

用高效液相色谱法(碘化衍生物)测定食品中黄曲霉毒素 B₁

杨兆禄

(大连市卫生防疫站, 116021)

黄曲霉毒素 B₁ (Aflatoxin B₁, 简称 AFB₁) 是一种较强的致癌物, 是进出口食品必检项目之一。食品中 AFB₁ 的测定多采用薄层色谱、柱液相色谱等方法^[1], 但操作较繁, 误差较大, 灵敏度也不够理想。我们参考有关文献^[2], 在食品预处理后进行碘化衍生, 采用高效液相色谱法测定了一系列进出口粮食、油类、啤酒和酱油中的 AFB₁, 效果良好。整个分析只需要十几分钟, 简便、快速, 灵敏度提高十倍, 准确度高。

一、仪器和条件

Waters 246型高效液相色谱仪, U6K 进样阀, 420AC 型荧光检测器, $\lambda_{ex} = 360\text{nm}$, $\lambda_{em} = 425\text{nm}$, $\phi 8 \times 100\text{mm}$ $\mu\text{Bondapak C}_{18}$ 径向压缩柱, 甲醇/水 (62:38) 流动相, 流速 1.5 ml/min, M730 微处理机记录和导出数据, 所用试剂均为二级, 水为二次蒸馏水。

二、标准溶液

1. AFB₁ 标准溶液 将卫生部食品卫生监督检验所提供的安瓶装 1ml 标准品 (含 AFB₁ 10 μg) 用苯/乙腈混合溶剂 (98:2) 稀释到 50ml 棕色容量瓶中, 此标准溶液 1ml 含 0.2 μg AFB₁。

2. 饱和碘溶液 称取 0.5g I₂, 在 100ml 水中搅拌 15min, 使其溶解, 装入具塞棕色瓶中, 暗处保存。

三、样品预处理与衍生化

称取 20g 样品, 置于 250ml 具塞锥形瓶中, 加 30ml 石油醚和 100ml 甲醇/水溶液 (55:45), 盖严, 振荡 30min, 过滤, 滤液分层, 放出下层的甲醇/水相。取 20ml 此溶液 (相当于 4g 样品) 于另一分液漏斗中, 加 20ml 二氯甲烷, 振荡, 分层。下层经盛有 10g 先用二氯甲烷润湿过的无水硫酸钠的滤纸过滤, 并用同一溶剂洗涤系统。滤液在 65 $^{\circ}\text{C}$ 水浴上蒸干, 加 1ml 甲醇溶解, 并加 7ml 水和 2ml 饱和 I₂ 液, 于沸水浴上碘化反应 40sec, 用 0.45 μm 微膜过滤, 滤液浓缩, 定容 1ml 供色谱分析。

四、色谱分析及结果

在上述色谱条件下, 一般取 10 μl 经以上处理过的食物样品液, 注入色谱仪进行分析。所得谱图为一单纯的 AFB₁ 峰, 测量峰高, 按预先制作好的定量校正线进行分析。

从图(略)的数据可见, 进样量在 0.05—10ng 范围内, 定量校正线呈良好的线性关系, $h = 1.009m +$

0.028, 相关系数 $\gamma = 0.9996$, 最低检出限为 0.05ng, 比不做衍生化时灵敏度提高十倍。

在空白小麦中加入 AFB₁ 标样, 按前述预处理和碘化手续作回收率试验, 结果相当好, 回收率为 98.0 \pm 0.4%, (见表 1)。表 2 列出部分受检食物中 AFB₁ 的含量。综合这些结果, 说明本法准确、简便、快速。

表 1 空白小麦中加入 AFB₁ 所得回收率结果

加入量 (mg)	实际测定值 (ng)					5次平均 回收率 (%)	
	1	2	3	4	5		
1	100	97.6	98.2	97.9	98.1	98.0	98.0 \pm 0.2
2	100	96.9	98.1	97.9	98.3	98.1	97.9 \pm 0.4
3	200	196.5	196.3	195.9	197.1	195.8	98.2 \pm 0.2
4	200	196.2	196.1	195.8	195.8	196.1	98.0 \pm 0.2
5	200	195.9	195.8	195.8	195.7	195.6	97.9 \pm 0.1
总平均							98.0 \pm 0.4

表 2 部分受检食物中 AFB₁ 的含量测定

食物	AFB ₁ 含量 (10 ⁻⁹ , V/V)			平均
	1	2	3	
糯米	12.0	12.1	12.0	12.0 \pm 0.1
花生仁	22.2	22.0	22.0	22.0 \pm 0.1
玉米	24.2	24.0	24.2	24.1 \pm 0.1
花生油	26.0	26.1	26.0	26.0 \pm 0.1
花生仁	3.5	3.6	3.6	3.6 \pm 0.1
玉米	6.6	6.5	6.6	6.6 \pm 0.1

参 考 文 献

- (1) 高鹤娟, 《食品卫生检验标准理化部分注解》, 卫生部食品卫生监督检验所, 156页, 1987.
- (2) N. D. Davis, U. L. Diener, J. Assoc. Official Anal. Chem., 63(1), 107(1980).

(收稿日期: 1991年3月4日, 修回日期: 5月31日)

Determination of Aflatoxin B₁ in Foods by High Performance Liquid Chromatography (Iodine Derivative)
Yang Zhao Lu, Dalian Sanitation and Antiepidemic Station, 116021

In order to determine the quantity of aflatoxin B₁ in foods the sample was pretreated and then made to form an iodine derivative. High performance liquid chromatography with C₁₈ column and fluorescence detection was used for the analysis. The method was proved to be sensitive, rapid and accurate.