

应用LC-MS/MS系统测定食品中21种真菌毒素

Twenty-one mycotoxins in food samples were analyzed using a liquid chromatography-tandem mass spectrometry system

刘蓉, 孙小杰, 杨总, 刘冰洁

Liu Rong, Sun Xiaojie, Yang Zong, Liu Bingjie

SCIEX China

Key words: 真菌毒素, 食品基质, LC-MS/MS

引言

目前, 国家卫生健康委员会和国家市场监督管理总局联合发布《食品中多种真菌毒素的测定》标准, 该标准通过液萃的前处理方法及液质联用检测方法, 一针进样检测21种真菌毒素, 灵敏度均满足国家标准GB 2761-2017《食品安全国家标准食品中真菌毒素限量》中规定的限量要求, 适用于小麦、玉米及相对复杂的谷物制品中真菌毒素的检测。与以往的标准相比, 该标准检测通量高, 适用范围广, 可有效减少人力成本, 提高工作效率。

针对新国标, 我们同时在液相色谱质谱系统上完成了方法验证工作, 并提供完整的应用解决方案, 该方案具有以下特点:

1. 方法快速准确, 一针进样, 正负离子同时采集, 检测21种化合物;
2. 前处理只需使用简单的液液萃取, 无需进一步的样品净化(固相萃取或QuEChERS), 操作简单快速, 适用基质范围广;
3. 仪器抗污染能力强, 稳定性好;
4. 本方案完全契合标准, 拿来即用。

仪器设备

SCIEX LC-MS系统 (图1)

实验方法

前处理方法:

称取5 g (精确到0.01 g) 试样于50 mL离心管中, 加入20 mL 乙腈-水-甲酸溶液(70+29+1), 涡旋振荡30 min, 10000 r/min 离心



图1. SCIEX LC-MS系统

5 min, 上清液尽可能全部移出。试样里再加入20 mL 甲醇-水-甲酸溶液(10+89+1), 涡旋振荡30 min, 10000 r/min 离心5 min。合并两步提取的上清液至同一50 mL离心管中, 加水稀释至40 mL, 10000 r/min离心5 min。准确转移0.6 mL离心后的上清液至另一1.5 mL离心管中, 加入0.3 mL水, 旋涡混匀后, 0.22 μm滤膜过滤。吸取180 μL处理好的样品滤液于300 μL内插管中。准确加入20 μL同位素内标混合工作液于内插管中, 涡旋混匀, 待进样。

液相方法:

色谱柱: C18 (2.1 × 100 mm, 1.7 μm)

流动相: A相为水 (含2 mM碳酸氢铵溶液),

B相为甲醇-乙腈溶液 (V/V, 1:1);

流动相梯度条件见表1;

流速: 0.3 mL/min

柱温: 40 °C

梯度洗脱:

Time (min)	A%	B%
0	80	20
1	80	20
3	60	40
4.5	60	40
11.2	0	100
12.2	0	100
12.5	80	20
15	80	20

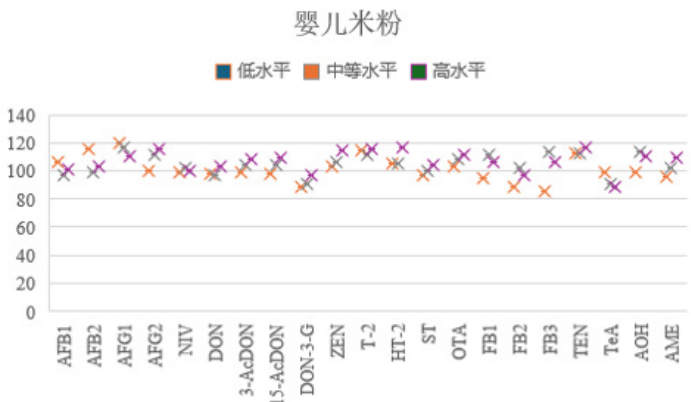


图3. 21种真菌毒素在婴儿米粉基质中的回收率

质谱方法:

扫描方式: 多反应监测 (MRM)

离子源: ESI+/ESI-源

喷雾电压IS: 4500 V/-4500 V 源温度 TEM: 500 °C

气帘气 CUR: 30 psi 碰撞气 CAD: 9

雾化气 GS1: 50 psi 辅助气 GS2: 65 psi

实验结果

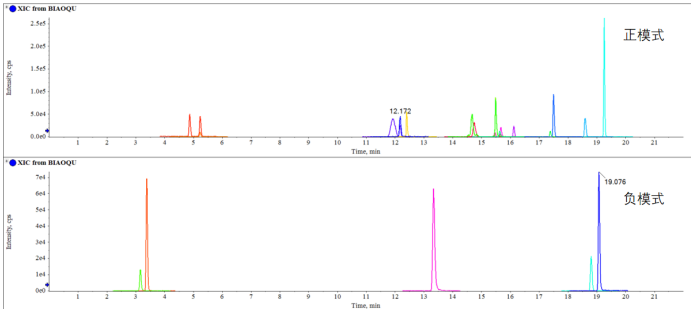


图2. 21种真菌毒素MRM (正负模式同时采集) 提取离子流色谱图

回收率考察

分别对婴儿米粉和玉米膨化食品进行加标回收验证, 添加水平以AFB1为例分别为0.25 µg/kg, 4 µg/kg和20 µg/kg, 以婴儿米粉基质为例, 所有真菌毒素的回收率在70%-120%之间, 满足检测需求。

线性考察

21种真菌毒素的标准曲线见附图 (浓度水平与国标要求一致), 以AFB1为例0.01-50 ng/mL, 线性良好, 线性回归系数 $r > 0.995$ 。

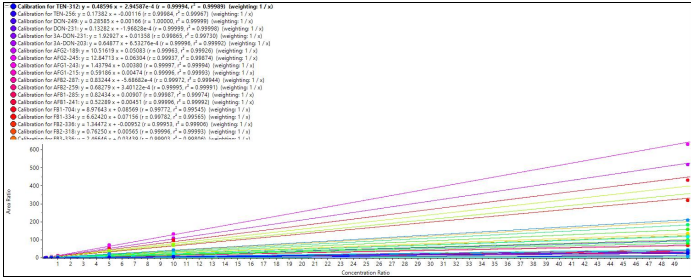


图4. 21种真菌毒素标准曲线

总结

本文使用SCIEX Triple Quad™系统建立了21种真菌毒素的检测方法。该方案契合国标, 通过过正负切换一针进样完成多种真菌毒素的检测分析, 提高检测效率, 且灵敏度完全满足检测需求; 前处理操作简单, 只需液液萃取即可, 体现了SCIEX Turbo V™离子源强大的抗干扰能力。

附表1 5种负离子模式真菌毒素的质谱参数

化合物	母离子 (m/z)	去簇电 压(V)	定量离 子(m/z)	碰撞能 (eV)	定性离 子(m/z)	碰撞能 (eV)
TeA	196.1	-50	139.0	-25	112.2	-31
NIV	311.2	-20	281.0	-13	187.0	-29
ZEN	317.2	-90	175.1	-30	131.3	-36
AOH	257.0	-90	147.0	-43	213.1	-31
AME	271.0	-90	256.0	-30	228.0	-38

化合物	母离子 (m/z)	去簇电 压(V)	定量离 子(m/z)	碰撞能 (eV)	定性离 子(m/z)	碰撞能 (eV)
¹³ C-TeA	206.1	-50	145.0	-25		
¹³ C-NIV	326.1	-67	295.1	-15		
¹³ C-ZEN	335.0	-90	185.2	-30		
¹³ C-AOH	271.0	-227.1	-90	-35		
¹³ C-AME	286	-270.0	-90	-32		

附表2 16种正离子模式真菌毒素的质谱参数

化合物	母离子 (m/z)	去簇电 压(V)	定量离 子(m/z)	碰撞能 (eV)	定性离 子(m/z)	碰撞能 (eV)
AFTG ₂	331.0	80	189.0	54	245.0	40
AFTG ₁	329.1	90	243.3	34	215.0	43
AFTB ₂	315.0	90	287.1	35	259.2	37
AFTB ₁	313.1	90	285.0	30	241.0	47
DON	297.1	40	249.0	15	231.0	16
3-Ac-DON	339.1	40	231.1	17	203.0	18
15-Ac-DON	356.2	40	321.0	19	137.0	23
DON-3-G	476.1	40	297.0	19	249.0	31
T-2	484.1	40	305.1	19	185.0	27
HT-2	442.0	40	263.2	17	215.2	17
FB ₁	722.3	40	352.1	49	334.3	53
FB ₂	706.2	40	336.2	49	354.3	53
FB ₃	706.2	40	336.2	49	354.3	44
OTA	404.1	40	239.1	32	358.1	20
ST	325.1	80	310.0	34	281.0	48
TEN	415.3	90	312.1	26	256.0	40

化合物	母离子 (m/z)	去簇电 压(V)	定量离 子(m/z)	碰撞能 (eV)	定性离 子(m/z)	碰撞能 (eV)
¹³ C-AFTB ₁	330.3	115	301.2	31		
¹³ C-AFTB ₂	332.0	100	303.2	38		
¹³ C-AFTG ₁	346.3	70	257.1	40		
¹³ C-AFTG ₂	348.2	55	259.2	43		
¹³ C-DON	312.2	60	263.2	17		
¹³ C-3Ac-DON	356.3	60	245.2	15		
¹³ C-15-Ac-DON	373.2	40	145.0	23		
¹³ C-DON-3-G	491.4	40	312.1	20		
¹³ C-T-2	508.3	40	322.1	19		
¹³ C-HT-2	464.3	40	278.1	19		
¹³ C-FB ₁	756.3	50	356.4	43		
¹³ C-FB ₂	740.4	50	358.4	53		
¹³ C-FB ₃	740.4	75	358.4	53		
¹³ C-ST	343.3	90	327.0	30		
¹³ C-OTA	424.1	50	250.0	34		
¹³ C-TEN	437.1	90	330.1	28		

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。

© 2025 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. MKT-35895-A

**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

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