

使用自动柱前衍生超高效液相色谱法测定伏马毒素 B1、B2

应用简讯

食品检测与农业

作者

左夏龙

安捷伦科技（中国）有限公司

前言

伏马毒素 (FUM) 是一种强毒性的真菌毒素，有致癌性，主要污染粮食及其制品，会导致人类与动物产生癌症与肝脏疾病，现已成为继黄曲霉毒素之后的又一研究热点。

伏马毒素的液相检测通常可以使用柱后^[1] 和柱前^[2] 两种衍生方法。食品国家标准中柱前衍生法使用的是 OPA 衍生剂，由于衍生产物随着时间的延长会降解^[3]，衍生反应需要严格控制衍生时间。这对于实验的连续进行产生了阻碍，实验人员需要做完一针实验以后再去处理下一针的样品，以确保每次衍生反应的时间保持一致。

本文使用自动进样器的自动编程功能，自动吸取 OPA 衍生剂和样品，经过混合、等待的衍生反应步骤，建立了自动柱前衍生超高效液相色谱方法，快速检测伏马毒素 B1、B2。该方法避免了传统柱前手动衍生中手动混合和等待的繁琐操作和误差，使得实验可以连续高效的进行，也确保了结果稳定性。



Agilent Technologies

伏马毒素分析

本文采用安捷伦自动进样器进行自动化柱前在线衍生，建立了伏马毒素 B1、B2 的在线自动衍生方法，结合超高效液相色谱及 Poroshell SB-C18 色谱柱实现了伏马毒素的快速分离、自动分析。

表 1. 液相色谱条件

| | |
|-----------|--|
| 液相色谱 | Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统，含有四元泵（部件号: G7104A）、自动进样器（部件号: G7167A）、进样器温控（部件号: G7167A#100）、柱温箱（部件号: G7116A）、荧光检测器（部件号: G4121A） |
| 色谱柱 | Agilent Poroshell SB-C18, 3.0 x 50mm, 2.7 μ m |
| 荧光检测器激发波长 | 335 nm |
| 荧光检测器发射波长 | 440 nm |
| 增益 | 10 |
| 采样速率 | 9.26 Hz |
| 流速 | 0.4 mL/min |
| 等度洗脱 | 1% 乙酸的水溶液：乙腈 = 50:50 |
| 进样量 | 1 μ L 样品 + 5 μ L OPA 程序进样 |

在 0.2-2 mg/kg 的浓度范围内，伏马毒素 B1、B2 的线性相关性良好，回归方程和相关系数如表 2 所示。检出限分别为伏马毒素 B1 为 0.005 mg/kg、伏马毒素 B2 为 0.011 mg/kg。且自动衍生法的重现性良好，伏马毒素 B1 峰面积 RSD 为 2.4%，伏马毒素 B2 峰面积 RSD 为 2.7%。

自动衍生法减少了耗时耗力的人工操作。在以前的手动衍生法中，需要先用移液枪取样品和衍生液，再加入样品瓶涡旋约 10 秒，等待 3 分钟（人工计时）之后上机进样。为了保证衍生反应时间一致，必须做完一针才能去做下一个样品的前处理，这个过程需要操作人员全程值守。但是运用自动衍生法，混合由自动进样器完成，所有的衍生动作都由自动进样器完成，无需值守。

本文所述的自动柱前衍生超高效液相色谱法，减少了耗时耗力的人工操作，且具有良好的重现性与线性。

表 2. 伏马毒素 B1 和 B2 的回归方程和相关系数

（浓度范围：0.2-2 mg/kg）

| 名称 | 回归方程 | 相关系数(R^2) |
|---------|---------------------|---------------|
| 伏马毒素 B1 | $Y=13.0879X+0.1015$ | 0.9999 |
| 伏马毒素 B2 | $Y=11.2317X-0.1269$ | 0.9999 |

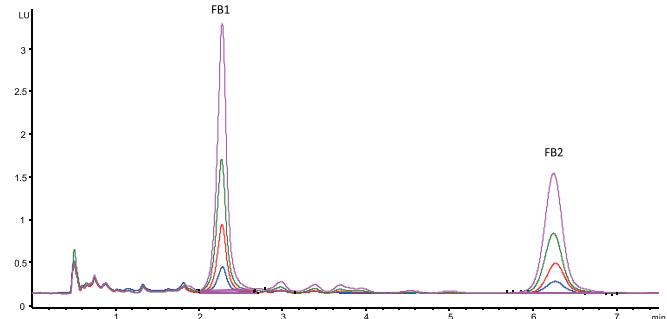


图 1. 分别进样 4 个浓度逐渐增高的伏马毒素 B1、B2 样品所得重叠色谱图，浓度分别为 0.2、0.5、1、2 ug/mL

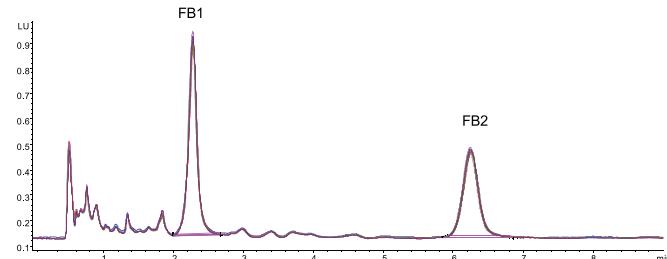


图 2. 重复进样 6 次相同浓度的伏马毒 B1、B2 样品所得重叠色谱图

参考文献：

1. W.J. Kong, et al. Analysis of fumonisins B1 and B2 in spices and aromatic and medicinal herbs by HPLC-FLD with on-line post-column derivatization and positive confirmation by LC-MS/MS. Analyst, 2012, 137: 3166-3174
2. 王军淋等. 超高压液相色谱法同时检测玉米中的伏马毒素 B1、B2、B3. 食品安全质量检测学报, 2013, 4(1): 215-223
3. 权英等. 高效液相色谱法检测玉米中的伏马毒素 B1 和 B2. 食品与发酵工业, 2005, 31(8): 87-90

安捷伦对本文可能存在的错误，或由于提供、展示或使用本文所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和技术指标，如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司, 2017
2017 年 9 月 25 日, 中国印刷
5991-8484CHCN



Agilent Technologies