

高速高分離分析の応用（その39） Nexeraによる食品中アフラトキシンの分析

High Speed with High Resolution Analysis (Part 39)

Analysis of Aflatoxins in Food by Nexera

アフラトキシンは、発がん性や急性毒性を持つカビ毒であり、食品汚染監視のため、HPLCなどによる測定が行われています。

食品中アフラトキシンの超高速分析については、アプリケーションニュースNo. L351で、アフラトキシンB₁/B₂/G₁/G₂の内、感度向上のためB₁およびG₁をトリフルオロ酢酸(TFA)により水酸化体(B_{2a}, G_{2a})に変換後、蛍光分析す

る方法をご紹介しました。

ここでは、高感度蛍光検出器“Prominence RF-20Axs”を超高速LCシステム“Nexera”と組み合わせることにより、TFA処理を行わずにアフラトキシンB₁/B₂/G₁/G₂を直接高感度蛍光検出し、食品中アフラトキシンの超高速分析に応用した例をご紹介します。

A. Nomura K. Watanabe

■アフラトキシン標準溶液の分析

Analysis of Aflatoxin Standard Solution

Fig. 1に、アフラトキシン4成分混合標準液のクロマトグラムを、Table 1にその分析条件を示します。分析カラムには、“Shim-pack XR-ODSII” (100 mm L.×3.0 mm I.D., 2.2 μm) を用いました。各成分濃度は、B₁およびG₁が各20 ng/L (20 ppt)、B₂およびG₂が各5 ng/L (5 ppt)で、水/アセトニトリル=9/1 (v/v) 溶液で調製しました。

RF-20Axsを用いることにより、B₁およびG₁をTFA処理なしで高感度検出することが可能でした。

Table 1 分析条件
Analytical Conditions

Column	: Shim-pack XR-ODSII (100 mm L. × 3.0 mm I.D., 2.2 μm)
Mobile Phase	: Water / Methanol / Acetonitrile = 6 / 3 / 1 (v/v/v)
Flow Rate	: 1.0 mL/min
Column Temp.	: 50 °C
Injection Volume	: 8 μL
Detection	: RF-20Axs Ex. at 365 nm, Em. at 450 nm
RF Cell	: Conventional cell
Cell Temp.	: 25 °C

Fig. 1では注入量を8 μLとしています。さらに微量分析を行うため、試料注入量を増やした場合のピーク形状および分離状態を調べました。

Fig. 2に、Fig. 1で使用したアフラトキシン4成分混合標準液の注入量 8 μL, 30 μL, 50 μLにおけるクロマトグラムを示します。

注入量50 μLにおいても、ピーク形状の崩れはなく、十分な分離が得られています。注入量50 μLでの検出限界(SN比=3.3)は、アフラトキシンB₁が1 ng/L (1 ppt)、アフラトキシンG₁が2 ng/L (2 ppt)となります。

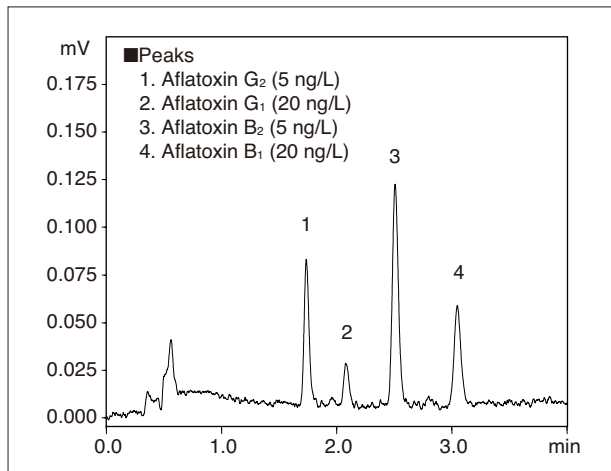


Fig. 1 アフラトキシン標準液のクロマトグラム (8 μL注入)
Chromatogram of a Standard Mixture of Aflatoxins (8 μL injected)

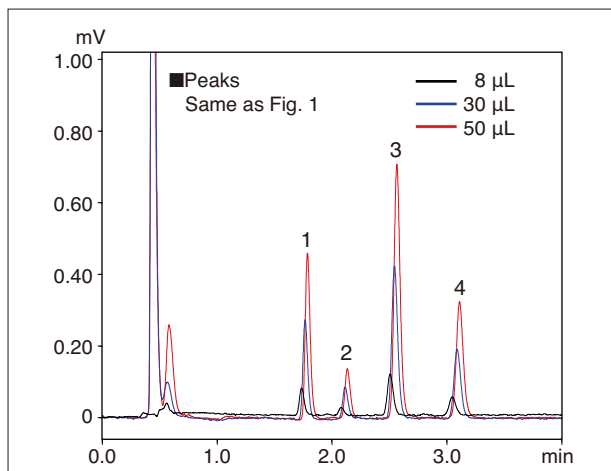


Fig. 2 アフラトキシン標準液のクロマトグラム—注入量の比較
Chromatograms of a Standard Mixture of Aflatoxins
- Comparison of Injection Volume

■セル温調の効果

Effect of Cell Temperature Control

一般に、蛍光強度は温度の影響を受けやすいことが知られています。Fig. 3に、RF-20Axsのセル温度と各アフラトキシンのピーク高さ比 (20℃のピーク高さを1とする) との関係を示します。

この結果より、特にアフラトキシンB₁、B₂が、室温変動による影響を受けやすいことがわかります。RF-20Axsはセル温調機能を標準搭載していますので、アフラトキシンの高感度分析においても、室温変動の影響を受けることなく精度の高い分析が可能となります。

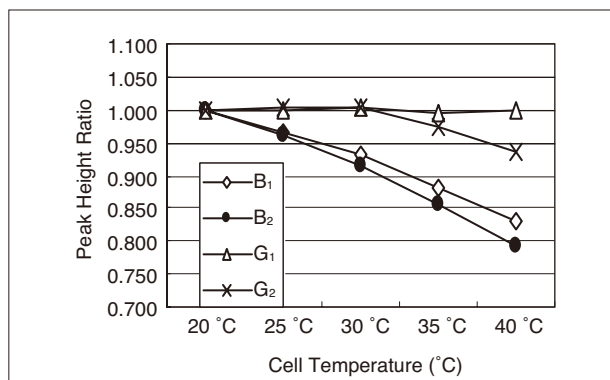


Fig. 3 セル温度とピーク高さ比の関係
Relationship between Cell Temperature and Peak Height Ratio

■食品試料の分析

Analysis of Food Sample

市販小麦粉をFig. 4の手順に従い前処理しました。また、この小麦粉にアフラトキシン標準品4成分を添加 (B₁およびG₁は0.8 µg/kg, B₂およびG₂は0.2 µg/kg になるよう添加)

して、同様の前処理を行いました。これら試料を前頁Table 1の分析条件により分析しました。Fig. 5に、それらのクロマトグラムを示します。

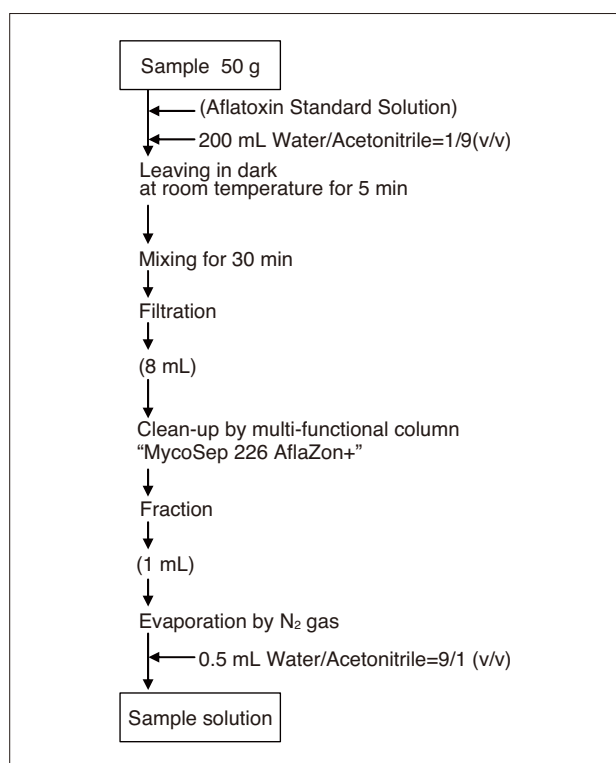


Fig. 4 前処理
Sample Preparation

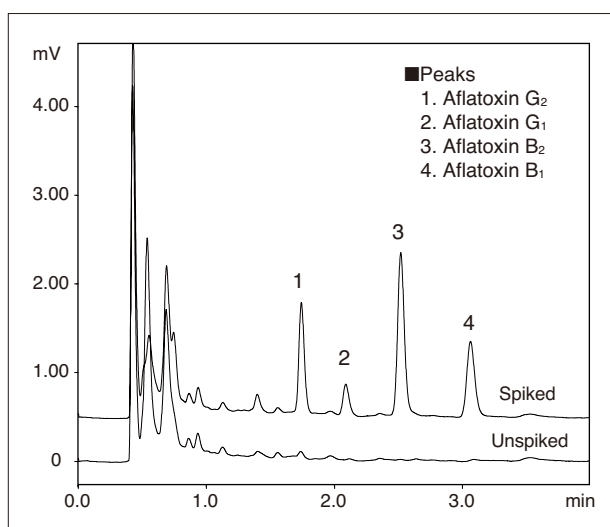


Fig. 5 小麦粉のクロマトグラム (8 µL注入)
(上段：標準添加, 下段：添加なし)
Chromatograms of Wheat Flour Samples (8 µL injected)
(Upper : Spiked, Lower : Unspiked)

初版発行：2011年4月

島津製作所 分析計測事業部
応用技術部

島津コールセンター

☎0120-131691
TEL:075-813-1691

※本資料は発行時の情報に基づいて作成されており、予告なく改訂することがあります。改訂版は下記の会員制 Web Solutions Navigator で閲覧できます。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/solnavi/solnavi.htm>

会員制情報サービス「Shim-Solutions Club」にご登録ください。
<https://solutions.shimadzu.co.jp/>
会員制 Web の閲覧だけでなく、いろいろな情報サービスが受けられます。

3100-04101-570-1K
2011.4