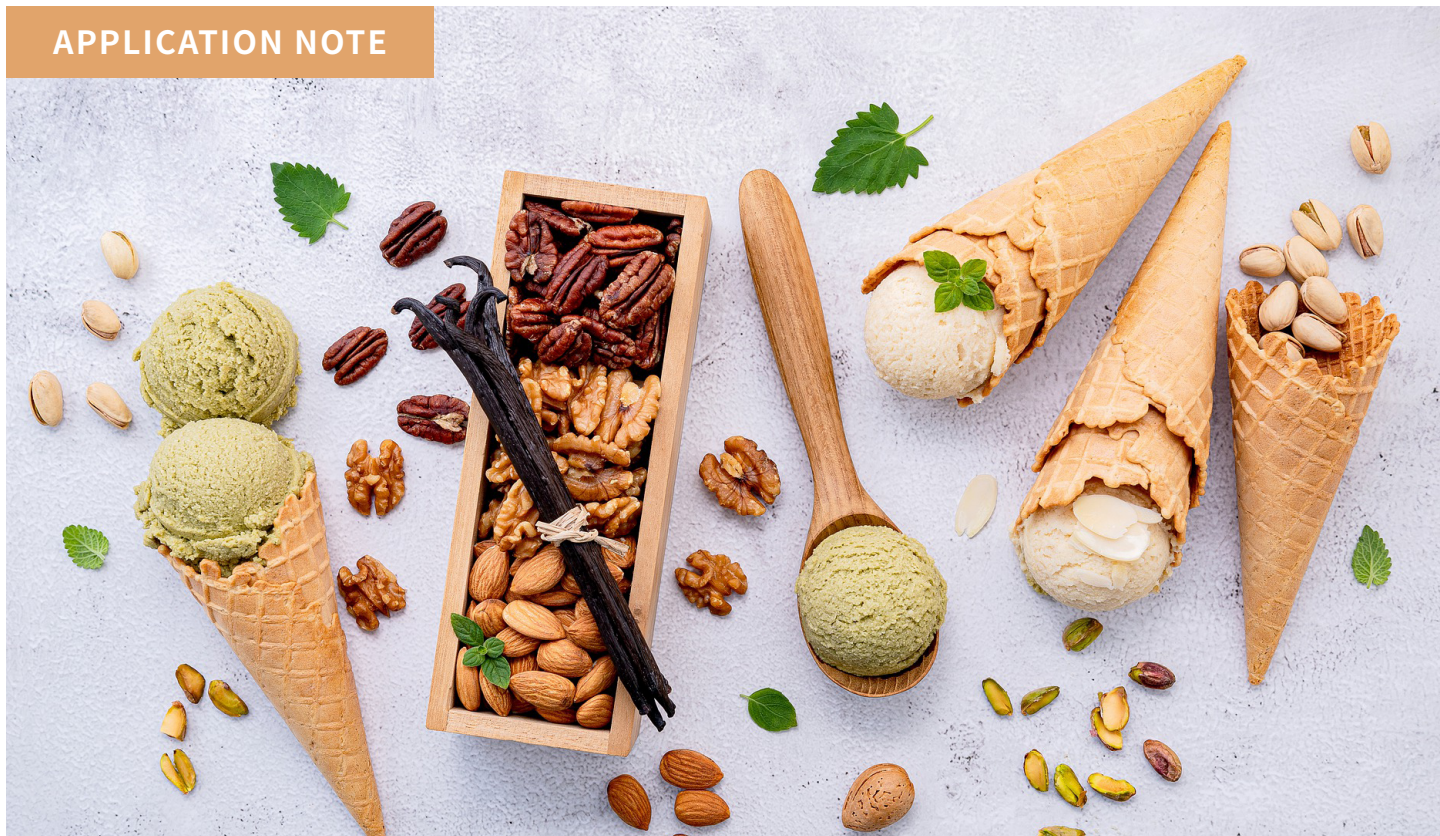




原料乳及乳制品中三聚氰胺的检测

GB/T 22388-2008

前言

三聚氰胺 (Melamine)，属于非蛋白类含氮有机化学品，常作为化工原料用于塑料、包装材料的生产工艺中。2008 年的多起婴儿肾结石病例的三聚氰胺奶粉事件轰动全国，使得三聚氰胺质量安全问题一度成为社会关注的焦点。

2011 年 4 月 6 日，卫生部等 5 部门在关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告中明确规定：三聚氰胺不是食品原料，也不是食品添加剂，禁止人为添加到食品中。对在食品中人为添加三聚氰胺的，依法追究法律责任。

Author:

天美仪拓实验室设备（上海）有限公司
色谱市场部

Abstract:

本应用参考 GB/T 22388-2008 标准的检测方法，介绍了使用赛里安 LC6000 高效液相色谱仪（搭配紫外检测器）检测原料乳及乳制品中三聚氰胺的应用方案。实验结果准确，重复性优异、线性良好 ($R^2=0.9997$)，完全满足标准要求。

实验方法

原理: 试样用三氯乙酸 - 乙腈提取, 经阳离子交换固相萃取柱净化后, 用高效液相色谱测定, 外标法定量。

仪器: 使用配备了 6100 泵、6210 自动进样器、6310 柱温箱和 6410 紫外检测器的赛里安 LC6000 高效液相色谱仪进行实验。使用 CompassCDS 工作站进行曲线拟合和数据分析。

三聚氰胺标准品: CAS 108-78-01, 纯度 > 99.0%

离子对试剂缓冲液: 准确称取 2.10g 柠檬酸和 2.16g 辛烷磺酸钠, 加入 980mL 水溶解, 调 PH 至 3.0 后定容 1L 备用。

三聚氰胺标准储备液: 准确称取 100mg (精确到 0.1mg)

三聚氰胺标准品于 100mL 容量瓶中, 用流动相溶解并定容到刻度, 配置成浓度 1mg/mL 的标准储备液于 4°C 避光储存。

色谱条件

色谱柱: C18, 5um, 4.6 mm x 250mm

流动相: 离子对试剂: 乙腈 = 10: 90

流速: 1.0ml/min

柱温: 40°C

进样量: 20μL

检测波长: 240nm

实验结果

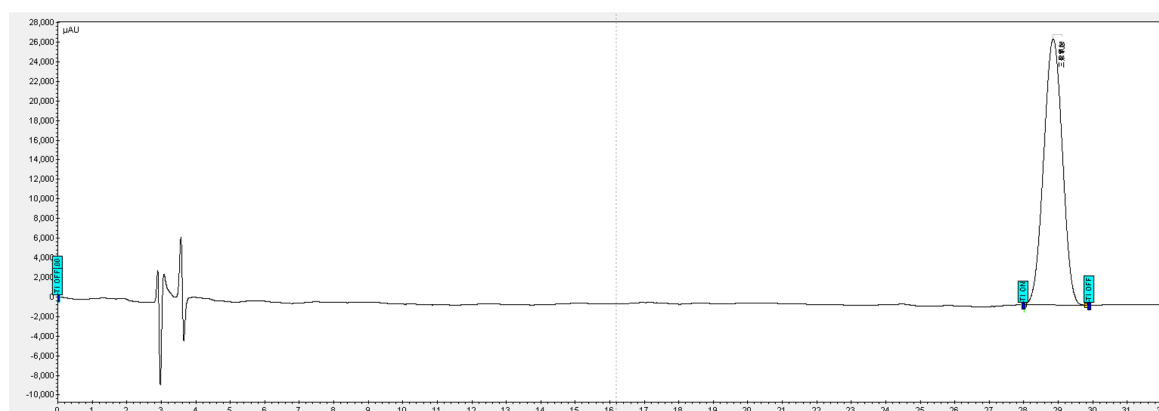


图 1. 20 µg/mL 的三聚氰胺标样色谱图

用流动相将三聚氰胺标准储备液逐级稀释得到浓度为 0.8、2.0、20.0、40.0、80.0 µg/mL 的标准工作液, 浓度由低到高进样检测, 以峰面积 - 浓度作图, 得到标准曲线回归方程。

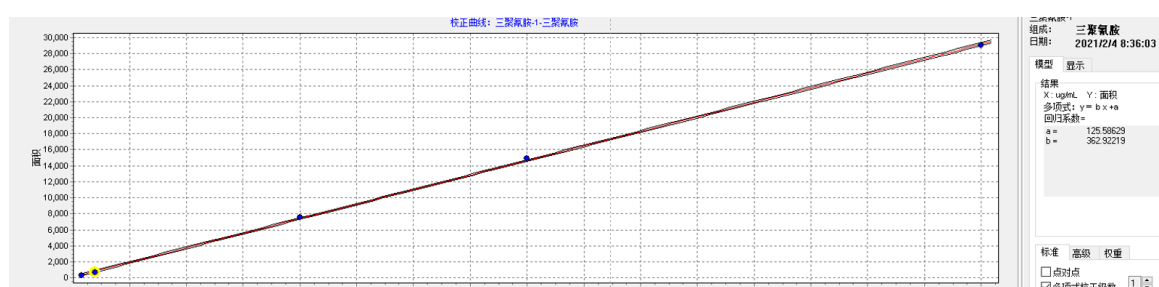


图 2. 0.8-80 µg/mL 的三聚氰胺标准曲线 (R²=0.9997)

GB/T 22388-2008 中规定两次重复绝对差值不得超过算术平方值 10%。由图 3 和表 1 可知结果完全符合标准要求。

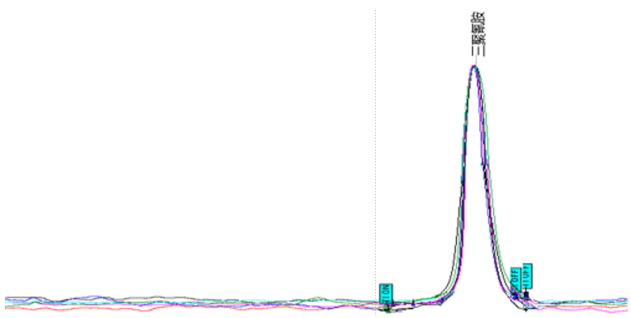


图 3. 20µg /mL 的三聚氰胺重叠色谱图 (n=6)

表 1 三聚氰胺的保留时间和峰面积值重复性 (n=6)

#	保留时间	峰面积
1	29.20	7389.58
2	29.21	7410.17
3	29.20	7377.45
4	29.21	7571.83
5	29.20	7399.49
6	29.22	7408.51
平均值	29.21	7426.17
RSD	0.028%	0.97%

GB/T 22388-2008 中规定三聚氰胺定量限为 2 1.15mg/kg。对实际样品进行检测，从市场上随机购买了液体乳制品前处理后进行检测分析，结果为 1.15mg/kg 未超出标准限值。图 4 为实际样品谱图。

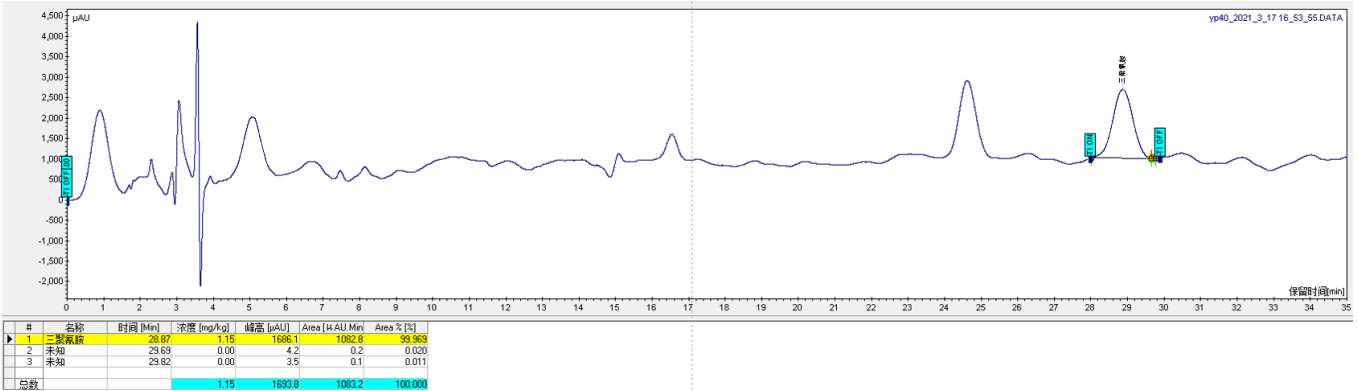


图 4. 实际样品中三聚氰胺的色谱图

实验结论

赛里安 LC6000 高效液相色谱仪提供了原料乳与乳制品中的三聚氰胺检测的解决方案。该方案使用 UV 检测器检测三聚氰胺完全符合 GB/T 22388-2008 的检测要求，线性优异 (R2=0.9997)，保留时间与峰面积重复性均符合标准要求（保留时间和峰面积的 RSD%值分别为 0.028 和 0.97）。



- 天美集团总部
- 天美集团四大区域分公司
- 天美旗下六大研发制造基地

天美仪拓实验室设备 (上海) 有限公司 TECHCOMP Instrument Co.,LTD.

天美集团总部

新界葵涌货柜码头路 88 号永得利广场一座 26 楼
2606 室
t (852)2751 9488
e techcomp@techcomp.com.hk

北京分公司

北京市朝阳区北苑路 58 号航空科技大厦 4 层 (100107)
t 010-64010651
e TIL_CH@techcomp.cn

400-810-7898

www.techcomp.cn

www.techcomp.com.hk

天美仪拓实验室设备 (上海) 有限公司

上海市松江新桥民益路 201 号 16 幢 (201612)
t 021-67687200
e TIL_CH@techcomp.cn

广州分公司

广州市天河区体育西路 109 号高盛大厦 16C(510620)
t 020-38899384
e TIL_CH@techcomp.cn



天美集团官方网站



天美集团官方微信