

SCIEX Triple Quad™液质联用系统对水产品及其制品中河豚毒素的测定

Determination of tetrodotoxin in aquatic products by SCIEX Triple Quad™ system

张景然¹, 张小刚¹, 陈玉锟¹, 孙小杰¹, 刘冰洁¹, 郭立海¹

Zhang Jingran, Zhang Xiaogang, Chen Yukun, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai

¹ SCIEX应用技术中心, 北京;

Keywords: 水产品, 河豚毒素, Triple Quad液质联用系统

前言

河豚毒素 (tetrodotoxin, TTX) 是一种具有强烈毒性和稳定化学性质的非蛋白质神经毒素, 主要分布于河豚鱼等水产品之中。河豚毒素在河豚鱼各部位的分布不尽相同, 通常肌肉组织中不含河豚毒素。然而, 在河豚鱼死亡后, 内脏中的毒素可能渗透至肌肉组织, 从而使鱼肉中也含有少量毒素。水产品中河豚毒素的检测主要遵循《食品安全国家标准 水产品中河豚毒素的测定》(GB5009.206-2016)。该标准规定了四种检测方法, 包括小鼠生物法 (第一法)、液相色谱-串联质谱法 (第二法)、液相色谱-荧光检测法 (第三法) 及酶联免疫吸附法 (第四法)。其中, 液相色谱-串联质谱法以其高灵敏度、广泛适用性及无需衍生化的优点而备受瞩目。

本研究基于SCIEX Triple Quad液质联用系统, 建立了水产品中河豚毒素的高效检测方案。该方案具备以下特点:

1. 高灵敏度, 河豚毒素的定量限低于现行标准要求;
2. 稳定性良好, 河豚毒素的线性关系优良, 相关系数大于0.995。

前处理方法

参照《食品安全国家标准 水产品中河豚毒素的测定》(GB5009.206-2016) 中第二法的前处理方法, 对水产品样品进行提取和净化。

液相方法

色谱柱: Phenomenex Kinetex HILIC (2.1 × 100 mm, 2.6 μm);

流动相A: 10mM甲酸铵的水溶液 (含0.01%甲酸);

流动相B: 乙腈;

流速: 0.4 mL/min;

柱温: 40°C;

表1. 流动相梯度程序

时间 (min)	A (%)	B (%)
0	20	80
1	50	50
4	50	50
4.1	20	80
6	20	80

质谱方法

质谱型号: SCIEX Triple Quad液质联用系统;

离子源: ESI源, 正模式;

离子源参数:

IS电压: 1500V

气帘气: 25psi

雾化气GS1: 45psi

辅助气GS2: 55psi

源温度TEM: 650°C

碰撞气CAD: Medium

表2. 化合物MRM方法

Q1	Q3	TIME, min	ID	DP	EP	CE	CXP
320.1	302.1	1.69	TTX-1	115	10	34	12
320.1	162	1.69	TTX-2	115	10	52	4

结果与讨论

1. 标准品和样品溶剂的选择

河豚毒素在水及无水乙醇中微溶，几乎不溶于其他有机溶剂，但易溶于稀酸水溶液。在本实验中，分别采用了乙腈-水（1+1）与乙腈-0.6%乙酸水（1+1）作为稀释剂，以配制标准溶液。实验成果表明，在即配即用的情况下，两种稀释剂对标准溶液的影响并无显著差异。然而，随着保存时间的延长，由乙腈-水（1+1）配制的标准溶液呈现出响应降低、色谱峰拖尾，甚至出现新的杂质峰（如图1）等现象。因此，建议在实验过程中采用乙腈-0.6%乙酸水（1+1）作为标准品及样品的溶剂。

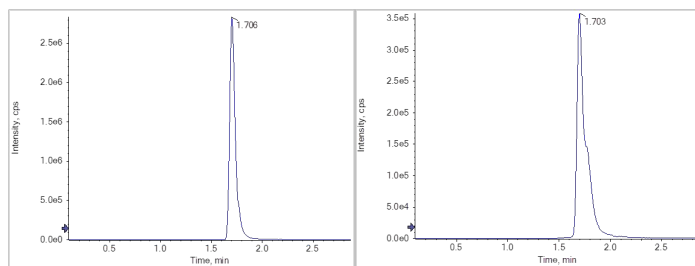


图1. 河豚毒素典型色谱图（左：稀释剂为乙腈-0.6%乙酸水（1+1）；右：乙腈-水（1+1））

2. 液相色谱柱的选择

河豚毒素具有较大的极性，在常规C18液相色谱柱上的保留能力较弱，因此需采用HILIC模式进行检测。本研究对Kinetex HILIC与BEH Amide两种HILIC保留模式色谱柱进行了对比分析。实验结果显示，在相同色谱条件下，Kinetex HILIC对河豚毒素的响应水平优于BEH Amide（见图2）。因此，本实验选择Kinetex HILIC作为分析色谱柱。

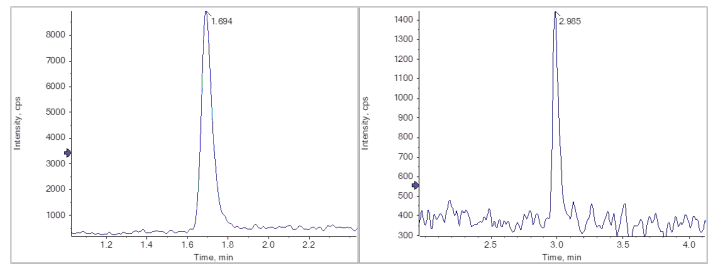


图2. 河豚毒素典型色谱图（左：Kinetex HILIC；右：BEH Amide）

3. 河豚毒素线性关系和稳定性

采用乙腈-0.6%乙酸水（1+1）配制河豚毒素的系列标准曲线，结果显示河豚毒素线性关系良好，相关系数大于0.999，连续进样6针，峰面积RSD小于2%。

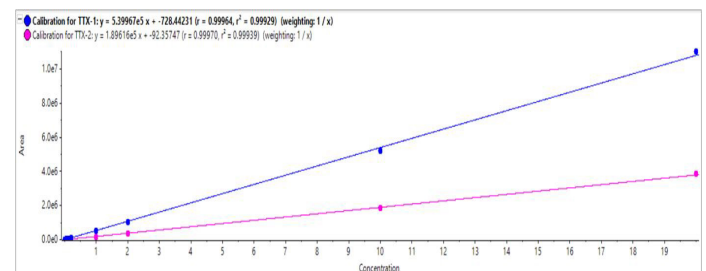


图3. 河豚毒素线性方程及相关系数

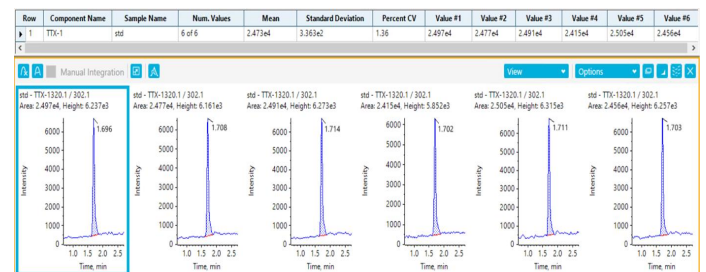


图3. 河豚毒素稳定性结果（n=6）

总结

本实验采用SCIEX Triple Quad液质联用系统，建立了水产品中河豚毒素的快速检测方法，方法灵敏度高，稳定性好，满足水产品中河豚毒素的检测需求。

参考文献

- [1] 《食品安全国家标准 水产品中河豚毒素的测定》
(GB5009.206-2016)

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. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2024 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15894-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5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](#)