

# LIF-HPCE 法检测食品中的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>

马良<sup>1,2</sup>, 张宇昊<sup>1,2</sup>, 李培武<sup>3,\*</sup>

(1. 西南大学食品科学学院, 重庆 400715; 2. 重庆市特色食品工程技术研究中心, 重庆 400715;

3. 中国农业科学院油料作物研究所, 湖北 武汉 430062)

**摘要:** 采用自行设计搭建的激光诱导荧光(LIF)-高效毛细管电泳(HPCE)检测平台, 建立 LIF-HPCE 法对食品中的黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>(AFB<sub>1</sub>)进行高灵敏度检测。AFB<sub>1</sub> 在胶束电动毛细管电泳(MECC)模式下分离, LIF 检测, 375nm 激光进行激发, 检测波长 440nm, 操作电压 15kV, 电流 104 μA。AFB<sub>1</sub> 在 0.5~50 μg/kg 浓度范围内线性关系良好,  $r = 0.9994$ ; 最低检出质量  $1.7 \times 10^{-13} \text{g}$  ( $S/N = 3$ ), 最低定量限  $5.6 \times 10^{-13} \text{g}$  ( $S/N = 10$ ), 方法精密度和重复性的相对标准偏差为 5% 左右。测定食品中粮油等食品样品, 加标回收率为 84.1%~96.1%。所建立的方法无需进行衍生反应和荧光标记, 快速灵敏, 绿色环保, 10min 左右完成分析, 适用于食品中黄曲霉毒素的高灵敏度检测。

**关键词:** 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>; 激光诱导荧光; 高效毛细管电泳; 胶束电动毛细管电泳

## Determination of Aflatoxin B<sub>1</sub> in Food by Laser Induced Fluorescence-High Performance Capillary Electrophoresis

MA Liang<sup>1,2</sup>, ZHANG Yu-hao<sup>1,2</sup>, LI Pei-wu<sup>3,\*</sup>

(1. College of Food Science, Southwest University, Chongqing 400715, China;

2. Engineering Technology Research Center for Characteristic Food of Chongqing, Chongqing 400715, China;

3. Oil Crops Research Institute, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Wuhan 430062, China)

**Abstract:** With self-made detection platform, a laser induced fluorescence-high performance capillary electrophoresis (LIF-HPCE) method was developed for detecting aflatoxin B<sub>1</sub> (AFB<sub>1</sub>) in food. AFB<sub>1</sub> was separated under micellar electrokinetic capillary chromatography (MECC) mode (voltage 15 kV, and current 104 μA), excited by laser at the wavelength of 375 nm, and detected by LIF at the wavelength of 440 nm. The data showed that the linear relationship of AFB<sub>1</sub> was nice ( $r = 0.9994$ ) in 0.5 to 50 μg/kg concentration range. The lowest detection limit was  $1.7 \times 10^{-13} \text{g}$  ( $S/N = 3$ ) and the lowest quantitative limit of AFB<sub>1</sub> was  $5.6 \times 10^{-13} \text{g}$  ( $S/N=10$ ). The repeatability and the precision expressed as RSD values are about 5%. The spike recovery was in the range of 84.1% to 96.1% for AFB<sub>1</sub> in food. This LIF-HPCE method can complete analysis within 10 min without derivative reaction or fluorescence labeling, and is suitable for high sensitivity determination of aflatoxins in food.

**Key words:** aflatoxin B<sub>1</sub>; laser induced fluorescence (LIF); high performance capillary electrophoresis (HPCE); micellar electrokinetic capillary chromatography (MECC)

中图分类号: TS207.3; O657

文献标识码: A

文章编号: 1002-6630(2009)10-0135-05

黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>(aflatoxin B<sub>1</sub>, AFB<sub>1</sub>)是公认的特剧毒, 具有致癌、致畸、致诱变作用的生物毒素<sup>[1-3]</sup>, 污染范围几乎涉及到食物链的各个环节<sup>[4-5]</sup>。其毒性是氰化钾的 10 倍, 致癌性比二甲基亚硝胺强 75 倍<sup>[4-6]</sup>, 痕量污染就可以造成极其严重的后果<sup>[1,7-9]</sup>, 是全球农产品质量和食品安全领域中的重大安全问题和研究热点之一<sup>[10-15]</sup>, 受到世界各国政府、消费者的极大关注。大多数国家

特别是欧盟、美国、日本等发达国家对进口农产品、食品中的 AFB<sub>1</sub> 设定了严格的限量标准<sup>[11,13]</sup>, 我国花生、玉米等优势农产品出口贸易多次由于黄曲霉毒素的超标问题遭受严重的损失<sup>[12-13]</sup>。因此, 迫切需要研究高灵敏度分析检测技术对食品及各种农产品原料中的 AFB<sub>1</sub> 检测, 防止 AFB<sub>1</sub> 超标的食品和农产品进入食物链, 破除技术性贸易壁垒, 保证农产品的质量和食品消费安全。

收稿日期: 2008-07-22

基金项目: 科技部重点项目(2006JG003700); 国家“863”计划项目(2007AA10Z427);

国家“973”计划项目(2009CB118803); 重庆市科委 2009 年攻关项目; 西南大学博士基金项目(SWUB2007044)

作者简介: 马良(1979-), 女, 副教授, 博士, 研究方向为食品安全与食品检测技术。E-mail: zhyhml@163.com

\* 通讯作者: 李培武(1961-), 男, 研究员, 研究方向为农产品质量安全检测。E-mail: peiwuli@oilcrops.cn

目前, AFB<sub>1</sub> 分量多采用高效液相色谱(high performance liquid chromatography, HPLC)方法来进行定量检测<sup>[14-18]</sup>; 我国国家及省部级出入境检验检疫、质量检测中心等部门基本上是参照国家标准 GB/T 18979 — 2003<sup>[15]</sup>, 采用免疫亲和层析净化高效液相色谱法等方法检测 AFB<sub>1</sub>。HPLC 法测定 AFB<sub>1</sub> 灵敏度较低, 需要对 AFB<sub>1</sub> 进行衍生, 而且必须应用大量有机溶剂, 不仅污染环境, 同时对操作人员具有很强的毒害作用<sup>[13]</sup>。因此, 研究灵敏度更高、安全环保的定量检测技术成为 AFB<sub>1</sub> 检测技术研究领域中的热点。高效毛细管电泳(high performance capillary electrophoresis, HPCE)是更高灵敏度、高效的分离检测技术, 在其荧光检测中引入激光, 实现激光诱导荧光(laser induced fluorescence, LIF)检测, 可以极大提高检测灵敏度<sup>[13, 19-20]</sup>。

本研究拟首次采用自行搭建的 LIF-HPCE 检测平台, 对 AFB<sub>1</sub> 进行激光诱导荧光检测, 采用胶束电动高效毛细管电泳模式检测分离 AFB<sub>1</sub>, 建立高灵敏度 AFB<sub>1</sub> 的 LIF-HPLC 检测技术, 为粮油等农产品、食品中 AFB<sub>1</sub> 的高灵敏度检测提供技术手段。

## 1 材料与方法

### 1.1 材料、试剂与仪器

花生由中国农业科学院油料作物研究所花生课题组提供; 玉米、大米(当地产品种) 武汉市购; 花生油山东鲁花集团。

黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>、B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub> 标准品溶液(溶于 98:2 苯-乙腈中) 美国 Sigma 公司; 脱氧胆酸钠盐(NaDC, 生化级, 纯度>99%) 意大利 FLUKA 公司; 磷酸氢二钠(分析纯) 浙江湖州化学试剂厂; 四硼酸钠(分析纯) 广州化学试剂厂; 甲醇、乙腈(均为色谱纯) 天津博迪化学试剂公司; 实验用水为超纯水, 由纯水发生器制得。

自行设计搭建的 LIF-HPCE 检测平台(部件包括美国 Beckman P/ACE System 5510 高效毛细管电泳仪、美国 Power Technology 公司 375nm 半导体固体激光器、光纤、440nm 带通光学干涉滤光片、灰度片等); Agilent 1100 系列高效液相色谱仪配荧光检测器 美国安捷伦公司; Milli-QA10 System 纯水发生器 法国 Millipore 公司; MODEL886 型 pH 精密酸度计 美国 Orion 公司; HGC-12A 氮吹仪 南京科捷分析仪器厂; AflaTest P 黄曲霉毒素总量免疫亲和柱 美国维康公司; 未涂层石英毛细管柱(75 μm id. × 57cm) 河北永年光导纤维厂。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 电泳缓冲溶液配比

缓冲溶液配比: 50mmol/L NaDC, 6mmol/L Na<sub>3</sub>BO<sub>4</sub>、10mmol/L Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>、10% 乙腈。

缓冲溶液 pH 值调至 9.1 避光贮存待用; 使用前要脱气过滤。

#### 1.2.2 标准品溶液的制备

用苯-乙腈溶液(98:2, V/V)稀释 AFB<sub>1</sub> 母液(10<sup>5</sup> μg/kg), 配制成 100 μg/kg 的 AFB<sub>1</sub> 溶液作为标准储备液, 4℃冰箱避光保存; 做标准曲线时, 吸取不同体积的 AFB<sub>1</sub> 标准储备溶液, 用氮气吹干后, 分别溶于 1ml 缓冲溶液中, 得到 0.5~50 μg/kg AFB<sub>1</sub> 系列标准品溶液制作标准曲线。标准溶液要当天配制。

#### 1.2.3 样品前处理方法

HPCE 前处理方法中免疫亲和层析前的步骤参照文献[15]。免疫亲和层析及后续步骤: 在用 1ml 色谱纯甲醇对亲和柱上富集的黄曲霉毒素进行洗脱收集后, 50℃干热氮吹仪吹干, 加入 5 μl 乙腈振荡溶解, 再加缓冲溶液至 100 μl, 振荡混匀, 12000r/min 冷冻离心后上 LIF-HPCE 检测平台检测。

HPLC 前处理方法参照文献[15]。

#### 1.2.4 电泳操作

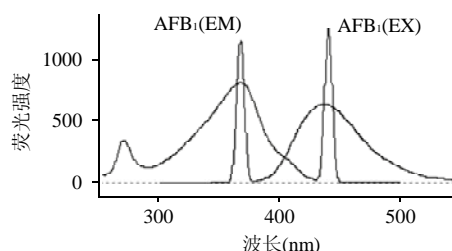
LIF-HPCE 条件: 电泳电压 15kV; 操作电流 104 μA; 激光器(ON); 激发波长(LIF): λ<sub>ex</sub> = 375nm; 发射波长: λ<sub>em</sub> = 440nm。

每次进样前 0.1mol/L NaOH、水和电泳缓冲液依次冲洗 2min, 低压进样, 运行 10min。新毛细管柱采用 0.1mol/L NaOH、水冲洗后, 运行缓冲液 4h 平衡体系。

## 2 结果与分析

### 2.1 电泳模式和激发波长的选择

黄曲霉毒素属于中性小分子, 具有疏水性。MECC 模式是分离 AFB<sub>1</sub> 的最优模式, 原理类似于反相液相色谱法。具有不同疏水性的 AFT 粒子与胶束的相互作用不同, 根据疏水性不同, 保留时间不同达到分离。



Ex. 激发光谱; Em. 发射光谱。

图1 AFB<sub>1</sub> 的光谱图

Fig.1 Emission and excitation spectra of AFB<sub>1</sub>

根据 AFB<sub>1</sub> 的荧光特性, 选用 LIF 进行高灵敏度检测, 能得到低的绝对检出量。实验结果表明, 选择 375nm 激发波长的半导体固体激光器进行激光诱导荧光检

测, 激发波长与 AFB<sub>1</sub> 的吸收光谱匹配, AFB<sub>1</sub> 在 440nm 时表现出荧光发射的最大强度(图 1), 有效地与其他黄曲霉毒素(B<sub>2</sub>、G<sub>1</sub>、G<sub>2</sub>)分离开, 同时避开了水的 Raman 散射背景噪声。

## 2.2 胶束相及其浓度的选择

AFB<sub>1</sub> 属于强疏水性小分子溶质, 适合极性强的胶束体系——胆汁盐胶束体系。实验比较了常用胶束十二烷基硫酸钠(SDS)和胆汁盐胶束脱氧胆酸钠(NaDC), 结果用 NaDC 比 SDS 基线平稳, 灵敏度高, 故选择 NaDC 为表面活性剂。

NaDC 的临界胶束浓度(critical micelle concentration, CMC)为 6mmol/L, 考察了 NaDC 浓度 0~100mmol/L 时的分离情况(固定其他实验条件)。结果表明, 在胶束临界浓度以下, 峰的分离很差(图 2), 而在临界浓度以上, 分离逐渐变好, 当 NaDC 为 50mmol/L 时, 各待测组分的分离最好。故本实验最终确定胶束相为 50mmol/L NaDC。

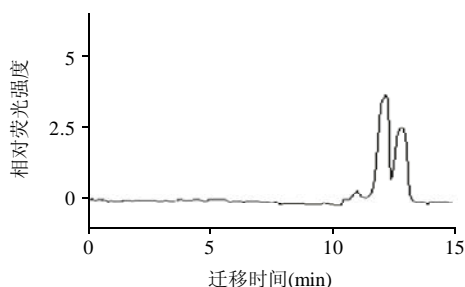


图 2 NaDC 浓度在临界胶束浓度以下时的 HPCE 图谱

Fig.2 HPCE profile of AFB<sub>1</sub> at NaDC concentration of lower than critical micelle concentration

## 2.3 电泳缓冲液及其 pH 值的选择

实验考察了 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>、Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>、Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>-Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> 混合液分别与 NaDC 胶束形成缓冲溶液体系对 AFB<sub>1</sub> 的分离效果(表 1)。

表 1 胶束体系的选择

Table 1 Separation effects of AFB<sub>1</sub> in different micellar systems

缓冲溶液	加入 NaDC*
硼酸缓冲液(6mmol/L Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> )	响应值极低; 电压, 电流不稳定, 电流经常突然降低 分离不完全
磷酸缓冲液(10mmol/L Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	分离不开, 且峰宽、拖尾, 电流电压经常波动
混合缓冲液(6mmol/L Na <sub>2</sub> B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> + 10mmol/L Na <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> )	操作条件稳定, 电流电压正常 标准品出峰稳定, 完全分离

注: \* 脱氧胆酸钠: CMC=6mmol/L, 聚集数 n=4, 浓度 50mmol/L。

由表 1 可知, Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>-Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>-NaDC 作为电泳缓冲溶液时分离效果最好。固定其他实验条件, 改变 Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> 浓度(5~20mmol/L)和 Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> 浓度(2~8 mmol/L)进行毛细管电泳测定, 根据分离效果最终采用 6mmol/L

Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>、10mmol/L Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>、50mmol/L NaDC 作为 MECC 缓冲体系, 此时操作条件稳定, 电流电压正常, AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub>、AFG<sub>2</sub> 达到完全分离, AFB<sub>1</sub> 电泳峰峰形尖锐, pH9.1。

## 2.4 电场中操作电压对分离的影响

毛细管中的电压是影响流动相流速和分离时间的首要因素。采用欧姆定律作图(即不进样品只改变电压, 根据电流的变化, 做电压-电流曲线, 观察其偏离线性的程度), 见图 3。

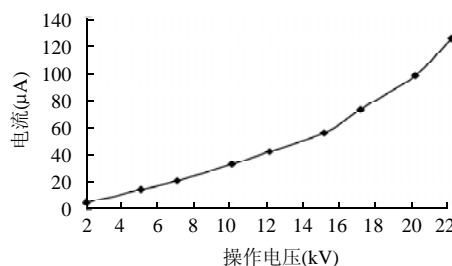


图 3 操作电压的线性范围

Fig.3 Relationship between current and voltage in capillary of HPCE

图 3 表明, 电压在 2~15kV 范围内, 电流和电压呈线性; 超过 15kV 后, 电流和电压的关系偏离了线性, 超过 20kV 后, 电流和电压严重偏离线性。

继而对实际进样后的叠加电场强度与 AFB<sub>1</sub> 迁移时间关系进行考察(图 4), 分析电压与 AFB<sub>1</sub> 迁移时间的关系。

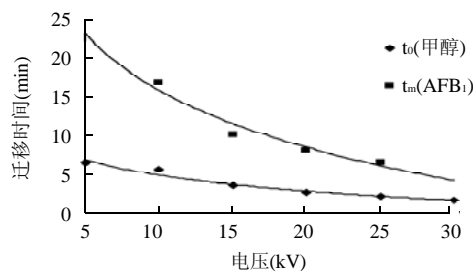


图 4 迁移时间与电压的关系

Fig.4 Effects of applied voltage on migration time of methanol and AFB<sub>1</sub>

图 4 表明, 在电场作用下, 毛细管柱中中性标记物甲醇流出时间  $t_0$  和 AFB<sub>1</sub> 迁移时间  $t_m$  均与施加的电压成反比关系。随电场强度和电压的加大, AFB<sub>1</sub> 迁移时间缩短, 即分析时间变短。但当操作电压大于 15kV 时, 电流急剧升高, 焦耳热导致柱温升高, 引起分离度降低, 也会诱导样品溶质或缓冲溶液、胶束发生变化, 导致电泳峰峰形变形, 分离参数改变, 毛细管堵塞等不良后果。综合考虑分离效果和分离时间, 选择 15kV 作为电场中的操作电压, 此时分离效果好, 分离时间

短, 电流稳定。

## 2.5 有机修饰剂对分离效果的影响

缓冲溶液中加入有机溶剂可增加疏水溶质在流动相中的溶解度, 并可以在一定条件下改善选择性, 减小电渗流。实验考察了添加甲醇和乙腈对分离效果的影响。结果表明, 添加乙腈时分离情况大有改观。图5考察在缓冲体系中添加2.5%~15.0%乙腈时的分离情况。

$$k' = \frac{t_r - t_0}{t_0(1 - t_r/t_m)}$$

式中:  $k'$  为容量因子;  $t_r$  为溶质迁移时间;  $t_0$  为死时间(用甲醇作为  $t_0$  标记物);  $t_m$  为胶束迁移时间。

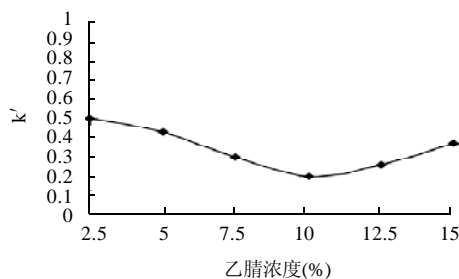


图5 乙腈浓度比例对容量因子  $k'$  的影响

Fig.5 Effects of acetonitrile concentration on  $k'$  (capacity factor)

图5表明, 增加乙腈浓度, 容量因子  $k'$  减小, 分离度得到改善, 当乙腈浓度为10%时,  $k'$  最小, 分离度最好, 继续增加乙腈浓度,  $k'$  再次增大。故选择10%乙腈为有机修饰剂。

## 2.6 方法精密度、重复性、线性范围及检出限

按照确定的电泳条件连续7次测定  $10\mu\text{g/kg}$   $\text{AFB}_1$  标准溶液, 用峰面积相对标准偏差计算精密度, RSD值为3.0%; 对同一花生样品(样品前处理方法见1.2.3)进行多次整套方法的重复实验, RSD值为5.1%。

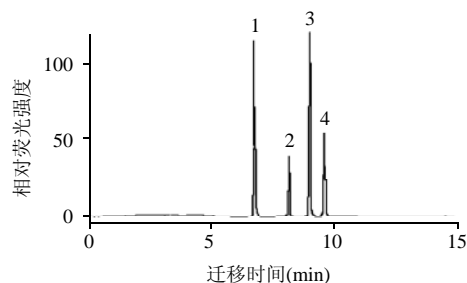
配制浓度为  $0.5\sim 50\mu\text{g/kg}$   $\text{AFB}_1$  标准溶液, 按照优化的条件测定,  $\text{AFB}_1$  在上述范围内呈良好的线性关系, 其线性回归方程为:  $y = 10^6x + 319847$ ,  $r = 0.9994$ 。

目前我国  $\text{AFB}_1$  国标 HPLC 检测方法<sup>[15]</sup>的最低检出限为  $1\mu\text{g/kg}$ , 最低质量检出限为  $0.1\text{ng}$ 。毛细管分离技术采用的进样体积非常小, 因此检测的绝对检出限 MLOD 极低。实验测定低浓度  $\text{AFB}_1$  标准溶液, 进样  $5.0\text{s}$ , 体积为  $30\text{nL}$ , 实际进样量为  $3 \times 10^{-12}\text{g}$ , 根据测定结果按照3倍信噪比计算, 最低质量检出限为  $1.7 \times 10^{-13}\text{g}$ ; 最低质量定量检出限为  $5.6 \times 10^{-13}\text{g}$  ( $S/N = 10$ )。绝对灵敏度远远高于 HPLC 方法, 显示出此 LIF-HPCE 方法灵敏度高能非常出众。

## 2.7 回收率实验及方法对比

应用建立的 LIF-HPCE 法和国标 GB/T 18979—2003<sup>[15]</sup>

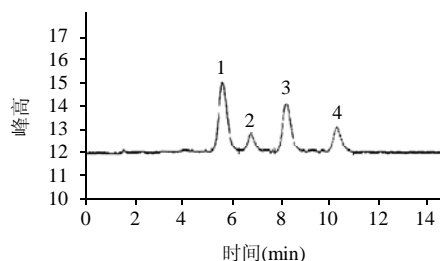
HPLC 法进行方法对比实验。相同前处理方法的 LIF-HPCE 和 HPLC 分别检测同一个  $\text{AFB}_1$ 、 $\text{AFB}_2$ 、 $\text{AFG}_1$ 、 $\text{AFG}_2$  混合标准品, HPCE 谱图为图6, HPLC 谱图为图7。



1.AFG<sub>2</sub>; 2.AFG<sub>1</sub>; 3.AFB<sub>2</sub>; 4.AFB<sub>1</sub>

图6 LIF-HPCE 分离黄曲霉素标准溶液

Fig.6 Separation of mixed standard aflatoxins by LIF-HPCE



1.AFG<sub>2</sub>; 2.AFG<sub>1</sub>; 3.AFB<sub>2</sub>; 4.AFB<sub>1</sub>;  $\lambda_{\text{ex}} = 365\text{nm}$ ,  $\lambda_{\text{em}} = 440\text{nm}$ 。

图7 HPLC 分离黄曲霉素标准溶液

Fig.7 Separation of mixed standard aflatoxins by HPLC

采用 LIF-HPCE 法和国标 GB/T 18979—2003<sup>[15]</sup> HPLC 法分别测定正常花生样品( $\text{AFB}_1$  为未检出)添加不同浓度 ( $1\sim 50\mu\text{g/kg}$ )  $\text{AFB}_1$  标样的加标回收率, 结果见表2。

表2 花生样品添加不同浓度  $\text{AFB}_1$  标样的回收率

Table 2 Recoveries of  $\text{AFB}_1$  in peanut at different spiked amounts

加标浓度 ( $\mu\text{g/kg}$ )	样品本底值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	HPCE法测定值 ( $\mu\text{g/kg}$ )	HPCE回 收率(%)	HPLC法测 定值( $\mu\text{g/kg}$ )	HPLC回 收率(%)
1	ND	$0.96 \pm 0.02$	$96.1 \pm 1.7$	$0.90 \pm 0.11$	$90.3 \pm 11.3$
2.5	ND	$2.21 \pm 0.12$	$88.3 \pm 4.8$	$2.19 \pm 0.13$	$87.4 \pm 5.0$
5	ND	$4.32 \pm 0.24$	$86.3 \pm 4.8$	$4.31 \pm 0.16$	$86.2 \pm 3.2$
10	ND	$8.47 \pm 0.53$	$84.7 \pm 5.3$	$8.32 \pm 0.57$	$83.2 \pm 5.7$
20	ND	$16.82 \pm 1.56$	$84.1 \pm 7.8$	$16.56 \pm 1.74$	$82.8 \pm 8.7$
50	ND	$44.35 \pm 0.15$	$88.7 \pm 0.3$	$44.2 \pm 2.55$	$88.4 \pm 5.1$

注: ND: 表示未检出, 检出限为  $0.1\mu\text{g/kg}$ 。下同。

表2中, 对添加不同浓度 ( $1\sim 50\mu\text{g/kg}$ )  $\text{AFB}_1$  标样的花生样品回收率测定结果表明, HPCE 法的回收率为  $84.1\%\sim 96.1\%$ , HPLC 法的回收率为  $82.8\%\sim 90.3\%$ 。HPCE 法的回收率, 尤其在低浓度、低进样体积时, 明显高于 HPLC 法。

## 2.8 样品的测定

对花生、玉米、大米、花生油等10份实际样品,

采用 LIF-HPCE 法和 HPLC 法分别测定 AFB<sub>1</sub> 含量, 结果见表 3。

表 3 HPCE 和 HPLC 测定样品中 AFB<sub>1</sub>  
Table 3 Comparison of AFB<sub>1</sub> contents determined by HPCE and HPLC in ten various samples

样品号	HPLC(μg/kg)	HPCE(μg/kg)	差值(μg/kg)	相对差值(%)
1	ND	ND	—	—
2	ND	ND	—	—
3	ND	0.12	—	—
4	ND	0.33	—	—
5	0.7	0.63	0.07	10.0
6	0.6	0.63	0.03	5.0
7	3.5	3.75	0.25	7.1
8	9.0	8.87	0.13	1.4
9	16.8	15.92	0.88	5.2
10	24.1	23.36	0.74	3.1

表 3 表明, 在 AFB<sub>1</sub> 痕量浓度范围内, 两种方法的检测结果相对相差在 10% 以内, 基本一致; 部分样品, LIF-HPCE 和 HPLC 都显示未检出; 部分样品 LIF-HPCE 检出低浓度 AFB<sub>1</sub>, 但 HPLC 未检出。

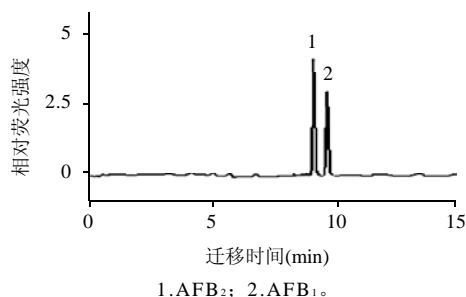


图 8 花生样品的 LIF-HPCE 图

Fig.8 LIF-HPCE profile of AFB<sub>1</sub> and AFB<sub>2</sub> in peanut sample

花生样品的实际 LIF-HPCE 测定谱图见图 8。样品和标准品的 LIF-HPCE 图谱(图 6、8)中可以观察到峰形尖锐, 远远优于普通的色谱峰, AFB<sub>1</sub> 的荧光响应值非常敏感, 分离效果明显优于 HPLC 方法, 体现了 LIF-HPCE 检测 AFB<sub>1</sub> 的高效和高灵敏度。

### 3 结 论

采用 LIF-HPCE 方法对 AFB<sub>1</sub> 进行高灵敏度检测, 方法无需进行衍生反应和荧光标记, 快速灵敏, 采用的缓冲溶液体系避免了操作人员接触大量的有机溶剂, 安全环保, 10min 左右完成一次分析周期, 适用于农产

品、食品中 AFB<sub>1</sub> 的高灵敏度检测, 对实施从农田到餐桌的农产品质量控制管理措施, 破解技术壁垒, 及时发现和剔除受 AFB<sub>1</sub> 污染的产品, 防止 AFB<sub>1</sub> 含量超标的产品进入食物链具有重要意义。

### 参考文献:

- [1] International Agency for Research on Cancer. IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risk to humans [M]. Lyon: World Health Organisation, 2002.
- [2] CARLSON M A, BARGERON C B, BENSON R C. An automated, handheld biosensor for aflatoxin[J]. Biosens Bioelectron, 2000, 14: 841-848.
- [3] JAIMEZ J, FENTE C A, VAZQUEZ B I, et al. Application of the assay of aflatoxins by liquid chromatography with fluorescence detection in food analysis[J]. J Chromatogr A, 2000, 882: 1-10.
- [4] 李培武, 马良, 杨金娥, 等. 粮油产品黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 检测技术研究进展[J]. 中国油料作物学报, 2005, 27(2): 77-81.
- [5] 居乃琥. 黄曲霉毒素[M]. 北京: 轻工业出版社, 1980.
- [6] 柳洁, 何碧英. 黄曲霉毒素高效液相色谱检测方法研究进展[J]. 中国卫生检验杂志, 2005, 15(7): 891-896.
- [7] 马良, 李培武, 张文. 高效液相色谱法对农产品中黄曲霉毒素的测定研究[J]. 分析测试学报, 2007, 26(6): 774-778.
- [8] 柳洁, 何碧英. 高效液相色谱法测定食品中黄曲霉毒素的方法研究[J]. 现代预防医学, 2002, 29(2): 137-140.
- [9] BRAGA S M, DE MEDEIROS F D, DE OLIVEIRA E J, et al. Development and validation of a method for the quantitative determination of aflatoxin contaminants in Maytenus ilicifolia by HPLC with fluorescence detection[J]. Phytochem Anal, 2005, 16(4): 267-271.
- [10] HAJARE S S, HAJARE S N, SHARMA A. Aflatoxin inactivation using aqueous extract of ajowan (*Trachyspermum ammi*) seeds[J]. J Food Sci, 2005, 70: 29-34.
- [11] 段淑芬, 胡文广, 戴良香. 花生黄曲霉毒素国家标准与绿色贸易壁垒[J]. 中国农学通报, 2006, 22(6): 95-98.
- [12] 廖伯寿. 花生[M]. 武汉: 湖北科学技术出版社, 2003.
- [13] 马良. 黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 高灵敏度检测技术研究[D]. 武汉: 中国农业科学院油料作物研究所, 2007.
- [14] 林裕. 高效液相色谱法测定食品中黄曲霉毒素[J]. 中国热带医学, 2006, 6(4): 677-678.
- [15] GB/T18979—2003 食品中黄曲霉毒素的测定 - 免疫亲和层析净化高效液相色谱法[S]
- [16] AKIYAMA H, GODA Y, TANAKA T, et al. Determination of aflatoxin B<sub>1</sub>, B<sub>2</sub>, G<sub>1</sub> and G<sub>2</sub> in spices using a multifunctional column clean-up[J]. J Chromatogr A, 2001, 932: 153-157.
- [17] BLES A J, SORIANO J M, MOLTO J C, et al. Determination of aflatoxins in peanuts by matrix solid-phase dispersion and liquid chromatography[J]. J Chromatogr A, 2003, 1011: 49-54.
- [18] BRADBURN N, COKER R D. A comparative study of solvent extraction efficiency and the performance of immunoaffinity and solid phase columns on the determination of aflatoxin B<sub>1</sub>[J]. Food Chemistry, 1995, 52: 179-185.
- [19] 刘海兴, 杨更亮, 赵敬相, 等. 毛细管胶束电动色谱法测定夏枯草中两种有效成分[J]. 分析化学, 2000, 28(10): 1275-1277.
- [20] 陈义. 毛细管电泳技术及应用[M]. 北京: 化学工业出版社, 2000.