

红曲米粉中桔青霉素的测定—HPLC 法解决方案

参考标准《QB/T 2847-2007 功能性红曲米(粉)》

红曲米粉是指以大米为原料，用红曲菌属(*Monascus spp*)红曲霉发酵培养制得，具有红色的颗粒或用其制成的粉末。目前红曲可分为色曲、酒曲和功能性红曲。在红曲霉的发酵过程中，同时与红曲色素相伴产生一种有害的次级代谢产物--桔青霉素。研究表明桔青霉素具有肾毒性，可致畸、致癌和诱发基因突变。桔青霉素的存在，制约了红曲在食品及药品方面的广泛应用，在一定程度上阻碍了红曲产业的发展。

目前红曲米粉中桔青霉素检测难点是净化效果差，影响目标物的定性与定量。

方法优势：

迪马科技依照国标《QB/T 2847-2007 功能性红曲米(粉)》中样品预处理方法及 HPLC 条件，配合使用固相萃取柱进行净化，建立了红曲米粉中桔青霉素的测定方法，该方法：

1. 采用 95% 甲醇水超声提取，浓缩经混合型强阴离子交换柱净化，运用 HPLC-FLD 测定；
2. 本方法定量限是 10 µg/kg，回收率达 90% 以上，保证实验结果的准确性、重现性；
3. 本方案具有前处理简单，回收率高，除杂效果明显、方法重现性好等优点；
4. 适用于各省市出入境、质检、疾控、食品药品检验所、第三方检测机构、食品检测机构、大型食品生产商、高校和科研院所等。

以下为详细解决方案，敬请参考！

红曲米粉中桔青霉素的测定—HPLC 法

1、适用范围

本方案适用于红曲米粉中桔青霉素的检测，方法定量限是 10 µg/kg。

2、提取

- (1) 1.0 g 样品，加入 10 mL 95% 甲醇水溶液，混匀，超声 10 min，间隔振荡，6000 rpm 离心 2 min，取上清液；
- (2) 向下层残渣中加入 8 mL 95% 甲醇水溶液，混匀，超声 10 min，间隔振荡，6000 rpm 离心 2 min，合并上清液；
- (3) 将上清液在 35 °C 水浴下减压蒸馏至剩水，加入 2 mL 甲醇，超声溶解，6000 rpm 离心 1 min，取上清液，待净化。

3、净化——ProElut PXA 60 mg/3 mL (Cat#: 68303)

- a 活 化： 加入 3 mL 甲醇活化；
- b 上 样： 加入待净化液，弃去流出液；
- c 淋 洗： 加入 3 mL 5% 甲酸甲醇溶液，弃去流出液；
- d 洗 脱： 加入 2 mL 0.2 M 盐酸甲醇溶液，收集流出液，供 HPLC 分析。

4、色谱条件

色谱柱：Platisil ODS, 150 x 4.6 mm, 5 μm (Cat#: 99501)

流 速：1.0 mL/min 进样量：20 μL 柱 温：28 °C

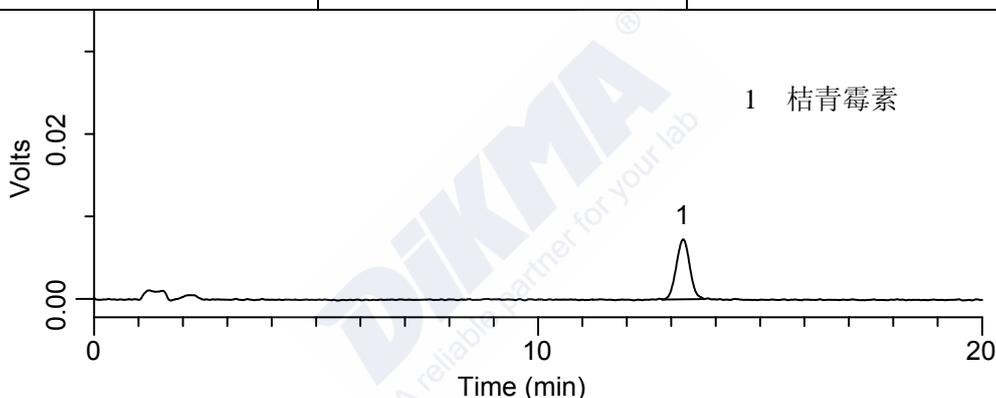
检测器：FLD, Ex: 331 nm; Em: 500 nm

流动相：A: 1% 磷酸水溶液 B: 乙腈 A: B=57: 43

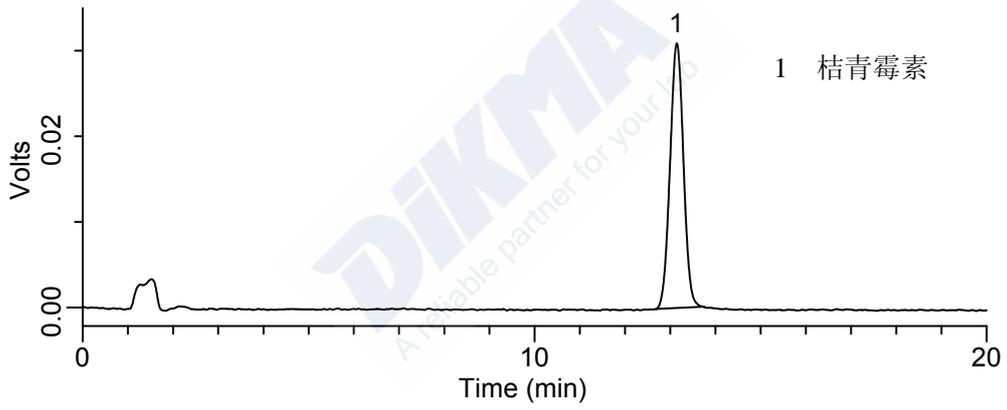
5、添加回收结果

红曲米粉中桔青霉素的 HPLC 检测添加回收结果

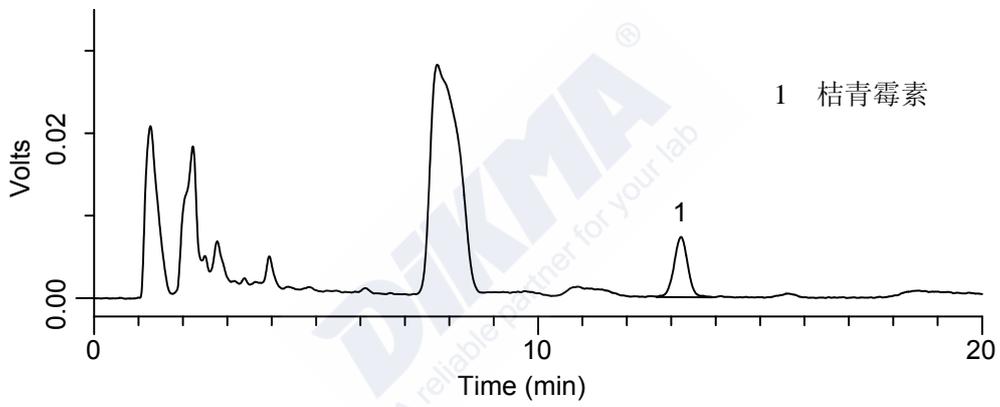
样品	添加水平(mg/kg)	回收率 (%)
红曲米粉	0.05	97.53
	0.20	97.23



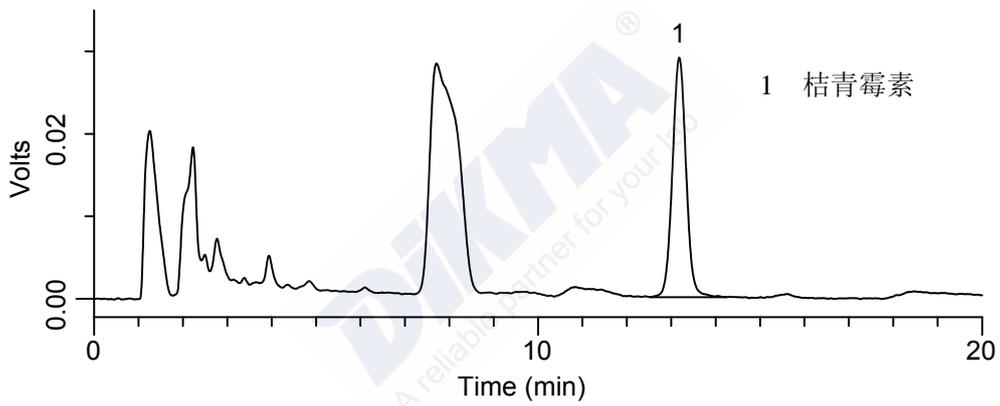
桔青霉素标准品(0.025 mg/L)液相色谱图



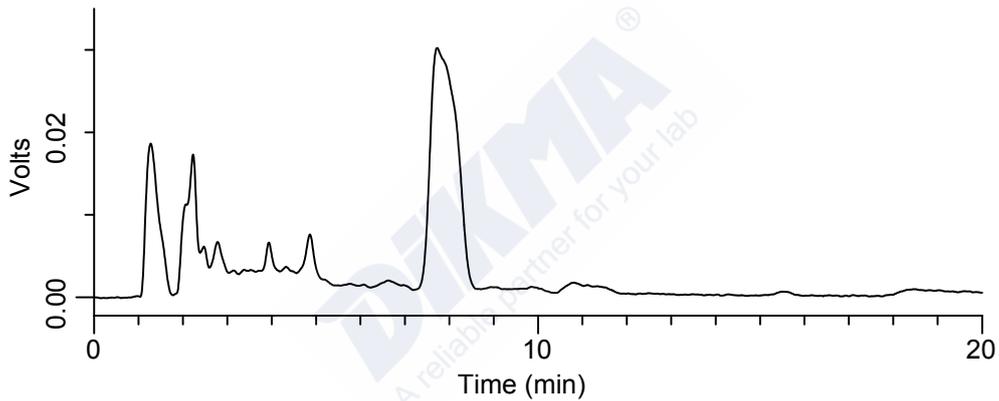
桔青霉素标准品(0.1 mg/L)液相色谱图



添加水平为 0.05 mg/kg 红曲米粉中桔青霉素检测液相色谱图



添加水平为 0.20 mg/kg 红曲米粉中桔青霉素检测液相色谱图



红曲米粉中桔青霉素检测(空白样品)的液相色谱图

红曲米粉中桔青霉素的测定—HPLC 法相关产品信息：

货号	名称	规格
样品前处理		
68303	ProElut PXA	60 mg/3 mL, 50/pk
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1,3,6mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pk
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
30039	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 μm 100/pk
30040	FitMax 针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 μm 100/pk
标准品		
50D-22958-5MG	桔青霉素[518-75-2]	5 mg
色谱柱及保护柱		
99501	Platisil ODS 宽pH范围型反相色谱柱	150 x 4.6 mm, 5 μm
HPLC 溶剂•缓冲盐•离子对试剂		
50144	甲酸 HPLC级	50 mL
50101	乙腈 HPLC级	4 L
50102	甲醇 HPLC级	4 L
50133	磷酸 HPLC级	50 mL
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色(现货)	50 孔
52401A	瓶架/白色(现货)	50 孔
1034	样品瓶(棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
1035	样品瓶盖/含垫(已经组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25 μL

红色产品货号#30039、#30040、#1034、#1035 火热促销中

北京: 400-608-7719

上海: 021-61263966

天津: 400-633-6606

广州: 020-85593520

成都: 028-86612625

沈阳: 024-22943513

石家庄: 0311-66686220

青岛: 0532-83725230

济南: 0531-83681355

重庆: 023-62568657