

苹果醋中展青霉素含量检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 228 多功能净化板)

展青霉素是一种世界范围内的水果污染物，在多种水果、水果制品和果酒中均有发现。展青霉素对人及动物均具有较强的毒性作用。当人摄入了展青霉素，可通过影响细胞膜的透过性间接地引起生理呼吸异常。鉴于展青霉素的毒性及其污染情况，开展展青霉素的检测非常必要。

逗点生物采用最新自主研发的 24 孔 Copure® 228 多功能净化板，实现了展青霉素的快速、高通量检测。建立苹果醋中展青霉素检测的 LC 检测方法，该方法两个水平 (5 ng/g, 10 ng/g) 的加标回收率均在 90-110 % 之间，孔间回收率 CV 值小于 5 %。本方法操作简便快捷，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为苹果醋中展青霉素检测的参考方法。

本方法适用于苹果、山楂、果蔬汁类和酒类食品中展青霉素的测定。

参照《GB 5009.185-2016 食品安全国家标准食品中展青霉素的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 4 g 样品，用乙腈定容至 25 mL。
- 2) 涡旋 5 min, 6000 r/min 离心 5 min, 取上清液，待净化用。

1.2 样品净化

- 1) 将 24 孔净化板放置在 24 孔收集板上，再向净化板孔中加入 6 mL 样品提取液。
- 2) 将 24 孔净化板和收集板放置在 24 孔正压提取装置下，开启气阀开关，使净化板孔和输气孔保持对应，匹配良好。
- 3) 调整气体输出压力，使样品提取液过滤至收集板中。
- 4) 取 4 mL 样品净化液，加入 20 μ L 乙酸，40°C 下氮气吹干，用 1 mL 乙酸溶液复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μ m 微孔滤膜，上机分析。

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 μ m)

流动相: A: 去离子水 B: 乙腈

流动相梯度: 5% B (0min~13min), 100% B (13min~15min), 5% B (15min~20min)

流速: 1.0 mL/min 柱温: 40 °C 进样体积: 20.0 mL
检测波长: 276 nm 检测器: DAD 检测器

三、实验结果

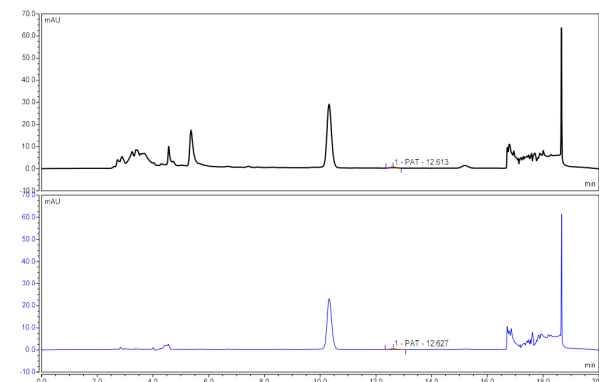


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(① 苹果醋样品 - 未净化处理 ② Copure® 228 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure® 228 多功能净化板净化处理后，上机液中杂质被明显吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确；24 个孔中展青霉素的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5%，能满足实验使用需求。

表 1 苹果醋中展青霉素加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 228 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
展青霉素	5	94.5	2.23
	10	95.6	3.45

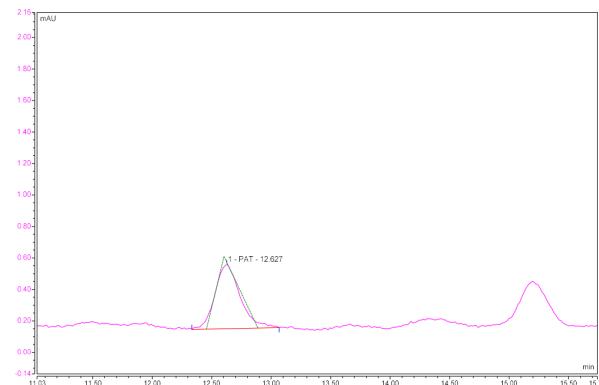


图 2 使用 Copure® 228 多功能净化板净化后的加标样品色谱图 (5 ng/g)

订购信息

产品信息	名称	描述	规格
COAF226-GTL	Copure® 226 多功能净化板	玉米赤霉烯酮, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF228-GTL	Copure® 228 多功能净化板	展青霉素, 黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2	1 块 / 盒
COAF224-GTL	Copure® 224 多功能净化板	玉米赤霉烯酮	1 块 / 盒
COAF223-GTL	Copure® 223 多功能净化板	黄曲霉毒素 M1、M2	1 块 / 盒
COAF229-GTL	Copure® 229 多功能净化板	赭曲霉毒素	1 块 / 盒
COAF230-GTL	Copure® 230 多功能净化板	呕吐毒素	1 块 / 盒
COAF302-GTL	Copure® 302 多功能净化板	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	1 块 / 盒