

Применение автоматизированной системы твердофазной экстракции RayKol Fotector Plus (Fotector Plus SPE) для анализа меламина в сухом молоке

Аннотация

В данной статье описан метод обнаружения меламина в сухом молоке с использованием автоматизированной системы твердофазной экстракции RayKol Fotector Plus и высокоэффективной жидкостной хроматографии-масс-спектрометрии (ВЭЖХ-МС). Метод показал хорошую линейность в диапазоне 0,1-10 мкг/л для меламина с коэффициентом корреляции более 0,99. Средний показатель извлечения от 88,2 % до 94,5 % при уровнях 10 мкг/кг и 100 мкг/кг, а относительное стандартное отклонение (RSD) от 2,8 % до 5,1 % (n=4). Результаты показали, что данный метод может быть применен для обнаружения меламина в сухом молоке.

1 Введение

Меламин - важное азотистое гетероциклическое соединение, используемое в качестве промежуточного материала в органической химической промышленности, широко применяется в различных отраслях промышленности, включая деревообработку, производство пластмасс, красок, разбавителя воды, производство бумаги, клеи, текстиль, кожу, электронику, фармацевтику, антипирены и так далее. Необходимо своевременно выявлять наличие меламина в продуктах питания, где его быть не должно.

За последние двадцать лет метод твердофазной экстракции (ТФЭ) стал широко применяться для предварительной обработки образцов перед хроматографическим анализом, улучшая

качественный и количественный анализ и продляя срок службы хроматографической системы. ТФЭ позволяет выделить целевые компоненты образца из сложных матриц для последующего анализа, снижая требования к аналитическим приборам.

2 Эксперимент

2.1 Оборудование и реактивы

Автоматизированная система твердофазной экстракции от RayKol Fotector Plus; ВЭЖХ-МС/МС; Упариватель в токе азота; картридж для твердофазной экстракции MCX (Waters, 60 мг/3 мл); Гидроксид аммония, трихлоруксусная кислота, метанол и ацетонитрил (хроматографически чистые (TEDIA)); стандарт меламина (1 мг/мл).

2.2 Подготовка образцов

1 г (с точностью 0,01 г) образца помещали в пластиковую центрифужную пробирку объемом 50 мл с пробкой, после чего добавляли 8 мл 1% трихлоруксусной кислоты и 2 мл ацетонитрила и обрабатывали ультразвуком в течение 10 мин и перемешивали. Смесь центрифугировали при 8000 об/мин в течение 10 мин и отфильтровывали надосадочную жидкость через фильтр, смоченный трихлоруксусной кислотой (альтернативно центрифугировали при ≥ 10000 об/мин). Экстракцию повторяли, а супернатант собирали для очистки.

2.3 Очистка

Для активации картриджа МСХ использовали 3 мл метанола и 5 мл 1% трихлоруксусной кислоты соответственно. После загрузки образца для промывки картриджа использовали 3 мл 1% трихлоруксусной кислоты и 3 мл метанола и отбрасывали промывной раствор. Для элюирования использовали метанол (5% гидроксид аммония), элюированный раствор собирали и сушили, остаток разбавляли 20% метанолом в воде до 1 мл и фильтровали через фильтр 0,22 мкм для анализа ЖХ-МС/МС. Программа оборудования следующая.

No	Command	Solvent	Output	Push speed	Volume	Time
1	Sample path wa...	CH3OH	Waste1	20	5	0.3
2	Syringe washing	CH3OH		20	2	0.1
3	Condition	CH3OH	Waste1	1	3	3
4	Condition	C2HF3O2	Waste2	2	5	2.5
5	Sample loading		Waste2	1	10	10
6	Vials washing	C2HF3O2	Waste2	60	2	0
7	Rinse	C2HF3O2	Waste2	2	3	1.5
8	Air push		Waste1	20	5	0.3
9	Rinse	CH3OH	Waste2	2	3	1.5
10	Air push		Waste2	20	5	0.3
11	Dry					5
12	Syringe washing	5%NH3-CH3OH		20	3	0.2
13	Elute	5%NH3-CH3OH	Waste1	1	6	6
14	End					

2.4 Предел обнаружения, точности и восстановления

Чтобы избежать влияния подавления ионов субстрата на количественное обнаружение, для приготовления стандартных растворов для построения стандартной кривой использовали пустой образец. Результаты показали хорошую линейность в диапазоне 5-200 мкг/л для меламина, что можно применять в качестве количественного анализа. Добавление стандартного теста на восстановление и измерение точности были обработаны на двух разных уровнях с добавлением 4 параллельных операций, и результаты показаны в таблице 1. График MRM меламина показан на рисунке 1.

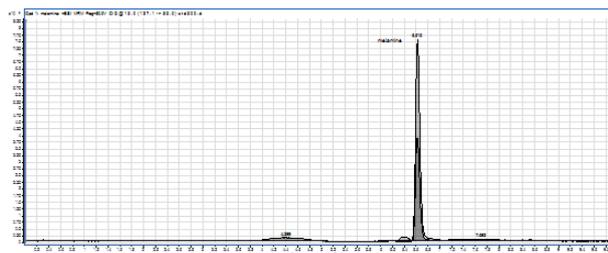


Рисунок 1. График MRM стандарта меламина (0,5 мг/л).

Таблица 1. Извлечение меламина (%).

Компонент	Spiked level / $\mu\text{g}\cdot\text{L}^{-1}$	Среднее %	RSD % / (n=4)
Меламин	10	88.2	5.1
	100	94.5	2.8

3 Выводы

3.1. Согласно стандартной методике работы скорость потока твердофазной экстракции не может превышать 1 мл/мин. Однако время работы можно экономить, если оптимизировать скорость потока элюирования.

3.2 При экстракции трихлоруксусной кислотой скорость извлечения можно увеличить, если повторить экстракцию с использованием небольшого количества 1 % трихлоруксусной кислоты.

3.3 Применение Fotector Plus SPE позволяет автоматически завершить всю процедуру твердофазной экстракции, включая активацию, загрузку образца, очистку резервуара для образца и элюирование.

3.4 Применение Fotector Plus позволяет осуществлять твердофазную экстракцию в полностью автоматическом режиме, избегая дифференциации, вызванной ручным управлением, и снижая RSD.