

КОЛИЧЕСТВЕННОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ДЕЙСТВУЮЩИХ ВЕЩЕСТВ В ВИТАМИННЫХ ДОБАВКАХ

Введение

Витаминные добавки стали привычным продуктом во многих странах и поступают в продажу без каких-либо ограничений. В связи с этим возрастает необходимость контроля качества этих добавок. Федеральное агентство по питанию и лекарственному обеспечению США (FDA) 24 августа 2007 года опубликовало "Рекомендации по изготовлению пищевых добавок" (cGMP), где были собраны воедино Федеральные нормативные акты (CFR), детально регламентирующие производство, упаковку, маркировку и хранение пищевых добавок. Это постановление обязывает производителей пищевых добавок производить хотя бы один контрольный анализ однородности ингредиентов, содержащихся в добавках.

Водорастворимые витамины являются высокополярными соединениями, поэтому их удерживание на сорбенте при обращеннофазной хроматографии довольно слабое, а снижения чувствительности трудно избежать из-за использования ион-парных реагентов при проведении масс-спектрометрического (LC/MS) анализа. В нижеприведенном примере, однако, используется многорежимная (multi-mode) обращеннофазная колонка Scherzo SM-C18 анионно/катионного обмена для LC/MS/MS метода анализа, который не использует ион-парных реагентов для подвижной фазы. Анализ основан на аналитическом методе Фармакопеи США (USP).

Особенности LCMS-8030

- Отличные показатели для количественного анализа: высокая чувствительность, широкий линейный диапазон.
- Совместимость со сверхвысокоэффективным жидкостным хроматографом.



Результаты и обсуждения

На рис. 2 изображены MRM хроматограммы определения 9 водорастворимых витаминов, а на рис. 3 показаны соответствующие калибровочные кривые. В качестве подвижной фазы (без использования ион-парных реагентов) использованы ацетонитрил и буферный раствор (5 ммоль/л формиата аммония в 0,1% (по объему) муравьиной кислоте).

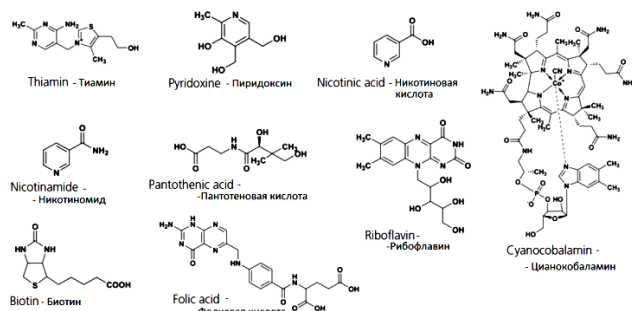


Рис.1. Формулы 9 видов водорастворимых витаминов

Таблица 1. Параметры MRM-режимов

Соединение	MRM-переход	Время ожидания (мс)	CE(V)	Разрешение (Q1,Q3)
Тиамин	265.10>122.10	100	-15	копонент
Пиридоксин	170.10>152.10	100	-15	копонент
Никотиновая кислота	124.20>80.0	100	-25	копонент
Никотиномид	123.10>80.0	100	-25	копонент
Пантотеновая кислота	220.10>90.0	100	-15	копонент
Цианокобаламин	678.55>146.80	100	-45	копонент
Рибофлавин	377.20>242.80	100	-20	копонент
Биотин	245.10>227.10	100	-15	копонент
Фолиевая кислота	440.20>295.10	100	-10	копонент

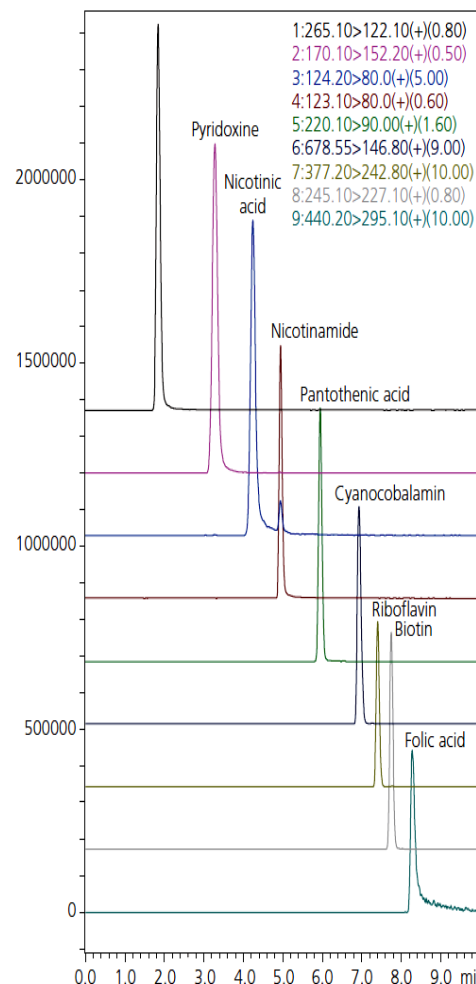


Рис. 2. Хроматограммы анализа водорастворимых витаминов

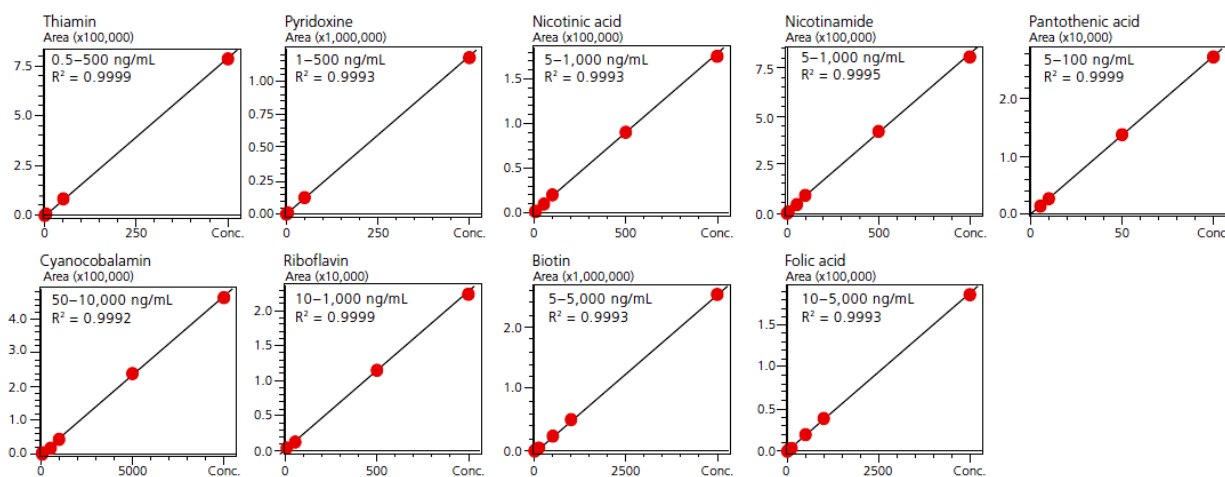


Рис.3 Калибровочные кривые для водорастворимых витаминов


Элемент
генеральный дистрибьютор

SHIMADZU

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

634028, 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

Количественное определение водорастворимых витаминов в добавках

Пробу коммерческой пищевой добавки после соответствующей подготовки (ниже) проанализировали на содержание водорастворимых витаминов. На рис. 4 показаны хроматограммы экстракта пробы для каждого из исследуемых соединений. При количественном анализе каждого вещества при помощи MS-MS спектрометрии удалось полностью исключить влияние остальных компонентов раствора.

Схема пробоподготовки:

10 таблеток

↓

Развести в 10 мл раствора (вода / ацетонитрил / уксусная кислота в пропорции - 94 / 5 / 1) и перемешать в течение 30 секунд, а затем выдержать 5 мин. при 65^oC (дважды перемешать во время нагревания)

↓

Перемешивать 30 секунд, центрифугировать (12 000 об./мин., 5 мин.)

↓

Отделить осадок, супернатант снова центрифугировать (3 000 об./мин., 10 мин.)

↓

Фильтровать через 0,45 мкм фильтр

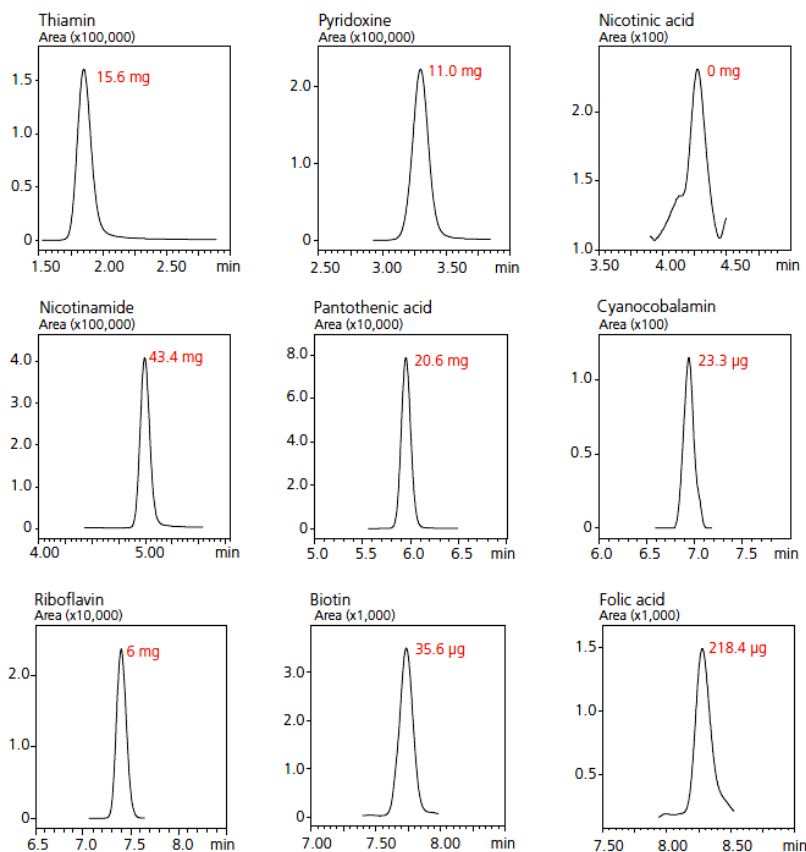


Рис.4. MRM-хроматограммы экстракта пищевой добавки

Заключение

Использование мультирежимной анион/катионообменной ODS колонки позволило провести количественный анализ методом LC/MS/MS без использования ион-парных реагентов, которые обычно требуются для анализа высокополярных соединений, таких как водорастворимые витамины.

По техническим вопросам обращайтесь по адресам и телефонам:



генеральный дистрибьютор



620075 г. Екатеринбург, 634028, Томск,
ул. Бажова, 68 пр. Ленина, 1, оф. 404
т/ф (343) 278-34-64 т/ф (3822) 41-11-04
e-mail: element@usp.ru 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