

MAE-GC/MS 法测定食品中 B(α)P

蓝长波

(柳州食品药品检验所, 广西 柳州 545006)

摘要: 建立了测定食品中苯并芘(B(α)P)含量的 MAE-GC/MS 法。样品经微波辅助萃取技术前处理, DB-5MS 弹性石英毛细管柱(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m)分离, 以 B(α)P m/z =252 为选择离子, 串连四极杆选择离子检测模式检测, 再以 9-苯基蒽为内标, 采用内标法定量。结果显示, B(α)P 的检出限为 0.01 μ g/kg, 标准曲线线性范围为 0~10 μ g/mL, 相关系数为 1.000, 方法回收率达 97%~103%; 精密度良好: 日内 RSD<0.5%, 日间 RSD<1%; 准确度良好: 以阴性样品为基底物质, 在 0.1 mL 甲醇苯并芘成分分析国家标准物质(GBW08702)的加标水平上, 测定值在其标准值范围内。表明: 该法前处理简单, 回收率高, 检出限、线性范围、准确度、精密度结果均满足要求, 可用于测定食品中的 B(α)P 含量。

关键词: 食品; 微波辅助萃取技术; 气相色谱/质谱

中图分类号: R 155.5 **文献标志码:** A **文章编号:** 1673—1689(2014)12—1332—06

MAE-GC/MS Determination Foods B (α) P Content

LAN Changbo

(Food and Drug Control of Guangxi Liuzhou, Liuzhou 545006, China)

Abstract: The aim of this study is to develop MAE-GC/MS method to determine the Benzo(α)pyrene (B(α)P) content. For this, the sample was pre-treatment by MAE(microwave-assisted extraction technology) and then separate by DB-5MS fused silica capillary column (30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μ m) with B(α)P m/z =252 as the selected ion, the detection is the series four quadrupole selected ion monitoring (SIM) mode with 9-phenyl anthracene as internal standard. A series of results were achieved: B(α)P detection limit was 0.01 μ g/kg and the standard curve was linear at the range of 0~10 μ g/mL. The correlation coefficient was 1.000, with the recoveries of 97%~103% and good precision: Days RSD/%<0.5%, day RSD/%<1%. The good accuracy, the negative sample as the base material, containing 0.1 mL methanol and benzo (α) pyrene national standard component analysis (GBW08702) spiked levels, the measured values within the standard value range. Based on the above results, conclusion could be arrived: the method is simple, high recovery, detection limit, linear range, accuracy, precision results meet the requirements for the determination of food in B(α)P content.

Keywords: Food, MAE (microwave-assisted extraction technology), gas chromatography/mass spectrometry (GC/MS)

收稿日期: 2014-02-22

作者简介: 蓝长波(1975—), 男, 广西柳州人, 主管药师, 主要从事食品药品检验技术研究。E-mail: 1209341306@qq.com

现行国家标准^[1-3]测定食品中 B(α)P 的目测比色法、荧光分光光度法、反相高效液相色谱法等,样品前处理为常规的液液萃取法、索氏提取法、柱层析法,其前处理步骤均繁琐、耗时,造成样品测定重复性差、回收率下限低于 80%。文献[4-8]报道的方法为反相高效液相色谱法,其样品前处理采用溶剂溶解后直接进样、液液萃取法,商品固相柱、凝胶色谱柱,操作步骤虽简化了些,但回收率上限最多只达到 95%水平,还需重复操作,且只针对单一品种,如油或肉类制品。关于 GC/MS 法测定 B(α)P 的文献[9-12],其前处理及回收率情况和上述文献[4-8]报道的情况相近,其中唯一一篇测定食品中 B(α)PGC/MS 法的文献[12],其回收率下限仅为 85%,测定的品种未能涵盖国家标准^[1]规定的食品分类。作者测定的样品选择涵盖了国家标准^[1]规定的食品分类,采用 MAE(微波辅助萃取技术)辅助液液萃取进行样品前处理,最后以 B(α)P $m/z=252$ 为选择离子,串连四极杆选择离子检测模式(SIM)检测,再以 9-苯基蒽为内标,采用内标法定量。作者不同种类的食品均采取了同一 MAE 法前处理,可以同时大批量处理不同品种的样品,简化了前处理步骤,减轻了日常检验工作强度;使用最新的 GC/MS 检测技术,提高了测量的准确度和精密度,回收率稳定在 99%~102%,具有简单、准确、高效的特点,适用于大批次食品中 B(α)P 的检验工作。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

大米(SP20131301)、花生油(SP20131126)、猪油(SP20131203)、鲈鱼(SP20131412)、鱿鱼丝(SP20131489)、牛肉(SP20131602)、牛肉干(SP20131642)、大白菜(SP20131722)、红牛维生素功能饮料(SP20131836)、蛋糕(SP20131916),样品均为作者所在检验所所抽检样品,“SP2013XXXX”为本所检品编号,上述样品涵盖了国家标准^[1]中食品分类各品种。

环己烷,色谱纯,按 1g/L 的量加氢氧化钾(优级纯)重蒸,沸点 80.7 °C,相对密度 0.779,25 °C;二甲基亚砜(DMSO),色谱纯,沸点 189 °C,相对密度 1.100;无水硫酸钠,优级纯,于 450 °C 焙烧 4 h 后备用;9-苯基蒽,美国纽黑文公司产品,批号 602-55-

1,规格 250 mg;苯并(α)芘标准溶液,中国计量科学研究院提供,批号 GBW(E)080476 12001,质量浓度 5.19 $\mu\text{g/mL}$,临用时用环己烷逐级稀释,配制含 10 ng/mL 9-苯基蒽的 B(α)P 标准系列溶液(0、0.42、0.83、4.15、5.19、10.38 ng/mL);甲醇中苯并(α)芘成分分析国家标准物质,中国计量科学研究院提供,批号 GBW08702,标准值范围 9.98~10.02 $\mu\text{g/mL}$ 。

1.2 仪器与设备

7890/5975 型气-质联用仪,带 100 μL 容积玻璃内插管的气相进样瓶,美国安捷伦公司制造;Multiwave 3000 型微波消解仪,奥地利安东帕公司产品;BHW-09A 恒温消解仪,上海博通公司制造;实验室超纯水器(元素 820a),上海摩尔公司制造。

1.3 试验方法

1.3.1 样品前处理 配制含内标物质的 B(α)P 加标样品溶液时,内标物质、B(α)P 标准溶液均在富集步骤“精密称取粉碎混匀后的样品 5 g 置消解罐中”后加入。下述 3 步骤均避光操作。

1)富集:精密称取粉碎混匀后的样品 5 g 置消解罐中,加入无水硫酸钠 5 g、环己烷 30 mL,涡旋振荡混匀,盖好安全阀,将消解罐放入微波消解仪中,按照表 1 设置的程序进行萃取,萃取完全后,置恒温消解仪中,于 105 °C 蒸发环己烷至约 10 mL,放冷至室温,即得 B(α)P 环己烷富集液。见表 1。

表 1 微波萃取程序(温度控制程序)

Table 1 Microwave extraction procedure (temperature control program)

步骤	温度/°C	时间/min		风扇
		爬坡	保持	
1	105	10	20	1
2	0	0	10	3

2)提取:在上述富集液中,加入 DMSO 10 mL,涡旋振荡混匀,盖好安全阀,将消解罐放入微波消解仪中,按照表 1 设置的程序进行萃取,萃取完全后,置恒温消解仪中,于 105 °C 蒸发掉上层环己烷,冷却至室温,即得 B(α)P 的 DMSO 提取液。

3)净化:在上述 DMSO 提取液中,加入 2.0 g/L 硫酸钠溶液 15 mL、环己烷 15 mL,涡旋振荡混匀,盖好安全阀,将消解罐放入微波消解仪中,按照表 1 设置的程序进行反萃取净化,反萃取净化完全后,

冷却至室温,吸出环己烷置 50 mL 容积预先称量恒质量的刻度离心管中,于 90 ℃水浴中蒸发至近干时用 15 mL 环己烷分 3 次洗涤消解罐,每次 5 mL,涡旋振荡混匀,取上层环己烷洗涤液并置于刻度离心管中,继续于 90℃水浴中蒸发至近干时用氮气吹干,称量该刻度离心管质量,计算管内残渣质量,若大于 1.5 mg 则重复“提取”、“净化”操作;若小于等于 1.5 mg,旋紧离心管盖,4 ℃储存备用,即得 B(α)P 的净化物。

1.3.2 测定 仪器条件如下。

1)气相色谱条件:色谱柱及其升温模式,Agilent DB-5MS 弹性石英毛细管柱 (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm);程序升温,105 ℃保持 2 min $\xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 195 ℃ $\xrightarrow{10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 265 ℃ $\xrightarrow{5\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 290 ℃保持 5 min;进样口模式不分流进样,温度 280 ℃;载气为氦气(纯度 ≥ 99.999%),体积流量(恒流)1.0 mL/min;进样量 1 μL。

2)质谱条件:气-质接口及传输线温度 280 ℃;保护气为氩气,压力为 133.322 Pa;四级杆温度 150 ℃;离子源模式为 EI 离子源,电轰能量 70 eV,温度 230 ℃;溶剂延迟 15 min;定量方式选择离子检测(SIM),选择离子为 B(α)P $m/z=252$ 。

1.3.3 上机 待基线稳定后,开始进样,进样量均为 1 μL。先进标准系列溶液;样品溶液取“1.3.1”项下 B(α)P 净化物,精密加入 0.1 mL 环己烷,涡旋振荡使混匀,定容并转移至带 100 μL 容积内插管的气相进样瓶中进样测定。

2 结果与分析

2.1 仪器条件选择

色谱条件优化:B(α)P 属于多环芳烃类化合物,故采用检测多环芳烃常用的 DB-5MS 弹性石英毛细管柱。有的样品中含类似 B(α)P 多环芳烃类化合物较多,沸点相近,组分复杂,沸程宽,故采用了程序升温法,同时提高了进样口温度(280 ℃),确保样品中各组分快速气化。

质谱条件优化:采用“1.3.2”中“仪器条件”成功通过调谐。以含 10 ng/mL 9-苯基蒽的加标水平为 4.15 ng/mL B(α)P 的大米样品(SP20131301)溶液为例,其 SIM 结果如图 1 所示,B(α)P 和 9-苯基蒽峰形好,响应高,基质效应几乎无影响。保留时间:B(α)P 为 24.3 min,9-苯基蒽为 19.4 min。

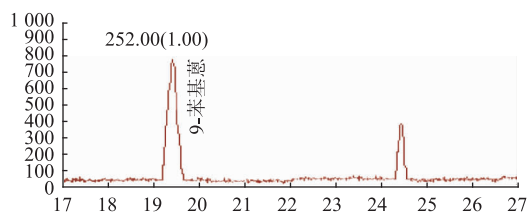


图 1 含 10 ng/mL 9-苯基蒽的加标水平为 4.15 ng/mL B(α)P 的大米(SP20131301)样品溶液 SIM 结果

Fig. 1 Contains 10 ng/mL 9-phenylanthracene spiked levels 4.15 ng/mL B (α) P's rice (SP20131301) results FIG SIM sample solution

2.2 标准曲线选择

在日常检测工作中发现:样品中 B(α)P 含量 90% 以上都是未检出,检出 B(α)P 含量的 90% 小于等于 5 ng/mL。故选择标准曲线范围为 0~10 ng/mL,通过测定含 10 ng/mL 9-苯基蒽的 B(α)P 标准系列溶液(0、0.42、0.83、4.15、5.19、10.38 ng/mL),以 B(α)P 与 9-苯基蒽的峰面积比值为纵坐标、B (α)P 与 9-苯基蒽的物质的量比值为横坐标,绘制标准曲线,结果如图 2 所示,线性范围为 0~10 ng/mL,回归方程为

$$y=0.576\ 4x+0.000\ 6,$$

相关系数为 1.000 0。

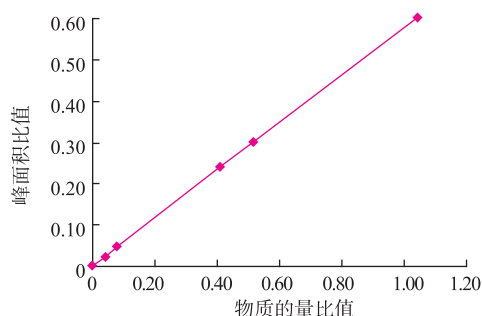


图 2 含 10 ng/mL 9-苯基蒽的 B(α)P 标准系列溶液线性关系

Fig. 2 Contains 10 ng/mL 9-phenyl anthracene B (α)P standard series was a linear relationship diagram

2.3 样品前处理-MAE 辅助液萃取法

2.3.1 溶剂体系及其取用量 参照国家标准^[9]规定。

1)采用环己烷/DMSO 体系。查阅文献[13]得知该体系为极性溶剂/非极性溶剂体系,能进行微波加速萃取,符合 MAE 溶剂体系要求。

2)富集、浓缩、净化阶段:环己烷、DMSO 的单次取用量不变,多次取用量合并为一次取用量。其优

点为:操作过程均在同一消解罐中进行,富集、提取、净化次数均为1次,避免多次转移的繁琐和损失;据文献[14]报道,B(α)P见光极易分解,因前处理过程均在消解仪、赶酸仪及氮吹仪中,保证了全程避光,避免了B(α)P见光分解的损失。

2.3.2 正交试验优化萃取温度、萃取时间 以萃取温度、萃取时间为2个因素,每个因素5个水平点,设计25次试验,结果用正交交互作用表表示。具体如下:以含10 ng/mL 9-苯基蒽的加标水平为4.15 ng/mL B(α)P的大米(SP20131301)0.5 g作为基底物质,按“1.3.1”、“1.3.2”测定回收率,结果见表2。

表2 MAE萃取条件优化交互作用下的回收率

Table 2 MAE extraction conditions were optimized interaction table

萃取时间/min	萃取温度/℃				
	145	125	105	85	65
10	100%	100%	90%	88%	85%
20	100%	100%	96%	88%	85%
30	100%	100%	100%	90%	88%
40	100%	100%	100%	90%	88%
50	100%	100%	100%	90%	88%

结果表明,最优MAE条件为萃取温度105℃、萃取时间30 min,此时加标样品溶液回收率达到100%,并且趋于稳定。

2.3.3 MAE大批量处理样品的优势 MAE法可以根据样品数量的多少选择16位转子、32位转子、64位转子的微波消解仪配置,同时处理16批至64批样品,这样使得MAE法具有大批量处理样品的优势。

2.4 仪器最低检出限及最低方法定量限

2.4.1 仪器最低检出限 进样为含10 ng/mL 9-苯基蒽0.1 ng/mL B(α)P标准溶液10 μL时,其峰高约为基线噪音的3倍,确定为0.1 ng/mL(按取样量5 g、用带100 μL的玻璃内插管的气相进样瓶定容至0.1 mL计算为0.002 μg/kg)。

2.4.2 最低方法定量限 进样为含10 ng/mL 9-苯基蒽0.03 ng/mL B(α)P标准溶液10 μL时,其峰高约为基线噪音的10倍,确定为0.3 ng/mL(按取样量5 g、用带100 μL的玻璃内插管的气相进样瓶定容至0.1 mL计算为0.01 μg/kg)。

2.5 回收率试验

精密称取样品 SP20131301、SP20131126、SP20131203、SP20131412、SP20131489、SP20131602、

SP20131642、SP20131722、SP20131836、SP20131916各0.5 g作为基底物质,并按国家标准^[15]的要求,参照本文所述最低检出限0.3 ng/mL,进行0.31、0.62、3.11 ng/mL的三水平加标试验,按“1.3.1”、“1.3.2”测定回收率,结果见表3。回收率结果良好,回收率在97%~103%之间。

表3 方法回收率试验

Table 3 The recovery test

样品编号	本底值/(ng/mL)	加入量/(ng/mL)	测得量/(ng/mL)	回收量/(ng/mL)	回收率/%
SP20131301	0	0.31	0.32	0.32	103%
	0	0.62	0.63	0.63	102%
	0	3.11	3.08	3.08	99%
SP20131126	0	0.31	0.30	0.3	97%
	0	0.62	0.62	0.62	100%
	0	3.11	3.12	3.12	100%
SP20131203	0	0.31	0.31	0.31	100%
	0	0.62	0.61	0.61	98%
	0	3.11	3.13	3.13	101%
SP20131412	0	0.31	0.30	0.3	97%
	0	0.62	0.64	0.64	103%
	0	3.11	3.06	3.06	98%
SP20131489	0	0.31	0.30	0.3	97%
	0	0.62	0.61	0.61	98%
	0	3.11	3.13	3.13	101%
SP20131602	0	0.31	0.31	0.31	100%
	0	0.62	0.61	0.61	98%
	0	3.11	3.13	3.13	101%
SP20131642	0	0.31	0.32	0.32	103%
	0	0.62	0.61	0.61	98%
	0	3.11	3.14	3.14	101%
SP20131722	0	0.31	0.32	0.32	103%
	0	0.62	0.63	0.63	102%
	0	3.11	3.15	3.15	101%
SP20131836	0	0.31	0.30	0.3	97%
	0	0.62	0.62	0.62	100%
	0	3.11	3.09	3.09	99%
SP20131916	0	0.31	0.32	0.32	103%
	0	0.62	0.60	0.6	97%
	0	3.11	3.12	3.12	100%

2.6 方法日内、日间精密度试验

精密称取样品牛肉干(SP20131642)0.5 g 各 10 份作为基底物质, 分别在含 10 ng/mL 9-苯基蒽 0.31、0.62、3.11 ng/mL 的加标水平上, 按“1.3.1”、“1.3.2”1 d 24 h 内连续测定 10 次(日内), 次日白天 12 h 内连续测定 10 次(日间), 结果见表 4。日内 RSD<0.5%, 日间 RSD<1%, 表明本方法重现性良好。

表 4 样品牛肉干(SP20131642)日内、日间精密度试验结果
Table 4 Sample beef jerky (SP20131642) day precision test results

加标水平/ (ng/mL)	日内精密度(n=10)		日间精密度(n=10)	
	平均值/ (ng/mL)	RSD/%	平均值/ (ng/mL)	RSD/%
0.31	0.31	0.49	0.30	0.65
0.62	0.61	0.33	0.60	0.52
3.11	3.13	0.26	3.08	0.41

2.7 方法准确度

以样品牛肉干 (SP20131642)0.5 g 作为基底物质, 在 0.1 mL 甲醇苯并(α)芘成分分析国家标准物质(GBW08702)的加标水平上, 按“1.3.1”、“1.3.2”考察了方法准确度, 结果见表 5。B(α)P 的测定值在标准值范围内, 说明了方法的准确度良好。

表 5 甲醇中苯并(α)芘成分分析标准物质测定值及其标准值范围

Table 5 Methanol benzo (α) pyrene component analysis standard substance measured values and their standard value (μg/mL)

成分	测定值	标准值范围
B(α)P	9.99	9.98~10.02

3 结 语

以微波辅助萃取技术(MAE)优化液液萃取 B(α)P 前处理中的富集、提取、净化过程, 再采用 GC/MS 法检测, 最后以内标法定量, 从而建立起测定食品中苯并(α)芘(B(α)P)含量的 MAE-GC/MS 法。经方法学验证: B(α)P 的检出限为 0.01 μg/kg, 标准曲线线性范围为 0~10 μg/mL, 相关系数为 1.000 0, 方法回收率为 97%~103%, 精密度良好; 日内 RSD<0.5%, 日间 RSD<1%, 准确度良好; 以阴性样品为基底物质, 在含 0.1 mL 甲醇苯并(α)芘成分分析国家标准物质(GBW08702)的加标水平上, 测定值在其标准值范围内。本法前处理简单、回收率高, 检出限、线性范围、准确度、精密度结果均满足要求, 并由于 MAE 大批量处理的优势, 可用于大批量测定食品中 B(α)P 含量。

参考文献:

- [1] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009.27-2003 食品中苯并(α)芘的测定[S]. 北京: 中国国家标准化管理委员会, 2004.
- [2] 中华人民共和国农业部. NY/T 1666-2008 肉制品中苯并(α)芘的测定 高效液相色谱法[S]. 北京: 中国农业出版社, 2008.
- [3] 国家粮食局. GB/T 22509-2008 动植物油脂 苯并(α)芘的测定 反相高效液相色谱法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [4] 吴海智, 周丛, 袁列江, 等. 高效液相色谱法快速测定植物油中苯并芘的研究[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(10): 6075-6076.
WU Haizhi, ZHOU Cong, YUAN Liejiang, et al. Study vegetable oil benzopyrene in fast HPLC[J]. *Anhui Agricultural Sciences*, 2011, 39(10): 6075-6076. (in Chinese)
- [5] 林慧, 颜春荣, 徐春详, 等. 固相萃取-高效液相色谱法测定肉制品中苯并(α)芘[J]. 肉类研究, 2012, 26(6): 24-27.
LIN Hui, YAN Chunrong, XU Chunxiang, et al. Solid-Phase Extraction-HPLC determination of meat Benzo(α) Pyrene[J]. *Meat Research*, 2012, 26(6): 24-27. (in Chinese)
- [6] 何强, 孔祥虹, 李建华, 等. 采用新型固相萃取柱快速测定食物油中苯并(α)芘[J]. 分析测试学报, 2012, 34(6): 710-714.
HE Qiang, KONG Xianghong, LI Jianhua, et al. Using new Solid-Phase extraction column rapid determination of food oils Benzo (α) pyrene[J]. *Instrumental Analysis*, 2012, 34(6): 710-714. (in Chinese)
- [7] 万红丽, 周光宏, 陈明, 等. 烧烤肉制品中 3,4-苯并(α)芘检测的前处理方法[J]. 南京农业大学学报, 2007, 30(4): 140-143.
WAN Hongli, ZHOU Guanghong, CHEN Ming, et al. Barbecue meat Products 3,4-Pretreatment methods of Benzo (α) Pyrene detection[J]. *Journal of Nanjing Agricultural University*, 2007, 30(4): 140-143. (in Chinese)
- [8] 施煜, 杨建英, 朱虹, 等. GPC-HPLC-RP 法检测熏烧烤肉制品中的苯并(α)芘[J]. 化学分析计量, 2012, 21(1): 52-56.
SHI Yu, YANG Jianying, ZHU Hong, et al. GPC-HPLC-RP assay smoked barbecue meat of Benzo(α) Pyrene[J]. *Stoichiometric Analysis*, 2012, 21(1): 52-56. (in Chinese)

- [9] 何智慧,罗嘉,蒋腊梅,等. 气相色谱-质谱法检测卷烟烟气中的苯并(α)芘[J]. 湖南文理学院学报, 2007, 19(2): 46-48.
HE Zhihui, LUO Jia, JIANG Lamei, et al. Gas Chromatography-Mass spectrometry cigarette smoke Benzo(α)Pyrene[J]. **Journal of Hunan University of Arts**, 2007, 19(2): 46-48. (in Chinese)
- [10] 李晨悦,周金林,黄金凤,等. GC-MS/MS 法检测山茶油中的苯并(α)芘[J]. 现代食品科技, 2013, 29(7): 1702-1705.
LI Chenyue, ZHOU Jinlin, HUANG Jinfeng, et al. GC-MS/MS assay camellia Benzo (α) Pyrene [J]. **Modern Food Science and Technology**, 2013, 29(7): 1702-1705. (in Chinese)
- [11] 王珍,王琳琳,陈小鹏,等. 超声波辅助-DMC 萃取食用油中苯并(α)芘及其 GC/MS 分析[J]. 广西大学学报, 2013, 38(3): 538-543.
WANG Zhen, WANG Linlin, CHEN Xiaopeng, et al. Ultrasonic assisted extraction of edible Oil-DMC Benzo(α) Pyrene and GC / MS analysis[J]. **Journal of Guangxi University**, 2013, 38(3): 538-543. (in Chinese)
- [12] 王力清,黎军. 测定食品中苯并(α)芘的气相色谱-质谱法研究[J]. 食品安全与检测, 2005, 22(4): 44-46.
WANG Liqing, LI Jun. Mass Spectrometry - Benzo (α) Pyrene in food measured by gas chromatography [J]. **Food Safety and Inspection**, 2005, 22(4): 44-46. (in Chinese)
- [13] 唐永良. 微波萃取技术概述[J]. 贵州化工, 2004, 29(4): 8-9.
TANG Yongliang. Microwave extraction technology overview[J]. **Guizhou Chemical Industry**, 2004, 29(4): 8-9. (in Chinese)
- [14] 曲仪. 液相色谱法测定城市自来水中的苯并(α)芘[J]. 气象与环境学报, 2006, 22(6): 43-45.
QU Yi. City tap water was measured Benzo(α) Pyrene liquid chromatography[J]. **Meteorology and Environment**, 2006, 22(6): 43-45. (in Chinese)
- [15] 中国合格评定国家认可中心. GB/T 27404-2008 实验室质量控制规范 食品理化检验 [S]. 北京: 国家标准化管理委员会, 2008.

科技信息

北京大学李笑宇课题组在 DNA 编码分子库方面取得进展

DNA 编码分子库(DNA-Encoded Library, DEL) 把 DNA 分子作为一种条形码,对分子库中的化合物进行编码。当今 DEL 已经实现在几十个微升的体积中包含上千万甚至上百亿个不同的化合物;并且不依赖于复杂的设备,能够在常规实验室中实现对药物靶点的高通量筛选。DEL 不仅仅限于基础研究,并且被国内外主要的药企广泛采用,成为药物研发中获得先导化合物的一种重要手段。然而, DNA 编码分子库的筛选一般要求对蛋白质进行修饰、纯化、固载,从而限制了所适用的蛋白质类型。一些对天然环境要求较高,或是难以被修饰和固载的蛋白质,均无法作为靶点被用于分子库的筛选。

北京大学有机所的李笑宇课题组在其近期发展的 DNA 控制下蛋白质修饰方法的基础上 (Angew. Chem. Intl. Ed. 2013, 52, 9544; Bioconjugate Chem. 2014, 25, 1172), 与北京大学工学院的黄岩谊课题组进行合作,利用配体诱导的蛋白质光交联(ligand-directed photo-crosslinking),实现了对完全无修饰,非固载蛋白质靶点的筛选。这一目标的实现大大扩展了 DEL 的适用性,实现对膜蛋白,蛋白质复合物,甚至活细胞表面蛋白质等重要靶点的小分子配体筛选。该成果近期发表在德国应用化学,并被选为当期的封面文章(front cover)。

[信息来源] 北京大学化学与分子工程学院. 李笑宇课题组在 DNA 编码分子库和蛋白质标记方面取得进展 [EB/OL]. (2014-10-8). <http://www.chem.pku.edu.cn/news.php?id=4504>