

LC-MS/MS快速检测食品中展青霉素

Determination of Patulin in Food by High Performance Liquid Chromatography-Mass Spectrometry

李广宁, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海

Li Guangning, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

SCIEX China

Keywords: SCIEX Triple Quad; Foods; Patulin

引言

展青霉素又叫棒曲霉素 (patulin), 是由青霉属、曲霉属和根霉属等10多种真菌代谢产生的聚酮类真菌毒素, 广泛存在于水果及其制品中。摄入污染展青霉素的水果及其制品会诱发机体氧化应激反应、刺激肠胃、导致肝肾病变等中毒症状, 严重危害机体健康。展青霉素污染的食品 (尤其是水果及其制品) 不仅会对人类健康造成严重的威胁, 而且会严重危害我国食品加工业的发展。

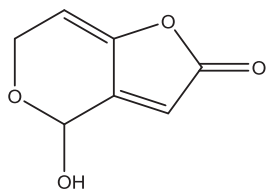


图1. 展青霉素的结构式

由于展青霉素的危害, 我国在2011年发布的《GB 2761-2011食品安全国家标准》中明确了食品中展青霉素的限量标准, 规定包括水果及其制品中展青霉素的含量不得超过50 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 并在2016年发布的《GB 5009.185-2016食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定》规定了展青霉素的检测方法, 其中第一法即采用同位素稀释的液质联用方法测定食品中展青霉素含量。我们根据相关法规, 在SCIEX液相色谱质谱系统上开发了展青霉素的检测方法, 该方法具有以下特点:

1. 分析时间短, 6分钟即可完成基质中展青霉素的检测。
2. 灵敏度高: 复杂基质 (果酱) 中展青霉素的检出下限低于国家相关标准。
3. 抗基质干扰: SCIEX Turbo V™离子源具有强大的抗基质干扰能力, 减少仪器的维护频次。

仪器设备

SCIEX ExionLC™ 系统 + SCIEX Triple Quad™ 系统



样品处理:

参考国标《GB 5009.185-2016食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定》进行前处理

色谱方法:

色谱柱: BEH C18 1.7 μm 100 \times 2.1 mm

流动相: A: 水; B: 乙腈

梯度洗脱:

Time [min]	Flow [mL/min]	B[%]
0.00	0.3000	5
2.50	0.3000	5
3.00	0.3000	95
4.00	0.3000	95
4.10	0.3000	5
6.00	0.3000	5

流速: 0.3 mL/min;

柱温: 40°C;

进样量: 2 µL

质谱方法:

扫描方式: 负模式

离子源: ESI

离子对列表见附表

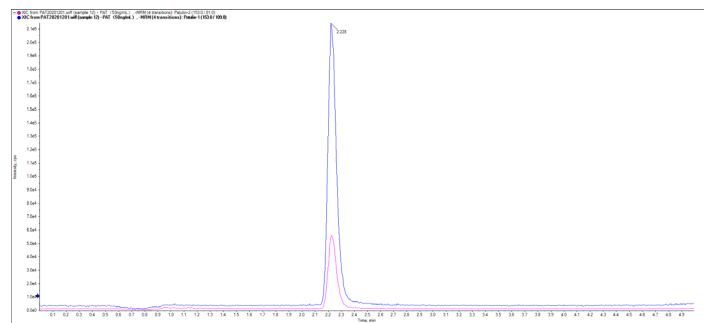


图3. 展青霉素基质标曲的校准曲线

2. 使用果酱空白基质加标考察方法灵敏度, 添加浓度分别为 2 µg/kg, 5 µg/kg及10 µg/kg, 进样测试, 在优化色谱方法排除相关干扰下, 相关回收率均大于85%, 且在果酱基质中定量限在2 µg/kg以下, 低于标准规定的10 µg/kg。

表1. 不同添加浓度的回收率

添加浓度 (µg/kg)	测试结果 (µg/kg)	回收率/%
2	1.82	91
5	4.84	96.8
10	8.74	87.4

实验结果

化合物提取离子流色谱图

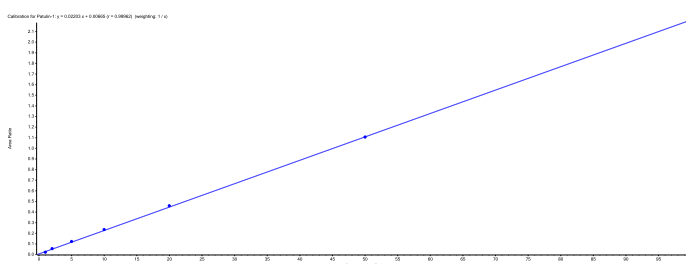


图2. 展青霉素的提取离子流色谱图

1. 线性, 回归方程及回归系数

使用空白基质配置1~100 ng/mL标准测试液, 并使用13C7作为内标, 添加浓度50ng/mL进行测试, 相关曲线见图3, 回归系数 $r > 0.999$, 方法从低浓度点到高浓度点均具有良好的准确度。

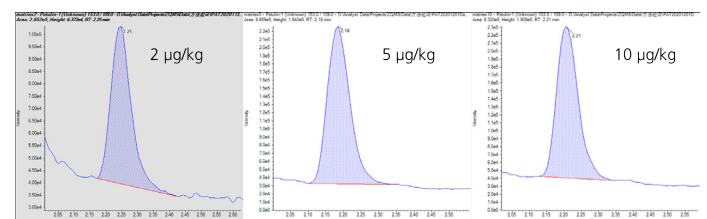


图4. 果酱基质中不同添加浓度的色谱图

总结

本实验在SCIEX Triple Quad™系统上, 建立了水果及其制品的展青霉素的LC-MS/MS方法, 方法快速简便, 使用空白果酱基质进行不同添加水平的测试, 灵敏度结果显示其检出限值低于相关标准规定, 完全可满足食品中展青霉素的相关检测。

参考文献

1. 《GB 5009.185-2016食品安全国家标准 食品中展青霉素的测定》

附录：

展青霉素及其同位素内标的质谱离子对参数

中文名	英文名	CAS No.	分子式	Q1	Q3	DP	CE
展青霉素	Patulin	149-29-1	C ₇ H ₆ O ₄	153.0	109.0	-90	-14
				153.0	81.0	-90	-18
13C7-展青霉素	Patulin-13C7	1353867-99-8	¹³ C ₇ H ₆ O ₄	160.0	115.0	-92	-13
				160.0	86.0	-92	-18

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在英国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2022 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-14661-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7200
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510-0200
传真：020-3876-0835
官方微信：SCIEX-China