

# 牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的固相萃取方法 (Copure® 223 多功能净化柱)

黄曲霉素是一类真菌 (如黄曲霉和寄生曲霉) 的有毒代谢产物, 它们具有很强的致癌性, 黄曲霉素 M1 是黄曲霉素 B1 的羟基化代谢产物, 其毒性与黄曲霉素 B1 相当, 也是一种强致癌物。当奶牛食用了被黄曲霉素 B1 污染的饲料后, 黄曲霉素 B1 在动物体内会经过转化生成代谢产物黄曲霉素 M1。代谢产物黄曲霉素 M1 一部分随尿液和乳汁排出, 另一部分存于动物细胞的可食用组织中; 其中在乳汁中较为常见, 因此, 检测生鲜乳中黄曲霉素 M1 指标具有重要意义。

逗点生物采用 Copure® 223 多功能净化柱, 实现了黄曲霉毒素 M 族的快速检测。建立牛奶中黄曲霉毒素 M1 和 M2 的 LC 检测方法。两个水平 (5 ng/g, 10 ng/g) 的加标回收率均在 90-110% 之间, RSD 值小于 5%, 整体净化效果和回收率优于国内品牌。本方法操作简便快捷, 具有回收率高和除杂效果好的优势, 能够作为牛奶中黄曲霉毒素 M 族检测的参考方法。

参照《GB 5009.24-2016 食品安全国家标准 食品中黄曲霉毒素 M 族的测定》。

## 一、样品前处理

### 1.1 样品提取

1) 称取 4 g 试样于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 乙腈, 涡旋混匀, 置于超声波/涡旋振荡器或摇床中振荡 20 min, 在 6000 r/min 下离心 10 min, 取上清液备用。

### 1.2 样品净化

- 1) 向玻璃试管中加入 10 mL 样品提取液。
- 2) 将净化柱橡胶头从试管顶端插入试管中, 并向下压净化柱至试管底端。
- 3) 将净化柱上部净化后的样品净化液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化液, 氮气吹干, 用 1 mL 初始流动相复溶, 涡旋 30s 溶解残渣, 过 0.22 $\mu$ m 微孔滤膜, 上机分析。

## 订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226	Copure® 226 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支/盒
COAF228	Copure® 228 多功能净化柱	展青霉素, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	25 支/盒
COAF224	Copure® 224 多功能净化柱	玉米赤霉烯酮	25 支/盒
COAF223	Copure® 223 多功能净化柱	黄曲霉毒素 M1、M2	25 支/盒
COAF229	Copure® 229 多功能净化柱	赭曲霉毒素	25 支/盒
COAF230	Copure® 230 多功能净化柱	呕吐毒素	25 支/盒
COAF302	Copure® 302 多功能净化柱	黄曲霉毒素 B 族、G 族、M 族, 玉米赤霉烯酮, 呕吐毒素, T-2 毒素, 赭曲霉毒素, 伏马毒素, 3-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇, 15-乙酰脱氧雪腐镰刀菌烯醇	25 支/盒

## 二、仪器条件

仪器设备: UltiMate 3000 (Thermo Fisher Scientific), 配 FLD 检测器

色谱柱: Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5  $\mu$ m)

流动相: A: 去离子水 B: 乙腈 - 甲醇 (50/50)

流动相洗脱条件: A, 70%; B, 30%

流速: 1.0 mL/min

柱温: 室温

进样体积: 20.0 mL

检测波长: 激发波长 360 nm, 发射波长 430 nm

检测器: 荧光检测器 (FLD)

## 三、实验结果

表 1 牛奶中黄曲霉毒素 M 族加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure®223		国内 A 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
AFT M1	5	93.5	4.11	93.5	4.53
	10	94.1	4.25	89.5	4.55
AFT M2	5	95.1	3.50	95.5	5.31
	10	94.2	4.25	96.4	5.51

从图 1 中可知, 经过 Copure® 223 多功能净化板净化处理后, 提取液中杂质被明显吸附, 减少了杂质干扰, 净化效果优于国内 A 品牌; 从表 1 中可知, 黄曲霉毒素 M1 和 M2 的回收率均在 90-110% 之间, RSD 值小于 5%, 能满足实验使用需求。

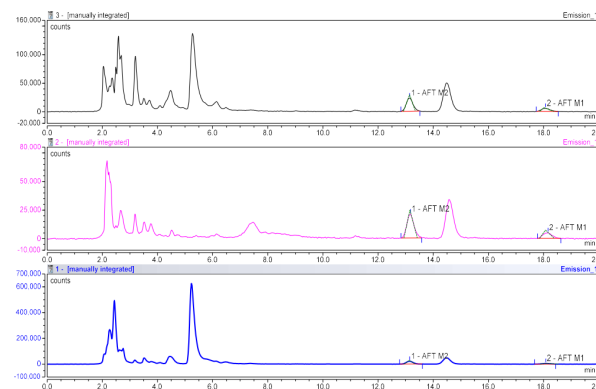


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图 (5ng/g)  
(①国内 A 品牌 - 净化处理, ② Copure®223- 净化处理, ③牛奶样品 - 未净化处理)