

月旭科技 大米中桔青霉素的测定

1、适用范围

适用于食品中桔青霉素的测定（该实验选用基质为大米）

参考标准：《GB5009.222-2016 食品安全国家标准 食品中桔青霉素的测定》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：称取 1mg 标准品，用乙腈溶解并稀释至 10mL，浓度为 100 μ g/mL，作为桔青霉素的贮备液。
- 2) 标准工作液：准确移取 0.25mL 标准贮备液，用乙腈稀释至 25mL，浓度为 1 μ g/mL,作为桔青霉素的工作液
- 3) 提取液（95%甲醇水）：量取 950mL 甲醇，加入 50mL 水，混匀。
- 4) 洗脱液：0.2m 盐酸甲醇溶液：移取 0.9mL 盐酸用甲醇定容到 50mL，混匀。
- 5) 磷酸水溶液：（0.08moL/L）：取 5.6mL 磷酸，用水定容到 1L。
- 6) 流动相：磷酸水溶液-乙腈-异丙醇（55：35：10）

3、提取步骤

- 1) 称取 1g 样(用粉碎机粉碎后的样品),加入 10mL 提取液,震荡,超声 10min,离心 2min(6000r/min),移取上清液;
- 2) 往残渣中再加入 10mL 提取液,重新提取一次;
- 3) 往残渣中再加入 5mL 提取液,重新提取一次,合并上清液;
- 4) 35℃的水浴旋至近干,剩余 1mL 左右后,加入 2mL 甲醇复溶,并转移至 15mL 离心管中,离心 1min (6000r/min),待净化。

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 WeLchrom® P-SAX 规格： 60mg/3mL

活化： 3mL 甲醇、3mL 水，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，弃去；

淋洗：往离心管中加入 3mL 甲醇，润洗残渣，离心 1min（6000r/min），再将该甲醇淋洗小柱，弃去。

洗脱：5mL 洗脱液洗脱，收集于 15mL 离心管中，抽干。

5、注意事项

- 1) 加标水平：1g 样中加入 0.25mL 1μg/mL 标准工作液，最终都定容至 5mL，因此加标水平为 0.25mg/kg，最终机度数为 50ng/mL；
- 2) 经实验发现，15mL 离心管中的残渣存在部分目标物，需要润洗一次；提取多次也能提高回收；增加洗脱液也能增加该目标物回收；
- 3) 旋蒸时务必剩余液体大于 1mL，但也不能过多，复溶后，液体体积（包含残渣）大约在 3-4mL 左右。

6、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm

流动相：磷酸水溶液-乙腈-异丙醇（55：35：10）混成一相，等度

流速：1.0mL/min

柱温：28℃

进样量： 20μL

声明:除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

检测波长：激发波长 331nm，发射波长 500nm

7、色谱图或者加标回收率结果

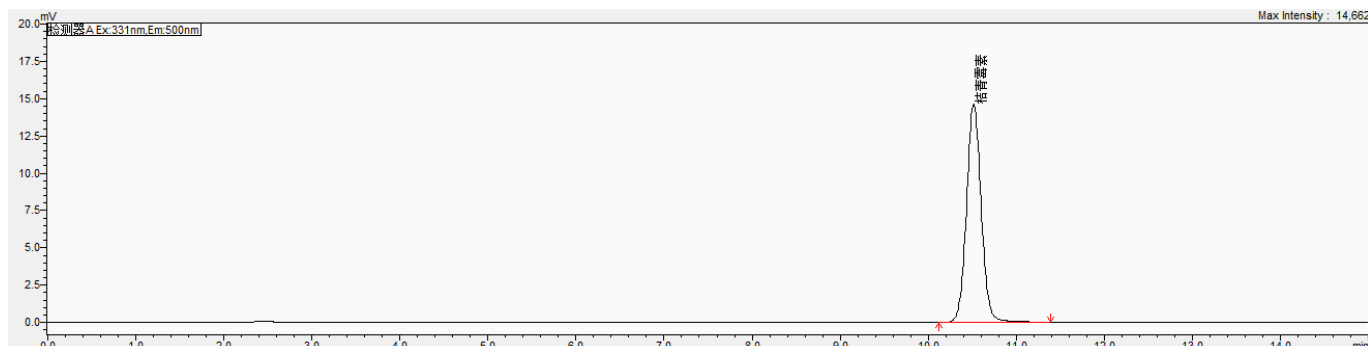


图 1. 50ng/mL 桔青霉素图谱

峰名称	保留时间	峰面积	峰高	相对峰面积	拖尾因子	分离度	塔板数
	min	mAU*min	mAU	%		(EP)	(EP)
桔青霉素	10.517	169969	14660	100	1.056	--	18848

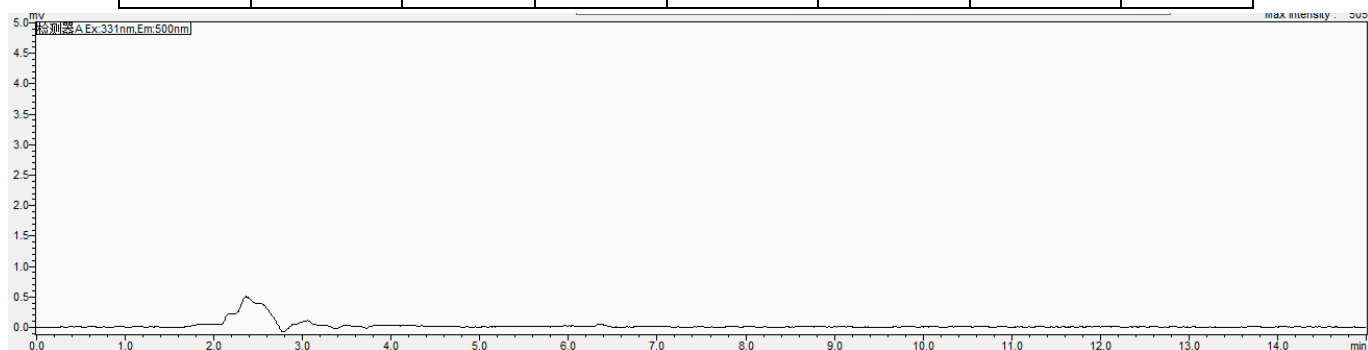


图 2 大米样过柱图谱

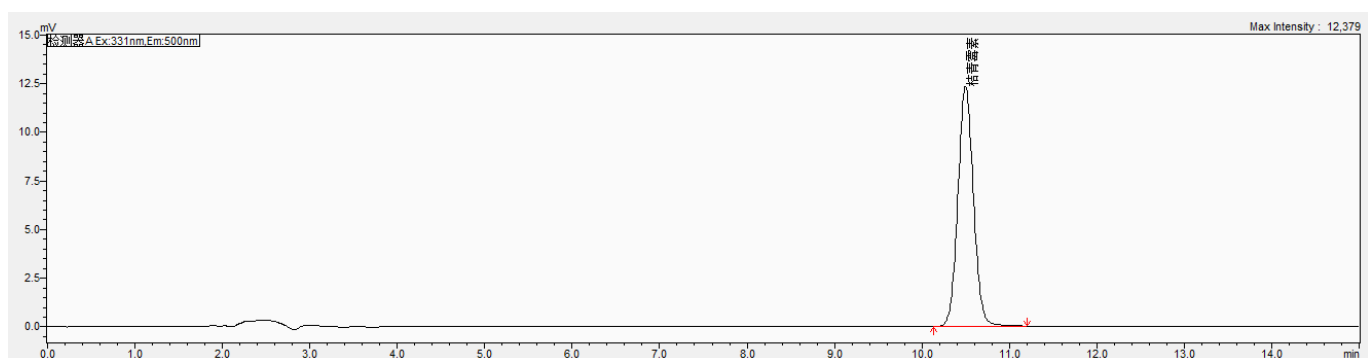


图 3 大米样加标 0.25 mg/kg 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2.过 P-SAX 小柱加标回收表

名称	加标水平 mg/kg	回收率%		平均回收率%	RSD% (n=2)
桔青霉素	0.25	89.93	87.68	88.81	1.80

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00524-20016	SPE 小柱	Welchrom® P-SAX,60mg/3mL,50pk
00000-30016	50mL 螺口尖底离心管	50 支/包
00000-30113	15mL 螺口尖底离心管	100 支/包
00824-31001	WeLch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺 纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00201-31043	液相色谱柱	Ultimate® XB-C18, 4.6×250mm, 5μm
00802-02201	针头式过滤器	进口 NY,13mm*0.22μm,100pk
00826-C226S01 MANVC	桔青霉素标准品	CAS No.:518-75-2,1000μg/ml 于 乙腈,1.1ml

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com