

食用油中苯并芘的分析方法

应用及技术服务部

天津博纳艾杰尔科技有限公司，天津开发区西区南大街179号，300462

概述

本实验重现了GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定，使用 Cleanert Bap-3 BAP5006-R 固相萃取结合超高效液相色谱的检测方法对食用油（大豆油）基质进行了苯并芘的测试。样品经 Cleanert Bap-3 BAP5006-R固相萃取柱净化，Venusil ASB C18 (4.6 × 250 mm, 5μm) 液相色谱柱进行检测，采用外标法定量。结果表明，添加水平的相对回收率在 82%~92%，能够满足检测要求。

关键词

苯并芘；Venusil ASB C18

化合物信息

表1. 化合物信息

中文名称	英文名称	CAS号	分子式	分子量
苯并芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8	C ₂₀ H ₁₂	252.31

实验部分

3.1仪器、试剂与材料

3.1.1主要仪器设备

超高效液相色谱仪(Thermo Ultimate 3000)

3.1.2试剂材料

Cleanert Bap-3 BAP5006-R：500mg/6ml

Cat：DZ-SPE-24011

微孔滤膜：0.22 μm PTFE滤膜

实验用水为屈臣氏水；乙腈、正己烷为色谱纯试剂；二氯甲烷为分析纯。

3.1.3标准溶液配制

1. 标品：客户提供 (1μg/mL)。
2. 苯并芘母液：精确吸取100μL 标品于棕色进样小瓶中，用乙腈配成1mL (浓度为0.10μg/mL)。

3.2样品前处理方法

全程实验避光操作

称量：称量食用油（大豆油）样品1g 于50mL 离心管中，加标；

提取：离心管中加入5mL 正己烷，涡旋30s，40℃下超声提取10min，4000r/min离心5min，转移上清液至15mL 离心管中，再向50mL 离心管中加入5mL 正己烷重复提取一次，合并上清液待净化；

活化：Cleanert Bap-3 BAP5006-R固相萃取柱



使用前依次用5mL 二氯甲烷、5mL 正己烷活化；

上样：取上清液全部上样；

淋洗：6mL 正己烷淋洗小柱子，抽干；

洗脱：用6mL 二氯甲烷洗脱小柱，收集洗脱液于15mL 刻度离心管中，抽干小柱；

浓缩：洗脱液于40℃下氮吹干，用乙腈精确定容至1mL，涡旋30s，过0.22μm PTFE滤膜于棕色进样小瓶中，待测定。

3.2 仪器检测条件

3.2.1 色谱条件

色谱柱：Venusil ASB C18, 4.6 × 250 mm, 5μm；

Cat No：VS952505-0

流动相：水：乙腈 = 12：88

流速：1.0 mL/min；

柱温：30℃；

进样量：20μL；

激发波长：384 nm；

发射波长：406 nm。

3.4 结果与讨论

3.4.1 基质匹配标准曲线的制备

本实验为单点定量。精密吸取苯并芘母液250μL于净化后待浓缩的空白基质中，按3.2中浓缩步骤氮吹浓缩定容后，得到基质标，超高效液相色谱仪测定。

3.4.2 方法准确度

实验做了5ng/mL、10ng/mL、20ng/mL三种添加浓度，由表2可知，食用油（大豆油）基质添加浓度

的回收率在82%~92%，RSD均小于1；本实验色谱图见图1~图2。本案例数据仅供参考不具备法律效力。

表2. 食用油（大豆油）基质加标回收实验结果

化合物	理论浓度 (ng/ml)	平均结果 (ng/ml)	回收率%	RSD
苯并芘	5.00	4.9121	98.24	0.5
	10.00	9.1838	91.84	0.6
	20.00	16.4396	82.20	0.7

3.4.3 讨论

实验研究了加标量对于回收率的影响。在母标浓度为100ng/mL时，实验的三种添加回收加标量分别为50μL、100μL、200μL。实验接收了上样流出液、淋洗流出液。当上样量中乙腈含量为50μL时，上样没有流出，淋洗液流出损失在1.69%；乙腈含量为100μL时，上样流出损失0.3%，淋洗液流出损失在2.77%；乙腈含量为200μL时，上样流出损失0.61%，淋洗液流出损失在4.26%。由表2及表3同时可以看出，上样量中乙腈含量小于100μL时，回收率均可达到90%以上，而200μL时，淋洗液会带下大部分苯并芘使回收率小于90%。所以在加标时乙腈含量≤100μL，均可以达到90%以上的回收率。

表3. 各添加浓度上样流出及淋洗液流出实验结果

苯并芘	5.00 (ng/ml)	10.00 (ng/ml)	20.00 (ng/ml)
上样流出液 含量 (ng/ml)	-	0.0298	0.1205
淋洗流出液 含量 (ng/ml)	0.0847	0.2765	0.8519

3.5 实验谱图

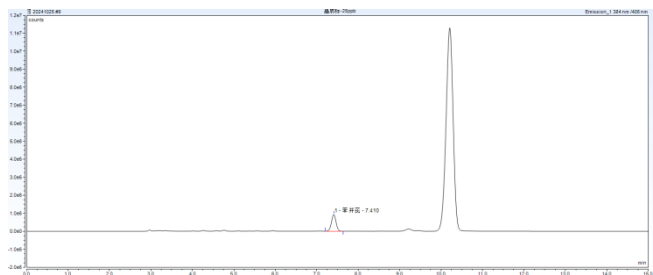


图1.食用油（大豆油）基质标质谱图（25ng/mL）

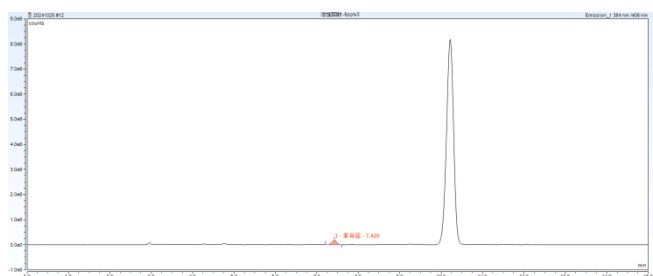


图2. 食用油（大豆油）样品质谱图（理论加标值为
5ng/mL）

结论

本实验重现了GB 5009.27-2016 食品安全国家标准食品中苯并(a)芘的测定，使用 Cleanert Bap-3 BAP5006-R 固相萃取结合超高效液相色谱的检测方法对食用油（大豆油）基质进行了苯并芘的测试。样品经 Cleanert Bap-3 BAP5006-R固相萃取柱净化，Venusil ASB C18（4.6 × 250 mm，5μm）液相色谱柱进行检测，采用外标法定量。结果表明，添加水平的相对回收率在82%~92%，RSD均小于1，能够满足检测要求。



Xccelerator 加速服务

探索分离, 使命加速

Mission to Accelerate Separation

在新药、仿制药研发和科学研究过程中, 抢占先机越来越多被大家提及, 同时在食品、环境、临床等行业的客户也都面临着项目周期压缩的压力。基于此, 我们成立了上海和天津两个方法开发服务中心, 为客户加快项目进度提供支持。

Xccelerator 以客户为中心, 以色谱技术为中心, 为药物研发和科学研究提供全方位加速服务。

三大研发中心

中国天津

地址: 天津市开发区西区南大街179号

电话: 400-606-8099

邮箱: cninfo@phenomenex.com

中国上海

地址: 上海市长宁区福泉北路518号1号楼1层

电话: 400-606-8099

邮箱: cninfo@phenomenex.com

美国总部

地址: 411 Madrid Avenue Torrance, CA 90501-1430, USA

Tel: +1 (310) 212-0555

Fax: +1 (310) 328-7768

Email: cninfo@phenomenex.com

仅用于研究目的, 不可用于临床诊断程序。

© 2022 天津博纳艾杰尔科技有限公司保留所有权利。



如果您对于本方法的执行有任何问题, 或想要了解更多信息,
请拨打400-606-8099 联系我们的技术专家, 我们很乐意为您提供帮助!

Confidential - Company Proprietary

