

«LCMS-8030» - LC-MS/MS УЛЬТРАБЫСТРЫЙ АНАЛИЗ МИКОТОКСИНОВ ПРИ НЕЦЕЛЕВОМ СКРИНИНГЕ

*Jeffrey H. Dahl, Shannon L. Cook, Rachel A. Lieberman, and Christopher Gilles
Шимадзу Саентифик Инструментс, Колумбия, Мэрилэнд, США*

ВВЕДЕНИЕ.

Микотоксины – токсичные продукты жизнедеятельности микроскопических (плесневых) грибов, могут образовываться во многих пищевых продуктах при хранении. Одним из лучших инструментов для контроля содержания микотоксинов в продуктах питания является комбинация сверхбыстрой жидкостной хроматографии с масс-спектрометрией в режиме МС-МС. Такой комплекс обеспечивает наилучшее сочетание чувствительности, селективности и скорости определения соединений этого класса.

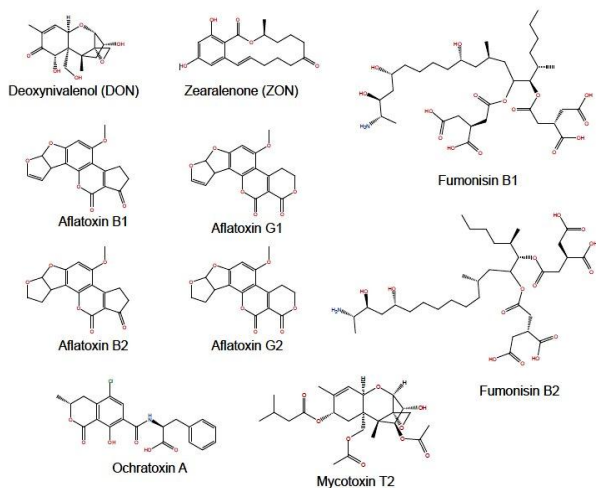


Рис. 1. Структура микотоксинов

Кроме известных на данный момент микотоксинов в продукты могут попасть еще многие опасные химические соединения, однако, их присутствие может остаться незамеченным, если для детектирования используются только режим MRM. Разработан чрезвычайно быстрый и надежный метод детекции микотоксинов в пище, который также подходит для скрининга широкого спектра ядовитых соединений.

МЕТОДЫ.

Использовали стандарты для каждого микотоксина. MRM-каналы были оптимизированы для каждого соединения в (+) и (-) модах (режим переключения полярности).

Режим разделения:

колонка Shimadzu Shim-pack XR-ODS III UHPLC (2.0 × 50 мм, 1.6 мкм); скорость потока элюента 0.4 мл/мин; температура 50 °С; бинарный градиент 5-мМ формиата аммония и метанола. Референсные образцы кукурузы и пшеницы (твёрдофазная экстракция, ТФЭ), а также овсяной

крупы (экстракция) с известным содержанием различных микотоксинов были измерены с помощью LC-MS-MS. В образцы был также добавлен пестицид бромацил для демонстрации возможности нецелевого скрининга по совпадению спектральных паттернов.

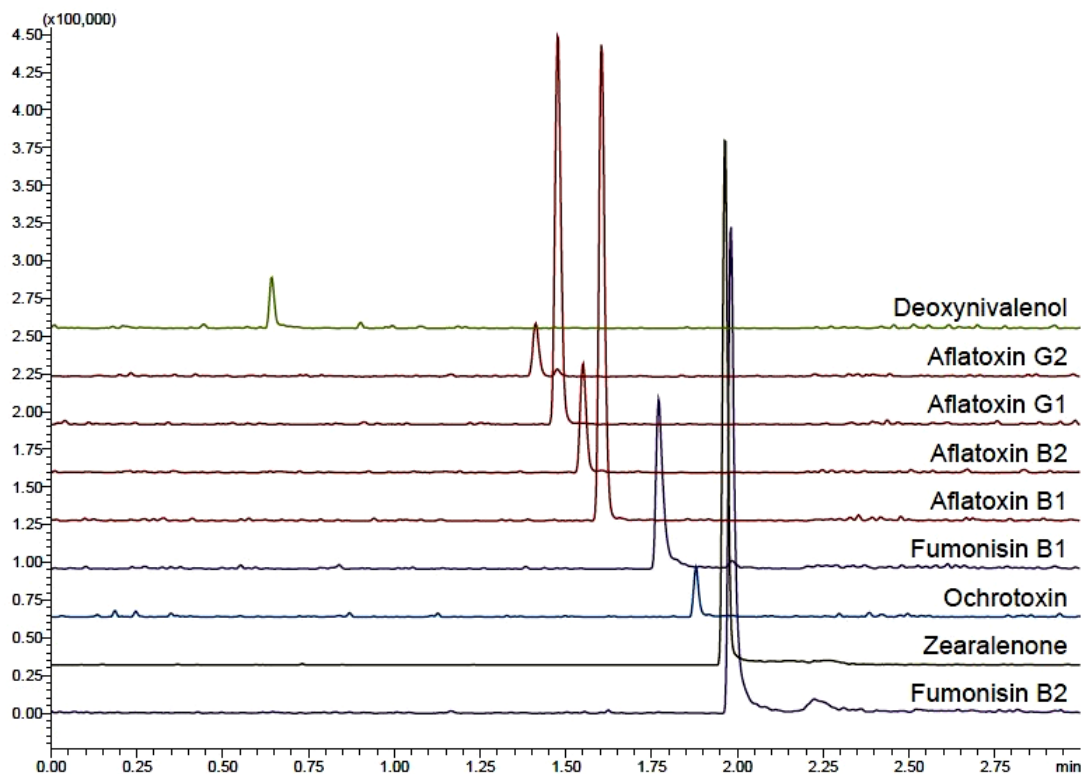


Рис. 2. Масс-спектрограммы микотоксинов. Время анализа не превышает трех минут

Табл. 1. Результаты анализов круп на содержание микотоксинов

Токсин	Крупа	Измеренная концентрация, ppb	Ожидаемое значение, ppb
Афлатоксин В1	Кукуруза	149.5	103.3
		5.7	4.2
		24.6	13.8
		27.7	18.8
	Овсяная крупа	26.7	26.0
		11.9	15.0
Афлатоксин В2	Кукуруза	13.4	7.2
		1.8	0.8
		1.9	0.9
	Овсяная крупа	7.6	7.8
		3.4	4.5
Афлатоксин G1	Кукуруза	4.6	2.5
	Овсяная крупа	25.4	26.0
		11.1	15.0
Афлатоксин G2	Кукуруза	н.д.	0
	Овсяная крупа	7.3	7.8
		3.9	4.5



Элемент

генеральный дистрибьютор



SHIMADZU

620075 г. Екатеринбург,
ул. Бажова, 68
т/ф (343) 278-34-64
e-mail: element@usp.ru

634028 г. Томск,
пр. Ленина, 1, оф. 404
т/ф (3822) 41-11-04
e-mail: tomsk@element.utk.ru

117105 г. Москва, Варшавское
ш., 1, стр.6 БЦ "W Plaza 2"
т/ф (495) 514-00-48
e-mail: msc@element.utk.ru

630007 г. Новосибирск,
ул. Октябрьская, 42, оф.225/3
т/ф (383) 20-20-726
e-mail: shim_ns@element.utk.ru

Зераленон	Кукуруза	203.3	352.0
		112.5	105.5
		693.9	1014.7
	Овсяная крупа	1252.8	1295.9
		91.2	40.0
		118.3	75.0
Охратоксин	Кукуруза	86.3	64.5
		45.5	61.9
		76.5	64.5
Дезоксиниваленол	Пшеница	903.9	500.0
		3271.8	5100.0
		1788.9	2500.0
		1267.	2 500.0
		5707.4	6200.0
		6245.9	5100.0
Микотоксин Т-2	Кукуруза	265.6	263.7
		284.7	252.5
Фумонизин В-1	Кукуруза	616.8	900.0
		894.8	900.0
		5268.6	28300.0
		7669.4	6760.0
		33398.4	28300.0
		3185.0	2700.0
Фумонизин В-2	Кукуруза	209.0	300.0
		282.4	300.0
		1550.9	7100.0
		2167.6	1850.0
		8436.9	7100.0
		822.6	700.0

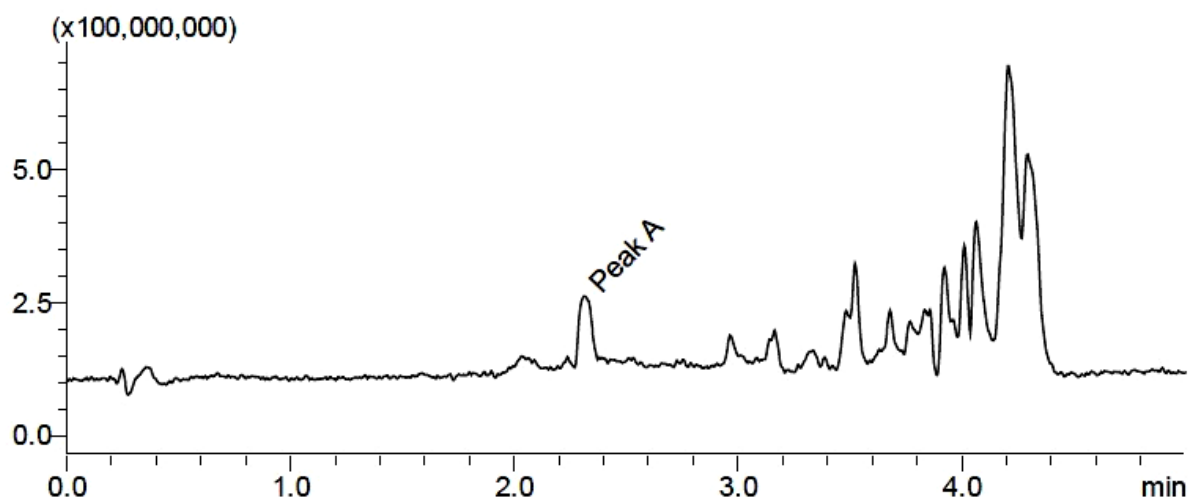


Рис. 3. Хроматограмма полного ионного тока при анализе образца кукурузы. Пик А (2.25 мин.) выбран автоматически для ситуативного (data-dependent) анализа в режиме МС-МС



Элемент

генеральный дистрибьютор



SHIMADZU

620075 г. Екатеринбург,

ул. Бажова, 68

т/ф (343) 278-34-64

e-mail: element@usp.ru

634028 г. Томск,

пр. Ленина, 1, оф. 404

т/ф (3822) 41-11-04

e-mail: tomsk@element.utk.ru

117105 г. Москва,

Варшавское ш., 1, стр.6 БЦ "W Plaza 2"

т/ф (495) 514-00-48

e-mail: msc@element.utk.ru

630007 г. Новосибирск,

ул. Октябрьская, 42, оф.225/3

т/ф (383) 20-20-726

e-mail: shim_ns@element.utk.ru

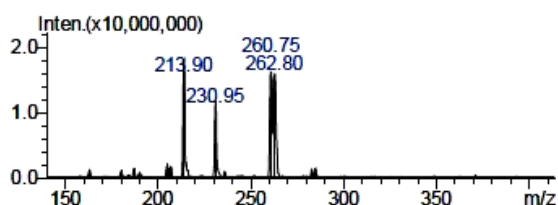


Рис. 4. Сканирование пика А в режиме ESI+, скорость сканирования 15000 АЕМ/с (33 мс)

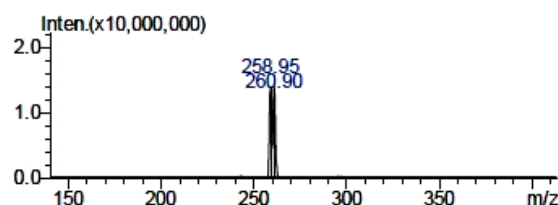


Рис. 5. Сканирование пика А в режиме ESI-, скорость сканирования 15000 АЕМ/с (33 мс)

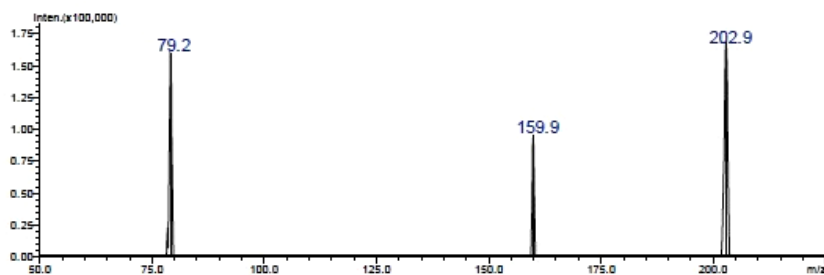


Рис. 6. Сканирование дочерних фрагментов иона m/z 258.95 в режиме ESI- на скорости 15,000 АЕМ/с (38 мс)

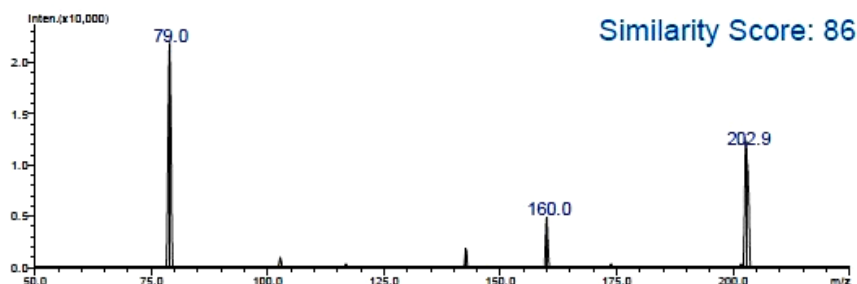


Рис. 6. Масс-спектр продуктов распада бромацила в режиме ESI- из библиотеки **Tandem MS Library**

РЕЗУЛЬТАТЫ.

Экспериментальные данные для каждого из анализируемых микотоксинов приведены в табл. 1. Метод быстрой хроматографии с масс-спектрометрической детекцией позволяет проанализировать за короткое время образцы зерна, независимо от того, как проводилась пробоподготовка: простой экстракцией или при помощи ТФЭ. Режим сканирования при сверхвысокой скорости сканирования (15000 АЕМ/с) позволяет провести как качественный, так и количественный анализ. Автоматически выделяемый тандемный масс-спектр дает возможность обращения к спектральным библиотекам и качественному определению большого количества контаминантов при нецелевом скрининге.

По техническим вопросам обращайтесь по адресам и телефонам:



Элемент

генеральный дистрибьютор



SHIMADZU

620075 г. Екатеринбург,
ул. Бажова, 68
т/ф (343) 278-34-64
e-mail: element@usp.ru

634028 г. Томск,
пр. Ленина, 1, оф. 404
т/ф (3822) 41-11-04
e-mail: tomsk@element.utk.ru

117105 г. Москва,
Варшавское ш., 1, стр.6 БЦ "W Plaza 2"
т/ф (495) 514-00-48
e-mail: msc@element.utk.ru

630007 г. Новосибирск,
ул. Октябрьская, 42, оф.225/3
т/ф (383) 20-20-726
e-mail: shim_ns@element.utk.ru