

三聚氰胺的基质辅助激光解吸/电离飞行时间质谱分析

鲁林^{1,2}, 邢俊鹏¹, 崔勳¹, 宋凤瑞¹, 刘志强¹, 刘淑莹¹

(1. 中国科学院长春应用化学研究所, 长春质谱中心, 吉林 长春 130022; 2. 中国科学院研究生院, 北京 100039)

Analysis of the Melamine by MALDI-TOF MS

LU Lin^{1,2}, XING Jun-peng¹, CUI Meng¹, SONG Feng-rui¹, LIU Zhi-qiang¹, LIU Shu-ying¹

(1. Changchun Institute of Applied Chemistry, Chinese Academy of Sciences, Changchun Center of Mass Spectrometry, Changchun 130022, China; 2. Graduate School of the Chinese Academy of Sciences, Beijing 100039, China)

Abstract: Oxidized carbon nanotubes are tested as the matrix for analysis of the melamine by matrix-assisted laser desorption/ionization time-of-flight mass spectrometry (MALDI-TOFMS). Traditional MALDI matrix are not suit for analysis of the low molecular compounds due to the interference associated to the matrix clusters. Oxidized carbon nanotubes can transfer energy to the analyte under the laser irradiation, which makes analyte well ionized or desorbed. Moreover, the interference of the intrinsic matrix ions can be eliminated. Melamine as the a toxic additive which had been added in the milk powder, then it is necessary to establish a new method for detection of the melamine rapid and sensitive.

Key words: oxidized nanotubes; matrix assisted; mass spectrometry; melamine

中图分类号: O 657.63 文献标识码: A 文章编号: 1004-2997 (2008) 增刊-98-02

基质辅助激光解析/电离飞行时间质谱 (MALDI-TOF MS) 做为新的软电离仪器, 一直为广大分析工作者应用于蛋白质和高聚物等大分子分析^[1-2]。MALDI由于其传统基质在小分子区的簇合干扰峰, 使其在小分子的检测中一直处于劣势。近年来, 很多的质谱研究者致力于如何消除基质干扰峰, 将MALDI应用于小分子的检测中。常用的有添加基质抑制剂, 如CTAB^[3]等、采用大分子的基质^[4]、采用石墨^[5]、碳纳米管^[6]等作为替代基质等。

三聚氰胺为新近发现广泛添加于奶粉产品中的一种有毒的添加剂, 其分子式为C₃N₆H₆, 相对分子质量为126, 传统的MALDI基质很难观察到其分子离子峰。本工作拟采用氧化碳纳米管作为替代基质检测三聚氰胺, 为其快速检测提供试验科学依据。

1 实验部分

1.1 主要仪器与试剂

Voyager-DE STR 型 MALDI-TOF 质谱仪: 美国 ABI 公司产品, 配有线性和反射检测模式; 碳纳米管: 杜莹博士提供; 硝酸: 分析纯; 水: Milli-Q 纯化; 其他溶剂为分析纯; 三聚氰胺用水和 1% 三氟乙酸 (体积比为 1:1) 配制, 浓度为 1 g·L⁻¹。

1.2 质谱条件

加速电压 20 kV, 激光扫描次数 70, 质量扫描范围 m/z 150~500, 扫描模式为反射模式。

基金项目: 国家自然科学基金(批准号: 30672600)和吉林省重点科技发展计划项目(批准号: 20060902)资助

通信作者: 刘志强 (1962~), 男 (汉族), 吉林人, 研究员, 博士生导师, 从事天然药物化学和有机质谱研究。E-mail: liuzq@ciac.jl.cn

1.3 实验方法

碳纳米管在 50% 硝酸中回流 48 h 活化为氧化碳纳米管, 将活化的碳纳米管溶液与三聚氰胺溶液等体积预混合, 将混合溶液点到样品靶上, 室温挥干。

2 结果与讨论

三聚氰胺的分子式示于图 1, 其相对分子质量仅为 126, 传统的小分子基质在其分子离子峰位置有很大的基质干扰, 很难观察到它的出峰。

采用可溶性的氧化碳纳米管做为基质, 不但能很好的和样品混合, 其在小分子区的干扰峰极大的减少。图 2 为采用氧化碳纳米管作为基质检测三聚氰胺样品的质谱图, 从图中能够很清晰的看到其质子化($[M+H]^+$)的峰和 Na、K 的离子加合峰 ($[M+Na]^+$ 、 $[M\pm K]^+$)。

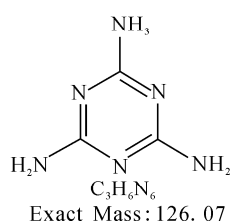


图 1 三聚氰胺的分子式

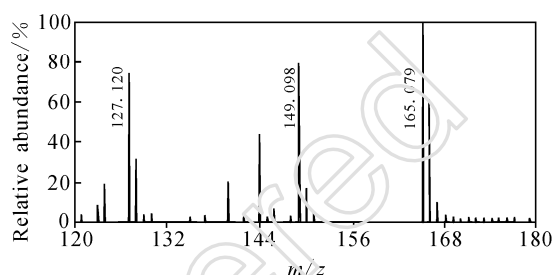


图 2 三聚氰胺的 MALDI 图谱

Fig.1 Structure and molecular weight of the melamine

Fig.2 Mass spectrum of the melamine used oxidized carbon nanotubes as the matrix

3 结论

采用氧化的碳纳米管作为基质分析三聚氰胺, 能够很好观察到其质子化和金属加合离子峰。实验方法简单、快速, 可为三聚氰胺的快速准确检测提供很好的科学依据。

参考文献:

- [1] PELEGRINI P B, MURAD A M, SILVA L P, et al. Peptides, 2008, 8: 1 271-1 279.
- [2] SHEEN Y C, LU C H, HUANG C F, et al. Polymer, 2008, 18: 4 017-4 024.
- [3] GUO Z, ZHANG Q C, ZOU H F, et al. Anal Chem, 2002, 74: 1 637-1 641.
- [4] AYORINDE F O, HAMBRIGHT P, PORTER T N, et al. Rapid Commun Mass Spectrom, 1999, 13: 2 474-2 479.
- [5] PAN C S, XU S M, HU L G, et al. J Am Soc Mass Spectrom, 2005, 16: 883-892.
- [6] KIM H J, LEE J K, PARK S J, et al. Anal Chem, 2000, 72: 5 673-5 678.