

油脂中苯并[a]芘的快速检测方法——高效液相色谱法

固相萃取柱：HiCapt Benzo 苯并芘专用柱(500mg/3mL, 订货号：0946150)

液相色谱柱：HiSep C18-T 150 mm×4.6 mm i.d., 5 μm (订货号：0246150)

苯并[a]芘是一种众所周知的有害有机化合物，具有致突变和致癌的特点，被环境保护署（EPA）列为环境优先控制污染物。食用油中苯并[a]芘的浓度极低，分析非常困难。国家标准方法（GB/T 22509-2008）采用氧化铝固相萃取柱净化样品，但氧化铝的活性不易控制，样品处理过程复杂，方法回收率难以得到保证。

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**，开发了食用油中苯并[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，有效去除食用油中的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，只需要 15mL 溶剂、45min 即可完成（传统分析大约需要 800mL 溶剂，耗时 8 小时）。
- 是用于苯并[a]芘分析的一种好方法

1. 样品处理：

1.1 样品提取：（参考国标 GB/T 22509-2008）

称取 0.4g 植物油，取 2mL 正己烷溶解，涡混 1min，待净化。

1.2 固相萃取柱净化：HiCapt Benzo 苯并芘专用柱(500mg/3mL)

- （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），再用 200μL 正己烷淋洗样品管，一并加入 SPE 柱中。流出液弃去。
- （3）清洗：待上样液完全流出后，用 3mL 的乙酸乙酯:正己烷（v/v=1:4）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 50℃氮气吹干，加入异丙醇 100μL 溶解并定容，待分析。

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 500mg/L 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 500mg/L 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 500mg/L 的苯并[a]芘标准储备液 1 用乙腈稀释，配制 0.5、1.0、20、40μg/L 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, 40.0μg/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0.5~40μg/L,相关系数为0.99999。

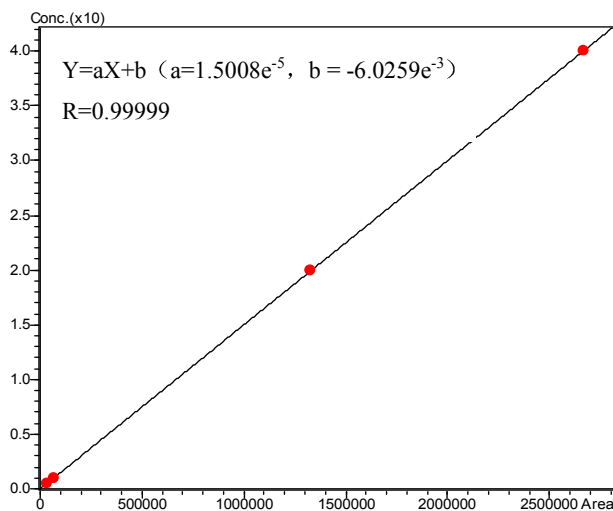


图1 苯并[a]芘的标准曲线

检出限：以3倍信噪比计算本方法苯并[a]芘的检出限为0.03ug/kg。

4.2 回收率和精密度

分别加入低、中、高3种质量浓度的苯并[a]芘标准溶液于食用油样品中，然后按照本实

验方法进行测定，回收率为92.8~98.5%（见表1）。图2为添加苯并[a]芘的食用油样品的色谱图。从该图可以看出，没有杂质干扰，且该方法具有较好的日内及日间精密度（见表1），其标准偏差分别小于5.55%和4.71%。

表 1：方法的回收率和日内、日间精密度

分析物	添加水平($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 (%)	RSD%	
			日内(n=5)	日间(n=3)
苯并[a]芘	2.5	92.8	5.55	4.04
	5.0	98.3	3.30	2.24
	10.0	98.5	2.79	4.71

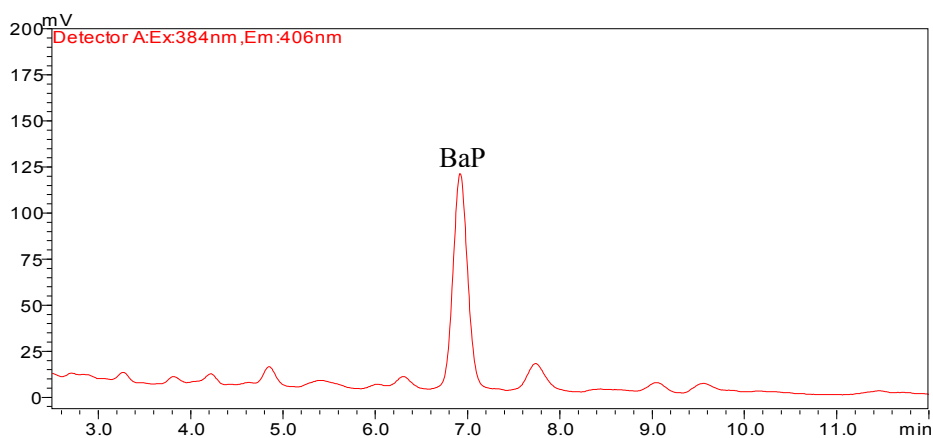


图2 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 植物油加标样品色谱图

结果表明，本实验方法对植物油中苯并[a]芘提取具有良好的回收率，杂质去除效果好；方法重复性好。