

月旭分子印迹小柱 10 分钟完成苯并(a)芘净化步骤

实验过程：

1、适用范围

适用于食品中苯并(a)芘的检测。

2、标准品说明

实验过程中所用苯并(a)芘标准溶液为溶液态，浓度：100 mg/L 于乙腈。

3、提取步骤

以菜籽油为例，将 0.5 g 样品置于 15 mL 离心管，加入 3 mL 色谱纯正己烷，涡旋充分混匀，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom[®] BaP-2 固相萃取柱(规格：500 mg/6mL)，月旭 Welchrom[®] Silica 固相萃取柱(规格：500 mg/6mL)，将 Silica 硅胶柱串联在 BAP-2 柱上。

(1) 活化：5 mL 二氯甲烷，5 mL 正己烷；

(2) 上样：将待净化液加入到串联柱上，并用 2 mL 正己烷润洗盛放样品的 15 mL 离心管，确保完全上样；

(3) 淋洗 1：5 mL 正己烷淋洗整个串联柱；然后弃去 Silica 硅胶柱；



- (4) 淋洗 2: 5 mL 正己烷淋洗 BaP-2 柱;
- (4) 洗脱: 5 mL 二氯甲烷, 收集洗脱液;
- (5) 浓缩: 将洗脱液在 40 °C 下氮气吹至近干, 用 1mL 乙腈定容, 超声 1 min, 涡旋 10 s, 过 0.22 μm PTFE 滤膜, 待 HPLC 测定。

5、色谱条件

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

流动相: 乙腈/水 =88/12

流速: 1.0 mL/min

进样量: 20 μL

柱温: 30 °C

FLD: Ex=384 nm, Em=406 nm

6. 色谱图或加标回收率结果

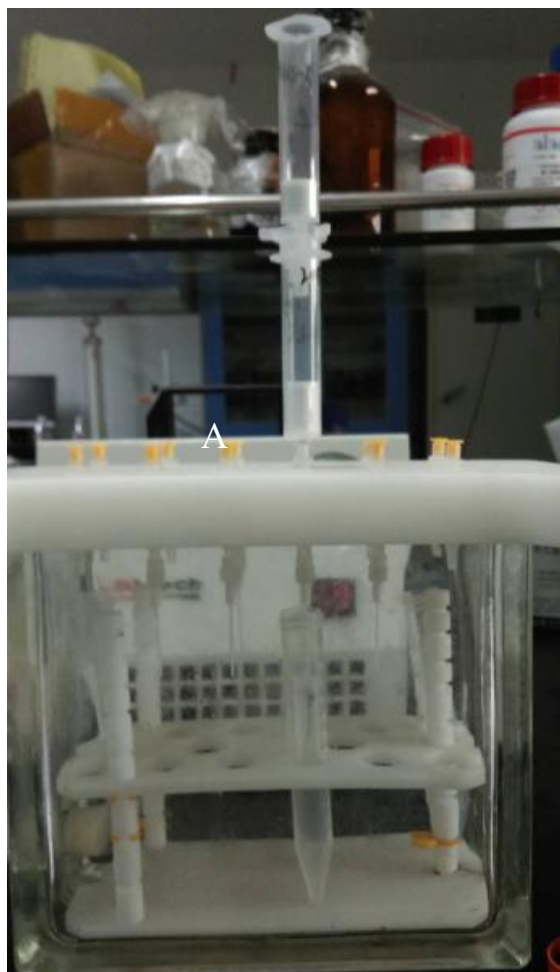


图 1：固相萃取实验过程

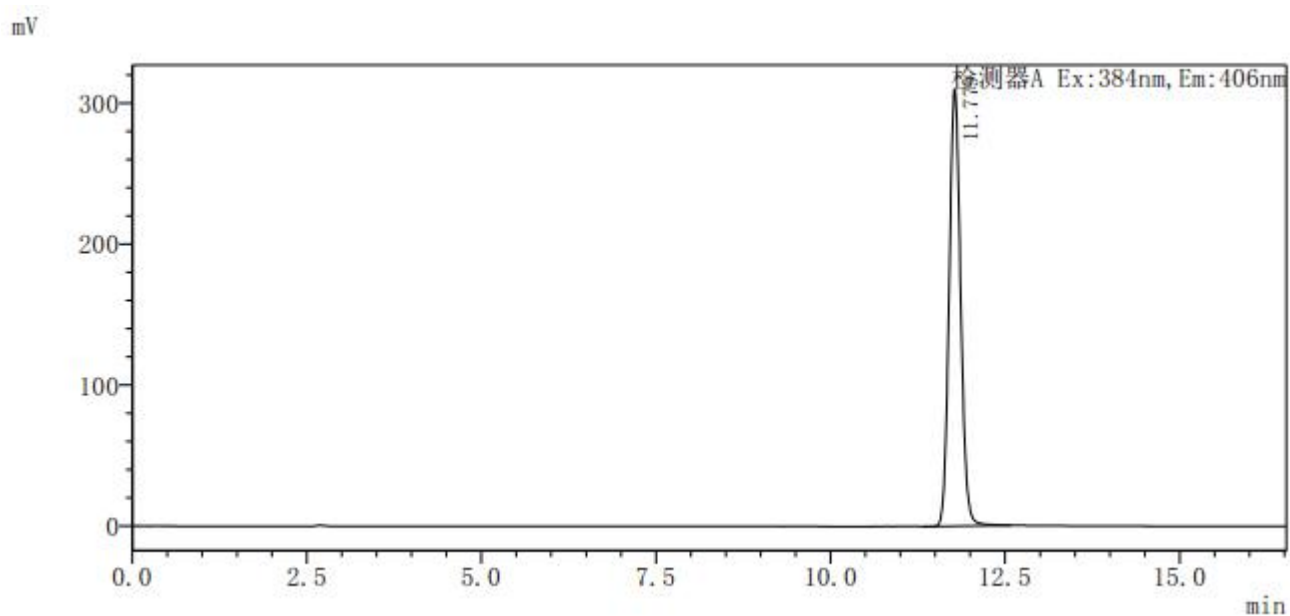


图 2：苯并(a)芘标准溶液色谱图(进样浓度：10 ng/mL)

mV

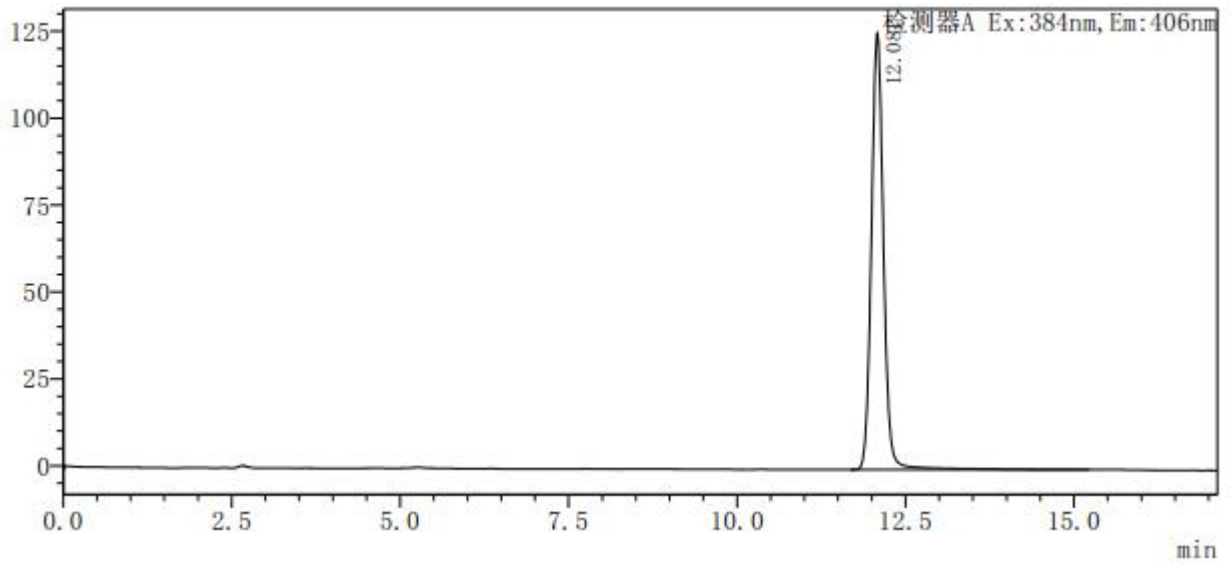


图 3: 苯并(a)芘标准溶液色谱图(进样浓度: 5 ng/mL)

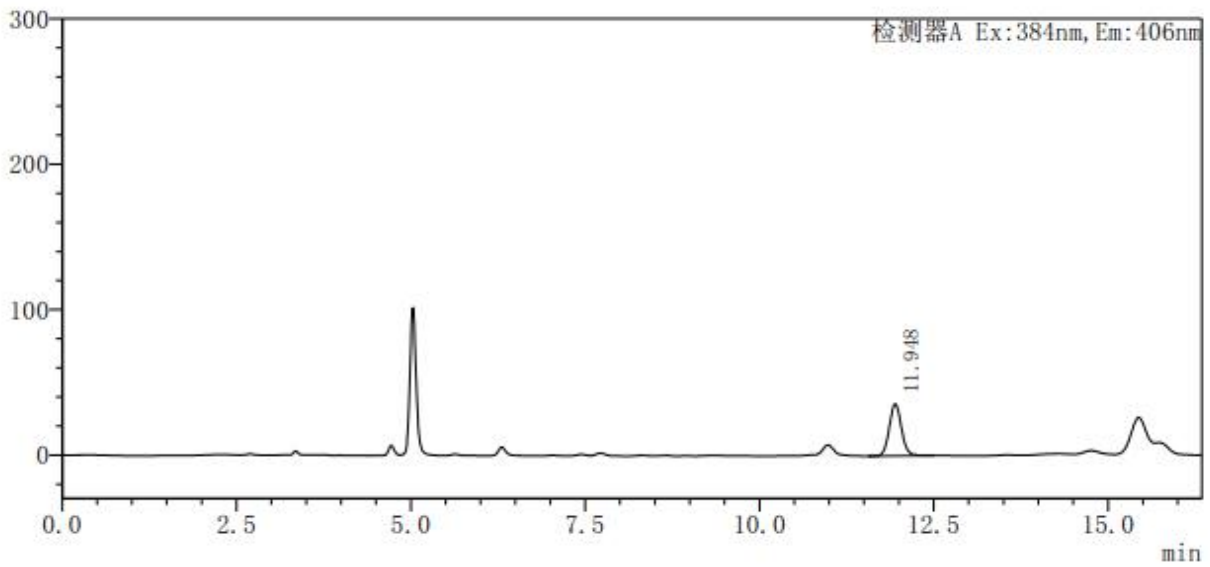


图 4: 实际植物油样品色谱图

mV

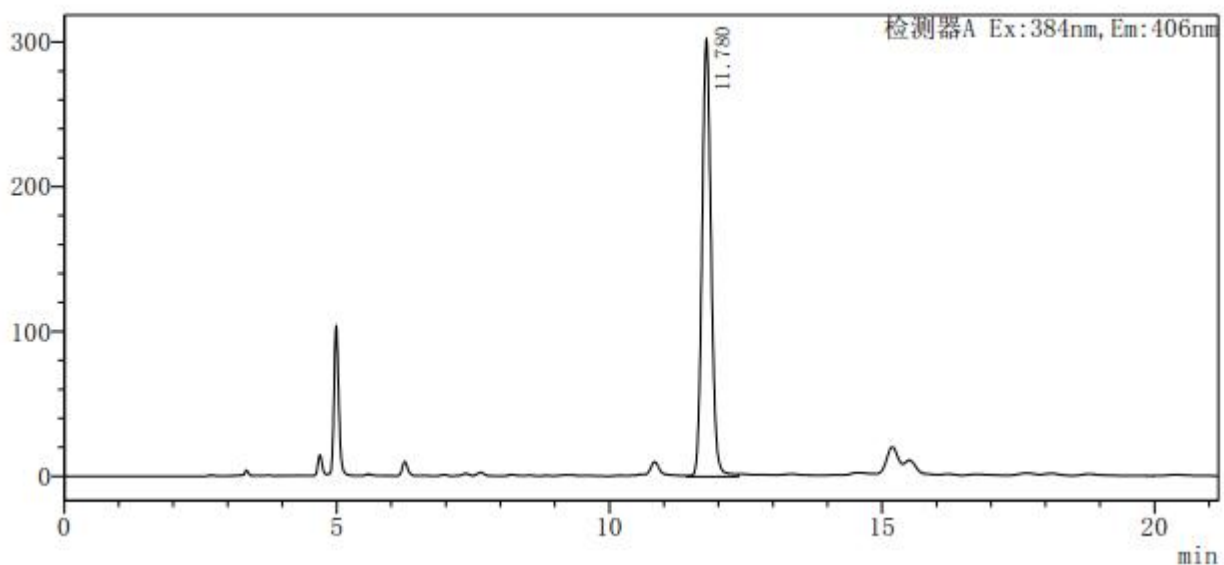


图 5: 实际植物油加标色谱图(加标浓度: 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

mV

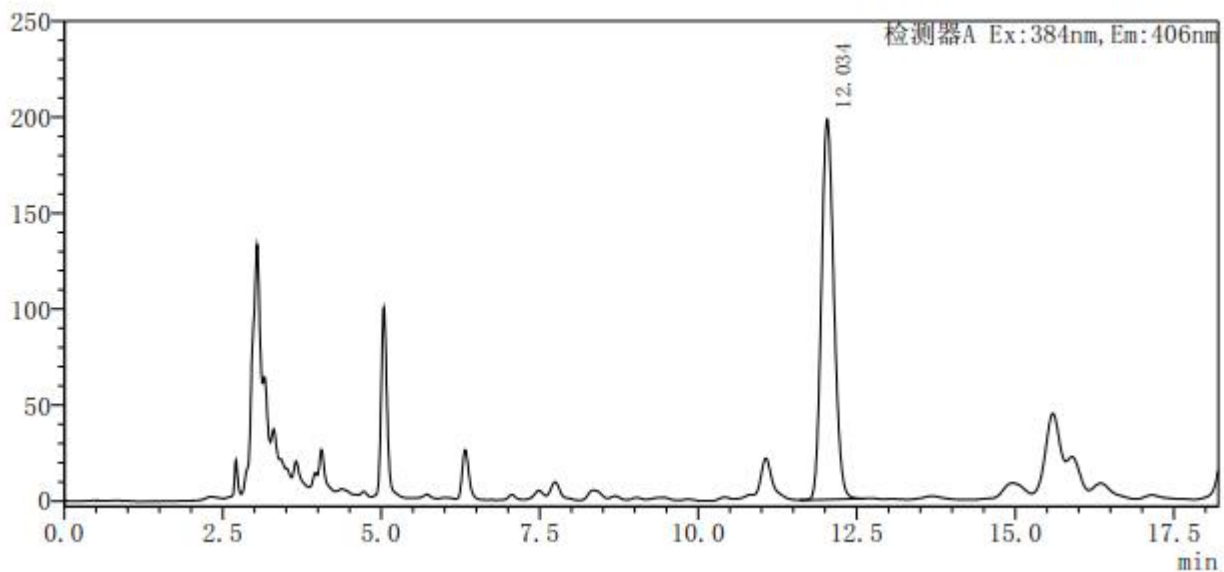


图 6: 实际植物油加标色谱图(加标浓度: 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$)

表 1: 加标回收率测定结果

样品序号	原始含量(μg/g)	加标含量(μg/g)	回收率(%)
1	-	20	99.6
2	-	20	97.1
3	-	20	93.6
4	-	20	92.3
5	-	10	90.0
6	-	10	92.5
7	-	10	93.6

相关产品信息

货号	名称	规格
00594-20006	Welchrom®BAP-2	500 mg/6mL, 30pk
00500-11006	Welchrom®Silica	500 mg/6mL, 30pk
00824-20005*12	SPE 转接头	SPE 转接头, 12 个
00201-31043	Ultimate® XB-C18	4.6×250mm, 5μm
00000-30013	15mL 尖底离心管	15ml 螺口尖底离心管, 100 支/包
00000-30016	50mL 尖底离心管	50ml 螺口尖底离心管, 50 支/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00802-02201	针头式过滤器	NY 13mm*0.22μm 100pk
00824-11101	一次性注射器	200pk/盒 带针头 橡胶头 1ml
00802-14101	针头式过滤器	亲水 PTFE 13mm*0.22μm 100pk
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
00826-B013P010	苯并(a)芘标准品	CAS No.:50-32-8, 10mg

- 实验细节及操作注意事项, 欢迎致电 400-8106969.