

苹果汁中展青霉素的测定（Copure® MAX 混合阴离子交换柱）

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

苹果汁在人们的生活中是种很常见的饮料，作为饮料饮品，其食用安全性的关注越来越高。展青霉素广泛存在于霉变的水果中，是影响苹果汁质量安全的要素之一，长期摄入会对人体健康造成危害。

逗点生物结合市场需求，建立了固相萃取 - 高效液相色谱法测定苹果汁中的展青霉素含量的方法，样品经阴离子交换固相萃取柱净化、浓缩后，采用高效液相色谱仪结合紫外检测器测定，外标法定量。经验证，加标回收率范围 90-100%，RSD 值小于 5%，满足测试要求。

一、样本前处理

1.1 提取

准确称取苹果汁 2.00 g(精确至 0.01 g) 于 15 mL 离心管(带盖) 中待净化。

1.2 净化

分别用 6.0 mL 甲醇、6.0 mL 水活化 MAX 萃取柱（货号 COMAX6500），然后将上述待净化提取液加入固相萃取柱。然后依次加入 3 mL 的乙酸铵溶液和 3 mL 水淋洗，抽干。加入 4 mL 甲醇洗脱，收集洗脱液，整个固相萃取过程控制流速在 3 mL/min 左右。在洗脱液中加入 20 μ L 乙酸，40℃恒温水浴氮吹至近干，用乙酸溶液定容至 1.0 mL，涡旋 30 s，0.22 μ m 尼龙滤膜过滤，收集滤液于进样小瓶中，上液相色谱进行测试。

1.3 过程空白实验

不称取试样，按上述步骤进行实验。

1.4 标准曲线制备

准确吸取适量展青霉素标准工作液，用乙酸水溶液（乙酸：水 =1:25）稀释配制 成 5、10、50、100、200 ng/mL 的标准工作溶液，制作校准曲线，利用校准曲线对样品进行定量计算。

二、仪器条件

设备：Thermo Scientific UltiMate 3000

色谱柱：Commasil® AQ-C18（4.6 mm*250 mm，5 μ m）

检测器：紫外检测器 检测波长：276 nm

流动相：A：水 B：乙腈

色谱柱温：40℃ 流速：0.8 mL/min

进样体积：50 μ L 洗脱方式：梯度洗脱

表 1 梯度洗脱程序

时间/min	A/%	B/%
0.00	95	5
13.00	95	5
14.00	0	100
16.00	0	100
17.00	95	5
22.00	95	5

三、实验测试结果

表 2 苹果汁中展青霉素加标回收实验结果

检测项目	加标浓度 (μ g/kg)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
展青霉素	6.00	92.4	92.1	0.405
		91.7		
		92.2		
展青霉素	10.0	100	100	0.241
		101		
		100		

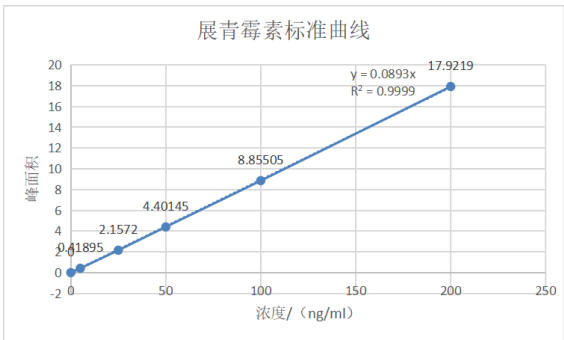


图 1 展青霉素标准曲线

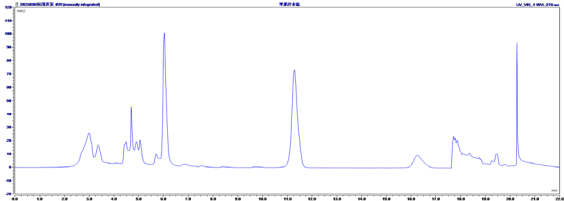


图 2 苹果汁本底液相色谱图

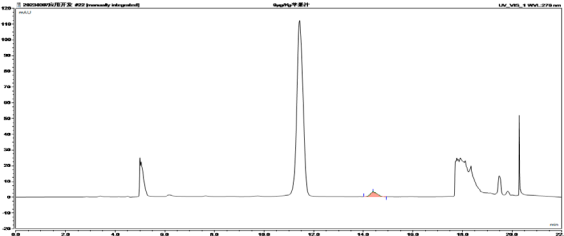


图 3 苹果汁中展青霉素的液相色谱图（加标浓度 6.00 μ g/kg）

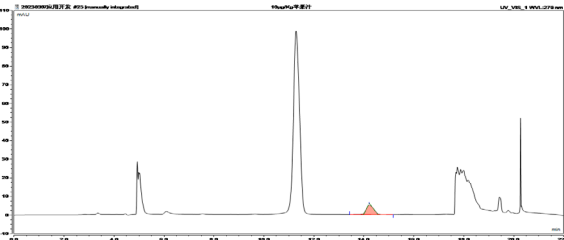


图 4 苹果汁中展青霉素的液相色谱图（加标浓度 10.00 μ g/kg）

订购信息

货号	描述	包装
COMAX6500	Copure® 混合阴离子交换柱，500 mg/6 mL	30 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
BN24	24 孔智能氮吹仪	1 台 / 箱
SN130-22-NL	尼龙针式过滤器，直径 13mm，孔径 0.22 μ m，有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖，白色 PTFE/红色硅胶垫，9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶，带书写处 11.6*32 mm，9-425	100 个 / 盒