

食品中黴菌毒素檢驗方法—橘黴素之檢驗

Method of Test for Mycotoxin in Foods- Test of Citrinin

1. 適用範圍：本檢驗方法適用於穀類及含紅麴之食品中橘黴素(citrinin)之檢驗。
2. 檢驗方法：高效液相層析法(high performance liquid chromatography, HPLC)。
 - 2.1 裝置：
 - 2.1.1 高效液相層析儀：
 - 2.1.1.1 檢出器：螢光檢出器 (fluorescence detector)。
 - 2.1.1.2 層析管：Atlantis T3, 5 μm , 內徑 4.6 mm $\times$ 25 cm, 或同級品。
 - 2.1.2 旋渦混合器 (Vortex mixer)。
 - 2.1.3 水浴 (Water bath)：溫差在 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 以內者。
 - 2.1.4 粉碎機 (Grinder)。
 - 2.2 試藥：乙腈及甲醇均採用液相層析級；甲酸採用試藥特級；橘黴素對照用標準品。
 - 2.3 器具及材料：
 - 2.3.1 容量瓶：10 mL、20 mL 及 1 L。
 - 2.3.2 玻璃樣品瓶：30 mL, 附 PP 材質螺旋蓋。
 - 2.3.3 濾膜：直徑 47 mm, 孔徑 0.22 μm , Nylon 材質。
 - 2.3.4 針筒過濾器 (Syringe filter): 直徑 13 mm, 濾膜孔徑 0.22 μm , Nylon 材質。
 - 2.4 移動相溶液之調製：

乙腈與水以 1:1 (v/v) 之比例混合成 1 L 後, 再加入甲酸 1 mL, 混合均勻後, 以濾膜過濾, 供作移動相溶液。
 - 2.5 標準溶液之配製：

取橘黴素對照用標準品約 5 mg, 精確稱定, 以甲醇溶解並定容至 10 mL 作為標準原液, 冷凍儲存。使用時取標準原液以甲醇稀釋成 2.5~1000 ng/mL, 供作標準溶液。
 - 2.6 檢液之調製：

液態檢體直接混勻, 其他檢體經磨碎混勻後, 取約 1 g, 精確稱定, 置於玻璃樣品瓶中, 加入甲醇 20 mL (V), 拴緊螺旋蓋。旋渦混合 1 分鐘, 置於 70 $^{\circ}\text{C}$ 水浴加熱 30 分鐘, 於室溫下靜置冷卻。續旋渦混合 1 分鐘, 經針筒過濾器過濾後, 取濾液供作檢

液。

2.7 檢量線之製作：

精確量取各標準溶液添加於空白檢體中，依 2.6 節調製檢液，並參照下列條件進行高效液相層析測定，就檢液波峰面積與對應之標準品添加濃度製作檢量線。

高效液相層析測定條件：

層析管柱：Atlantis T3，5 μm，內徑4.6 mm × 25 cm。

螢光檢出器：激發波長330 nm，發射波長500 nm。

移動相溶液：依 2.4節調製之溶液。

移動相流速：1.0 mL/min。

2.8 鑑別試驗及含量測定：

精確量取檢液及標準溶液各20 μL，分別注入高效液相層析儀中，參照2.7節高效液相層析測定條件進行液相層析，就檢液與標準溶液所得波峰之滯留時間比較鑑別之，並依下列計算式求出檢體中橘黴素之含量 (ppb)：

$$\text{檢體中橘黴素含量 (ppb)} = \frac{C \times V}{M}$$

C：由檢量線求得檢液中橘黴素之濃度 (ng/mL)

V：萃取溶液之體積 (mL)

M：取樣分析檢體之重量 (g)

附註：1. 本檢驗方法之檢出限量為 50 ppb。

2. 食品中有影響檢驗結果之物質時，應自行探討。

3. 以本檢驗方法檢出時，應利用 LC/MS 等進行確認。