

Application News

No. C104

LC/MS
Liquid Chromatography Mass Spectrometry

使用三重四极杆 LC/MS/MS 测定腹泻性贝毒

Analysis of Diarrhetic Shellfish Toxin Using Triple Quadrupole LC/MS/MS [LCMS-8050]

日本厚生劳动省于 1980 年 7 月规定，将小白鼠生物检测法（Mouse Bioassay，以下简称为 MBA 法）作为检测腹泻性贝毒（Diarrhetic Shellfish Toxin）的法定方法，并且还规定了允许暴露值（每克可食部分的含量为 0.05 MU*）。对于超过此允许暴露值的贝类，根据日本食品卫生法第 6 条第 2 号的规定，将禁止销售。

从 1980 后仪器技术取得了长足发展，MBA 方法的灵敏度与准确性远不如目前用的高准确、高灵敏度的液相色谱-质谱分析仪器法。整个欧盟于 2015 年 1 月将用仪器分析法取代 MBA 法来测试 DST。

基于这种国际趋势下，日本厚生劳动省正在考虑建立一种仪器分析法，并设定新的参考值以适用于仪器分析法；还有国际食品法典标准中冈田酸的介绍（OA，参考资料 1）。

表 1 国际食品法典标准
CODEX STAN 292-2008

	允许暴露值
OA 群（OA 及 DTX 群）	0.16 mg OA 当量/kg 可食部分

图 1 为使用 LC/MS/MS 法对冈田酸（OA）、鳍藻毒素-1（DTX1）、扇贝毒素群（PTX1、2、6）和虾夷扇贝毒素-1（YTX1）进行高灵敏度分析的结果。由图可知，可对各成分进行高效分离。

图 2 为 OA 的标准样品色谱图（MRM）；图 3 为 DTX1 的标准样品色谱图（MRM）。

* 小白鼠食用 20 g 可食部分后，24 小时以内 3 只老鼠中有 2 只以上死亡的毒量。

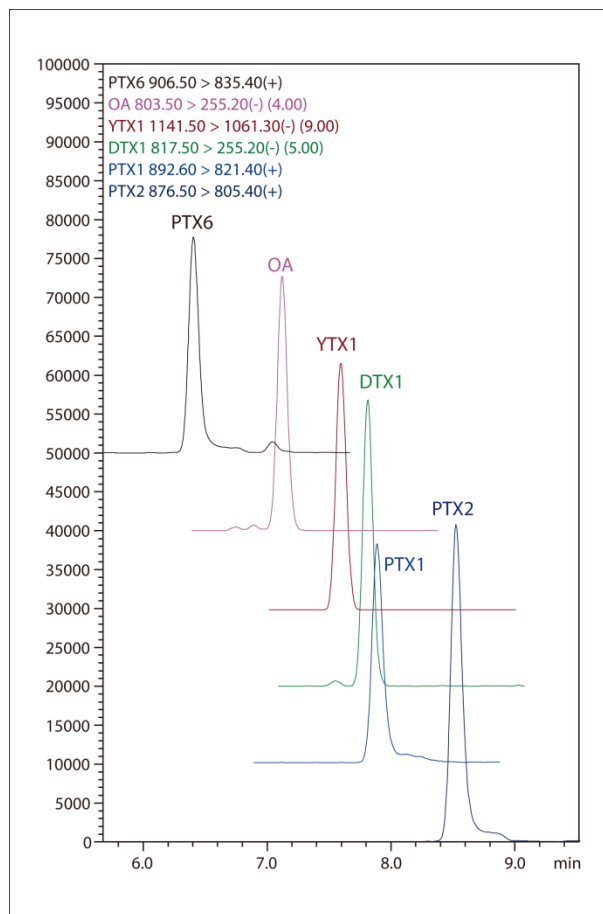


图 1 腹泻性贝毒标准溶液（各 1 ng/mL）的 MRM 色谱图
MRM Chromatograms of Diarrhetic Shellfish Toxin (1 ng/mL)

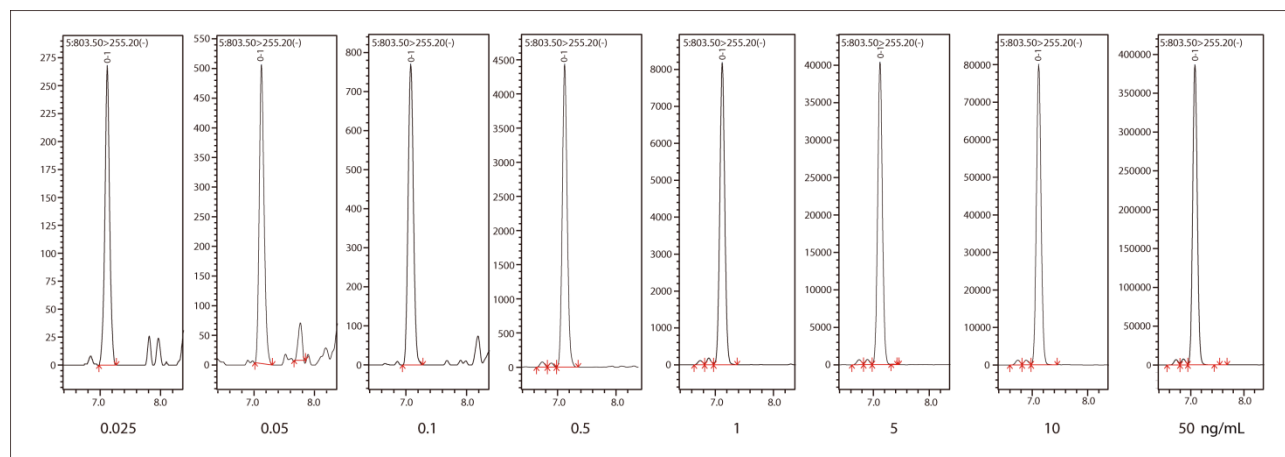


图 2 冈田酸（OA）的 MRM 色谱图
MRM Chromatograms of Okadaic Acid (OA)

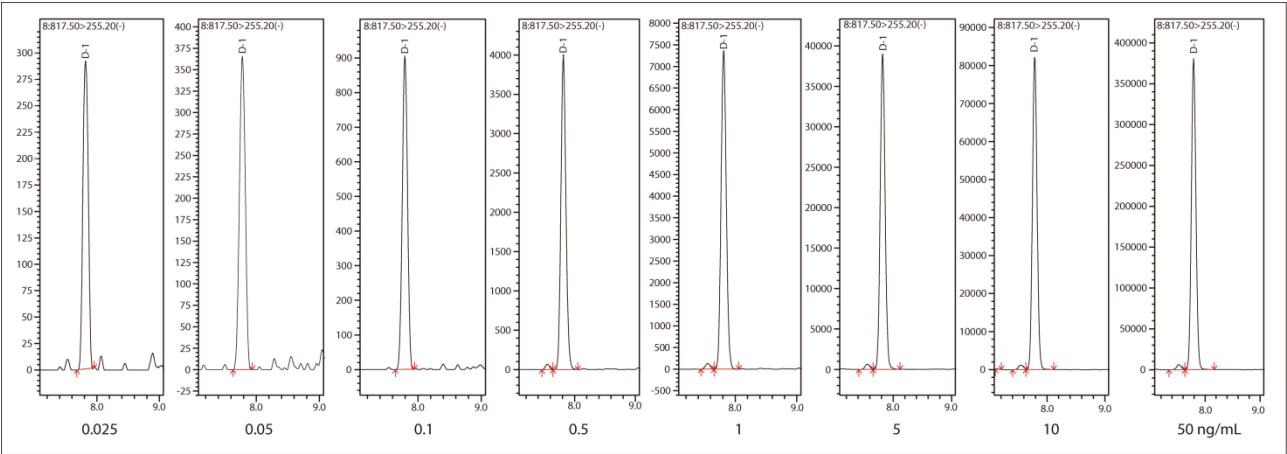


图3 鳍藻毒素-1 (DTX1) 的MRM 色谱图
MRM Chromatograms of Dinophysistoxin1 (DTX1)

图4 为OA 和 DTX1 的标准曲线。由图可知,回归系数为 0.9999 以上,表示线性良好。其他 4 种成分也得到了类似的线性。

综上所述,使用 LC/MS/MS 可以对贝毒进行高灵敏度高精度分析,这是非常有效的分析方法。今后有望成为主要的分析方法以替代当前的 MBA 法。

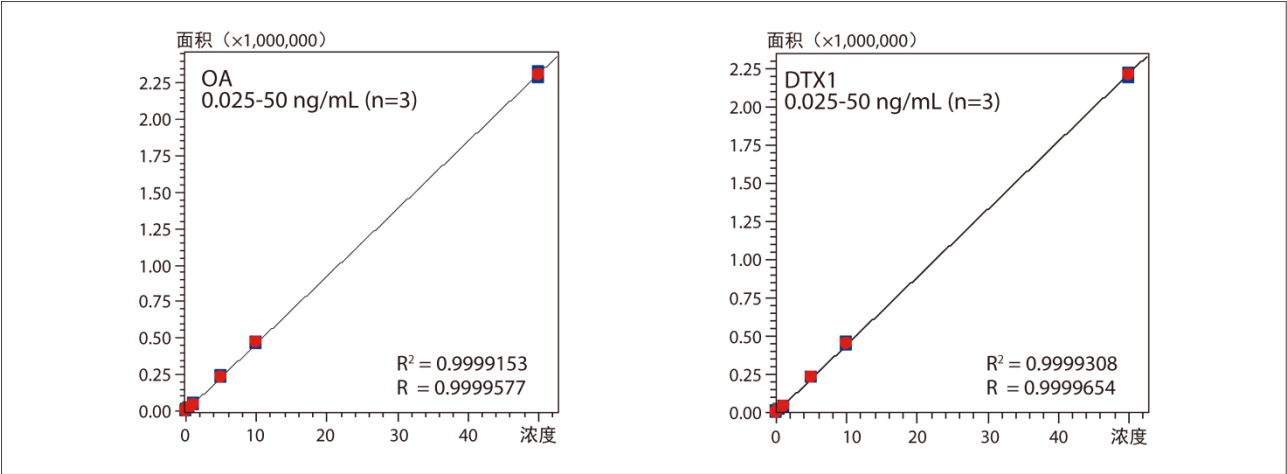


图4 冈田酸和鳍藻毒素-1 的标准曲线
Calibration Curves of OA and DTX1

表2 分析条件
Analytical Conditions

色谱柱	: InertSustain C8 (50 mm L. × 2.1 mm I.D., 3 μm)
流动相	: A 2 mmol/L 甲酸铵 - 水 (用氨水将 pH 值调整为 8.5) : B 甲醇
时间程序	: 20 %B (0 min) – 100 %B (10 min) – 20 %B (10.01 min) – STOP (15 min)
流速	: 0.2 mL/min
柱温	: 40 °C
进样体积	: 10 μL
离子源电压	: +4.0 kV/-3.0 kV (ESI-正离子/负离子模式)
DL 温度	: 200 °C
加热模块温度	: 400 °C
接口温度	: 350 °C
雾化气流速	: 3 L/min
干燥气流速	: 10 L/min
加热气流速	: 10 L/min
MRM 离子对	: (+) PTX6 906.50 > 835.40, PTX1 892.60 > 821.40, PTX2 876.50 > 805.40 : (-) OA 803.50 > 255.20, YTX1 1141.50 > 1061.30, DTX1 817.50 > 255.20

腹泻性贝毒标准样品由日本独立行政法人水产综合研究中心中央水产研究所的铃木敏之博士提供。

引用资料 1: 2014 年 7 月日本食品安全委员会《自然毒评价书 双壳贝类中的冈田酸群》
<http://www.fsc.go.jp/fscis/evaluationDocument/list?itemCategory=009>



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:
* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2015 年 4 月