

奶粉/牛奶中的三聚氰胺四极杆 GCMSMS 分析

三聚氰胺(melamine ,如图1所示)是作为塑料、涂料等行业的改性剂。一些违法企业为提高产品的蛋白质含量将其作为伪蛋白质非法添加到食品或饲料等产品中。2006年美国FDA有报道,其作为宠物食品的伪蛋白质使用,使宠物死亡或生病;并且因为其容易和人体内氰尿酸反应生成晶体状聚合物(如图2所示),而引起结石等病状,严重影响人类健康。

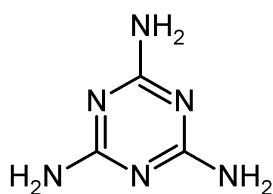


图1 三聚氰胺结构式

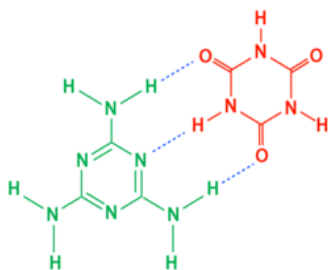


图2 三聚氰胺与氰尿酸结合示意图

1 标准品配制

取50mg三聚氰胺标准品,以20%甲醇溶解,定容至50mL,得到1000ppm的标准溶液。使用时以提取液稀释至所需的浓度。

2 样品前处理

取0.5g样品(固体磨碎),转入离心管中,加入5mL甲醇。振荡器振荡充分混匀,超声10min。4500r/min 离心10min,滤膜过滤得到澄清液体。

3 SPE净化

Bond Elut Plexa PCX
(60mg, 3mL, P/N.12108603)

活化 3mL 甲醇, 3mL 水
上样 加入提取液 3mL, 重力自流
淋洗 3mL水, 3mL 甲醇, 空气吹扫5min
洗脱 5mL 5%氯化甲醇(V/V)洗脱(5mL 氨水+95mL 甲醇)
50 氮气吹干, 20%甲醇/水定容至 2mL

4 衍生化操作

将净化过的样品,吹干后,加入吡啶 200 μ L, 加入 200 μ L BSTFA, 旋涡混合器, 涡旋 30s, 70 反应 30min, 冷却测定。

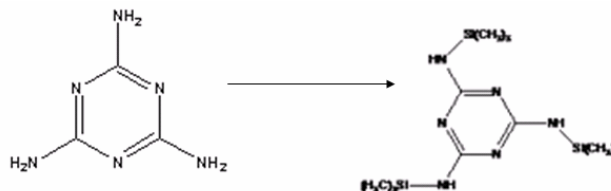


图3 衍生化示意图

5 试验仪器

Varian 300-MS 串联四极杆 GC-MS/MS 仪器。

6 气相色谱条件

色谱柱： VF-5ms 30m*0.25m*0.25 μ m (P/N CP8944)

柱温： 初始温度 75 保持 2min , 30 /min 升至 260 , 保持 5min 。

进样口： 260 , 不分流进样。

进样量： 1 μ L

7 质谱条件

离子源： 200 ;

传输线： 280 ;

歧管： 40 ;

MSMS 条件： 327>171;342>171(一个母离子和两个子离子)。

8 实验结果

(1) 实际样品加标 TIC 图

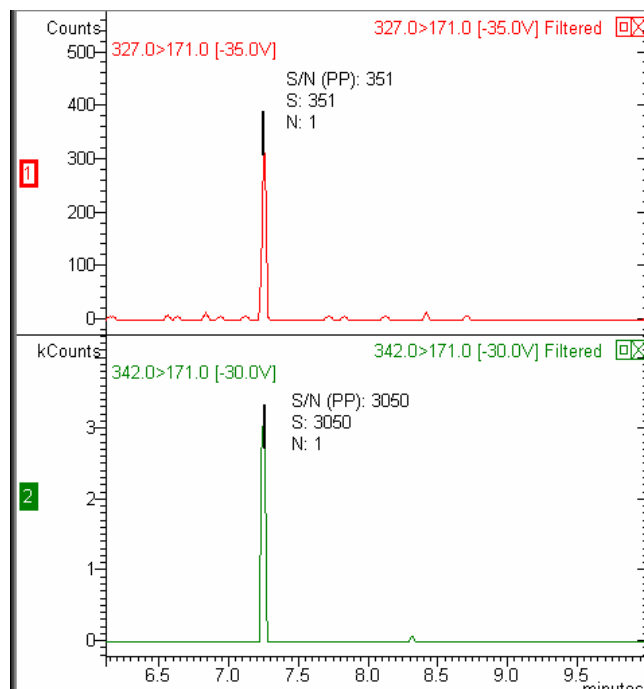


图 4 0.1 ppb 三聚氰胺加标

(2) 标准曲线

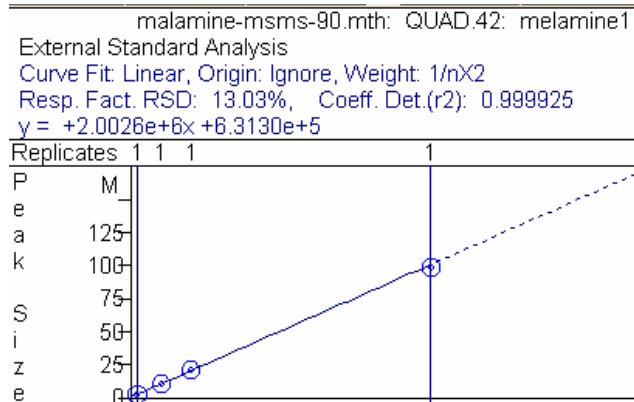


图5 0.01 , 0.05 , 0.5 , 5 μ g/mL

9 结论

采用固相萃取-气相色谱-串联质谱方法检测牛奶中三聚氰胺，Bond Elut Plexa PCX萃取柱净化效果良好，串联质谱MRM方法可以大大提高检测方法的准确度，该方法可靠性好，灵敏度高，完全能满足对牛奶和奶制品中三聚氰胺检测要求。