

Application News

No. B102

探针电喷雾电离质谱仪

用 DPiMS™-8060 直接快速分析河豚含有的河豚毒素

河豚（河豚鱼）长期以来一直是日本人熟悉的优质食用鱼，现如今在其它国家/地区也有食用。尽管大家已经认识到河豚的某些部分和种类含有致命的河豚毒素（TTX，也称为“河豚毒”），但是由于控制不良，河豚中毒事件频频发生。

对于食品卫生和质量控制机构，以及高度注意食品安全的广大消费者而言，都迫切需要开发一种快速方便检测河豚毒素 TTX 的方法。

本文介绍了一种使用岛津新型 DPiMS-8060 质谱仪（图 1）的快速 TTX 分析方法，这种方法结合了探针电喷雾电离技术（PESI）和串联质谱仪。另外，还介绍了一种无需预处理直接快速分析河豚 TTX 的方法。这种方法不仅适用于分析有毒河豚（广为人知含有 TTX 的河豚）的肝脏和卵巢，也适用于可能含有 TTX 的皮肤和肌肉（取决于种类）。

T. Murata

■ 测量河豚毒素标样

用 50% 乙醇溶液溶解来自河豚的河豚毒素（富士胶片和光纯药株式会社）标样，取 10 μL 样液至 DPiMS-8060 的专用液体样品板中并进行测定。

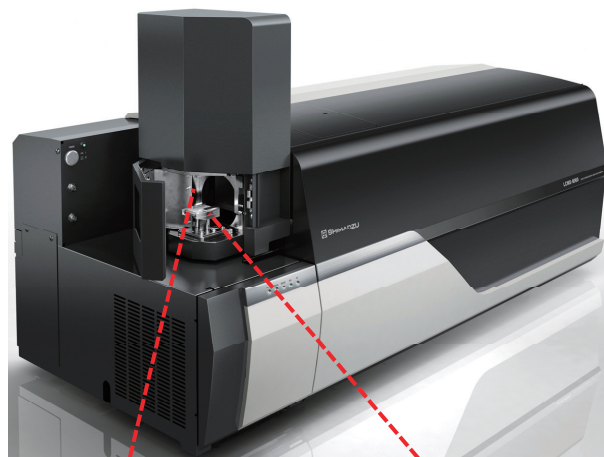
开展产物离子扫描，并设置表 1 所示的条件，确认 TTX 的特征性碎片离子 m/z 162.1 的条件（图 2）。通过产物离子扫描获得的结果列于图 3 中。

制备 1、5、25、50、100 和 300 ng/mL 的 TTX 标样。在 MRM（多反应监测）条件下测量样品，并绘制校准曲线。

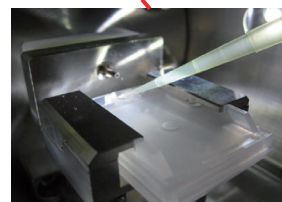
根据校准曲线结果，计算 DPiMS-8060 分析 TTX 的检测限和定量下限。校准曲线和检出限、定量限列于图 4。

表 1 DPiMS-8060 的 TTX 分析条件

碰撞能量	: -30 V
MRM 通道	: m/z : 320.2 > 162.1 (将质子加合物作为前体离子进行监测。)
触发事件: 产物扫描范围	: m/z : 100-370
离子扫描质谱仪范围	
扫描速度	: 5,000 u/sec
事件时间	: 0.06 秒
脱溶剂化管温度	: 250 °C
加热块	: 50 °C
极性	: 正离子
采集时间	: 0.5 min



探针（尖端直径为 700 nm）



液体的样品板

图 1 DPiMS™-8060

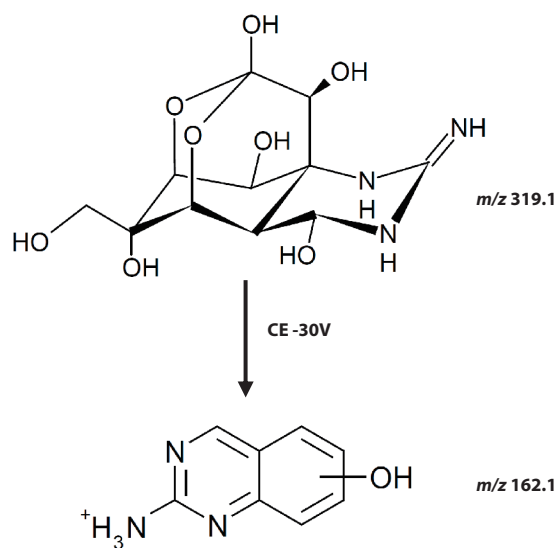


图 2 TTX 和碎片离子

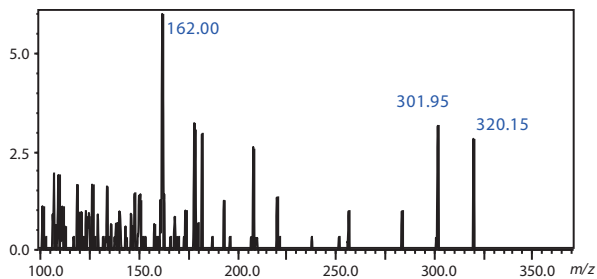


图3 TTX 标样的离子产物扫描

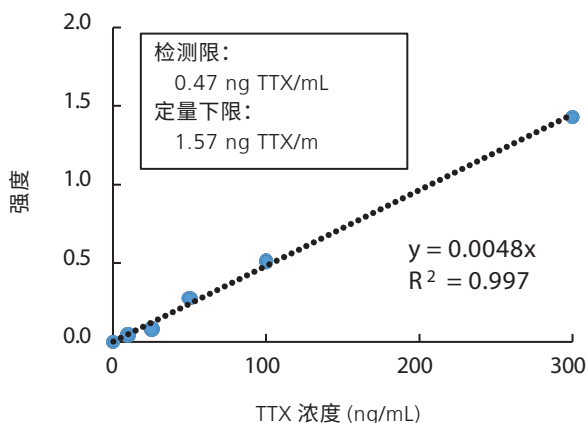


图4 TTX 标样的校准曲线

* 此处列出的值为参考值，而非保证值。

河豚 TTX 的检测

从斑点东方豚（网斑河鲀，图5）的肌肉、皮肤、肝脏和卵巢分别取约3 mm的正方形实际样品，斑点东方豚是一种有毒河豚。将样品插入 DPiMS-8060 的专用生物样品板中，并在顶部滴入 35 μ L 的 50% 乙醇溶液作为电离促进剂，并进行产物离子扫描。结果见图6。从所有组织中均检测到 TTX 的碎片离子。另外，取决于部位，还可以看到检测灵敏度存在差异，这表明使用 DPiMS-8060 无需预处理即可简单地测量有毒河豚各个部位所含 TTX 浓度的大小。



图5 斑点东方豚

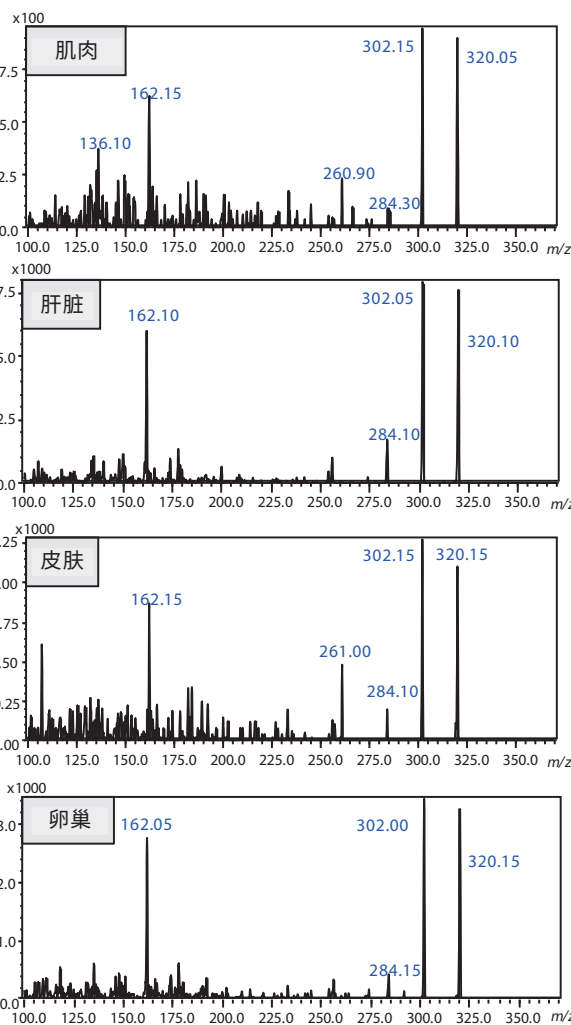


图6 有毒河豚（斑点东方豚）各个部位的产物离子扫描

结论

根据对河豚毒素（TTX，为河豚鱼组织中含有的致命有毒成分）标样的分析，证明使用岛津 DPiMS-8060 可以简单、高灵敏度地对 TTX 进行质谱分析，而用传统 LCMS 方法分析这种高极性成分通常较复杂，例如，需要预处理样品。

另外，DPiMS-8060 无需预处理即可快速简便地检测河豚组织中的 TTX。表明 DPiMS-8060 在保护食品安全检查领域可成为一种有效的分析方法。

< 鸣谢 >

本文使用的样品由新泻食料农业大学的 Yuji Nagashima 教授提供。我们对给予的合作深表感谢！

岛津应用云



DPiMS 是岛津制作所在日本和 / 或其他国家的商标。



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：2019 年 1 月