

Solid Phase Extraction and isotope-labelled internal standards for the determination of Aflatoxin B1 in vegetable oils by using High Performance Liquid Chromatography - Tandem Mass Spectrometry

R. Giacalone
S. Giuliano
G. Presti*
D. Scalici

Laboratorio Chimico di Palermo
Agenzia delle Dogane e dei Monopoli
Palermo, Italy

Olive oil is the most important fat source in the Mediterranean diet. It can be contaminated by mycotoxins, which are poisonous organic compounds produced by fungi. Mycotoxins are considered potent carcinogens, teratogens and mutagens and they pose a severe hazard to animal and human health. This work reports an efficient sample pretreatment procedure and analytical method for the determination of aflatoxin B1 in oil. Fifty samples of commercial oil were analyzed in order to validate the analytical procedure and to monitor mycotoxin contamination. The aim of this study was to develop a simple, rapid and robust analytical method, and in our thought, High Performance Liquid Chromatography coupled to mass spectrometry could prove helpful. In the proposed method, traditional immunoaffinity columns for cleanup procedures are replaced by a simple purification step based on dispersion solid phase extraction. Because of the complex matrix, an Isotopic Internal Standard was used for the quantitative determination. The limit values for detection and quantification are 0.004 $\mu\text{g}/\text{Kg}_{\text{sample}}$ and 0.015 $\mu\text{g}/\text{Kg}_{\text{sample}}$, respectively. The recovery yield ranges between 76.7% and 83.8%. The method can be used in the concentration range from 0.015 to 2 $\mu\text{g}/\text{Kg}$.

Keywords: Aflatoxins; Liquid-chromatography-mass spectrometry; Olive oil

Estrazione in fase solida e uso di uno standard interno isotopico nella determinazione dell'Aflatossina B1 in oli vegetali mediante HPLC-MS/MS

L'olio d'oliva, è la più importante fonte di grassi nella dieta mediterranea, ma può essere contaminato da micotossine. Le micotossine sono sostanze organiche tossiche prodotte da funghi di diverse specie. Esse sono considerate potenti agenti cancerogeni, teratogeni e mutageni e sono quindi un grave pericolo per la salute umana e animale.

Questo lavoro riporta un metodo analitico efficiente per la determinazione di aflatossina B1 (AFB1) nell'olio.

Cinquanta campioni commerciali di olio sono stati analizzati al fine di validare la procedura analitica e monitorare la contaminazione da micotossine. Lo scopo di questo studio è quello di sviluppare un metodo analitico semplice, rapido e solido.

La tecnica utilizzata è la Cromatografia Liquida ad Alte Prestazioni (HPLC) accoppiata alla Spettrometria di Massa. Nel metodo proposto le colonne di immuno affinità tradizionali (IAC) per le procedure di clean-up sono sostituite da una semplice fase di purificazione che impiega l'estrazione in fase solida dispersa. A causa della complessità della matrice, è stato usato uno standard interno isotopico $^{13}\text{C}_{17}$ -AFB1 per la determinazione quantitativa. I valori limite di rilevabilità (LOD) e di quantificazione (LOQ) della AFB1 sono 0,004 $\mu\text{g}/\text{Kg}_{\text{campione}}$ e 0,015 $\mu\text{g}/\text{Kg}_{\text{campione}}$, rispettivamente. Il recupero è compreso tra il 76,7% e il 83,8%. Il metodo è lineare nell'intervallo di concentrazione 0,015-2 $\mu\text{g}/\text{Kg}$.

(*) CORRISPONDENZA AUTORE:

E-mail: giovanni.presti@agenziadogane.it

Phone: 0916071898

Fax: 0916071814