



GCMS法测定奶粉/奶制品中三聚氰胺

No.GCMS-022

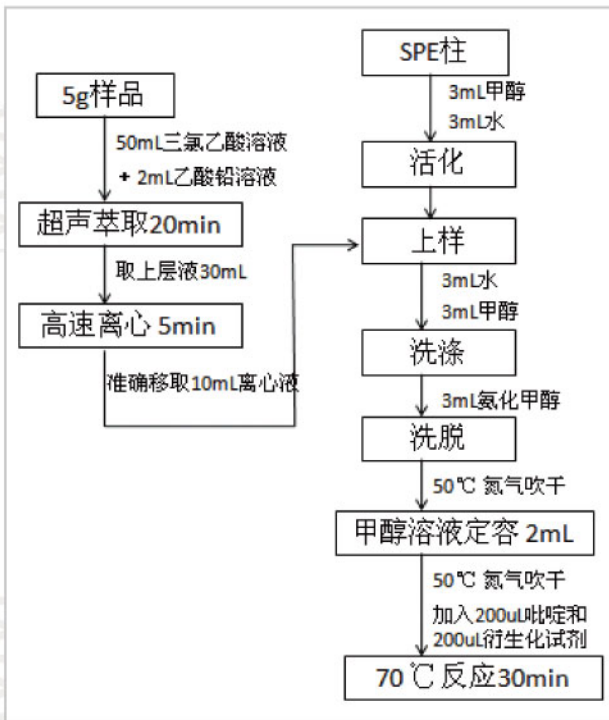
摘要：三聚氰胺简称三胺，是一种用途广泛的氮杂环有机化工原料。因其结构中含有多个氨基氮而被一些不法商贩添加到植物蛋白中以提高蛋白含量。2007年3月发生的美国毒宠物粮事件经查是由于在宠物食品的原料中添加了三聚氰胺，造成多起猫狗宠物死亡。今年9月我国又发生了因在婴幼儿奶粉中非法添加三聚氰胺而导致大量食用此类奶粉的婴儿患病甚至死亡的毒奶粉事件，由此引起了国内外对食品中三聚氰胺的高度关注。

目前已有的三聚氰胺检测方法主要是针对于动物饲料和宠物食品，检测方法主要有HPLC紫外检测、GCMS和LC-MS/MS串级质谱检测。HPLC紫外检测样品处理简单，但检测限较高且易受干扰。LC-MS/MS串级质谱可以弥补HPLC液相紫外检测的缺点，但仪器成本高昂、操作复杂，不利于常规检测。GCMS检测具有灵敏度高、抗干扰性强、可靠性高等优点，缺点是样品必须进行硅烷化衍生后才能检测。

本文参考美国FDA方法和中国相关标准方法，使用GCMS对奶粉和奶制品中三聚氰胺含量进行检测。

关键词：GCMS 奶粉 三聚氰胺

样品处理



配制三聚氰胺标准浓度系列，取适量作同步衍生。

仪器条件

仪器：岛津GCMS-QP2010 Plus气质联用仪

色谱柱：

Rtx-5MS, 30m × 0.25mmID × 0.25um

柱温：

100°C(1min)_10°C/min_210°C(3min)

_50°C/min_300°C(2min)

柱流量：1.0 mL/min

流速控制方式：恒线速度方式

进样口温度：250°C

进样方式：不分流（1min）

高压进样：250Kpa（1min）

离子源温度：230°C

接口温度：300°C

扫描质量范围：60 ~ 400amu

定量采用SIM方式：

定量离子：327.2

参考离子：171.1, 342.2, 99.1

实验结果

1、三聚氰胺标准溶液（0.1ug/mL）硅烷化衍生物扫描总离子流图及质谱图如下图1、图2所示。

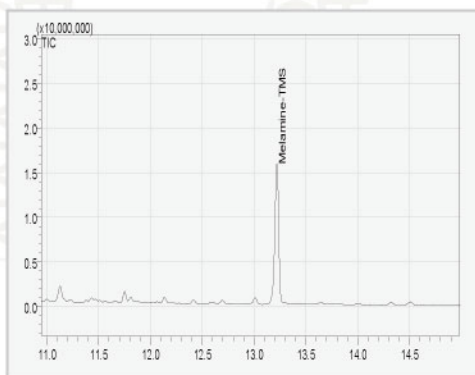


图1、三聚氰胺硅烷化衍生物TIC图

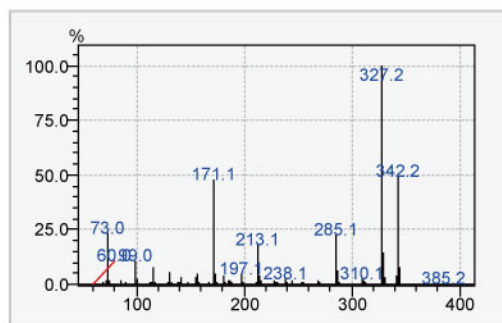


图2、三聚氰胺硅烷化衍生物质谱图

2、配置6个浓度点标准溶液，浓度分别为：0.02, 0.05, 0.1, 0.5, 1.0和2.0ug/mL，经硅烷化反应后进样，得到标准曲线如下图3所示，相关系数R = 0.99928。

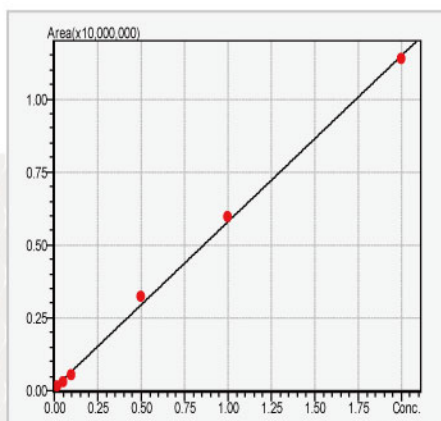


图3、三聚氰胺标准曲线

3、对0.1ug/mL浓度标样硅烷化衍生物平行进样5次，考察峰面积重现性，得到RSD为1.231%，重现性良好。数据如下表1所示：

Title	Sample Name	Melamine-TMS
STD-0.1-Rep-01.qgd	Melamine-0.1ppm	503339
STD-0.1-Rep-02.qgd	Melamine-0.1ppm	505488
STD-0.1-Rep-03.qgd	Melamine-0.1ppm	495496
STD-0.1-Rep-04.qgd	Melamine-0.1ppm	493837
STD-0.1-Rep-05.qgd	Melamine-0.1ppm	491508
Average		497934
%RSD		1.231

表1、重现性考察数据

4、在经检测不含三聚氰胺的空白奶粉中添加三聚氰胺标样考察回收率，添加浓度为0.4ug/mL，实际检测浓度为0.396ug/mL，回收率为99%。

5、对0.02ug/mL标准溶液数据，通过GCMSsolution软件计算仪器定量检测限（10倍信噪比）为5ug/L。按上述样品前处理过程计算出奶粉和奶制品中三聚氰胺的定量检测限为5ug/kg。

结论

使用GCMS气质联用仪检测奶粉和奶制品中三聚氰胺含量具有灵敏度高、重现性好和可靠性高等优点。本方法中仪器在0.02~2ug/mL浓度范围内线性良好，定量检测限可达5ug/kg，可以有效检测样品中所含的微量三聚氰胺。