

摘要

黃麴毒素為食品與飼料中常見的黴菌毒素。當牛隻食用含黃麴毒素 B₁ 的飼料後，其乳汁中可能產生代謝物黃麴毒素 M₁，具有肝毒性與致癌性。因為一般消毒過程無法去除黃麴毒素，各國莫不對其加強管制。歐盟自 1999 年起將黃麴毒素 M₁ 在鮮乳中的容許量由 0.5 µg/L 降至 0.05 µg/L，對現有檢測方法形成挑戰。

分析鮮乳或奶粉中黃麴毒素 M₁ 的確認方法，以液相層析儀及螢光偵測為主；因需要經由衍生化來增強螢光性，過程耗時且使用毒性試劑。樣本前處理則常以固相萃取加上免疫親和性管柱淨化；因管柱流速緩慢，僅使用 20-50 毫升的樣本，限制了靈敏度，再加以無適當的內標準品，導致分析變異性頗大。

本研究改善分析靈敏度，並縮短檢測時間。在樣本的萃取、淨化及儀器分析條件的最適化做了以下的探討：(1) 以質譜/質譜儀取代螢光偵測；(2) 以圓盤型吸附劑增大樣本體積；(3) 樣本淨化方法之比較；(4) 嘗試合成氘或氧 18 標定的穩定內標品；(5) 分析方法驗證。

本研究顯示牛奶樣本可大至 200 毫升而無破出情形，且較一般檢測方法樣本加大了 4~10 倍。分析方法之精密度與回收率，隨著不同基質及不同淨化方式而有所差異：(1) 以免疫親和性管柱淨化：全脂奶粉、全脂鮮奶以及低脂鮮奶的回收率分別為： $67.9 \pm 9.3\%$ 、 $78.2 \pm 7.3\%$ 及 $86.6 \pm 4.1\%$ (平均值 \pm 標準差)；方法偵測極限全脂鮮奶及低脂鮮奶各為 0.59 ± 0.19 ng/L (1.02 ng/L) 及 0.66 ± 0.12 ng/L (0.94 ng/L) (平均值 \pm 標準差 (99% 信度方法偵測極限))。(2) 以多功能淨化管柱淨化：全脂鮮奶及低脂鮮奶的回收率分別為 $6.51 \pm 0.28\%$ 及 $15.8 \pm 4.6\%$ (平均值 \pm 標準差)；方法偵測極限各為 14.1 ± 2.6 ng/L (24.6 ng/L) 及 9.22 ± 3.34 ng/L (16.8 ng/L) (平均值 \pm 標準差 (99% 信度方法偵測極限))。以免疫親和性管柱及多

功能淨化管柱，分別淨化認證參考樣本 BCR-282 奶粉，方法偵測極限分別為 $0.0085 \pm 0.00050 \mu\text{g}/\text{kg}$ ($0.0096 \mu\text{g}/\text{kg}$) 及 $0.0082 \pm 0.0022 \mu\text{g}/\text{kg}$ ($0.013 \mu\text{g}/\text{kg}$) (平均值 \pm 標準差 (99% 信度方法偵測極限))。

內標品的合成上，本研究顯示確有氧 16 與氧 18 交換現象，但反應無法趨於完全，未反應之 ^{16}O -黃麴毒素將造成偽陽性；以氘標定的方式，因反應條件需在鹼性、高溫及長時間進行，使得黃麴毒素分解，無法合成穩定的同位素標定內標品。而以黃麴毒素 B_1 作為回收標準品，其訊號強弱與 M_1 之趨勢並不一致，效果也不盡理想，並不適合做為內標品。尋找一個適合定量牛奶中黃麴毒素 M_1 之內標品，仍有待進一步的研究。

本方法應用於分析鮮奶，方法偵測極限比現存方法低了三至五百倍，為牛乳檢測提供優異的靈敏度。

關鍵詞：固相萃取，免疫親和性管柱，多功能淨化管柱，認證參考樣本，液相層析/質譜/質譜儀