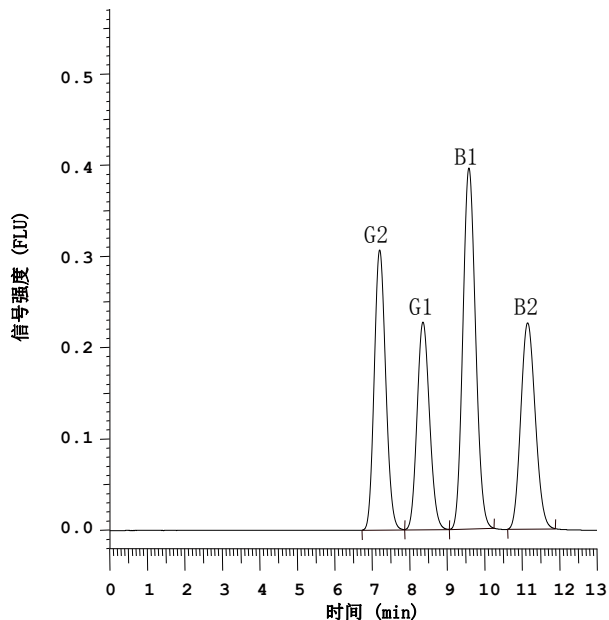


黄曲霉毒素被世界卫生组织（WHO）的癌症研究机构划定为1类致癌物，是一种毒性极强的剧毒物质。对人及动物肝脏组织有破坏作用。黄曲霉毒素常存在于玉米，大豆，调味品，奶制品中，人们食用被黄曲霉毒素污染的食物会造成危害。本文根据 GB/T 18979-2003 食品中黄曲霉素的测定免疫亲和层析净化高效液相色谱法和荧光光度法中的免疫亲和柱层析净化高效液相色谱法直接测定。在选定的条件下，黄曲霉素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>四种成分得到很好的分离，并检测了几种样品中的黄曲霉素。

黄曲霉素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>标准样品测定例



黄曲霉素混合标准样品色谱图 (Sd5 15 µg/L)

<色谱条件>

分析柱 : HITACHI LaChrom C18,  
4.6 mm I.D. × 150 mm, 5 µm  
流动相 : 甲醇/水 = 45/55 (v/v)  
流速 : 0.9 mL/min  
柱温 : 40 °C  
进样量 : 50 µL  
检测波长 : Ex: 360nm, Em: 450nm

<柱后衍系统>

反应液 : 0.05 % 碘溶液  
反应液流速 : 0.2 mL/min  
反应单元温度 : 85 °C  
反应管 : 0.5 mm I.D. × 9.2m PTFE  
压力负载管 : 0.1 mm I.D. × 10 m SUS

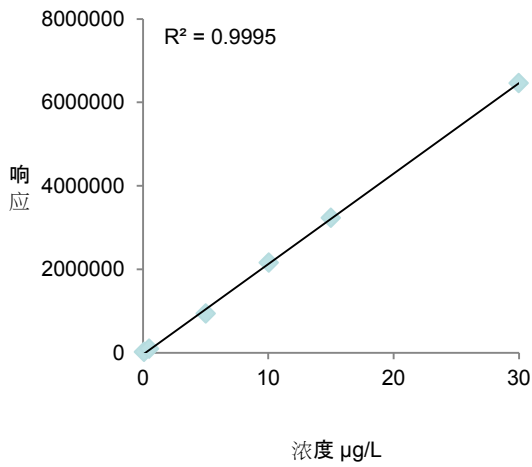
【标准样品重现性测定例】

		黄曲霉素			
		G2	G1	B2	B1
保留 时间 (min)	1	7.217	8.378	9.607	11.193
	2	7.219	8.385	9.610	11.198
	3	7.220	8.383	9.613	11.201
	4	7.220	8.387	9.615	11.198
	5	7.211	8.370	9.598	11.172
	6	7.213	8.379	9.605	11.185
RSD%		0.05	0.07	0.06	0.10

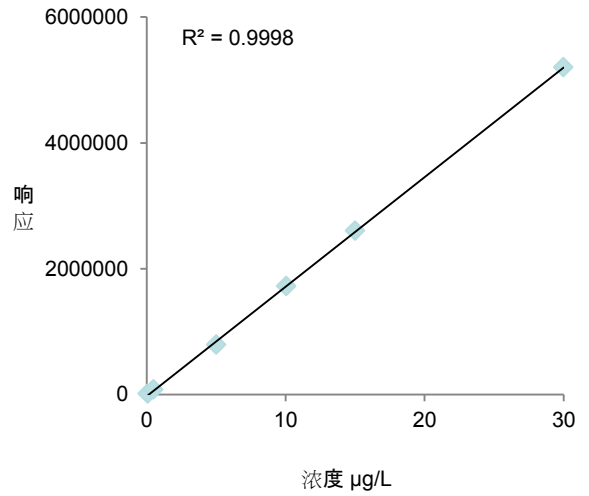
		黄曲霉素			
		G2	G1	B2	B1
峰面积	1	3021352	2508351	4533389	2965508
	2	3013320	2501612	4575366	2995382
	3	2983631	2487442	4581893	3006575
	4	2947784	2445400	4557639	2989250
	5	2992409	2494596	4633680	3053111
	6	3008459	2501505	4581916	3000707
RSD%		0.89	0.92	0.73	0.96

■黄曲霉素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>标准曲线

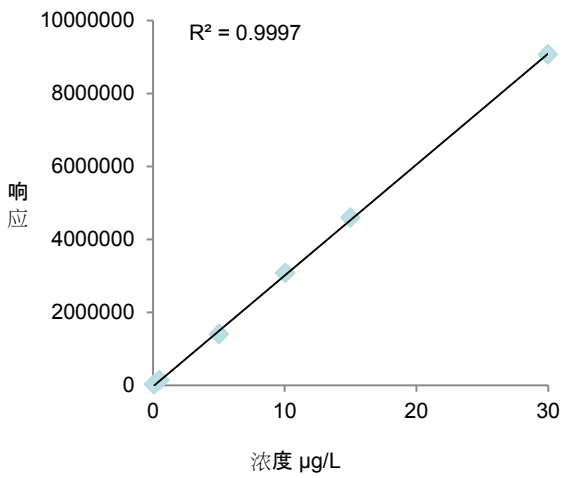
黄曲霉素-G<sub>2</sub>



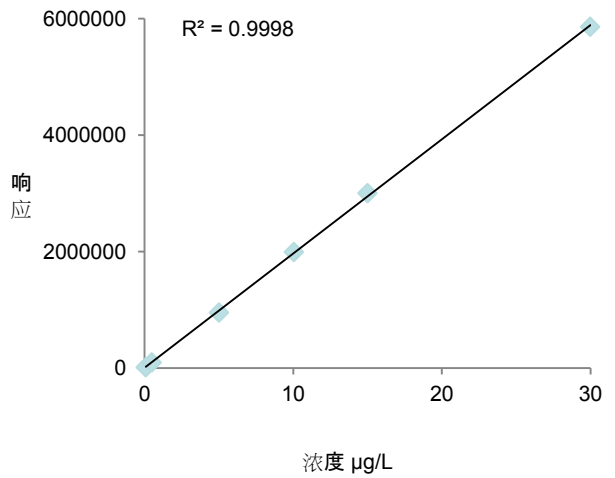
黄曲霉素-G<sub>1</sub>



黄曲霉素-B<sub>2</sub>

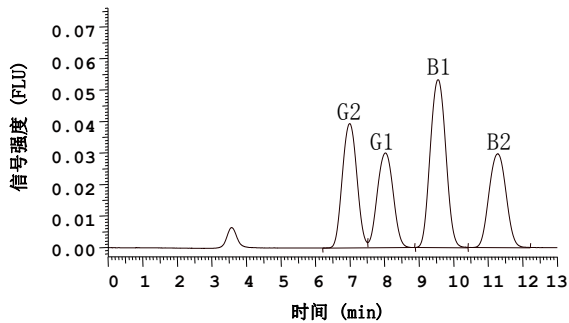


黄曲霉素-B<sub>1</sub>



【食品样品测定例】

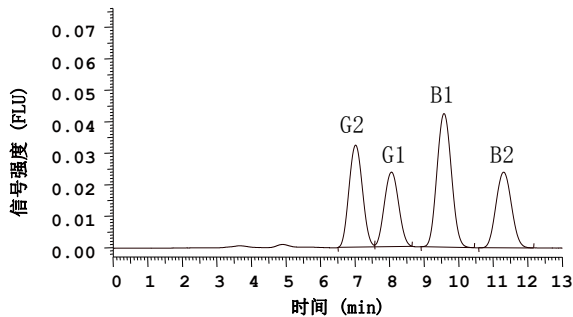
<玉米样品>



(添加30 ug/L 黄曲霉素混合标准溶液800 uL)

玉米	峰面积	计算浓度	样品	回收率%
黄曲霉素 G <sub>2</sub>	573082	2.84	2.56	110.9
黄曲霉素 G <sub>1</sub>	475346	2.87	2.56	112.1
黄曲霉素 B <sub>2</sub>	828097	2.80	2.56	109.4
黄曲霉素 B <sub>1</sub>	505649	2.56	2.56	100.0

<酱油样品>



(添加30 ug/L 黄曲霉素混合标准溶液800 uL)

酱油	峰面积	计算浓度	样品浓度	回收率%
黄曲霉素 G <sub>2</sub>	434063	2.20	2.16	101.9
黄曲霉素 G <sub>1</sub>	336470	2.08	2.16	96.3
黄曲霉素 B <sub>2</sub>	610858	2.08	2.16	96.3
黄曲霉素 B <sub>1</sub>	370965	1.88	2.16	87.0

<样品的预处理>

25.0 g样品+ 5.0 g氯化钠+甲醇-水 (7-3) 125.0 mL

↓  
搅拌, 过滤, 得到滤液A

↓  
15 mL滤液A+30 mL水混合, 过滤, 得到滤液B

↓  
取40 mL滤液B全部通过免疫亲和柱  
使2-3 mL的空气通过柱体

↓  
以10 mL水淋洗柱子2次, 弃去全部流出液

↓  
1.0 mL甲醇洗脱, 收集滤液, 供检测使用

<样品的预处理>

50.0 g样品+ 2.5 g氯化钠+甲醇-水 (8-2) 100 mL

↓  
搅拌, 过滤, 得到滤液A

↓  
10 mL滤液A+40 mL水混合, 过滤, 得到滤液B

↓  
取45 mL滤液B全部通过免疫亲和柱  
使2-3 mL的空气通过柱体

↓  
以10 mL水淋洗柱子2次, 弃去全部流出液

↓  
1.0 mL甲醇洗脱, 收集滤液, 供检测使用

检测的玉米样品与酱油样品, 黄曲霉素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>的四种成分得到很好的分离, 回收率较好。本实验应用日立 Chromaster-5000系列, 配合荧光检测器, 柱后反应单元, 分别对黄曲霉素B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>成分进行了检测, 均得到了良好的结果, 充分体现了Chromaster-5000系列优越的灵敏度以及其卓越的分析能力。

主要仪器配置: Chromaster 5110泵×2、5210自动进样器、5310柱温箱、5440 荧光检测器, L-5050 反应单元。