

食品中T-2毒素的UPLC-MS-MS测定《GB 5009.118-2016 食品中T-2毒素的测定》

一、样品提取

大米: 称取经粉碎的大米样品 10.0 g, 加入 40 mL 80% 甲醇水, 涡旋 10 min, 8000 r/min 离心 5 min, 移取 10 mL 上清液加 40 mL 水稀释, 经玻璃纤维滤纸过滤至澄清, 滤液备用。

酱油: 称取 10.0 g 酱油, 用甲醇定容至 20 mL, 涡旋提取 10 min, 8000 r/min 离心 5 min, 移取 10 mL 上清液加 40 mL 水稀释混匀, 经玻璃纤维滤纸过滤至澄清, 滤液备用。

红酒: 称取 20.0 g 红酒于 50 mL 离心管中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 8000 r/min 离心 5 min, 移取 10 mL 上清液加 40 mL 水稀释混匀, 经玻璃纤维滤纸过滤至澄清, 滤液备用。

二、样品净化

免疫亲和柱上接 20 mL 上样器, 准确移取上述滤液 10 mL 加入上样器中, 重力作用下待其自然流尽, 然后加入 10 mL 水淋洗, 弃去全部流出液, 抽干小柱。用 2 mL 甲醇进行洗脱, 收集流出液。整个过程控制流速不要超过 1 秒/滴。将收集的洗脱液于 40°C 氮吹至近干, 加 1 mL 70% 乙腈水涡旋混匀, 过 0.22 μm 尼龙滤膜供上机测试。

三、仪器条件

色谱条件

仪器: UPLC-MS/MS (Thermo Fisher TQS Endura)

色谱柱: CommaSil® ODS (2.1 mm×50 mm, 1.8 μm)

流动相: A: 水 (0.1% 甲酸) B: 乙腈

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
2.3	30	70
4.0	30	70
4.20	0	100
4.80	0	100
5.00	70	30

流速: 0.35 mL/min

柱温: 30°C

进样量: 2 μL

质谱条件

离子源: HESI

电喷雾电压: 3500V

鞘气压力: 38 arb

辅气压力: 8arb

离子传输管: 300°C

辅气温度: 350°C

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
T-2 毒素	2.05	489.1	245.083*, 387.155

五、实验结果

表 3 食品中 T-2 毒素加标回收实验结果

目标物	添加水平 (μg/kg)	回收率 (%)			平均回收率 (%)	RSD (%)
		1	2	3		
大米	20	99.98	98.75	98.06	98.93	1.0
酱油	20	102.58	99.44	97.56	99.86	2.5
红酒	10	101.08	95.11	95.65	97.28	3.4

标曲配制: 直接采用 70% 乙腈水溶液配制。

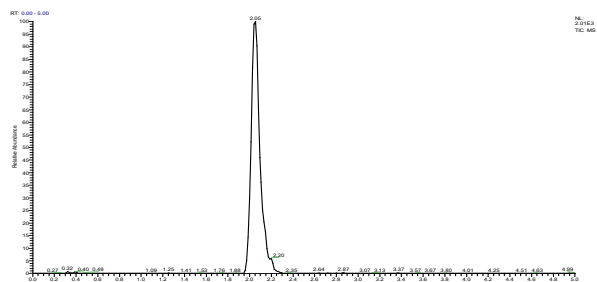


图 1 添加水平 20 μg/L 的 T-2 毒素检测色谱图

订购信息

货号	描述	包装
COAFT2103	Copure® T-2 毒素免疫亲和柱, 3 mL	50 支 / 盒
CS2150180DS	CommaSil® ODS 色谱柱, 2.1 mm×50 mm, 1.8 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙 /φ13 mm/0.22 μm/ 有机系	100 个 / 盒
MF047-22-MCE	MCE/φ47 mm/0.45 μm/ 水系	200 片 / 盒
MF047-22-NL	NL 滤膜, 直径 47 mm, 孔径 0.22 μm, 水系	200 片 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 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