

# 食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的定量分析检测

## Quantitation of Bacillus Cereus Cereulide in Food by LC-MS/MS

刘小苑<sup>1</sup>, 陈玉锸<sup>2</sup>, 杨总<sup>2</sup>, 刘冰洁<sup>2</sup>

Liu Xiaoyuan<sup>1</sup>, Chen Yukun<sup>2</sup>, Yang Zong<sup>2</sup>, Liu Bingjie<sup>2</sup>

<sup>1</sup>广州市海珠区疾病预防控制中心; <sup>2</sup>SCIEX中国应用技术中心

**Key words:** Bacillus Cereus Cereulide, Food, Quantitation

### 前言

蜡样芽孢杆菌是一种食源性条件致病菌, 该毒株在淀粉类食物和乳制品中分布较广。它能产生一种呕吐毒素cereulide。该毒素耐高温、耐pH值、能抗消化酶解。进食0.5 h ~6 h后出现恶心、呕吐, 严重者可出现爆发性肝衰竭而迅速死亡。目前的各种食品加工方法, 包括灭菌, 均无法使cereulide失活。如果摄取的食物中含cereulide, 它能够保持完整并可能转化成活性毒素吸附于内脏。<sup>[1]</sup>

蜡样芽孢杆菌所致食物中毒的报道近年激增。为保证食品安全、防治食物中毒, 建立一个完整的蜡样芽孢杆菌呕吐毒素(cereulide)的检测方法十分必要。本方法建立了基于LC-MS/MS分析食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的定量方法, 足以满足T/WSJD 57-2024《食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的测定》<sup>[2]</sup>该标准的检测要求。

### 实验方法

#### 样品前处理

参照标准T/WSJD 57-2024, 即称取1 g (精确至0.01 g) 均质后的食品样品置于15 mL离心管, 加入内标标准工作液(0.1 mg/L) 20  $\mu$ L, 静置30 min后, 准确加入5.0 mL乙腈, 涡旋混匀30 s, 超声30 min。4  $^{\circ}$ C下12 000 r/min离心10 min。转移全部上清液至15 mL离心管中, 加入5.0 mL水, 涡旋混合30 s, 待新型反向固相萃取柱(HLB-P)净化。

HLB-P柱经3.0 mL甲醇, 3.0 mL纯水依次活化, 取食品样品提取液上样(如果上柱溶液粘度较大, 过滤较为缓慢, 可以1.2 mL/min速度抽滤过柱), 待上样液完全过柱后, 以3.0 mL纯水淋洗小柱,

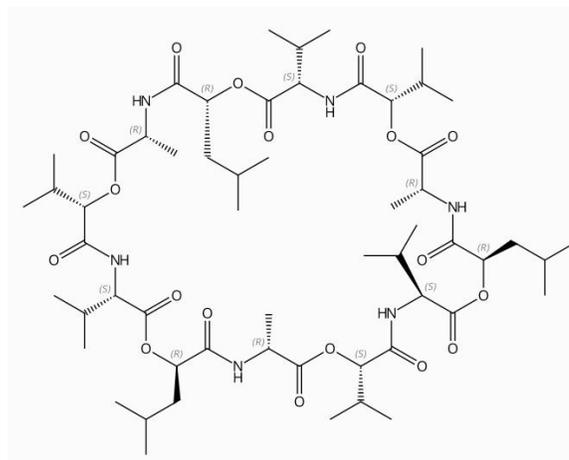


图1. 蜡样芽孢杆菌呕吐毒素结构图

5.0 mL甲醇洗脱, 收集全部洗脱液, 氮气浓缩至近干, 残渣用1.0 mL乙腈:水=8:2 (v/v, 含0.1% 甲酸水+2 mM 乙酸铵)复溶, 过微孔滤膜供上机测定。

#### 液相条件

液相色谱仪: SCIEX Exion AE™系统

分析柱: C4或其它等效色谱柱

流速: 0.4 mL/min

流动相A: 水(0.1% 甲酸水+2 mM 乙酸铵)

流动相B: 乙腈

柱温: 40 $^{\circ}$ C

洗脱程序: 梯度洗脱(如表1)

表1. 流动相洗脱程序

Time (min)	A%	B%
0	90	10
3	0	100
6	0	100
6.1	90	10
8	90	10

注：该梯度针对C4柱，其余类型色谱柱建议根据化合物保留行为进行适当调整。

### 质谱条件

离子源：ESI正模式

离子源参数：

气帘气 (CUR) : 30 psi      碰撞气 (CAD) : 9 (Medium)

离子源温度 (TEM) : 450 °C      离子喷雾电压 (IS) : 5500 V

雾化气 (Gas1) : 55 psi      辅助加热气 (Gas2) : 55 psi

## 实验结果

### 1 标准曲线及灵敏度结果

蜡样芽孢杆菌呕吐毒素在pg浓度范围内均具有良好的线性关

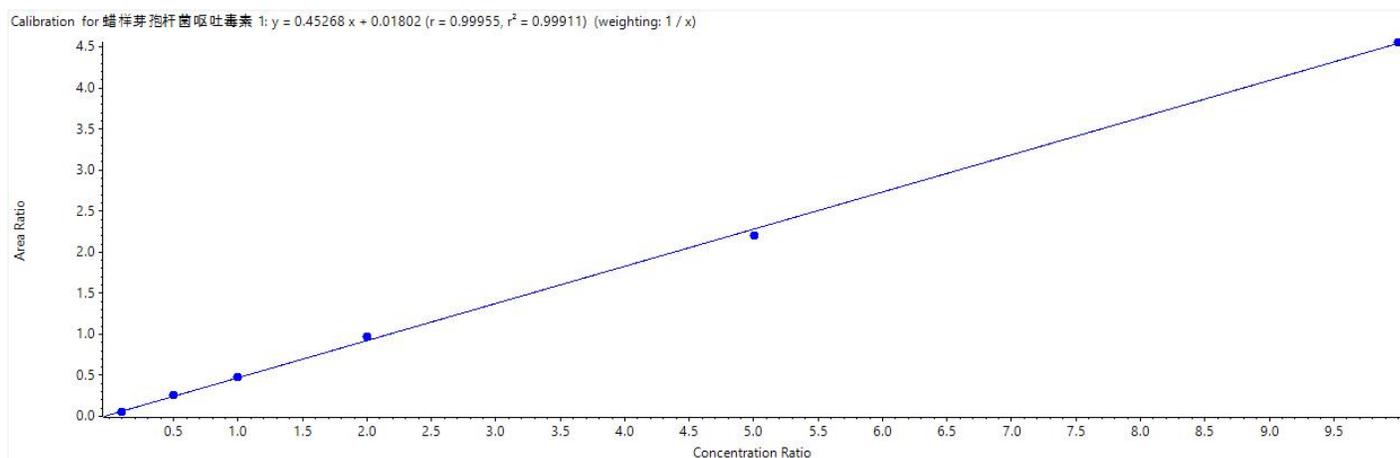


图3. 蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的标准曲线图

系 ( $r > 0.999$ )，灵敏度优于T/WSJD 57-2024《食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的测定》的检出限，完全满足检测要求。

表2. 蜡样芽孢杆菌呕吐毒素及其内标的离子对信息表

中文名	Q1	Q3	DP	CE
蜡样芽孢杆菌呕吐毒素		1125.7	20	54
	1170.7	741.5	20	65
		357	20	76
<sup>13</sup> C <sub>6</sub> -蜡样芽孢杆菌呕吐毒素	1176.7	1130.7	20	54

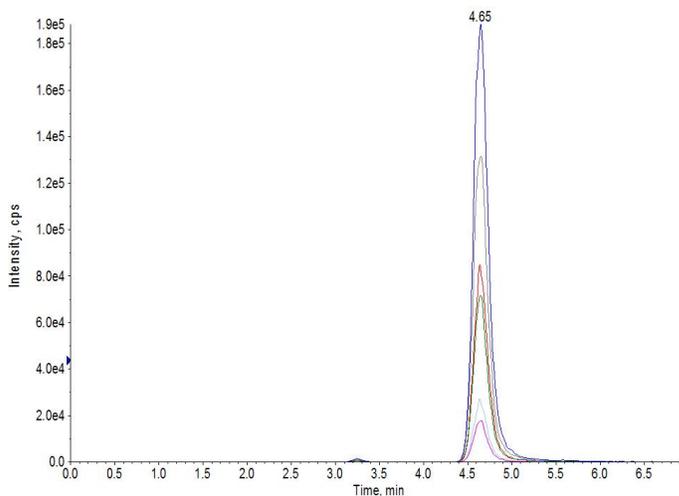


图2. 蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的提取离子流色谱图

## 2 加标回收率结果

对前处理方法进行加标回收验证，在食品基质中分别加低、中、高三个不同浓度的标品，每个浓度两个平行。按前处理后计算得到的加标回收率如表3所示，三个不同加标浓度回收率均在100%附近，方法回收率好。

表3. 加标回收率结果

低浓度加标回收率 (%)	中浓度加标回收率 (%)	高浓度加标回收率 (%)
93.76 ± 4.89	92.67 ± 2.13	102.22 ± 6.82

## 3 重复性结果

位于定量限附近浓度的标准品连续进样6针，标准偏差为0.72%，仪器的稳定性良好。

## 总结

建立了一种基于 SCIEX LC-MS/MS 快速检测食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的方法。该方法回收率好，稳定性高，灵敏度优于标准T/WSJD 57-2024《食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的测定》的要求，足以满足标准的检测需求。

## 参考文献

- [1] 周帼萍, 袁志明. 蜡样芽孢杆菌(Bacillus cereus)污染及其对食品安全的影响[J]. 食品科学, 2007, 28(3): 357-361.
- [2] T/WSJD 57-2024食品中蜡样芽孢杆菌呕吐毒素的测定[S].

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. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-35910-A



The power of precision

### SCIEX中国

北京分公司  
北京市昌平区生命科学园科学园路  
18号院A座一层  
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: 021-2419-7201  
传真: 021-2419-7333  
官网: [sciex.com.cn](http://sciex.com.cn)

广州办公室  
广州国际生物岛星岛环北路1号  
B2栋501、502单元  
电话: 020-8842-4017

官方微信: [SCIEX-China](https://www.sciex.com.cn)