

食用植物油中辣椒素检测的固相萃取方法 (Copure® C18)

本方法适用于“地沟油”中辣椒素含量的检测

一、样品提取

准确称取 0.5 g 试样于 50 mL 离心管中，加入 500 μ L 二氯甲烷，再加入 3 mL 2% NaOH 溶液，涡旋 10 min，混匀，4000 r/min 离心 10 min，移出水层，残余物再用 3 mL 2% NaOH 溶液重复提取一次，合并水相，用稀硫酸（水：浓硫酸 = 1:15, v/v）调节 pH 至 2 ~ 3 之间，备用。

二、SPE 柱净化 (Copure® C18, 500 mg/6 mL)

活化：C18 柱使用前用 5 mL 乙腈、5 mL 水活化。

上样和洗脱：取备用液全部过柱，弃去流出液；加 5 mL 水淋洗，弃去流出液；抽干小柱，加 5 mL 乙腈洗脱，收集洗脱液（上样、洗脱过程流速控制在 1 mL/min 内）。

上机测试：洗脱液于 50°C 氮吹至近干，用 1 mL 80% 甲醇水溶液溶解，经 0.45 μ m 有机滤膜过滤，供上机测试。

三、仪器条件

仪器：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m)

检测器：Waters 2475 荧光检测器

检测波长：激发波长：229 nm

发射波长：320 nm

流动相：A：水 B：甲醇

洗脱方式：等度洗脱，A：B=20：80

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μ L

订购信息

货号	描述	包装
COC186500	Copure® C18 固相萃取柱, 500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SF130-22-PTFE	PTFE/ ϕ 13 mm/0.22 μ m/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/ ϕ 47 mm/0.45 μ m/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/ ϕ 47 mm/0.45 μ m/ 有机系	200 片 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒

四、实验结果

表 1 0.5 mg/kg 食用植物油中辣椒素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
天然辣椒素	72.4	70.8	77.6	73.6	4.8
合成辣椒素	86.2	86.6	92.2	88.3	3.8

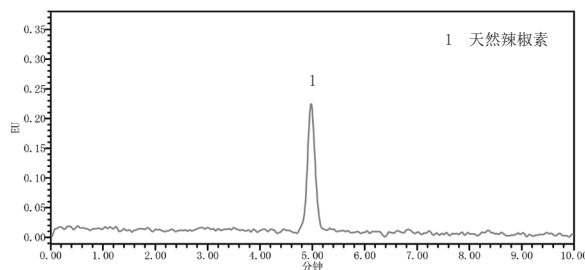


图 1 添加水平为 0.5 mg/kg 植物油中天然辣椒素检测的液相色谱图

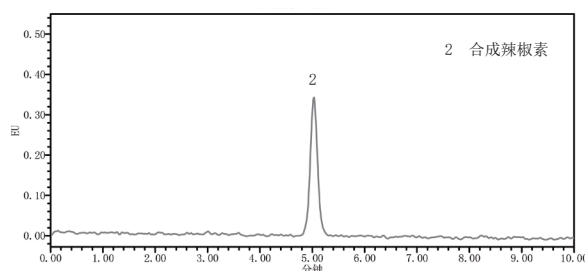


图 2 添加水平为 0.5 mg/kg 植物油中合成辣椒素检测的液相色谱图