

小麦粉中呕吐毒素检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 230 多功能净化板)

呕吐毒素也叫做脱氧雪腐镰刀菌烯醇 (deoxynivalenol, DON)，其是一种单端孢霉烯族化合物，由于该毒素能够引起动物呕吐等中毒症状，故而称为呕吐毒素。小麦作为主食作物，是呕吐毒素分布最广的作物之一。在小麦生产加工的过程中，呕吐毒素伴随着面粉的制成存在于小麦粉中，严重危及人们的身体健康。因此精准快速地检测粮食作物及其制品中呕吐毒素含量，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 24 孔 Copure® 230 多功能净化板，实现了呕吐毒素的快速、高通量检测。建立小麦粉中呕吐毒素检测的 LC 检测方法，LC 方法中两个水平 (200 ng/g, 400 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，能够作为小麦粉中呕吐毒素检测的参考方法。

参照《GB 5009.111-2016 食品安全国家标准 食品中脱氧雪腐镰刀菌烯醇及其乙酰化衍生物的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 2 g 样品，再加入 20 mL 乙醇 - 水溶液 (9+1) 混匀。
- 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) 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，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 DAD 检测器
 色谱柱: Agilent ZORBAX C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)
 流动相: A: 甲醇 B: 去离子水
 流动相梯度:

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

表 1 流动相洗脱程序

时间	A (%)	B (%)
0.00	20	80
2.00	20	80
10.00	70	30
12.00	70	30
13.50	20	80
16.00	20	80

流速: 0.8 mL/min 柱温: 35°C
 进样体积: 50.0 mL 检测波长: 218 nm

三、实验结果

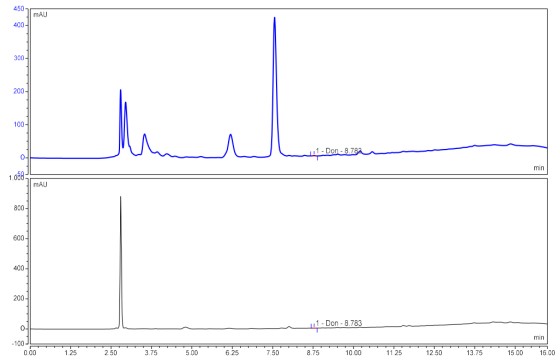


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
 (①小麦粉样品 - 未净化处理 ② Copure® 230 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知，经过 Copure® 230 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 个孔中呕吐毒素的回收率均在 90-110% 之间，孔间回收率 CV 值小于 5%，能满足实验使用需求。

表 2 LC 方法加标回收实验结果

检测项目	加标水平 (ng/g)	Copure® 230 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
呕吐毒素	200	95.9	4.11
	400	91.2	4.25

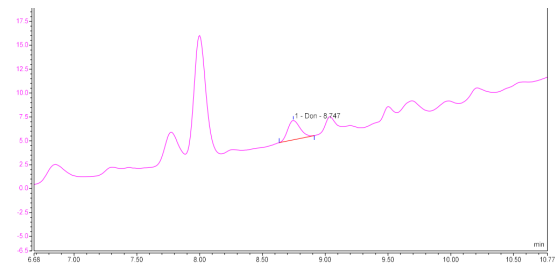


图 2 使用 Copure® 230 多功能净化板净化后的加标样品色谱图 (200 ng/g)