

食品中总黄曲霉毒素的测定例

AS/LC-023

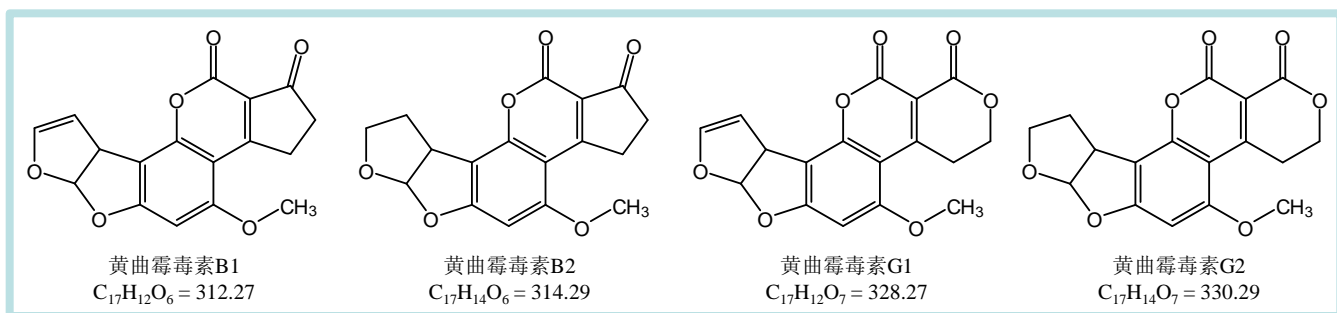
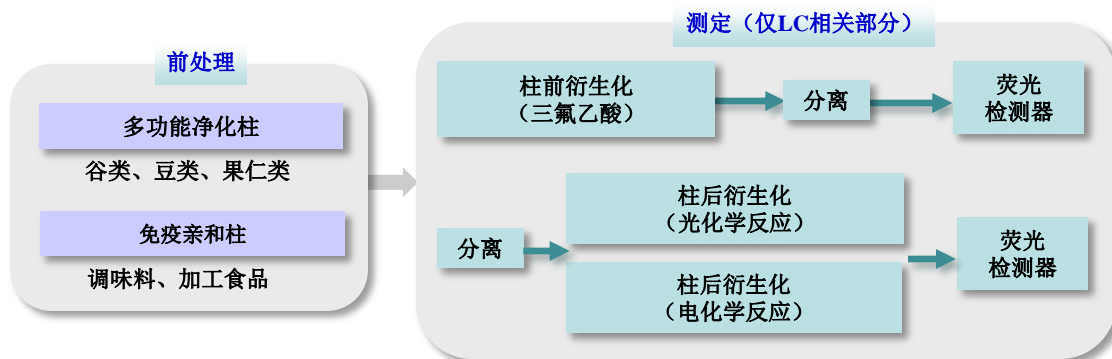
在污染食品的霉菌毒素中，黄曲霉毒素（AF）属于肝脏毒，被认为是最强的天然致癌物质。自然界中可以产生黄曲霉毒素B1、B2、G1、G2等，其中尤以B1的致癌性最强。在日本，食品中黄曲霉毒素的指标，已由过去的黄曲霉毒素B1变更为了总黄曲霉毒素（B1、B2、G1、G2），其现行规定值为不超过10 μg/kg（\*1）。并且，世界各国也根据各自的情况分别设定了规定值。

关于样品的精制可采用多功能净化柱法（MFC: Multi Functional Column）和免疫亲和柱法（IAC: Immunoaffinity Column），应根据测试样品的种类进行选择。另外，由于黄曲霉毒素B1、G1的检测灵敏度低，标准样品和实际样品都需要进行衍生化。一般采用的是使用三氟乙酸衍生化后，以LC-FL进行分离检测的方法，但也有经色谱柱分离后，采用光化学衍生化或电化学衍生化后进行检测的试验方法（\*2）。

此次，对于使用三氟乙酸进行柱前衍生化后，以LC-FL进行测定的方法予以介绍。

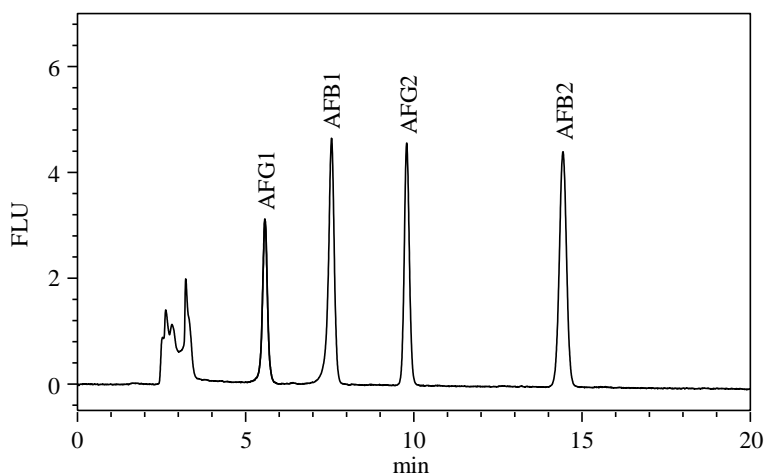
（\*1）厚劳省 食安发0331第5号（2001年3月31日） （\*2）厚劳省 食安发0816第1号（2001年8月16日）

食品中总黄曲霉毒素测定方法概要



【黄曲霉毒素结构式】

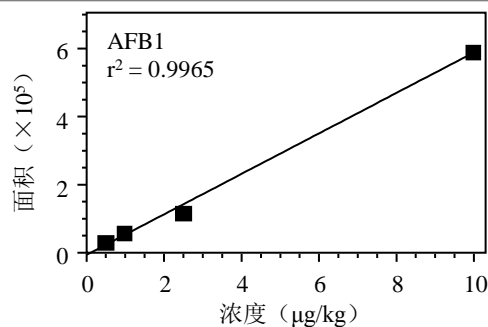
黄曲霉毒素（B1、B2、G1、G2）标准样品测定例



【标准样品测定例（各 0.5 ng/mL（1.0 μg/kg））】

<测定条件>

色谱柱 : LaChrom C18 (3 μm) 4.6 mm I.D. × 150 mm  
 流动相 : 乙腈 / 甲醇 / 水 = 1 / 3 / 6 (v/v)  
 流速 : 0.7 mL/min  
 柱温 : 40 °C  
 检测波长 : FL Ex 365 nm、Em 450 nm  
 进样量 : 20 μL

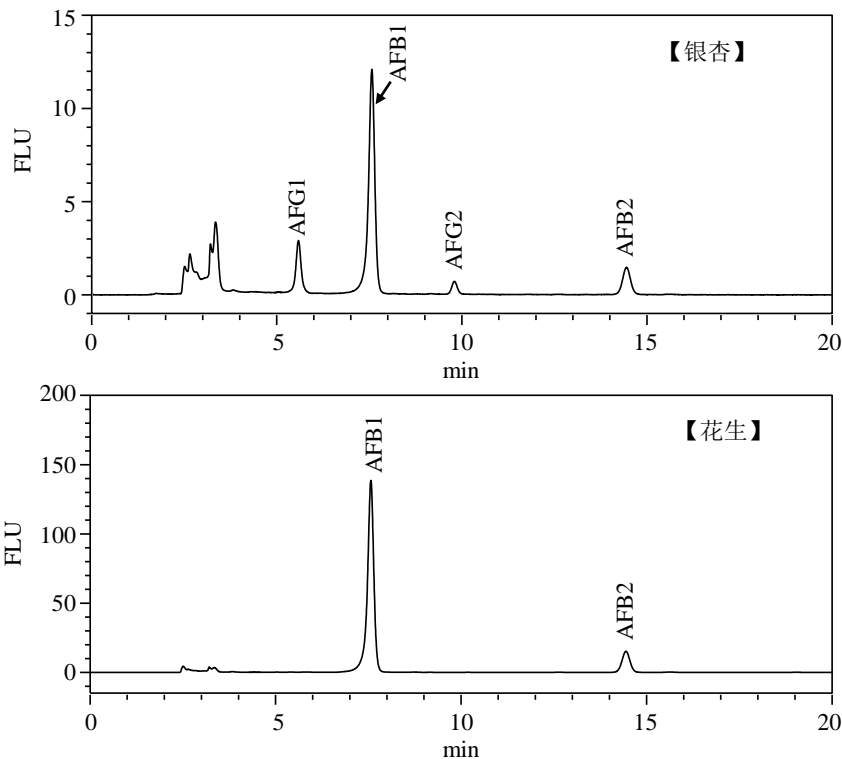


【线性】

本试验方法定量限（1.0 μg/kg）色谱图如上所示。由此可知，本试验方法的适用性很广。并且，在0.5 ~ 10 μg/kg 的线性范围内，决定系数为0.997。

下面对采用多功能净化柱（MFC：Multi Functional Column）和免疫亲和柱（IAC：Immunoaffinity Column）进行样品精制后进行测定的例子予以介绍。两种方法均为使用三氟乙酸进行衍生的柱前衍生化法。

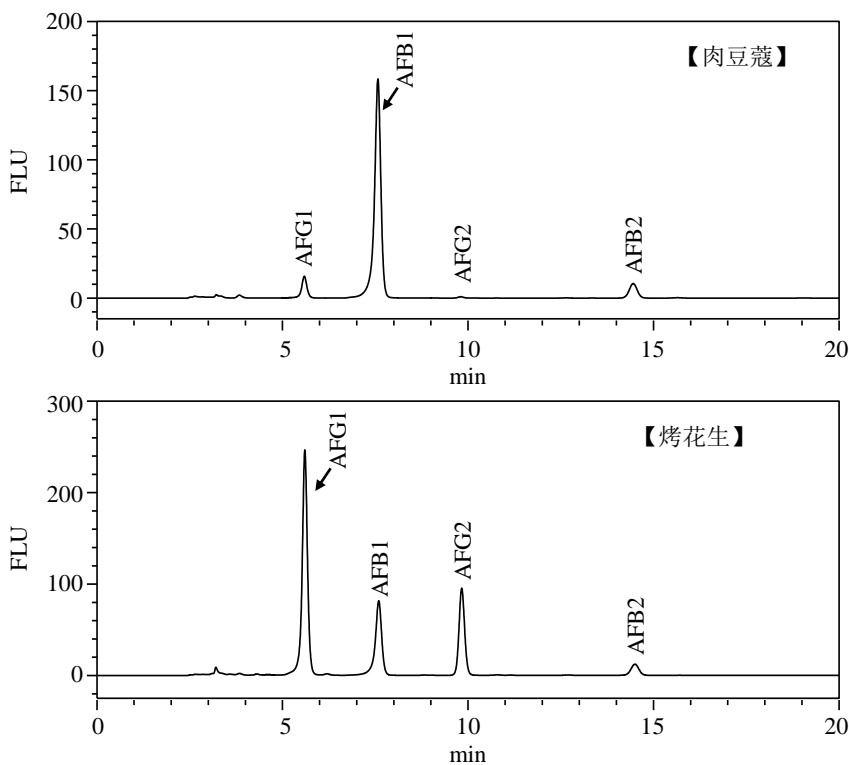
■采用多功能净化柱法测定银杏、花生的例子



<样品的前处理>

- 样品 50 g
  - ← 水+乙腈 (1+9) 200 mL
- 匀浆后, 离心分离
- 滤液 5 mL
- 以固相萃取柱 (多功能净化柱) 进行精制
- 移取 2 mL 洗脱液
- 氮气吹干
  - ← 三氟乙酸 0.1 mL
  - 室温·避光静置 15 分钟
  - ← 乙腈+水 (1+9) 0.9 mL
- 分析样品 (20 μL)

■采用免疫亲和柱法测定肉豆蔻、烤花生的例子



<样品的前处理>

- 样品 50 g
  - ← 氯化钠 5 g
  - ← 水+甲醇 (1+4) 200 mL
- 匀浆后, 离心分离
- 滤液 10 mL + 水 40 mL
- 样品溶液 10 mL
- 以免疫亲和柱进行精制
- 移取洗脱液
- 氮气吹干
  - ← 三氟乙酸 0.1 mL
  - 室温·避光静置 15 分钟
  - ← 乙腈+水 (1+9) 0.9 mL
- 分析样品 (20 μL)

\* 本分析样品由一般财团法人霉菌毒素检查协会提供。

主要仪器配置: Chromaster 5110 泵、5210 自动进样器 (带恒温装置)、5310 柱温箱、5440 荧光检测器

注意: 本资料所示数据仅为测定例用数据而非可保证仪器性能的数据。