

银耳中米酵菌酸检测的固相萃取方法 (Copure® MAX)

本方法适用于银耳中米酵菌酸的检测

一、样品提取

干试样经粉碎过后称取 20.00 g (精确至 0.01 g) 置于锥形瓶中, 加 100 mL 甲醇 / 氨水 / 水溶液 (80:1:19, v/v/v); 鲜 (湿) 样经剪碎、匀浆后称取 10.0 g (精确至 0.01 g), 加入 80 mL 甲醇 / 氨水 / 水溶液 (80:1:19, v/v/v); 混匀, 室温下避光浸泡 1 h, 超声提取 30 min, 过滤; 干试样滤液取 50 mL, 鲜 (湿) 试样取滤液 40 mL, 置 80°C 水浴中 (加入沸石) 浓缩至约 3 min, 待净化。

二、SPE 柱净化 (Copure® MAX, 60 mg/3 mL)

活化: MAX 固相萃取柱使用前依次用 5 mL 甲醇、5 mL 水活化。

上样和洗脱: 在 MAX 固相萃取柱上加入待净化样品, 弃去流出液; 用 5 mL 水、5 mL 甲醇淋洗, 弃去淋洗液, 抽干小柱; 用 6 mL 2% 甲酸甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液 (上样、洗脱过程控制流速在 1 mL/min 以内)。

重新溶解: 洗脱液于 40°C 缓慢氮气流条件下吹至近干, 用 1 mL 甲醇溶液溶解, 经 0.22 μm 滤膜过滤, 供高效液相色谱测定。

三、仪器条件

设备: Waters Alliance 2695

色谱柱: XB-C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 μm)

检测器: Waters 2487 紫外检测器 检测波长: 267 nm

流动相: A: 水 (乙酸调 pH=2.5) B: 甲醇

洗脱方式: 等度洗脱, A: B=22: 78

流速: 1.0 mL/min

进样体积: 20 μL

四、实验结果

表 1 1.0 mg/kg 银耳中米酵菌酸的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
米酵菌酸	96.6	97.6	90.1	94.8	4.1

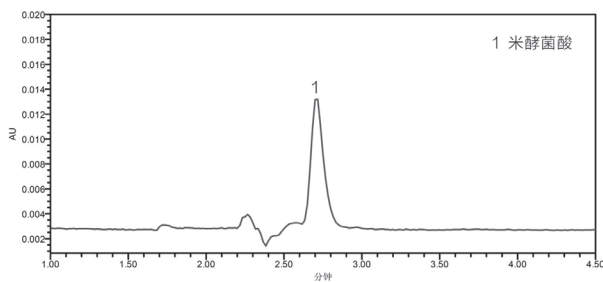


图 1 添加水平为 1.0 mg/kg 银耳中米酵菌酸检测的液相色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMAX360	Copure® MAX 固相萃取柱, 60 mg/3 mL	50 支 / 盒
SF130-22-NL	尼龙 / Φ13 mm/0.22 μm / 有机系	100 个 / 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
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