



方便面中苯并[a]芘的快速检测方法

固相萃取柱: HiCapt Benzo 苯并芘专用柱 1000mg/6mL

液相色谱柱: HiSep C18-T 150 mm×4.6 mm i.d., 5 μm

本文应用维泰克科技(武汉)有限公司的 HiCapt Benzo 苯并[a]芘专用固相萃取柱, 开发了方便面中苯并[a]芘的快速检测方法, 该方法具有以下特点:

- 专利创新的苯并[a]芘专用萃取填料, 有效去除中性脂肪和维生素等基质干扰
- 回收率稳定、重现, 克服了传统方法中氧化铝活性不稳定的缺陷
- 方法简单、快速、节省溶剂

1. 样品处理:

1.1 样品提取:

1.1.1 调料包: 称取 0.4g 样品, 取 2mL 正己烷溶解, 涡混 1min, 待净化。

1.1.2 面饼: 称取 1.0g 样品, 加入 5mL 正己烷, 涡混 1min, 超声提取 5min, 4000r/min 离心 5min, 收集上清液; 残渣再加入 5mL 正己烷, 涡混 1min, 超声提取 5min, 4000r/min 离心 5min, 合并两次提取液, 待净化。

1.2 固相萃取柱净化: HiCapt Benzo 苯并芘专用柱(1000mg/6mL)

- (1) 活化: 在 HiCapt Benzo 柱中依次加入 5mL 丙酮, 2 mL 正己烷活化。
- (2) 萃取: 将待净化液加入 HiCapt Benzo 柱中(在柱中正己烷液面为 2mm 时上样, 此过程不要使柱干涸), 流出液弃去。
- (3) 清洗: 待上样液完全流出后, 用 6mL 的异丙醇/正己烷(v/v=1:4, 体积比)溶液淋洗, 淋洗液弃去, 将小柱抽干。
- (4) 解吸: 3mL 丙酮解吸, 收集解吸液。
- (5) 吹干及定容: 解吸液 40℃氮气吹干, 加入异丙醇 200μL 涡混 1 分钟, (定容体积可根据仪器的检出限调整为 100-500μL), 待上机分析。



2. 色谱条件:

色谱柱: HiSep C18-T (150 mm×4.6 mm i.d., 5 μm);

流动相: 乙腈/水溶液(88:12, v/v); 流速: 1 mL/min;

荧光检测器: 激发波长: 384nm 发射波长: 406nm;

柱温: 40℃; 进样量: 10 μL。

3. 苯并[a]芘标准溶液的配制

储备溶液的配制:

标准储备液 1: 称取苯并[a]芘 5mg, 用乙腈定容至 10mL, 配制成 500ng/mL 的标准储备液供 HPLC 分析;

标准储备液 2: 称取苯并[a]芘 5mg, 用正己烷定容至 10mL, 配制成 500ng/mL 的标准储备液供 SPE 试验;

将上述储备液密封后放置于 4℃ 冰箱中避光保存, 至少 6 个月内稳定。

工作溶液的配制:

取苯并[a]芘标准储备液 1 用乙腈稀释, 供 HPLC 分析; 取苯并[a]芘标准储备液 2 用正己烷稀释供 SPE 试验。

标准曲线:

将 500ng/mL 的苯并[a]芘标准储备液 1 用乙腈稀释, 配制 0.5、1.0、20、40ng/mL 的溶液, 绘制标准曲线。

4 结果

4.1 标准曲线与检出限

取 0.5, 1.0, 20.0, 40.0 μg/L 4 个浓度的系列标准溶液进样分析, 以样品浓度为 Y 轴、峰面积为 X 轴进行线性回归, 所得标准曲线如图 1。线性范围为 0.5~40 μg/L, 相关系数为 0.99999。

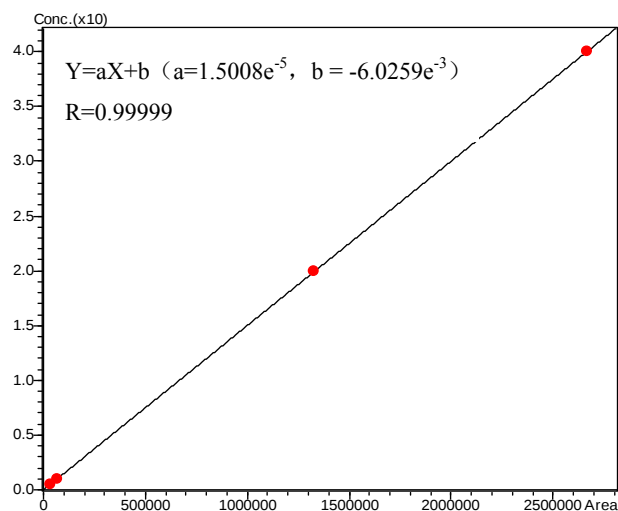


图1 苯并[a]芘的标准曲线

检出限：以3倍信噪比计算本方法苯并[a]芘的检出限为0.06ug/kg。

4.2 回收率和精密度

表 1：方便面的回收率和日内、日间精密度

分析物	样本	添加水平 ($\mu\text{g/kg}$)	回收率 (%)	RSD%	
				日内(n=5)	日间(n=3)
苯并[a]芘	调料包	2.0	91.5	5.81	4.25
	面饼	2.0	95.8	2.46	3.51

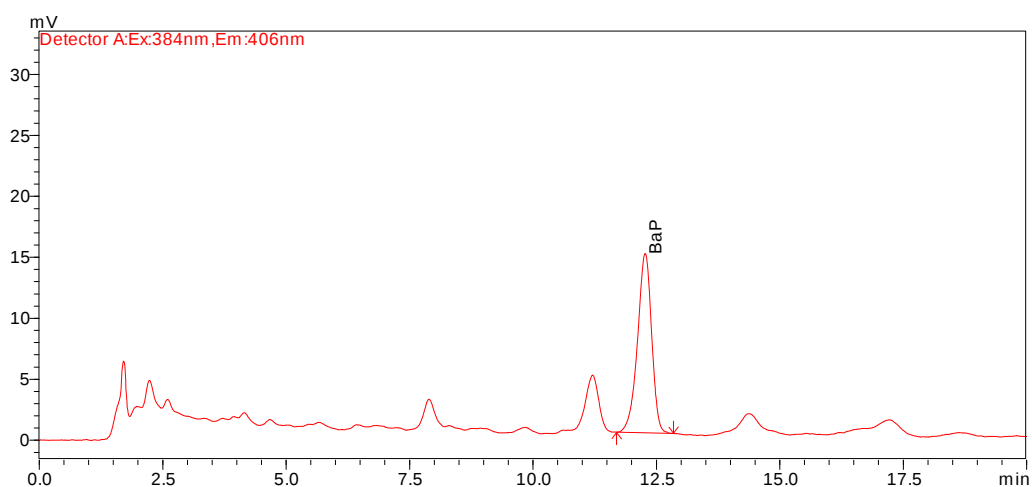


图2 方便面中2ug/kg苯并吡色谱图



5. 测试结果的表示

苯并吡含量按下式计算：

$$w = \frac{c \times V}{m}$$

式中：

- w ：样品中苯并吡含量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；
 c ：从标准工作曲线得到的待测液中苯并吡的浓度，单位为 ng/mL ；
 V ：待测液定容体积，单位为毫升（ mL ）；
 m ：样品质量，单位为克（ g ）。

注意事项：

1. 为了避免油脂中基质对色谱柱的污染，延长色谱柱寿命，建议在每天苯并吡实验结束后，用异丙醇 1mL/min 冲洗色谱柱1小时。
2. 过SPE的样品必须是正己烷体系，因此做添加回收实验时，苯并吡标准品必须用正己烷稀释，参考“3 苯并[a]芘标准溶液的配制”。