

菜籽油和烤鸡腿中苯并芘的提取与检测

背景

众所周知，苯并芘（BAP）是一种可致癌、致突变的多环芳烃类化合物。我们日常的饮食如食用油、熏烤肉类制品在加工过程中可能会产生苯并芘，对于苯并芘的检测，纳谱分析之前推出的 SelectCore BAP 专用柱已致力于食用油等食品中苯并芘的检测，但是针对于像菜籽油、烤鸡腿这种组份较为复杂并含油量较高的基质，纳谱分析特别推出 SelectCore BAP-2 分子印迹柱，这款专用柱既能有效去除基质干扰、回收率良好，滴速也较快、较稳定，是苯并芘检测工作的不二之选。

适用范围

参照 GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定，本标准适用于谷物及其制品（稻谷、糙米、大米、小麦、小麦粉、玉米、玉米面、玉米渣、玉米片）、肉及肉制品（熏、烧、烤肉类）、水产动物及其制品（熏、烤水产品）、油脂及其制品中苯并芘的测定。

实验步骤

1、样品的制备

菜籽油的提取：称取 0.5 g(精确到 0.001 g)试样，加入 5 mL 正己烷，旋涡混合 0.5 min，待净化。

烤鸡腿的提取：称取 1 g(精确到 0.001 g)试样，加入 5 mL 正己烷：乙酸乙酯（9:1），旋涡混合 0.5 min，40 °C 下超声提取 10 min，4000r/min 离心 5 min，转移出上清液。再加入 5 mL 正己烷：乙酸乙酯（9:1）重复提取一次。合并上清液。

2、固相萃取方法

活化：SelectCore BAP-2 500mg/6mL 分子印迹柱，依次使用 5.0 mL 二氯甲烷、5.0 mL 正己烷；

上样：取步骤 1 中制备好的待净化液上样至小柱上，弃去流出液；

淋洗：使用 10.0 mL 正己烷分两次淋洗，弃去淋洗液；

洗脱：用 5.0 mL 二氯甲烷洗脱，收集全部洗脱液，将洗脱液在 40 °C 下氮气吹干，加入 1 mL 乙腈复溶，涡旋混合 0.5 min，过针式滤器后使用液相色谱仪进行测定。

3、液相色谱仪器条件

Column: ChromCore C18, 5 μm

Dimension: 4.6×250 mm

Mobile Phase: 0-20 min: 88/12 v/v 乙腈/水

Flow rate: 1.0 mL/min

Temperature: 35 °C

Injection: 10 μL

Detection: 激发波长 384 nm, 发射波长 406 nm

Peak: 1. 苯并芘

实验谱图

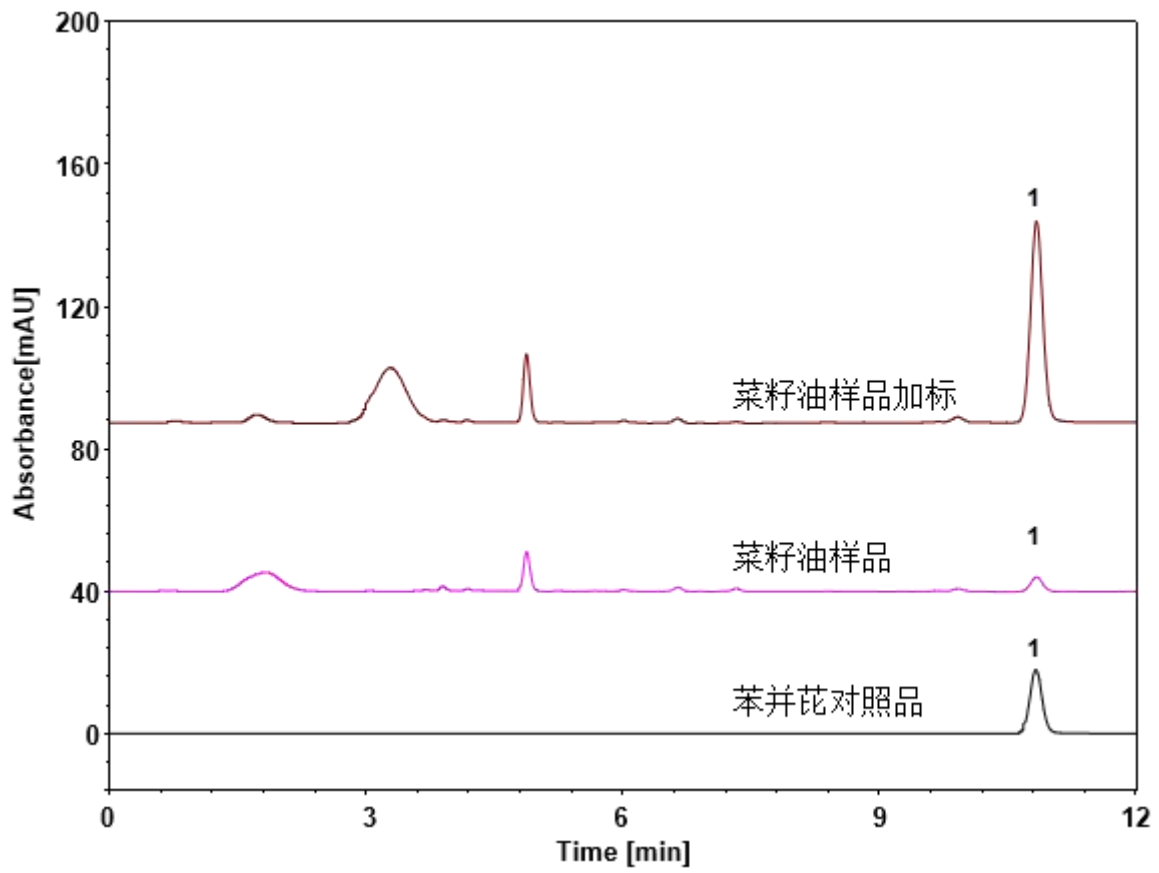


图 1 苯并芘对照品、菜籽油样品、菜籽油样品加标对比图

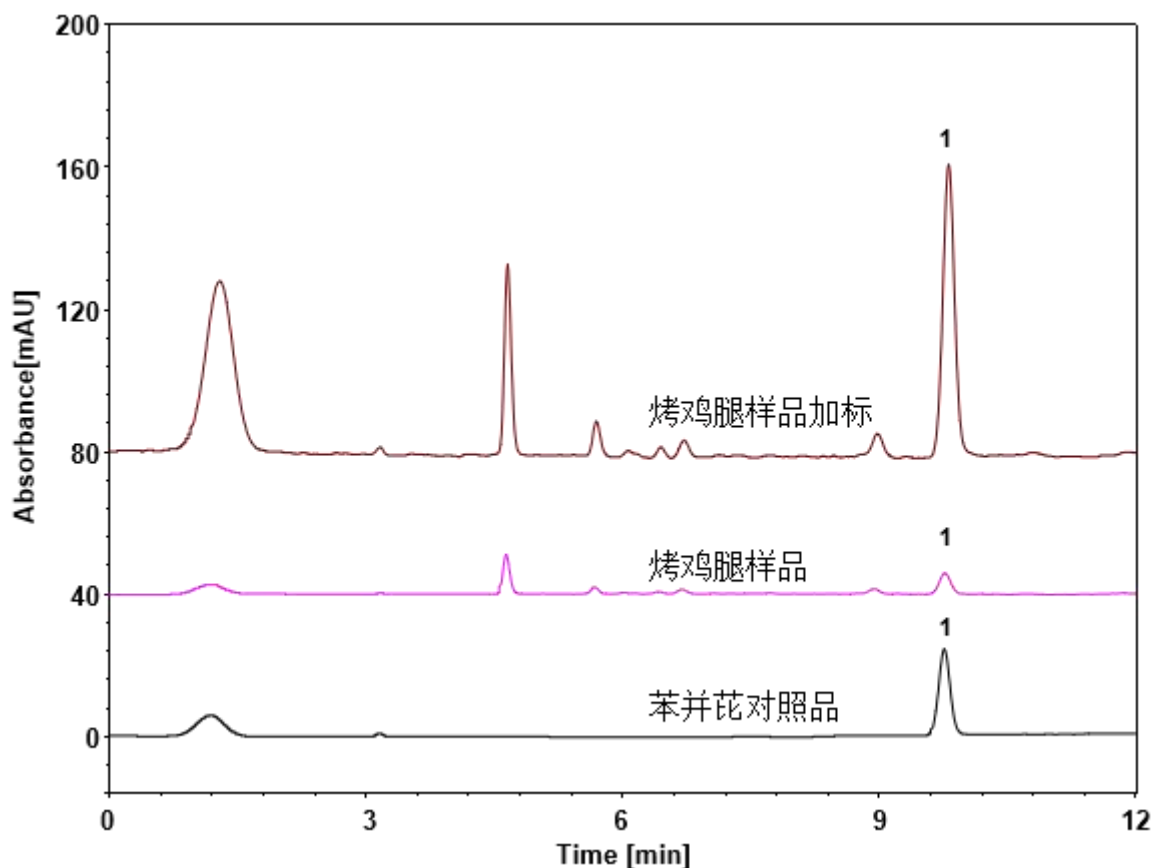


图 2 苯并芘对照品、烤鸡腿样品、烤鸡腿样品加标对比图

加标回收率

	加标量	加标回收率
菜籽油	10 ug/kg	96.57%
烤鸡腿	10 ug/kg	97.39%

实验结论

由实验谱图和加标回收率结果可以看出，SelectCore BAP-2 分子印迹柱可以很好地吸附并保留苯并芘，在去除样品基质干扰的同时，回收率符合检测要求。在滴速方面，SelectCore BAP-2 分子印迹柱相比其他公司的分子印迹柱的滴速快了近 50%，并且滴速也较为稳定。另外，我们在尝试按照国标正己烷对肉及肉制品这种复杂基质进行提取检测的时候，发现提取率较低，最后做出的回收率只有 70% 左右（为避免是过柱损失，我们也同时做了基质提取后加标过柱，最终验证是肉质样品在正己烷提取过程中没有提取充分导致的回收率较低），我们尝试将提取液由正己烷调整为正己烷：乙酸乙酯=9：1，该提取液使得提取效率得以较大提升，并且提取液直接上 SelectCore BAP-2 分子印迹柱也没有苯并芘成分流穿，回收率得到了保证。