

玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的高通量固相萃取方法 (Copure® 224 多功能净化板)

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 24 孔 Copure® 224 多功能净化板,实现了玉米赤霉烯酮的快速、高通量检测。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 90-110 % 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,能够作为玉米粉中玉米赤霉烯酮检测的参考方法。

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) 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 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

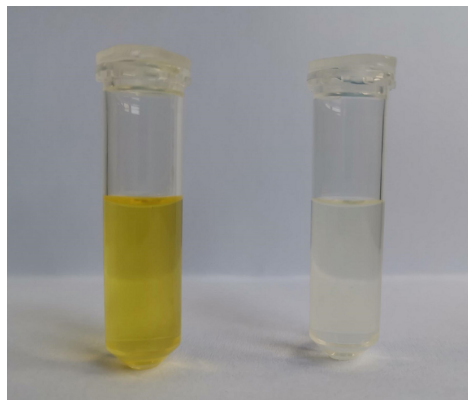


图 1 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(①玉米粉提取液 - 未净化处理 ② Copure® 224 多功能净化板 - 净化处理)

从图 1 中可知,经过 Copure® 224 多功能净化板净化处理后,提取液中色素被明显吸附,减少杂质干扰。

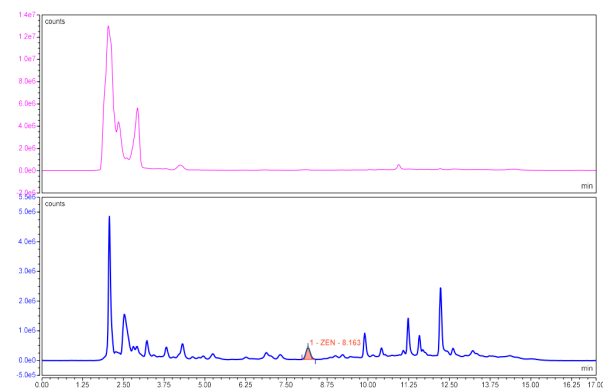


图 2 使用多功能净化板处理前后的色谱图
(①玉米粉样品 - 未净化处理 ② Copure® 224 多功能净化板 - 净化处理)

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 多功能净化板	
		平均回收率 R/% (n=24)	CV/%
玉米赤霉烯酮	8	96.1	3.64
	16	95.4	4.17

从图 2 中可知, 经过 Copure® 224 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。表 2 中, 24 个孔中玉米赤霉烯酮的回收率均在 90-110% 之间, 孔间回收率 CV 值小于 5 %, 能满足实验使用需求。

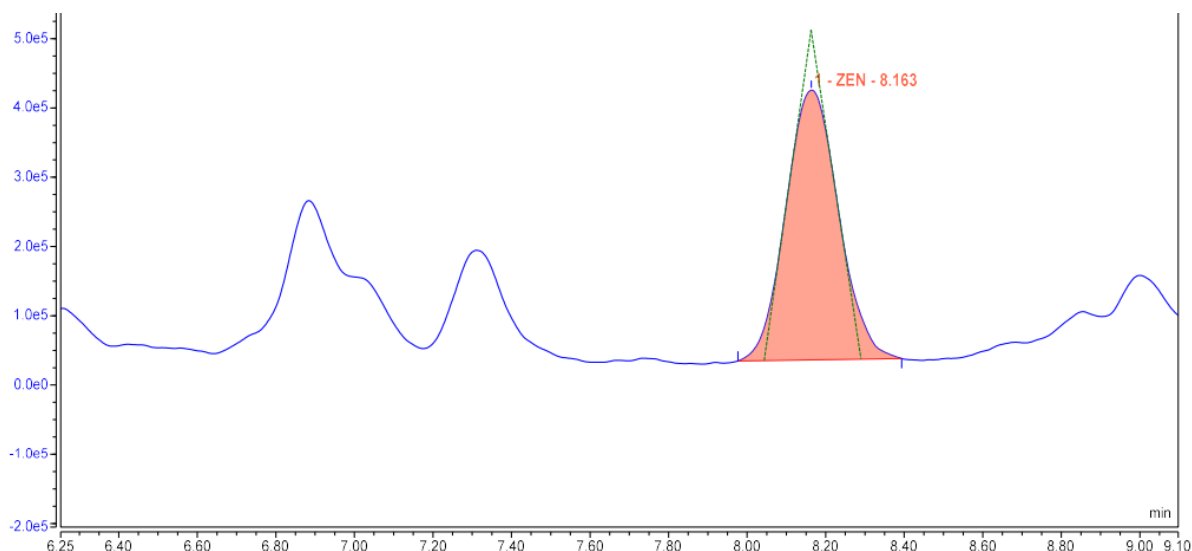


图 3 使用 Copure®224 净化板净化后的加标样品色谱图 (8 ng/g)

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