

# 国产全自动固相萃取仪在真菌毒素检测前处理中的应用

徐明雅

(杭州市粮食保障服务中心, 杭州 310003)

**摘要:** 高效液相法检测食品中真菌毒素时, 样品提取液需要经过免疫亲和柱净化, 国标方法采用手动操作, 流速控制比较困难, 对人员的操作要求高, 费时费力。尝试采用国产的全自动固相萃取仪代替手动操作, 经过和厂家工程师多轮沟通反馈, 配合厂家对控制软件进行了多次调整, 仪器最终基本满足要求, 回收率可以达到 95% 以上, 且净化效果和手动过柱相当。

**关键词:** 全自动固相萃取仪; 免疫亲和; 真菌毒素; 前处理

**中图分类号:** TP23 **文献标识码:**

## Application of China made automatic solid-phase extractor (SPE) in the pretreatment of mycotoxin determination

Xu Mingya

( Hangzhou Grain Security Service Center, Hangzhou Zhejiang 310003, China )

**Abstract:** In the determination of mycotoxins in food by high performance liquid chromatography (HPLC) , the extract of sample needs to be purified by immunoaffinity column by manual operation, it takes time and effort. The China made automatic solid-phase extractor can be used instead of manual operation. After many times of communication and feedback with the engineer of the factory, the control software has been adjusted for many times until the recovery rate can reach more than 95% , and the purification effect is similar to manual operation.

**Keywords:** Automatic solid-phase extractor; immunoaffinity column; mycotoxin; pretreatment

### 1 真菌毒素检测的主要前处理设备

目前, 食品中真菌毒素检测的国标方法中普遍采用免疫亲和柱净化对样品进行前处理, 主要的前处理设备是手动固相萃取装置。在免疫亲和净化的过程中, 流速的控制相当重要, 会直接影响净化和回收的效果, 从而影响检验结果的准确性和重复性。手动装置通过在免疫

亲和柱下方接入一个可以转动的阀来控制流速，流速控制往往是非连续的，要么过快，要么直接就流不下来，随着液位下降流速还会发生变化，很难达到理想稳定的流速，而且各孔位之间的平行性也很难控制，需要检验员具有极好的耐心和操作经验。

近年来，国产全自动固相萃取仪开发了免疫亲和柱过柱功能，比如美正生物的 ASPE480 全自动固相萃取仪，既能进行传统固相萃取，又能实现从脱帽、活化、上样、淋洗至洗脱过程的免疫亲和层析。配置了 4 个萃取通道，可以同时处理 4 个样品，为真菌毒素的萃取和富集提供了自动化处理的途径。



图 1 国产手动固相萃取装置

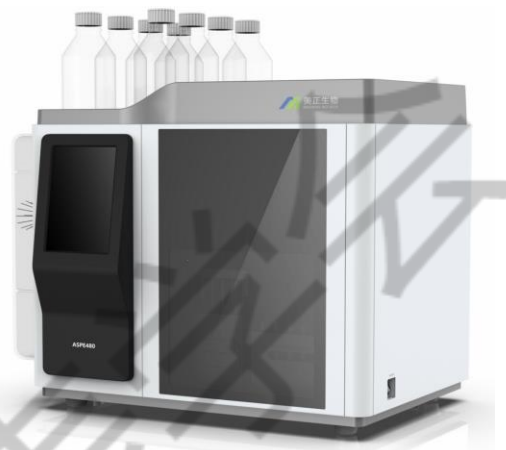


图 2 国产全自动固相萃取仪

## 2 使用心得

由于手动免疫亲和净化费时耗力且要求检验人员具有较高的操作技能，尝试使用全自动固相萃取仪。刚开始使用全自动固相萃取仪时，并没有达到预期的效果，不管是回收率还是净化效果都存在较大的问题，而且这些问题随机出现，没有规律性。

观察和分析仪器处理的整个过程，发现仪器对流量的控制基本上是精确的，但是加液方式和层析时流动相须呈平推流状态的要求不符，整个过程中仪器对流速的控制基本上是从免疫亲和柱上方加进去一滴，就从柱子下端流出一滴，免疫亲和柱填料上方没有形成液位，上样样液通过免疫亲和柱时无法形成平推流，对目标物的吸附效果较差。在淋洗时，同样也无法形成平推流，淋洗不充分，杂质清洗效果较差，导致净化效果差。洗脱时，也是同样的原因，洗脱试剂从填料柱体中某些阻力比较小的路径中通过，无法实现对全部填料的充分洗脱，导致目标物的回收率偏低，经常只有 65%~80%。样液、淋洗液、洗脱液经过柱体时均无法形成平推流，液体流过柱体的路径具有随机性，导致结果的准确性和重复性都不好。这个问题不解决，不管是净化的效果还是回收率、重现性都会比手动过柱要差很多。