

食品中赭曲霉毒素 A 含量检测的免疫亲和柱法 (Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱)

本方法适用于食品中赭曲霉毒素 A 含量的检测

一、样品提取

1、大米

称取粉碎后的大米 5.00 g (精确到 0.01 g) 食品到 50 mL 离心管, 加 25 mL 70% 甲醇水溶液, 振荡 30 min, 4000 r/min 下离心 5 min, 取上清液 5 mL 于 15 mL 离心管中, 加 10 mL 磷酸缓冲液, 混匀待净化。

2、食用油

称取 5.00 g (精确到 0.01g) 食用油到 50 mL 离心管, 加 1 g NaCl, 20 mL 70% 甲醇水溶液, 振荡 30 min, 4000 r/min 下离心 5 min, 取上清液 1 mL, 加入 4 mL 水, 混匀待净化。

3、酱油

称取 5.00 g (精确到 0.01 g) 酱油到 50 mL 离心管, 加 70% 甲醇水定容至 20 mL, 超声 5 min, 振荡 10 min, 取上清液 1 mL, 加入 4 mL 水, 混匀待净化。

4、葡萄干

称取搅碎 5.00 g (精确到 0.01 g) 葡萄干到 50 mL 离心管, 加提取液 (称取 150.0 g 氯化钠、20.0 g 碳酸氢钠溶于约 950 mL 水中, 加水定容至 1 L) 20 mL, 超声 5 min, 振荡 5 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液 1 mL 到 4 mL 磷酸缓冲溶液, 混匀待净化。

5、白酒

取白酒 5.00 g (精确到 0.01 g) 到 50 mL 离心管, 加碳酸氢钠溶液 (10 g/L) 定容至 20 mL, 振荡 15 min, 取上清液 1 mL 到 4 mL 磷酸缓冲溶液, 混匀待净化。

磷酸缓冲溶液: 称取 8.0 g 氯化钠、1.2 g 磷酸氢钠、0.2 g 磷酸二氢钾、0.2 g 氯化钾溶解于约 990 mL 水中, 用浓盐酸调节 pH=7.0, 用水稀释至 1 L。

二、免疫亲和柱净化 (Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱, 3 mL)

上样: 取待净化样品 2 mL 过柱, 弃掉流出的液体。

淋洗和洗脱: 加入 20 mL 水淋洗柱子, 分两次淋洗, 弃掉流出的液体, 抽干小柱; 加入 2 mL 甲醇缓慢洗脱亲和柱, 流速约为 2-3 秒 / 滴。

重新溶解: 40°C 下氮吹至近干, 加 1 mL 初始流动相复溶, 0.22 μm 滤膜过滤, 供 HPLC 分析。

三、仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: Inertsustain-C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2475 荧光检测器

检测波长: 激发波长: 333 nm

发射波长: 447 nm

流动相: A: 乙腈

B: 2% 乙酸水溶液

洗脱方式: 等度洗脱, A: B=49.5: 50.5

流速: 1 mL/min

进样体积: 20 μL

四、实验结果

表 1 25.0 μg/kg 食品中赭曲霉毒素 A 的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
大米	111.2	109.4	111.6	110.7	1.1
食用油	85.5	85.3	86.4	85.7	0.7
酱油	99.4	100.1	104.1	101.2	2.5
葡萄干	95.0	89.0	92.0	92.0	3.3
白酒	92.2	95.8	89.2	92.4	3.6

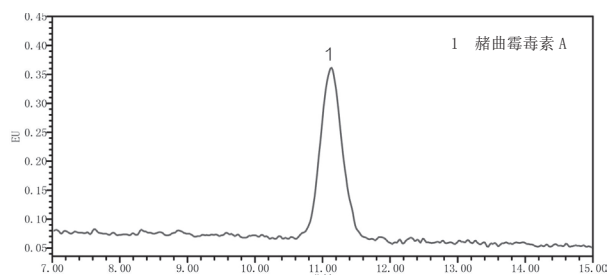


图 1 添加水平为 25.0 μg/kg 赭曲霉毒素 A 检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFOCH103	Copure® 赭曲霉毒素 A 免疫亲和柱, 3 mL	20 支 / 盒
MF047-45-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-45-PTFE	PTFE/φ47 mm/0.45 μm/ 有机系	200 片 / 盒
SC2-5	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 预开口, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 棕色短螺纹广口样品瓶, 带书写处	100 个 / 盒
SPEMF12G	12 位固相萃取负压装置, 玻璃缸体	1 个 / 盒