

苹果制品中展青霉素含量检测的多功能净化柱法 (Copure® 228 多功能净化柱)

《GB 5009.185-2016 食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定》

一、样品提取

1、苹果肉固体样品处理

准确称取 1.0 g 样品于 50 mL 离心管中，加入 10 mL 水与 150 μ L 果胶酶溶液，涡旋混匀 1 min，室温下避光放置过夜后，加入 10 mL 乙酸乙酯，涡旋混匀 5 min，在 5000 r/min 下离心 5 min，取上层乙酸乙酯层于 50 mL 离心管中；再用 8 mL 乙酸乙酯提取一次，合并两次乙酸乙酯提取液，氮吹至干；以 2.0 mL 乙酸溶液 (10 mL 乙酸加入 250 mL 超纯水配制) 溶解残留物，再加入 8.0 mL 乙腈，混匀后待净化。

2、苹果汁液体样品处理

准确称取 4.0 g 果汁置于 50 mL 离心管中，加入 21 mL 乙腈溶液，于涡旋器中涡旋混匀 10 min，在 5000 r/min 下离心 10 min，取上清液作为样品提取液。

二、样品净化 (Copure® 228 多功能净化柱)

- (1) 向试管中加入 10 mL 样品提取液，然后加入 50 μ L 乙酸；
- (2) 将 228 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倒出至样品瓶或者 EP 管中；
- (4) 取 5 mL 净化提取液，加入 20 μ L 乙酸，氮吹至干，用 1 mL 乙酸水溶液 (10 mL 乙酸加入 250 mL 超纯水配制) 复溶，经滤膜过滤供上机测试。

三、仪器条件

仪器：Waters Alliance 2695

色谱柱：InertSustain-C18 (4.6 mm \times 250 mm, 5 μ m)

检测器：Waters 2996 DAD 检测器

检测波长：276 nm

流动相：A：水

B：乙腈

洗脱方式：梯度洗脱，见表 1

表 1 梯度洗脱条件

时间	A	B
--	95.0	5.0
13.0	95.0	5.0
15.0	0.0	100.0
20.0	95.0	5.0

流速：1.0 mL/min

进样体积：20 μ L

四、实验结果

表 1 20 μ g/kg 苹果汁中展青霉素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
展青霉素	92.5	90.5	87.5	90.2	2.8

表 2 40 μ g/kg 苹果果肉中展青霉素的添加回收结果

名称	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
	1	2	3		
展青霉素	109.3	103.3	102.8	105.1	3.4

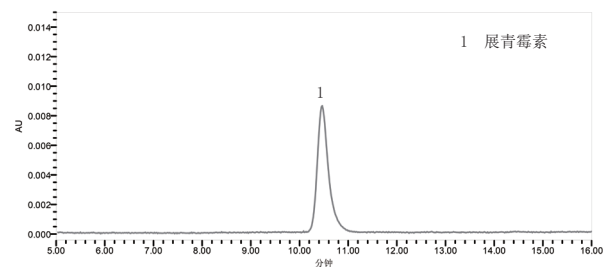


图 1 添加水平为 20 μ g/kg 展青霉素检测的液相色谱图

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