	0.4946	0.36013	72.81	
3-6	0	0.4946	0.37510	75.84	

3.4 精密度测试

利用 3.3 加标回收率实验过程,计算在重复性条件下获得测定结果的 RSD 分别为 7.1%、

2.0%、0.8% (n=6)。结果均符合 GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测中 $\leq 30\%$ 的标准要求。表明该方法精密度重复性良好。

4 讨论

GB 5009.22-2016《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法 高效液相色谱-柱后衍生法,对特殊医学用途全营养配方食品中的黄曲霉毒素 B₁ 含量进行了测定。按照原有参考条件标准曲线低浓度点很难有效积分。原因可能为浓度低,仪器设备响应值偏低或缺陷。通过设计实验,提高色谱参考条件中流动相比比例中有机相比比例(水:乙腈-甲醇(50+50)=68%:32%调整为水:乙腈-甲醇(50+50)=60%:40%)、增加仪器设备进样量(50 μ L 调整为 100 μ L)、增加用于免疫亲和柱的分取样品体积(4mL 调整为 10mL),以减少样品稀释倍数。来提高仪器设备的响应值。为确保实验的可信度,对线性关系进行了验证考察,结果表明范围内呈良好的线性关系;对加标回收率实验(检出限、定量限验证)进行了测试验证,结果表明本方法准确度高、灵敏度高;对方法精密度进行了测试,结果表明该方法精密度重复性良好。

综上所述,调整了流动相比比例,增加进样量、增加用于免疫亲和柱的分取样品体积以减少样品的稀释倍数,提高了仪器设备响应值。整个测定方法简单易行,结果准确。本文可为后续按照 GB 5009.22-2016《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法 高效液相色谱-柱后衍生法,检测特殊医学用途全营养配方食品中黄曲霉毒素 B₁ 提供一定的参考。

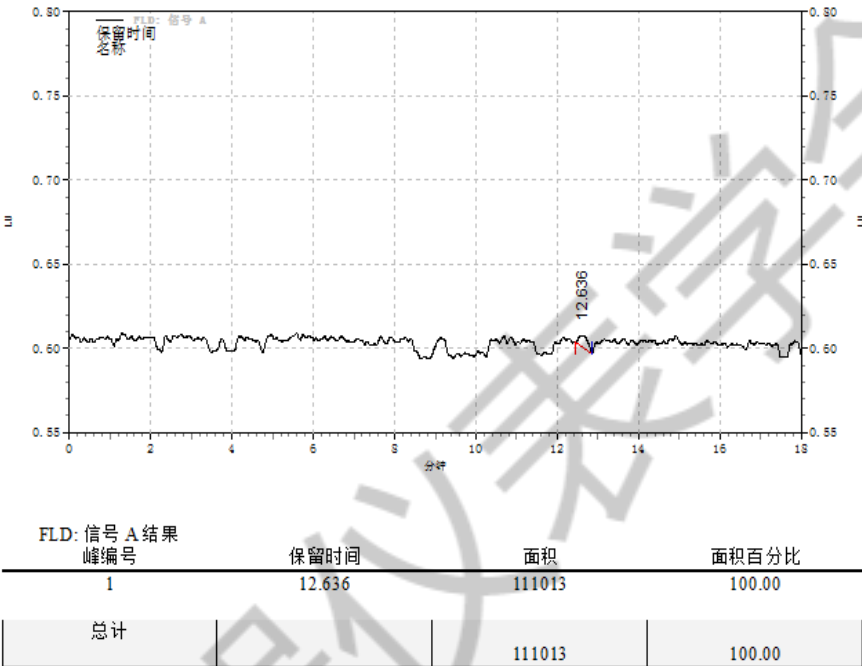
参考文献:

- [1]GB 29923-2013 食品安全国家标准特殊医学用途配方食品良好生产规范系列标准实施指南[J].
- [2]GB 29922-2013 食品安全国家标准 特殊医学用途配方食品通则[S].
- [3]GB 50090.22-2016 食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定[S].
- [4]高磊.黄曲霉毒素 B₁ 的常见检验方法分析[J].中外食品工业, 2014,16-0035-02.
- [5] GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].
- [6] GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法[S].

附图

报 告

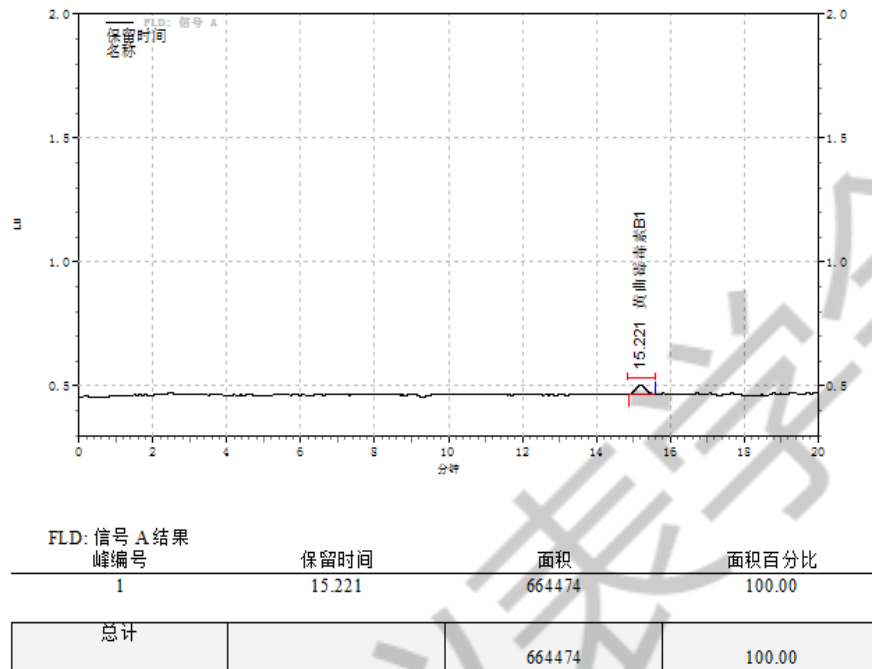
数据文件:
E:\特医食品\成品\润能®特殊医学用途全营养配方食品\20220901\黄曲霉毒素M1\2022-10-01
12-55-37 (GMT +08-00).rslt\标线1.dat
方法:
E:\特医食品\方法\检验方法(二、四季度)\成品-黄曲霉毒素M1-D-1.0mL-50 µL-18min-标线.met
进样位置: P1-A1
进样体积: 50
采集时间: 2022/10/1 12:57:46 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 11:46:19 (GMT +08:00)
实验者: 李世新 (李世新)



调整检测条件前标准曲线最低点

报 告

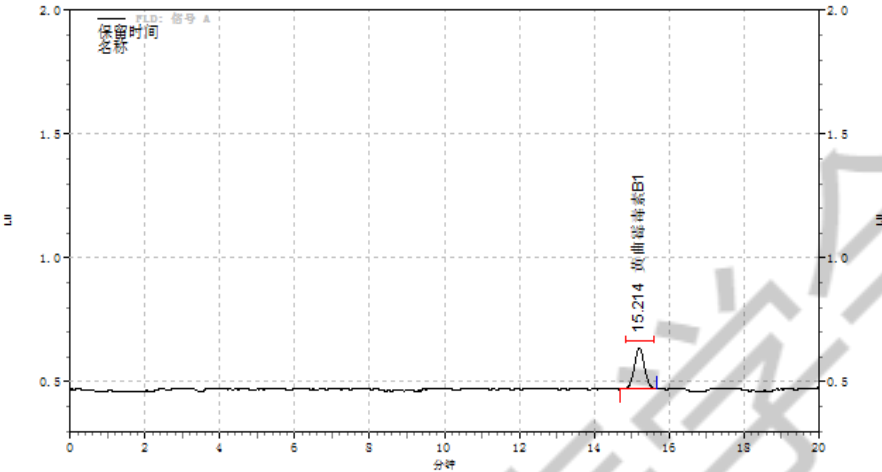
数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\标线1.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: PI-A1
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 11:47:25 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 11:49:14 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



调整检测条件后标准系列曲线 1

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\标线2.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-A2
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 12:09:45 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:02:36 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

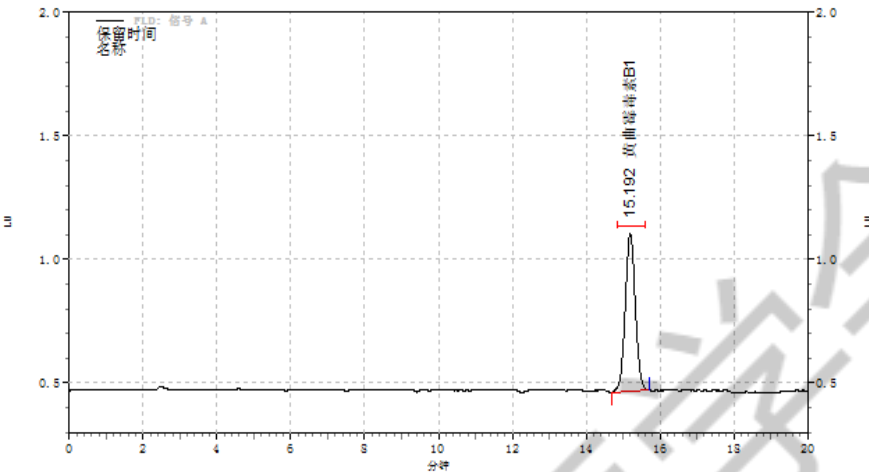


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.214	3123913	100.00
总计		3123913	100.00

调整检测条件后标准系列曲线 2

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rs1t\标线3. dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-A3
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 12:32:01 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:04:03 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

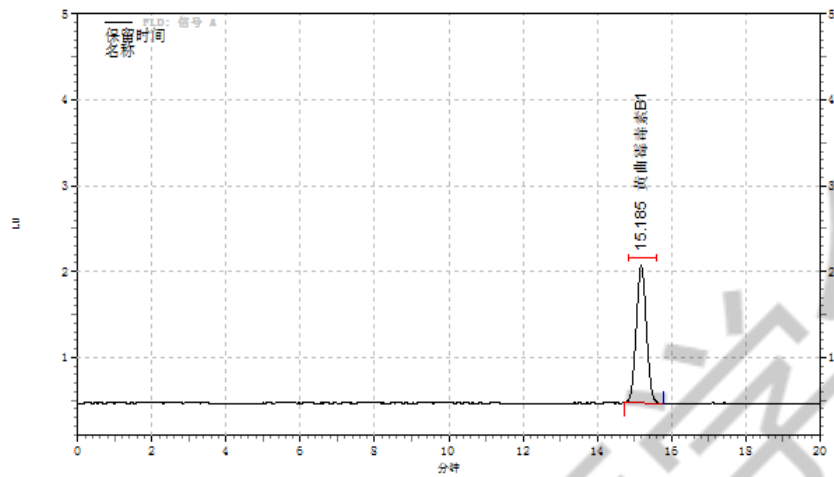


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.192	12061119	100.00
总计		12061119	100.00

调整检测条件后标准系列曲线 3

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\标线4. dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-A4
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 12:54:18 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:07:07 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

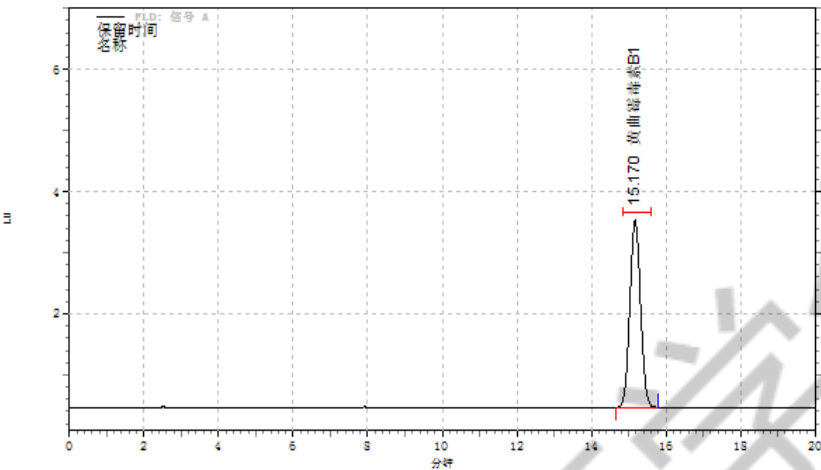


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.185	30570553	100.00
总计		30570553	100.00

调整检测条件后标准系列曲线 4

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\标线5.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-A5
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 13:16:33 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:08:16 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

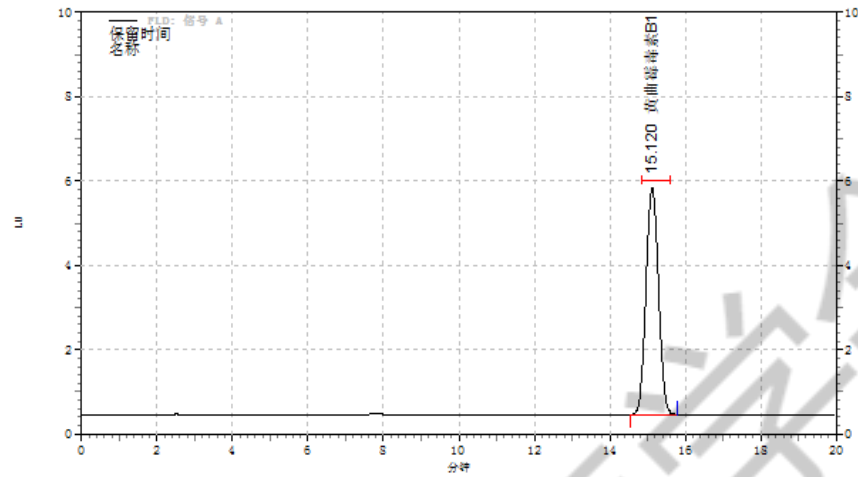


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.170	61278155	100.00
总计		61278155	100.00

调整检测条件后标准系列曲线 5

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\标线6. dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1. 0ml-80 μ L-20minF1.met
进样位置: P1-A6
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 13:38:48 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:09:23 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

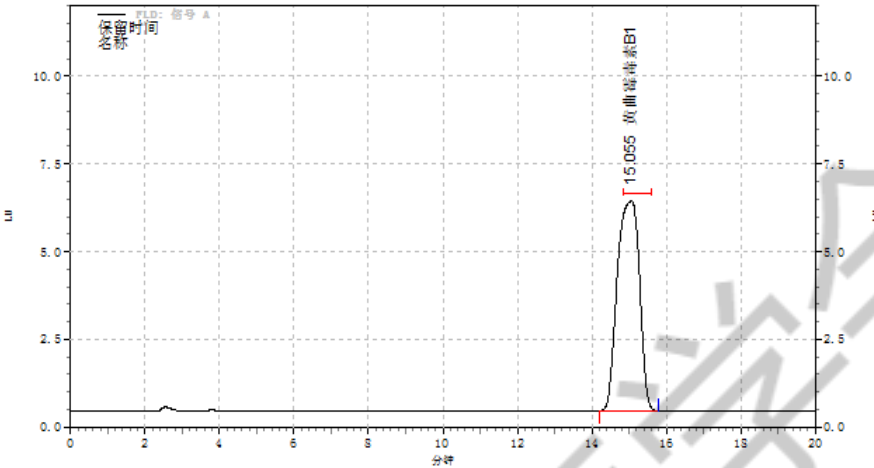


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.120	123589135	100.00
总计		123589135	100.00

调整检测条件后标准系列曲线 6

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\标线7.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-A7
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 14:01:02 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:10:37 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

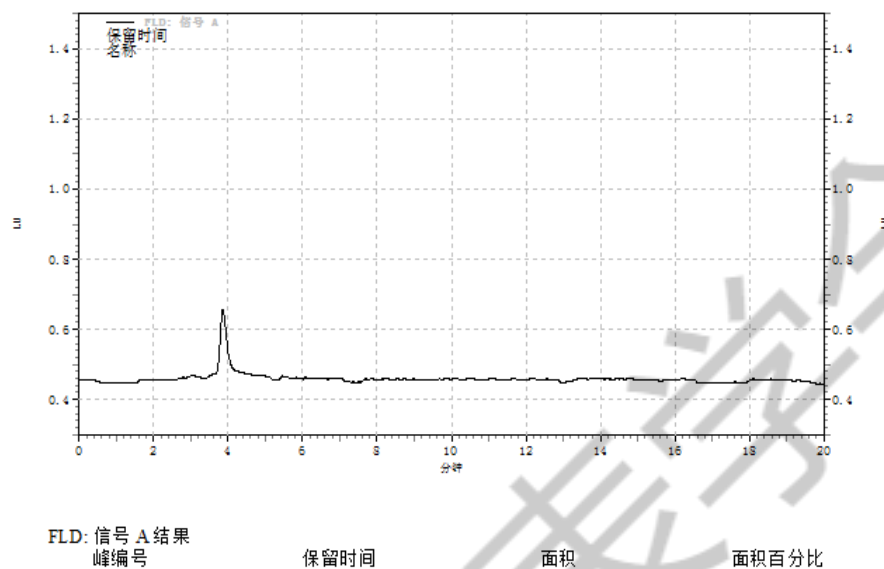


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.055	247218434	100.00
总计		247218434	100.00

调整检测条件后标准系列曲线 7

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rslt\试样空白.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF2.met
进样位置: P1-A8
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 14:23:17 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:12:17 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

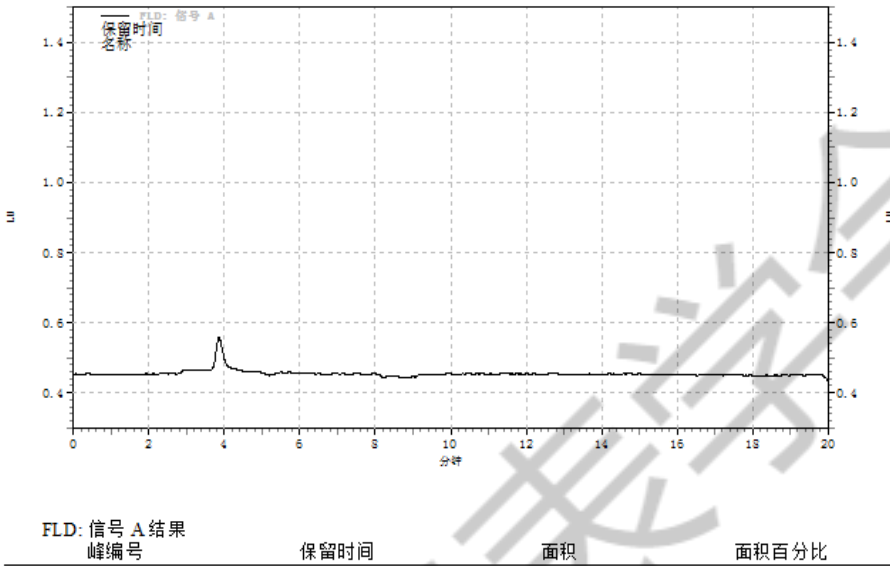


样品测定 (试剂空白)

报 告

第 1 页 (共 1 页)

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08-00).rs1t\试样1.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF2.met
进样位置: P1-A9
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 14:45:34 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:14:59 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

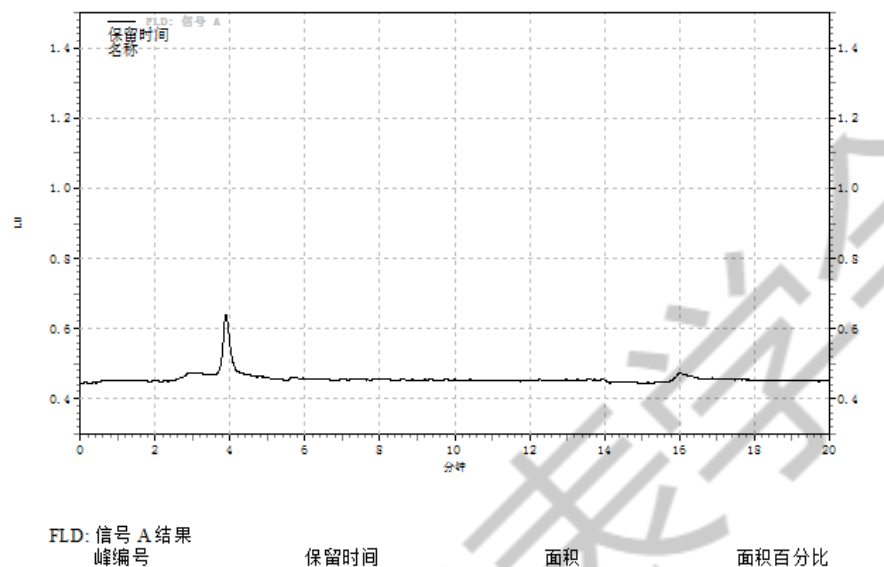


样品测定 (试样 1)

报 告

第 1 页 (共 1 页)

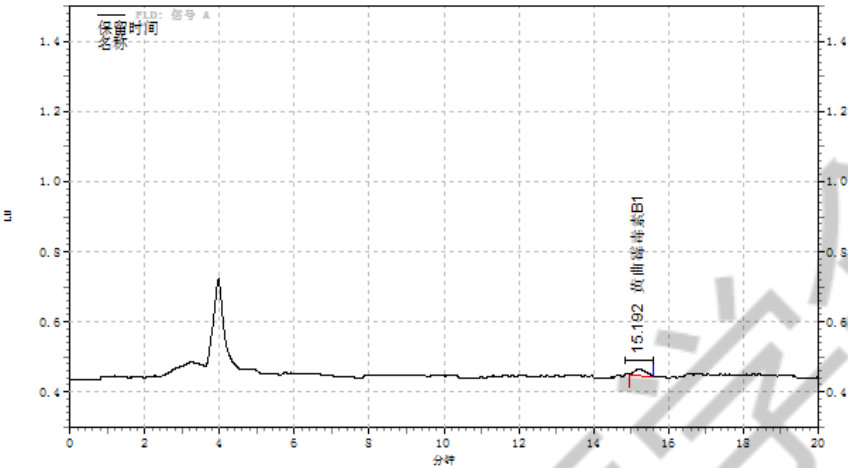
数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 11-45-08 (GMT
+08:00).rsl\t\试样2.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF2.met
进样位置: P1-A10
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 15:07:51 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:15:50 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



样品测定 (样品 2)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 16-17-42 (GMT
+08-00).rslt\样品1-1.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B1
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 16:20:25 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:40:59 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

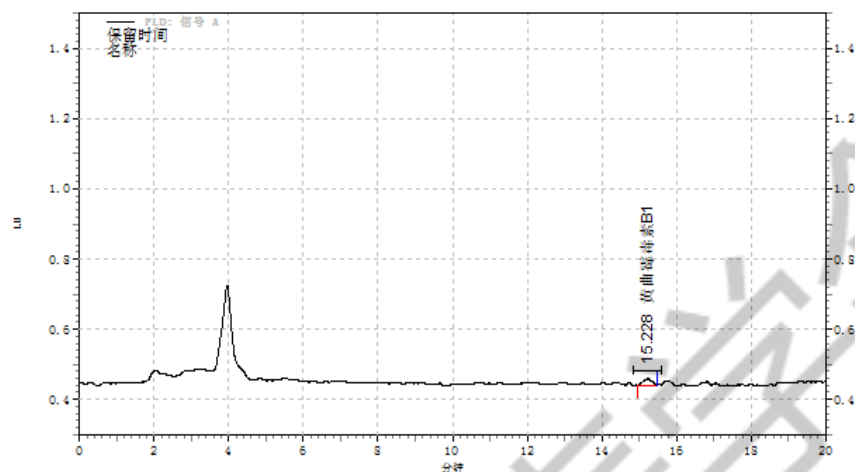


FLD: 信号 A 结果				
峰编号	保留时间	面积	面积百分比	S/N
1	15.192	413021	100.00	3.0
总计		413021	100.00	

加标回收率实验 (1 检出限浓度 0.03μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 16-17-42 (GMT
+08-00).rslt\样品1-2.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B2
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 16:42:41 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:42:09 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

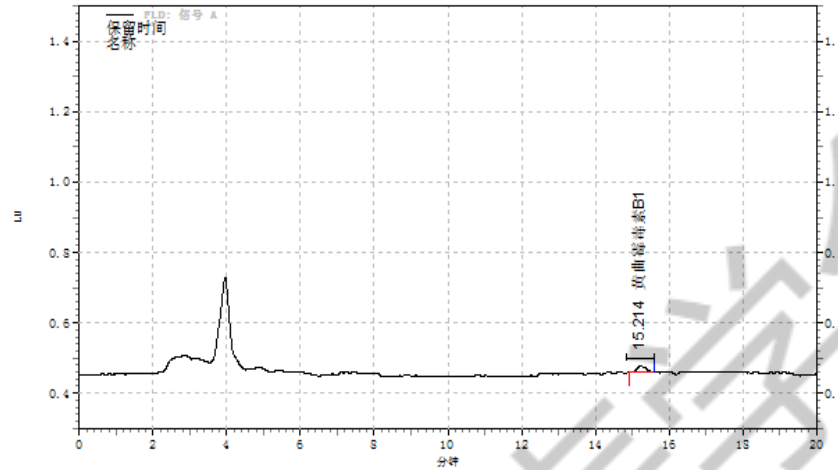


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.228	286449	100.00
总计		286449	100.00

加标回收率实验 (2 检出限浓度 0.03μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 16-17-42 (GMT
+08-00).rs1t\样品1-3.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80 μ L-20minF1.met
进样位置: P1-B3
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 17:04:58 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:42:55 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



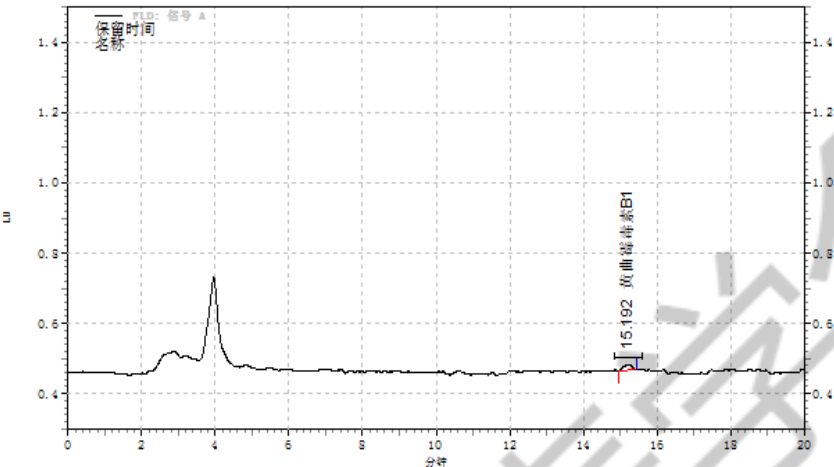
FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.214	313012	100.00
总计		313012	100.00

加标回收率实验 (3 检出限浓度 0.03 μ g/Kg)

报 告

第 1 页 (共 1 页)

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 16-17-42 (GMT
+08-00).rsl\t样品1-4.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B4
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 17:27:14 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:43:31 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



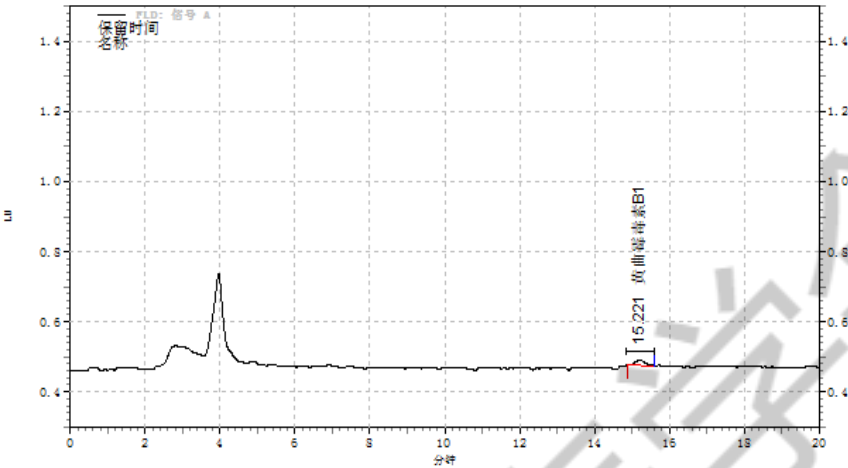
FLD: 信号 A 结果

峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.192	234705	100.00
总计		234705	100.00

加标回收率实验 (4 检出限浓度 0.03μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 16-17-42 (GMT +08-00).rslt\样品1-5.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B5
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 17:49:30 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:44:11 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

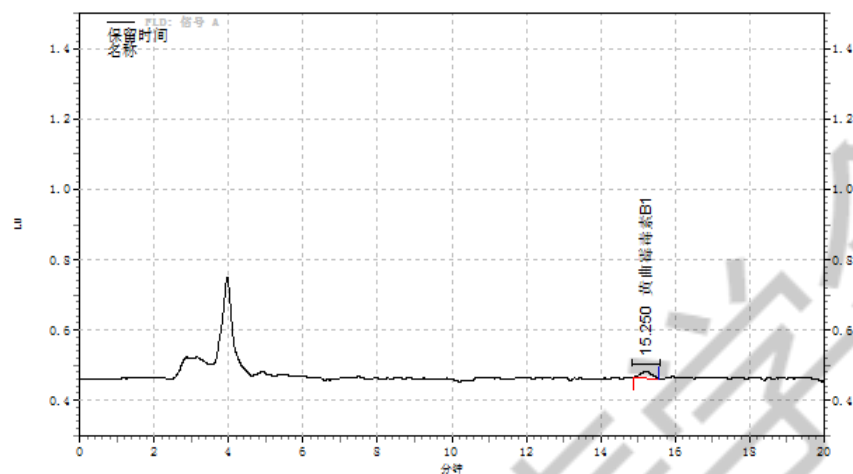


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.221	291100	100.00
总计		291100	100.00

加标回收率实验 (5 检出限浓度 0.03μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-26 16-17-42 (GMT
+08:00).rs1t\样品1-6.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B6
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/26 18:11:46 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:45:11 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

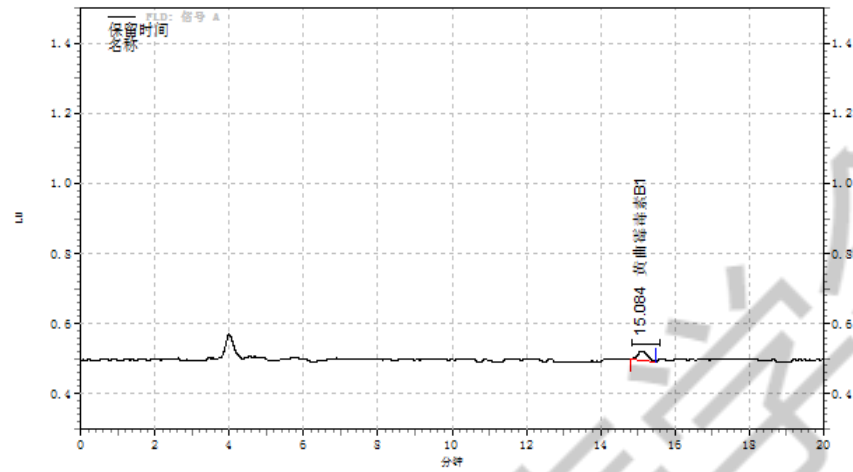


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.250	427639	100.00
总计		427639	100.00

加标回收率实验 (6 检出限浓度 0.03μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-09-05 (GMT
+08-00).rsl\t\样品2-1.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B1
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 16:11:46 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:34:20 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

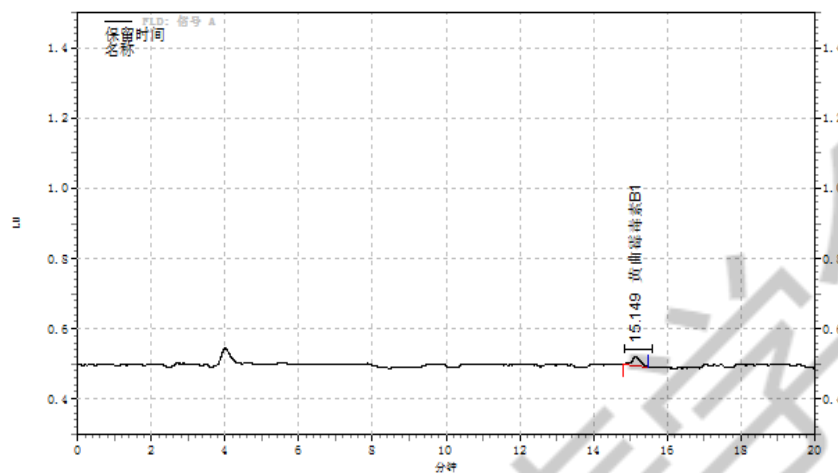


FLD: 信号 A 结果				
峰编号	保留时间	面积	面积百分比	S/N
1	15.084	468193	100.00	7.3
总计		468193	100.00	

加标回收率实验 (1 定量限浓度 0.1μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-09-05 (GMT
+08-00).rs1t\样品2-2.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-B2
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 16:34:05 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:37:52 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

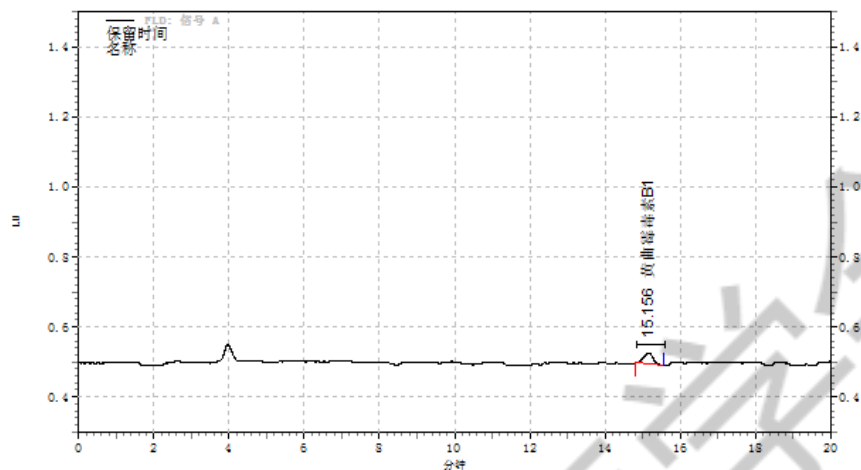


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.149	431952	100.00
总计		431952	100.00

加标回收率实验 (2 定量限浓度 0.1µg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-09-05 (GMT
+08-00).rslt\样品2-3.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-B3
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 16:56:20 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:38:38 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

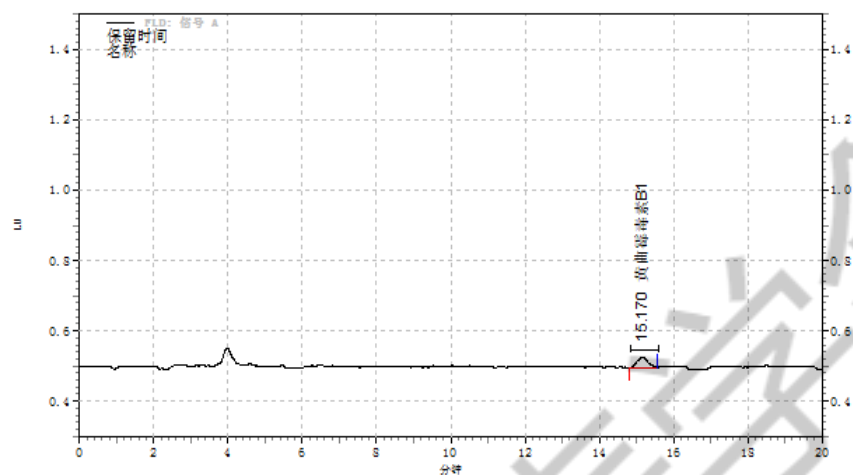


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.156	556426	100.00
总计		556426	100.00

加标回收率实验 (3 定量限浓度 0.1µg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-09-05 (GMT
+08-00).rs1t\样品2-4.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80 μ L-20minF1.met
进样位置: P1-B4
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 17:18:36 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:39:16 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

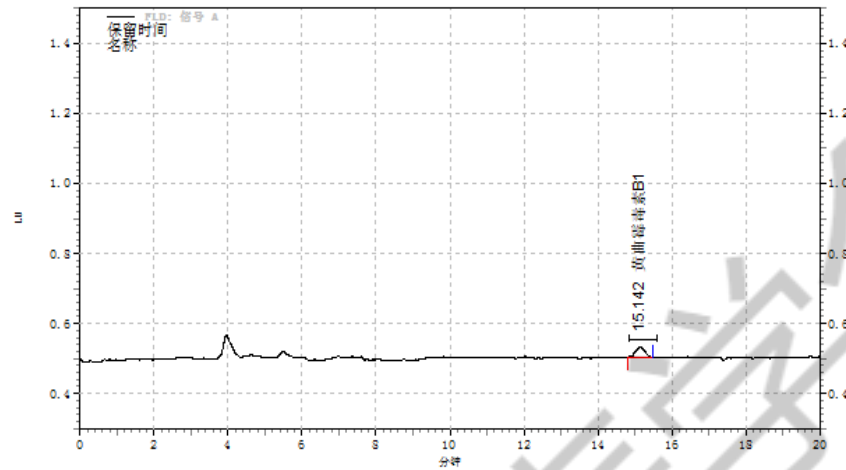


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.170	600300	100.00
总计		600300	100.00

加标回收率实验 (4 定量限浓度 0.1 μ g/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-09-05 (GMT
+08-00)\.rslt\样品2-5.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-B5
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 17:40:55 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:40:06 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

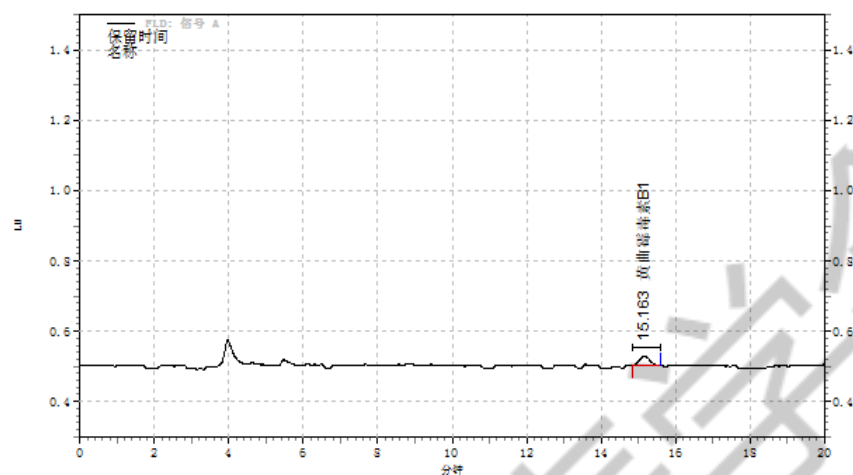


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.142	488297	100.00
总计		488297	100.00

加标回收率实验 (5 定量限浓度 0.1µg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-09-05 (GMT
+08:00).rslt\样品2-6.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0mL-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B6
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 18:03:13 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 13:40:49 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

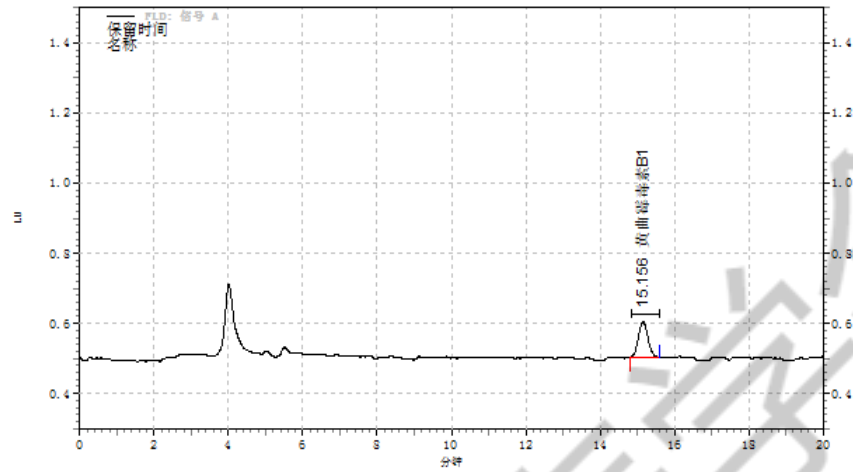


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.163	483669	100.00
总计		483669	100.00

加标回收率实验 (6 定量限浓度 0.1μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-55-09 (GMT
+08-00).rs1t\样品3-1.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-C1
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 18:25:45 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:23:07 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

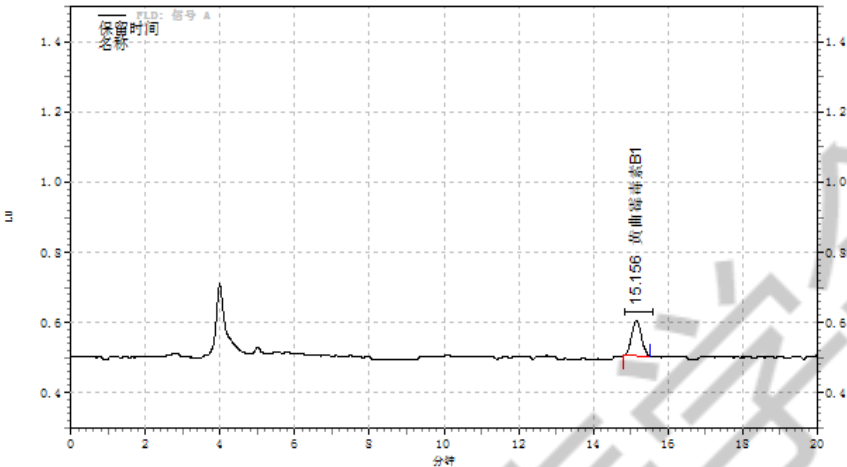


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.156	1844662	100.00
总计		1844662	100.00

加标回收率实验 (1 随机选取一点浓度 0.2μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-55-09 (GMT
+08-00).rsl\t样品3-2.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-C2
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 18:48:02 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:23:59 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



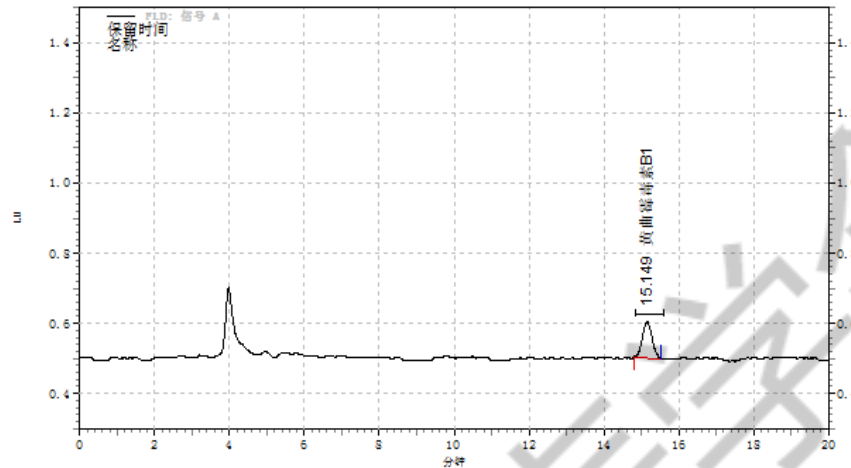
FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.156	1878457	100.00
总计		1878457	100.00

加标回收率实验 (2 随机选取一点浓度 0.2μg/Kg)

报 告

第 1 页 (共 1 页)

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-55-09 (GMT
+08-00).rsl\t\样品3-3.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-C3
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 19:10:21 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:24:41 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

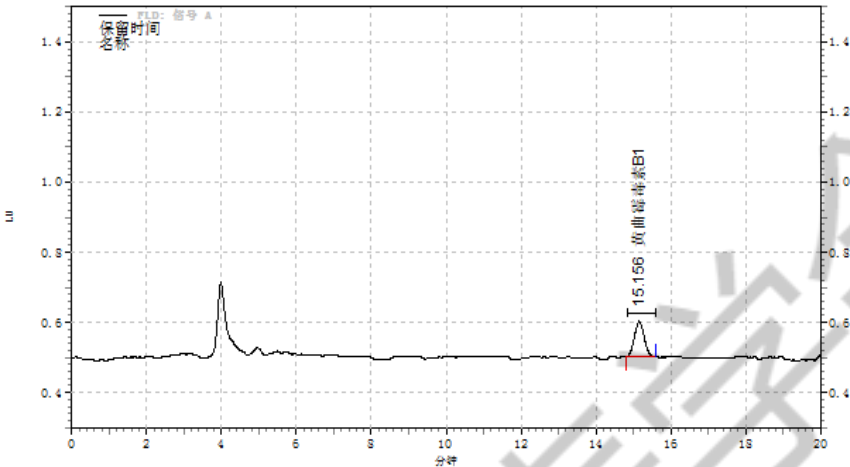


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.149	1803851	100.00
总计		1803851	100.00

加标回收率实验 (3 随机选取一点浓度 0.2μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-55-09 (GMT +08-00).rs1t\样品3-4.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-C4
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 19:32:39 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:25:17 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

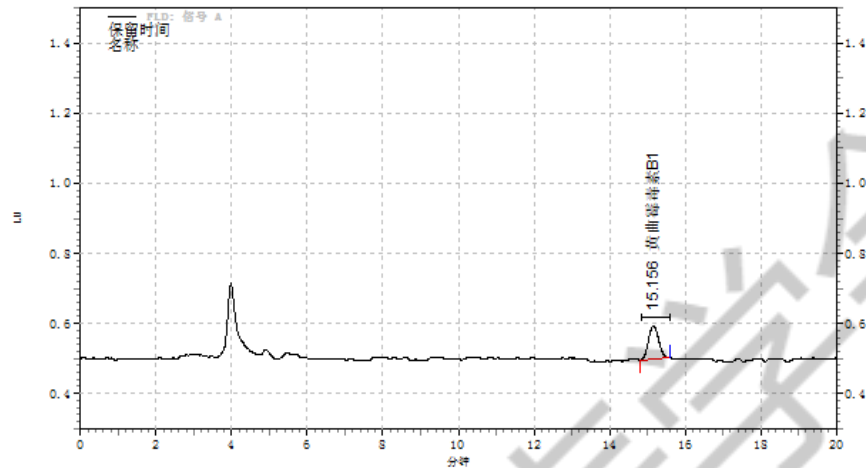


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.156	1833978	100.00
总计		1833978	100.00

加标回收率实验 (4 随机选取一点浓度 0.2µg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-55-09 (GMT
+08:00).rslt\样品3-5.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0mL-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-C5
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 19:54:58 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:26:23 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

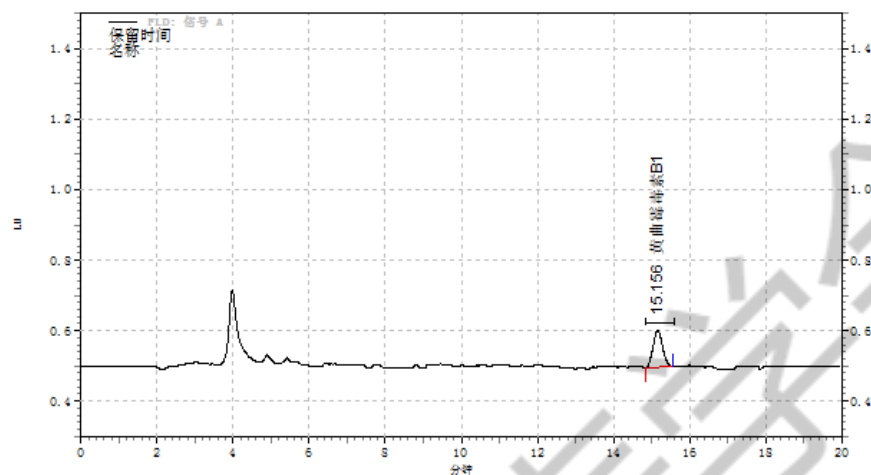


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.156	1753541	100.00
总计		1753541	100.00

加标回收率实验 (5 随机选取一点浓度 0.2μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-10-27 16-55-09 (GMT
+08:00).rs1t\样品3-6.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-C6
进样体积: 80
采集时间: 2022/10/27 20:17:16 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:27:00 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

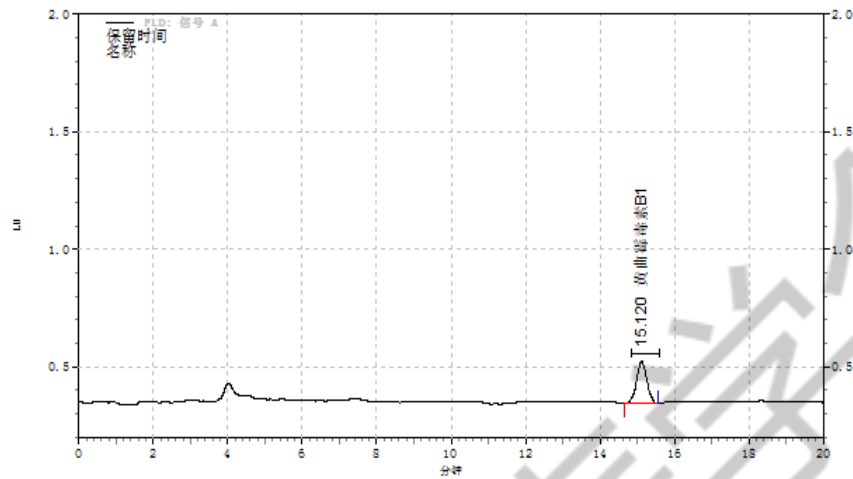


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.156	1845061	100.00
总计		1845061	100.00

加标回收率实验 (6 随机选取一点浓度 0.2μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-11-01 16-58-25 (GMT
+08-00).rs1t\样品5-1.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-B1
进样体积: 80
采集时间: 2022/11/1 17:01:06 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:48:33 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



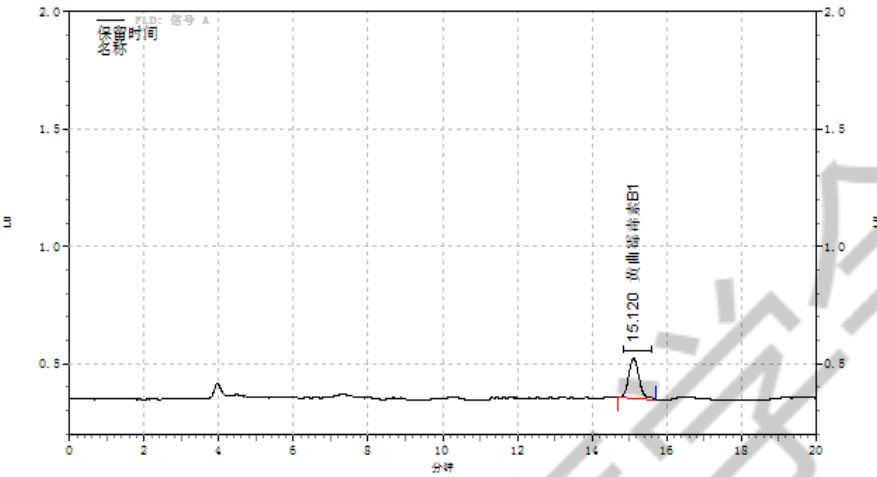
FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.120	3421204	100.00
总计		3421204	100.00

加标回收率实验 (1 国标限量浓度 0.5µg/Kg)

报 告

第 1 页 (共 1 页)

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-11-01 16-58-25 (GMT
+08-00).rs1t\样品5-2.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B2
进样体积: 80
采集时间: 2022/11/1 17:23:25 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:49:32 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)

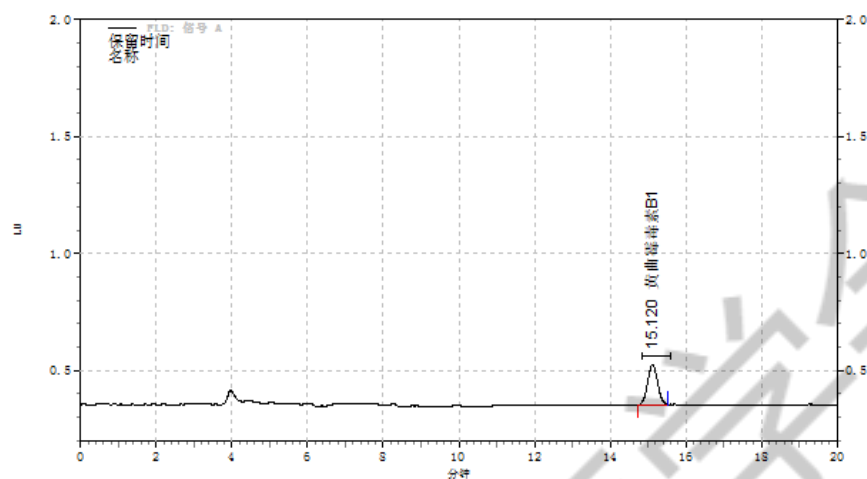


FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.120	3322259	100.00
总计		3322259	100.00

加标回收率实验 (2 国标限量浓度 0.5μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-11-01 16-58-25 (GMT
+08-00).rslt\样品5-3.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80 μ L-20minF1.met
进样位置: P1-B3
进样体积: 80
采集时间: 2022/11/1 17:45:41 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:50:15 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



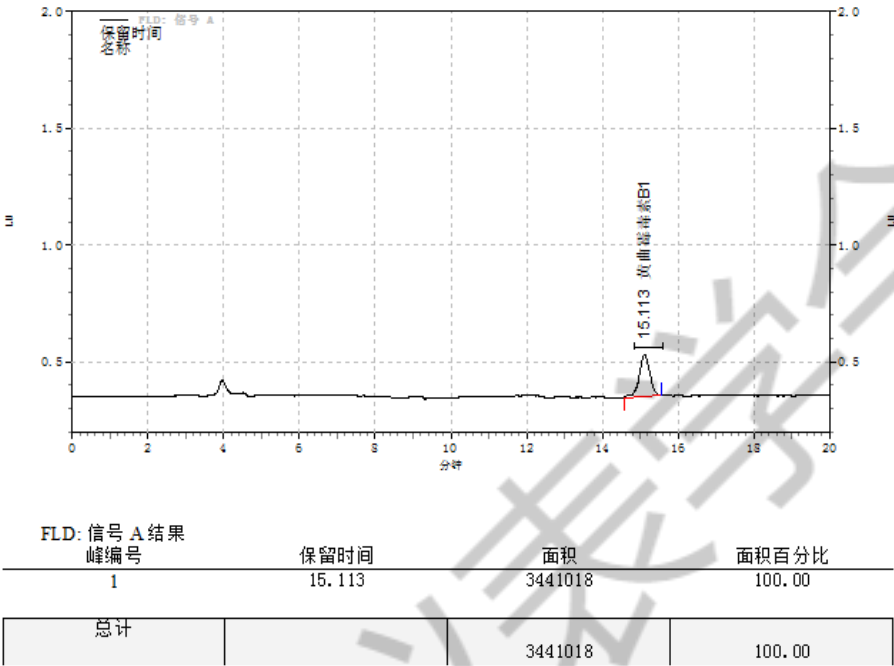
FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.120	3148430	100.00
总计		3148430	100.00

加标回收率实验 (3 国标限量浓度 0.5 μ g/Kg)

报 告

第 1 页 (共 1 页)

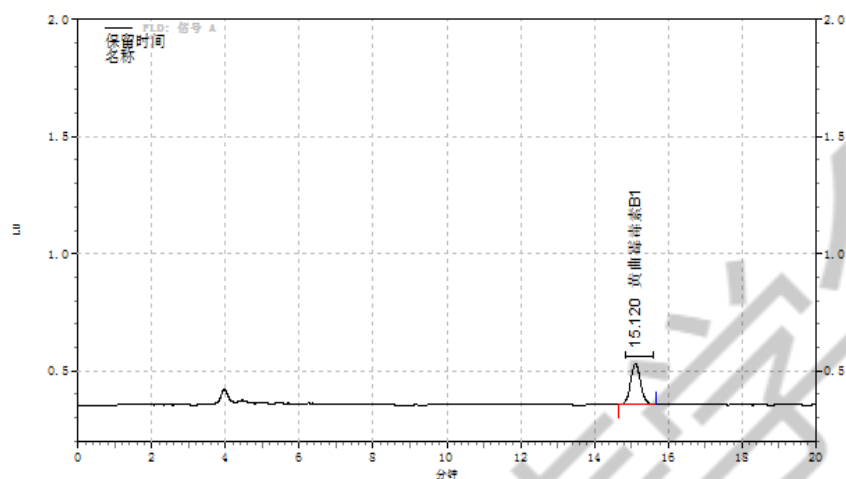
数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-11-01 16-58-25 (GMT
+08-00).rslt\样品5-4.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二四季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B4
进样体积: 80
采集时间: 2022/11/1 18:07:56 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:50:51 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



加标回收率实验 (4 国标限量浓度 0.5μg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-11-01 16-58-25 (GMT
+08-00).rs1t\样品5-5.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80µL-20minF1.met
进样位置: P1-B5
进样体积: 80
采集时间: 2022/11/1 18:30:13 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:51:32 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



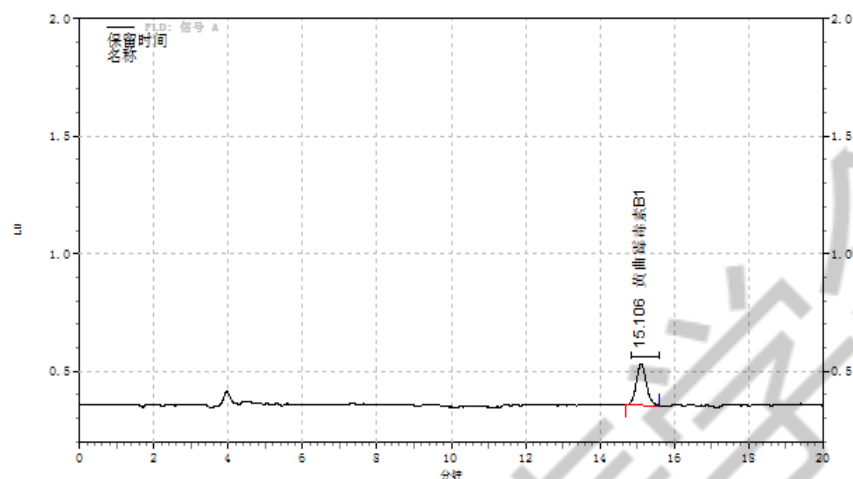
FLD: 信号 A 结果

峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.120	3270046	100.00
总计		3270046	100.00

加标回收率实验 (5 国标限量浓度 0.5µg/Kg)

报 告

数据文件: E:\特医食品\方法验证\黄曲霉毒素B1\2022-11-01 16-58-25 (GMT
+08-00).rs1t\样品5-6.dat
方法: E:\特医食品\方法\第二季度\成品-黄曲霉毒素B1-D-1.0ml-80μL-20minF1.met
进样位置: P1-B6
进样体积: 80
采集时间: 2022/11/1 18:52:32 (GMT +08:00)
打印时间: 2022/11/10 15:52:00 (GMT +08:00)
实验者: 唐怡 (唐怡)



FLD: 信号 A 结果			
峰编号	保留时间	面积	面积百分比
1	15.106	3427245	100.00
总计		3427245	100.00

加标回收率实验 (6 国标限量浓度 0.5μg/Kg)