

大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的固相萃取方法 (Copure® 229 多功能净化柱)

赭曲霉毒素是一些曲霉属和青霉属真菌的代谢产物，其是继黄曲霉毒素后被发现的第一大类真菌毒素。根据赭曲霉毒素化学结构的不同，通常被划分为 A、B、C 3 类，其中 A 类 (Ochratoxin A, OTA) 毒性最大、污染最广。一旦人体食用 OTA 污染的农产品，OTA 会通过胃肠道系统吸收并对身体造成严重影响。因此精准快速地检测粮食作物及其制品中赭曲霉毒素 A 含量，对于保证食品安全具有重要的意义。

逗点生物采用最新自主研发的 Copure®229 多功能净化柱，建立大豆粉中赭曲霉毒素 A 检测的 LC 方法。LC 方法中两个水平 (4 ng/g, 8 ng/g) 的加标回收率均在 90-110 % 之间，RSD 小于 10 %。本方法操作简便快捷，与国内外的竞品相比，具有回收率高和除杂效果好的优势，能够作为大豆粉中赭曲霉毒素 A 的参考方法。

参照《GB 5009.96-2016 食品安全国家标准 食品中赭曲霉毒素 A 的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5g 样品，再加入 20 mL 乙腈-水溶液 (84: 16) 混合均匀。
- 2) 涡旋 15 min 后，6000 r/min 离心 5 min，取上清液，待净化用。

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提取液取出至样品瓶或 EP 管中。
- 4) 取 5 mL 净化提取液，40°C 下氮气吹干，用 1 mL 初始流动相复溶，涡旋 30s 溶解残渣，过 0.22 μm 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 × 250 mm, 5 μm)

流动相：A: 2% 乙酸水 B: 乙腈

流动相梯度：

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)
0.00	50	50
1.00	50	50
15.0	50	50

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

流速：1.0 mL/min 柱温：30°C 进样体积：10.0 mL

检测波长：激发波长 333 nm，发射波长 460 nm

检测器：荧光检测器 (FLD)

三、实验结果

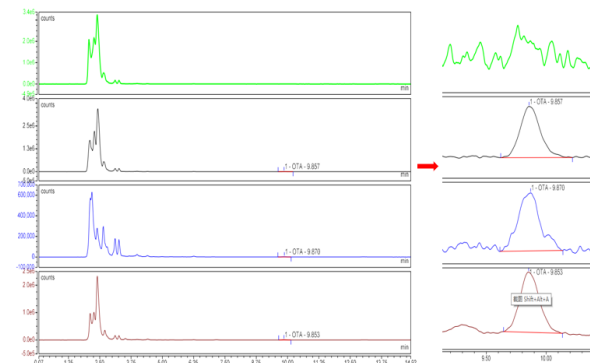


图 1 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的色谱图 (①大豆粉样品 - 未净化处理 ② Copure®229- 净化处理 ③ 国内 B 品牌 - 净化处理 ④ 国外 A 品牌 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure®229 净化处理后，上机液中杂质被吸附，色谱图中杂峰更少，目标峰旁边无干扰峰，定量更准确。

由表 2 可得，Copure®229 的回收率在 90-110% 之间，RSD < 10%，与国外 A 品牌相近，优于国内 B 品牌，可以满足国标《GB 2761-2017》和《GB 5009.96-2016》的使用需求。

表 2 LC 方法加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Biocomma		国外 A 品牌		国内 B 品牌	
		回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%	回收率 R/%	RSD/%
赭曲霉毒素 A	4	98.7	1.32	94.4	2.08	74.1	7.10
	8	97.6	4.04	102	3.04	50.3	1.51

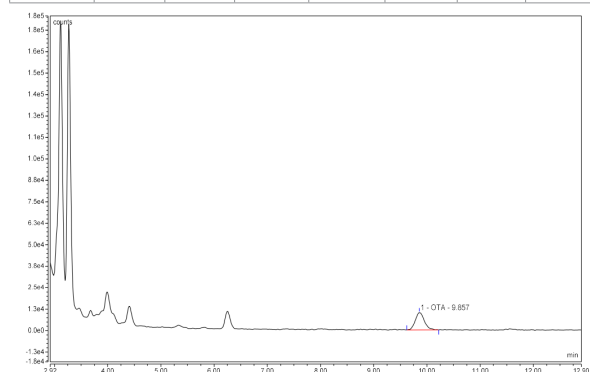


图 2 使用 Copure®229 净化后的加标样品的色谱图 (8 ng/g)