

食品中伏马毒素的 UPLC-MS\MS 测定 (Copure® 伏马毒素免疫亲和柱)

《GB 5009.240-2016 食品安全国家标准 食品中伏马毒素的测定》

一、样品提取

准确称取经粉碎的玉米样品 5.0 g(精确至 0.01g) 于 50mL 离心管中, 加入 20ml 乙腈 / 水溶液 (50:50,v/v), 涡旋 20 min, 超声振荡 10 min,4000 r/min 离 8 min, 移取 8 mL 上清液, 加入 22mL 吐温 -20/PBS 溶液, 混合均匀后, 经玻璃纤维滤纸过滤。

二、样品净化

准确移取上述滤液 15 mL 过免疫亲和柱 (货号:), 流速控制在 1 ~ 2 滴 / 秒, 用 10 mL PBS 缓冲液淋洗免疫亲和柱, 弃去全部流出液, 抽干小柱。用 2 mL 甲醇 - 乙酸溶液 (98+2) 进行洗脱, 关阀门静置 2-3 min 再收集流出液。将收集的洗脱液于 45℃氮吹至近干, 加 2 mL 30% 乙腈水溶解残渣。涡旋 30 s, 过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、仪器条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)
色谱柱: CommaSil® ODS (2.1 mm×100 mm, 3 μm)
流动相: A: 水 (0.1% 甲酸)
 B: 乙腈 (0.1% 甲酸)
洗脱方式: 梯度洗脱, 见表 1

表 1 梯度洗脱程序

时间 /min	A/%	B/%
0	70	30
0.50	70	30
4.00	40	60
4.50	0	100
4.80	0	100
5.10	70	30

流速: 0.35 mL/min 柱温: 30℃ 进样量: 8 μL

质谱条件

离子源: HESI 电喷雾电压: 3500 V
鞘气压力: 38 arb 辅气压力: 8 arb
离子传输管: 300℃ 辅气温度: 350℃

表 2 组分名称、保留时间及特征离子一览表 (* 为定量离子)

名称	保留时间 /min	母离子	子离子
FB2	2.97	706	336.26*, 318.28
FB3	2.63	706	336.26*, 318.28

四、实验结果

表 3 食品中伏马毒素加标回收实验结果

目标物	加标浓度 μg/kg	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3		
FB2	80.0	97.5	97.5	102	99.0	2.60
FB3	80.0	89.5	91.4	100	93.6	5.59

标曲配制: 用初始流动相配制

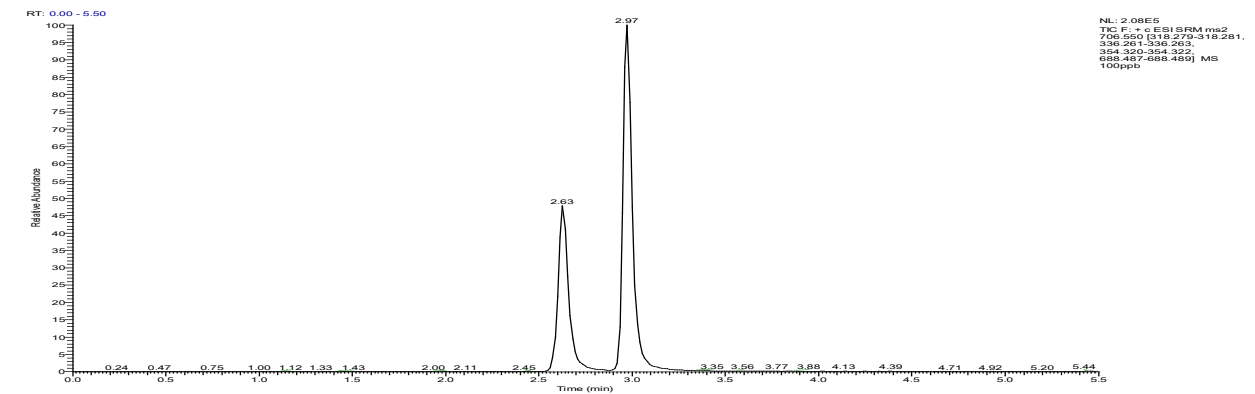


图 1 添加水平为 80 μg/kg 的伏马毒素色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFT2103	Copure® 伏马毒素免疫亲和柱, 3 mL	50 支 / 盒
CS215018ODS	CommaSil® ODS 色谱柱, 2.1 mm×100mm, 3 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/ 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒