

玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的固相萃取方法 (Copure® 224 多功能净化柱)

玉米赤霉烯酮 (zearalenone, ZEN) 是一种由镰刀菌产生的非甾体类真菌毒素, 常存在于受镰刀菌污染的谷物中 (小麦、玉米、燕麦和大麦等); 玉米赤霉烯酮是一种常见的饲料霉菌毒素, 是世界范围内污染农作物最严重的霉菌毒素之一。

当畜禽采食了被玉米赤霉烯酮污染的饲料后, 会产生肿瘤、雌激素和免疫抑制作用等不利影响, 通过动物性食品危及人类的健康, 因此精准快速地检测饲料及饲料原料和食品中玉米赤霉烯酮含量, 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®224 多功能净化柱, 建立玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的 LC 检测方法。该方法两个水平 (8 ng/g, 16 ng/g) 的加标回收率均在 90-100% 之间, RSD 小于 10%, 操作简便快捷, 与国内外的竞品相比, 具有回收率高和脱色除杂效果好的优势, 能够作为玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的参考方法。

本方法适用于粮食和粮食制品, 酒类, 酱油、醋、酱及酱制品, 大豆、油菜籽、食用植物油中玉米赤霉烯酮的测定。参照《GB 5009.209-2016 食品安全国家标准 食品中玉米赤霉烯酮的测定》。

一、样品前处理

1.1 样品提取

- 1) 称取 5 g 样品, 加入 1 g 氯化钠, 再加入 20 mL 乙腈-水溶液 (9+1) 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, 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: 乙腈

B: 去离子水

C: 甲醇

流动相梯度:

表 1 流动相洗脱程序

| 时间 | A (%) | B (%) | C (%) |
|-------|-------|-------|-------|
| 0.00 | 52 | 40 | 8 |
| 5.00 | 52 | 40 | 8 |
| 8.00 | 95 | 5 | 0 |
| 11.00 | 95 | 5 | 0 |
| 13.00 | 52 | 40 | 8 |
| 17.00 | 52 | 40 | 8 |

流速: 1.0 mL/min

柱温: 室温

进样体积: 50.0 mL

检测波长: 激发波长 274 nm, 发射波长 440 nm

检测器: 荧光检测器 (FLD)

三、实验结果

表 2 玉米粉中玉米赤霉烯酮加标回收实验结果

| 检测项目 | 加标水平 (ng/g) | Copure®224 | | 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/% |
| 玉米赤霉烯酮 | 8 | 95.5 | 6.2 | 98.4 | 6.0 | 145 | 5.1 |
| | 16 | 90.1 | 6.8 | 92.1 | 6.5 | 125 | 5.7 |



图 1 不同品牌多功能净化柱处理样品后的脱色效果图 (①玉米粉提取液-未净化处理 ② Copure®224-净化处理 ③ 国外 A 品牌-净化处理 ④ 国内 B 品牌-净化处理)

从图 1 中可知, 经过 Copure®224 净化处理后, 提取液中色素被明显吸附; Copure®224 的脱色效果明显, 其脱色能力与国外 A 品牌和国内 B 品牌相近。

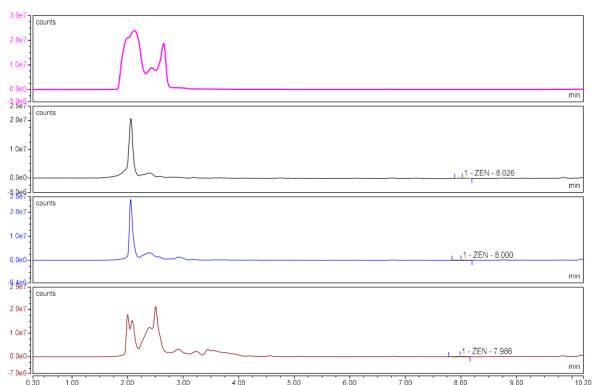


图2 不同品牌多功能净化柱处理加标样品后的色谱图 (①玉米粉样品-未净化处理 ② Copure®224-净化处理 ③国外A品牌-净化处理 ④国内B品牌-净化处理)

从图2中可知, 经过 Copure®224 净化处理后, 上机液中杂质被明显吸附, 色谱图中杂峰更少; Copure®224 的杂质去除效果与国外 A 品牌相近, 优于国内 B 品牌。

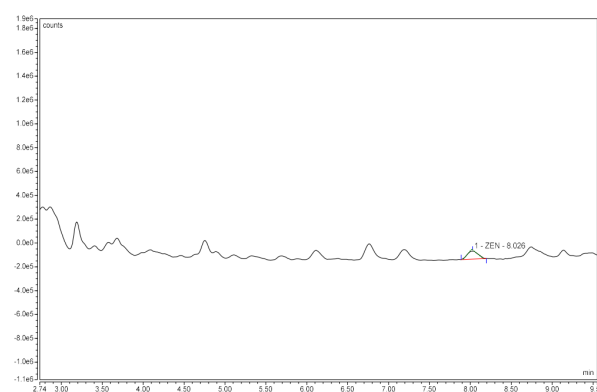


图3 使用 Copure®224 净化后的加标样品的色谱图 (8 ng/g)

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 |