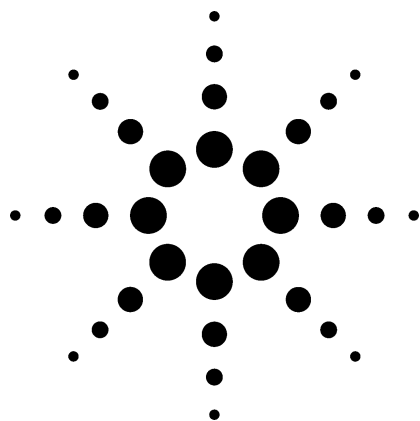


液质联用方法用于烟曲霉毒素的分析



应用简报—食品分析 5968-2124 CHCN

前言

众所周知,镰刀霉菌类常存在于玉米及玉米产品中,产生一种被称之为烟曲霉毒素的霉菌毒素。最常见的是烟曲霉毒素B₁、B₂和B₃,其毒性已被广泛地研究。这些化合物对人类具有致癌的作用。烟曲霉毒素的特征结构是19碳的氨基多羟基烷基长链,其丙烷的三个碳上带有3个羧酸。其异构体B₁、B₂和B₃只是羟基的数量及位置的差别(见图1)。烟曲霉毒素B₂和B₃是同分异构体。

大多数的分析方法只能分析已知烟曲霉毒素中的一个或几个。常规的液相方法需要对氨基进行衍生化才能分析。在此应用文章中,利用Agilent 1100液质联用技术可以直接检测烟曲霉毒素,而无需进行衍生化。

实验条件

Agilent 1100液质系统由二元梯度泵、真空在线脱气机、自动进样器、柱温箱、二极管阵列检测器和质谱仪组成。液质联用采用电喷雾离子源。整个数据采集及数据分析由安捷伦化学工作站完成。

结果和讨论

利用液质的全扫描模式分析较高浓度下的烟曲霉毒素同系物,以得到分子离子峰及特征碎片峰。优化起始条件使得质谱只产生分子离子峰(M+H)⁺,而无明显的碎片离子。通过调节碰撞诱导解离(CID)电压来产生特征碎片离子以进行结构确认。如图2所示,烟曲霉毒素B₂和B₃由于是同分异构体,无法在质谱图上分离,但是在色谱上,可以得到很好的分离。

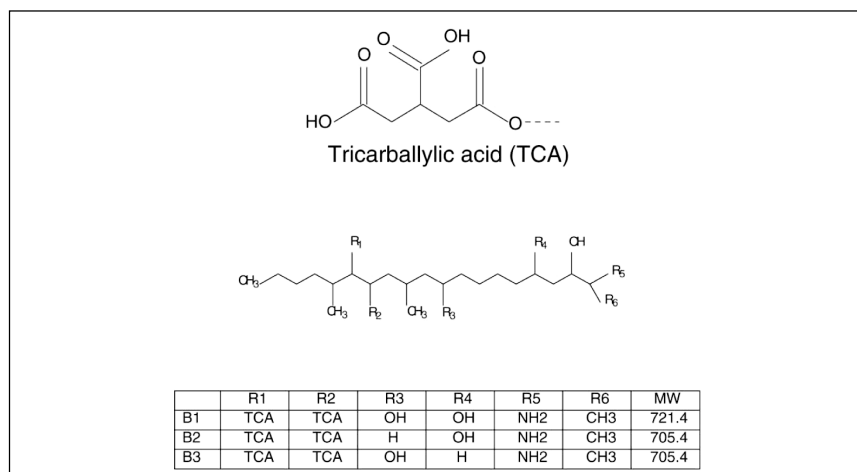


图1. 烟曲霉毒素的结构图



Agilent Technologies

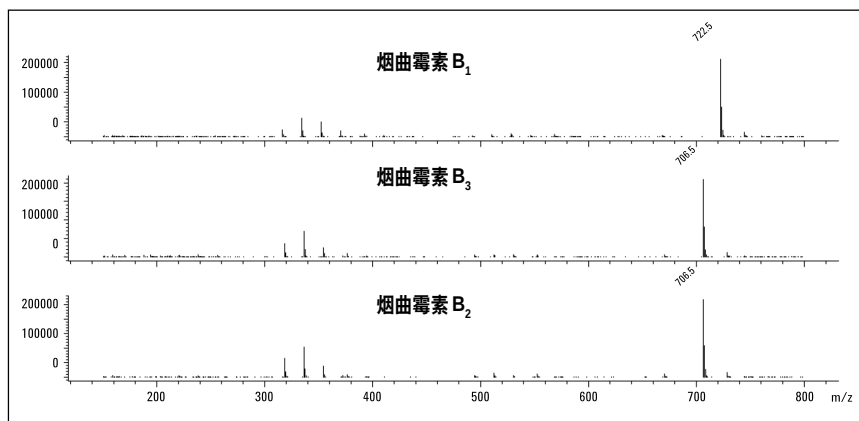


图2. 烟曲霉素同系物的质谱图

图3所示为样品量为25 ng的烟曲霉素的总离子流图，可以看出液质分析具有很好的灵敏度。要更进一步提高检测灵敏度，可用选择离子扫描(SIM)模式。

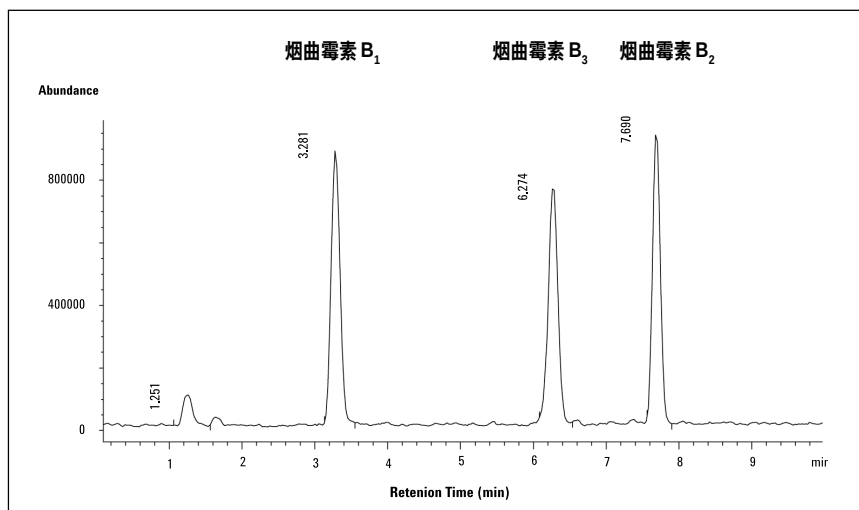


图3. 25 ng 的烟曲霉素的色谱图

液相色谱条件

色谱柱: 150 x 2.1 mm Zorbax Eclipse XDB, C 18, 5 μ m
流动相: A = 5 mM 醋酸铵溶液
pH = 3.0
B = 乙腈
梯度: 开始 33% B
在 8 分钟, 至 60% B
在 9 分钟, 至 33% B
流速: 250 μ l/min
进样量: 5 μ l
柱温: 40°C
二极管阵列: 220 nm, 4 nm
参比 550 nm, 100 nm

质谱条件

离子源: 电喷雾(ESI)
离子化模式: 正离子化(Positive)
毛细管电压(Vcap): 4000 V
雾化气压力(Nebulizer): 30 psig
干燥气流量: 10 L/min
干燥气温度: 350°C
扫描范围: 120-820 amu
步长(Step size): 0.1
峰宽(Peak width): 0.15 min
时间过滤器: On
碰撞电压(Fragmentor): 可变 230 V(100-680 amu)
100 V(380-800 amu)

图 4 所示为 250 pg 的烟曲霉素添加在玉米萃取物基质中的萃取离子流图。质谱图选取了分子离子峰和特征碎片峰以增加定性的可信度及定量的准确度。

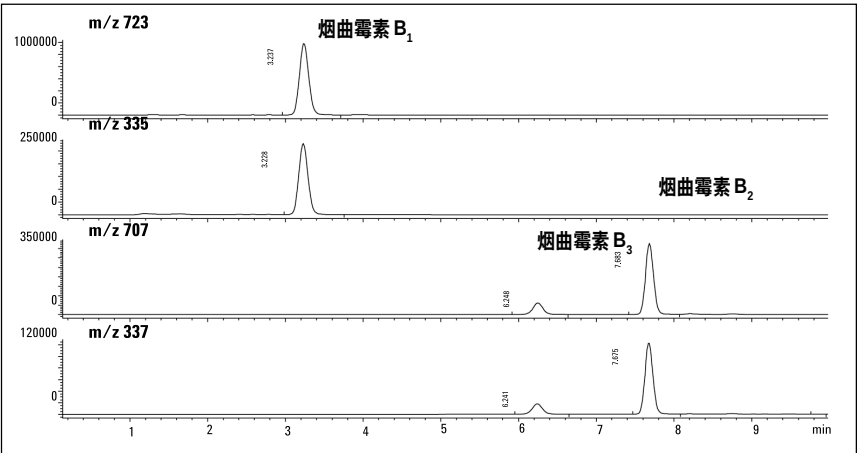


图 4. 添加内标的玉米萃取基质中的烟曲霉毒素的分子离子及特征碎片离子的选择离子扫描图

液相色谱条件	
色谱柱:	150 x 2.1 mm Zorbax Eclipse XDB, C 18, 5 μm
流动相:	A = 5 mM 醋酸铵溶液 pH = 3.0 B = 乙腈
梯度:	开始 33% B 在 8 分钟, 至 60% B 在 9 分钟, 至 33% B
流速:	250 μl/min
进样量:	5 μl
柱温:	40°C
二极管阵列:	220 nm, 4 nm 参比 550 nm, 100 nm
质谱条件	
离子源:	电喷雾(ESI)
离子化模式:	正离子化(Positive)
毛细管电压(Vcap):	4000 V
雾化气压力(Nebulizer):	30 psig
干燥气流量:	10 L/min
干燥气温度:	350°C
选择离子扫描:	at 0 min, 334.4, 352.4, 370.4, 722.5 at 5 min 336.4, 354.4, 706.5
步长(Step size):	0.1
峰宽(Peak width):	0.15 min
时间过滤器:	On
碰撞电压(Fragmentor):	可变 230 V(334.5, 352.4, 370.4) 100 V(706.5, 722.5)

结论

Agilent 1100液质联用系统可以检测极低浓度下的烟曲霉素，而且样品无需衍生化。利用质谱图，可以分析复杂基体中的烟曲霉素，如玉米萃取物，其选择性及灵敏度都很高。

安捷伦科技公司对本材料可能存在的错误或与装置、性能及材料使用有关内容而带来的意外伤害和问题不负任何责任。

本资料中的信息，如有改变，恕不另行通知。

安捷伦科技公司版权所有®，2001

2001 月 10 月中国印刷
出版号：5968-2124CHCN

