

安捷伦 FLD 检测器柱后衍生做黄曲霉毒素出峰异常

黄河¹, 毛露萍²

(1.四川省化工质量安全检测研究院, 四川 610031; 2.成都华任康生物科技有限公司, 四川 611730)

摘要: 使用安捷伦 FLD 荧光检测器柱后衍生做黄曲霉毒素时, 只有两个化合物出峰, 另两个化合物没出峰的排查过程。

关键词: FLD 荧光检测器, 出峰异常, 柱后衍生

单位上接了一个检测任务, 测定餐厨固形物, 其实也就是剩饭菜泔水中的黄曲霉毒素 B 和 G, 参照标准为 GB 5009.22-2016 食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定。使用的柱后衍生法之光化学衍生。这天称好了样品, 想让它超声提取着, 然后从冰箱里拿出 3 月份开封稀释的标品, 用流动相稀释成梯度标品。正好上次做了桔青霉素, 接了 FLD, 都不用去重新连接管路就可以开干, 进样, 然后我就去折腾泔水了。过了半小时来看, 不对啊。怎么只出了两个峰? 如图 1

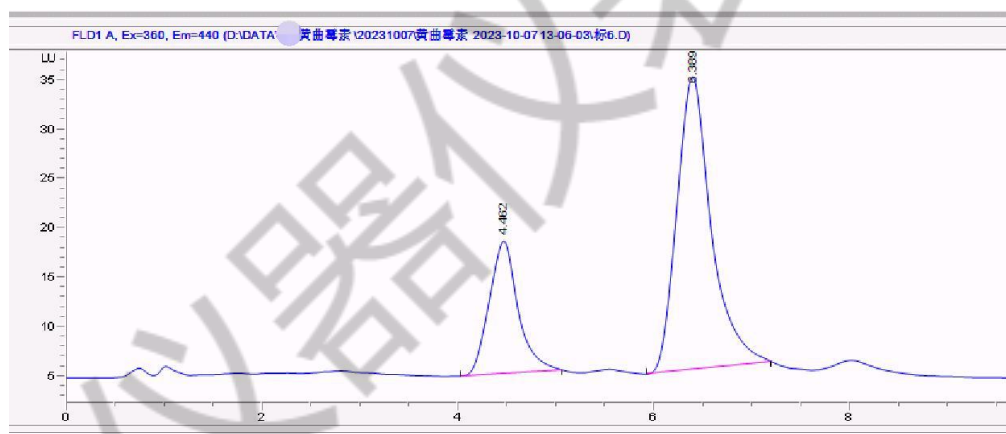


图 1

标品是 4 个啊? 确认标品标签, 确实是 4 个成分, 而且 3 月份做时出峰正常。观察两个峰后面都有一个小峰, 莫非是这个小峰就是我的目标物, 只是分解了? 可这也不对, 黄曲霉毒素很稳定的, 水煮都不会分解。既然都这样了, 那就用原液重新稀释试试。重新稀释标后, 进样, 还是只有两个峰, 如图 2, 而且后面的小峰和大峰比例没差异, 说明之前稀释的标和原液未见明显差异。

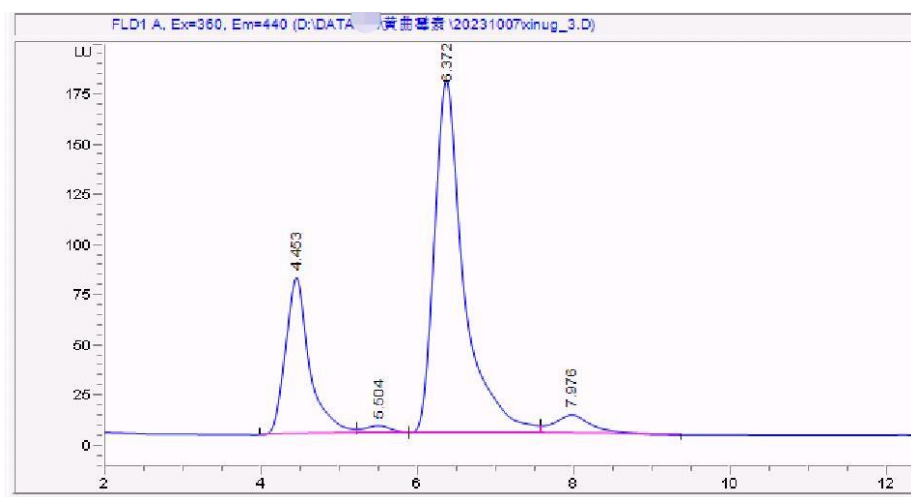


图 2

此时陷入了沉思，这少两个峰肯定不正常，而且观察两个峰的位置，是 G2 和 B2。两个 2 的高而 1 的低，虽然我是第 3 次做黄曲霉毒素，但是这也能感觉出来结果是反了。不死心，就先清理下管路吧，打开检测器盖子，就感觉不对。说好的诸侯衍生，可我怎么直接从 VWD 出来后就进了 FLD 呢？衍生器都没接啊，衍生器电源没开而且没接入系统。马上将衍生器接入系统，如图 3

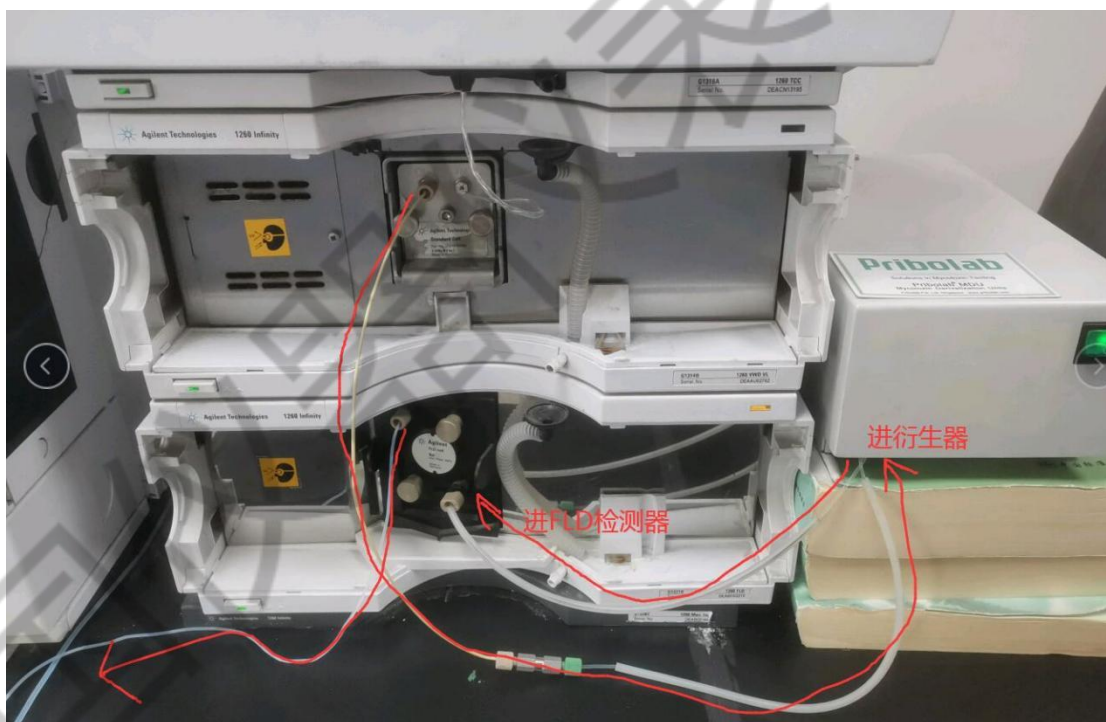


图 3

再次进样后，熟悉的四个峰总算回来了，如图 4。标曲也很好，都有 0.9995 以上，滴水也处理好了，上机，完工

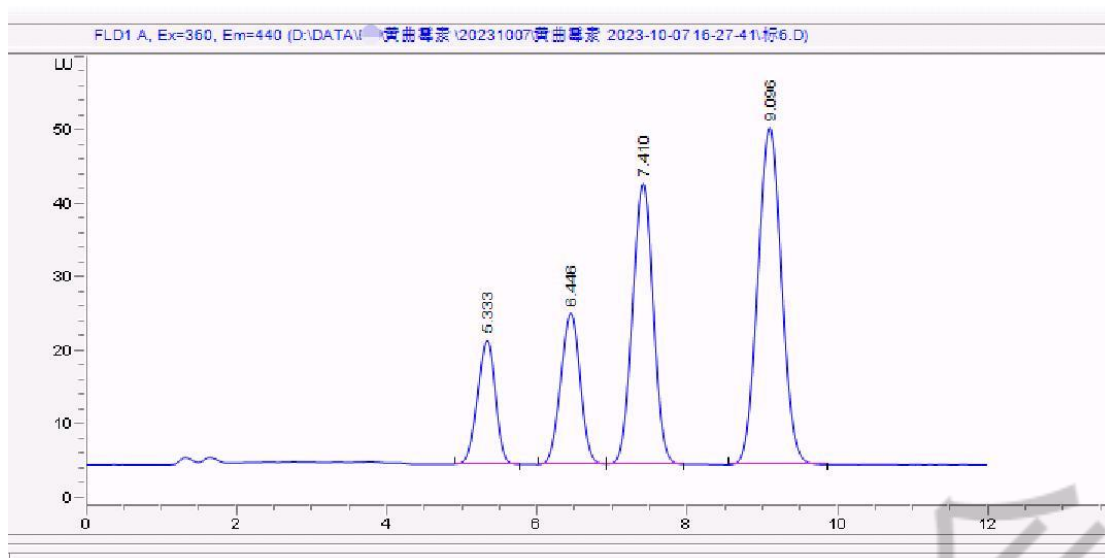


图 4

对比一下异常和正常的峰，如图 5。两个保留时间有差异是因为发现异常的峰有些拖尾，换了根柱子。

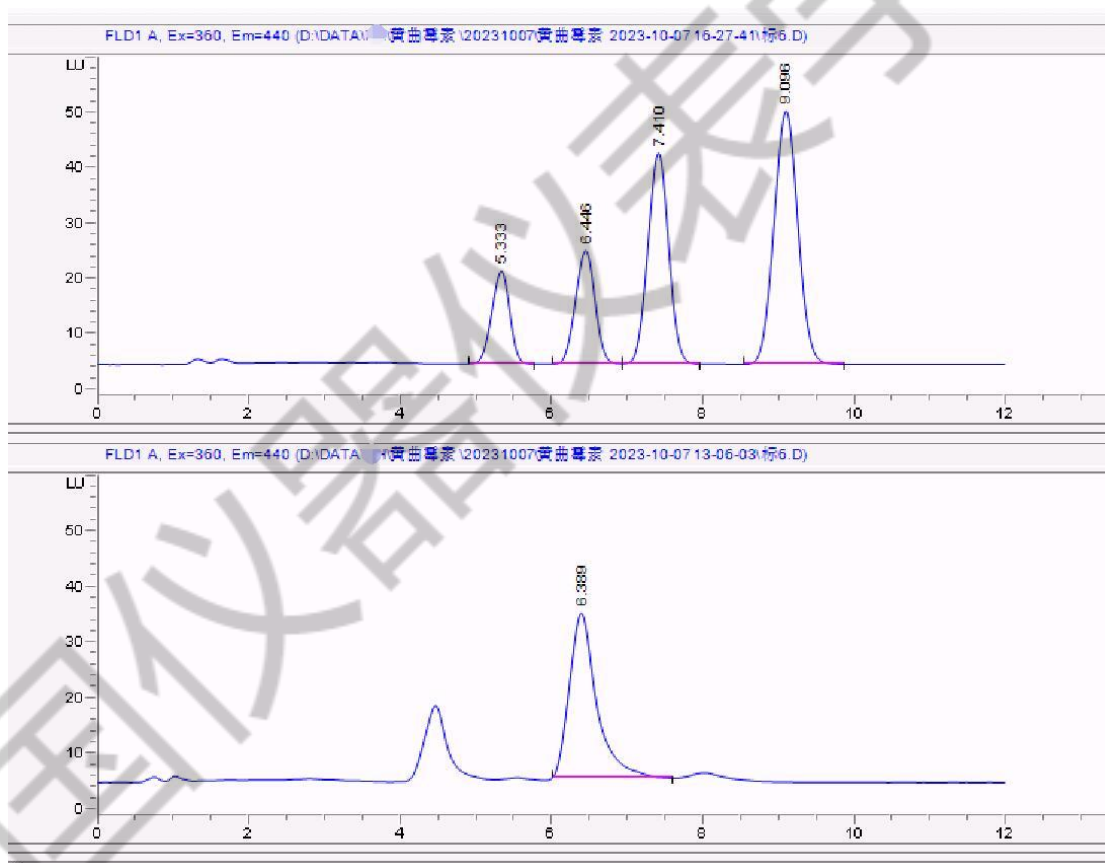


图 5