

乳粉中三聚氰胺的液相色谱 - 紫外检测器检测方案 (Copure® MCX)

《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》

三聚氰胺俗称密胺、蛋白精，分子式为 C₃H₆N₆，是豆、乳类制品中的非法食品添加剂，曾作为蛋白质的廉价代替物被非法添加进奶粉等食品中，造成了严重的社会危害。目前，三聚氰胺已严禁直接用于食品，并有相关法律法规强调企业在购入生乳原料、原料乳粉及其加工制品时需检测三聚氰胺含量。

本方案参照《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》中第一法，以乳粉为基质进行了加标验证，高中低三水平下，样品的回收率均大于 80%，RSD < 10%，满足标准要求，可供客户参考。

一、样品提取

准确称取 1 g 样品于干净离心管中，加入 7.5 mL 5% 三氯乙酸溶液和 2.5 mL 乙腈，涡旋混匀后超声提取 10 min，再振荡提取 10 min，12000 r/min 离心 5 min，取上清液于另一干净离心管中，重复上述操作一次，合并两次提取液，若提取液浑浊可多加一次低温离心，取上清液 5 mL，加入 5 mL 水，混匀，作为待净化液，待过柱净化。

二、样品净化 (Copure® MCX, 60mg/3mL)

活化：5 mL 甲醇、5 mL 水

上样：上述待净化液

淋洗：5 mL 水，5 mL 甲醇

洗脱：6 mL 8% 氨水甲醇

收集全部洗脱液，50℃下氮吹干，残留物用 1 mL 流动相定容，涡旋混匀 1 min，过尼龙滤膜，上机测定。

三、标准曲线溶液的制备

取适宜浓度的标准品，用流动相配制成为上机浓度分别为 200 µg/L, 500 µg/L, 1000 µg/L, 2000 µg/L, 5000 µg/L, 10000 µg/L 的标点，得到标准曲线。

四、仪器条件

色谱条件

仪器：液相色谱仪，Thermo Fisher U3000

色谱柱：Agilent ZORBAX SB-C18 (4.6 mm × 250 mm, 5 µm)

流动相：A：离子对缓冲试剂 B：乙腈

洗脱方式：A：B=85:15, 12 min

流速：1 mL/min 柱温：40℃

检测波长：240 nm 进样量：20 µL

五、实验结果

表 1 乳粉中三聚氰胺加标回收实验结果

加标水平	回收率 1 (%)	回收率 2 (%)	回收率 3 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
2 mg/kg	85.9	88.5	92.3	88.9	3.22
10 mg/kg	82.8	88.1	87.7	86.2	3.42
20 mg/kg	80.6	90.1	86.9	85.9	4.83

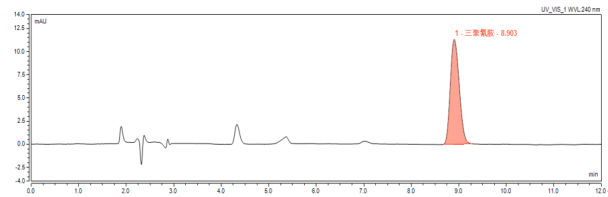


图 1 1000 µg/L 三聚氰胺标准品液相色谱图

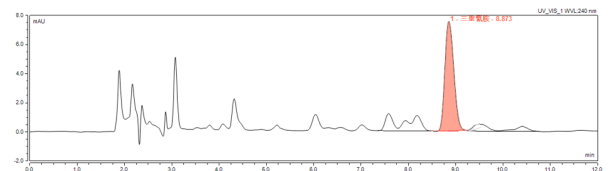


图 2 添加水平为 2 mg/kg 时乳粉中三聚氰胺液相色谱图

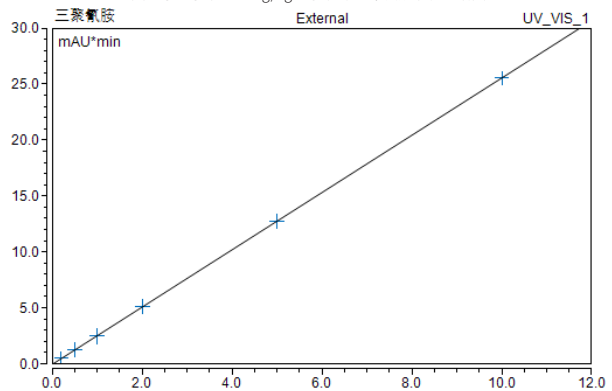


图 3 三聚氰胺校准曲线

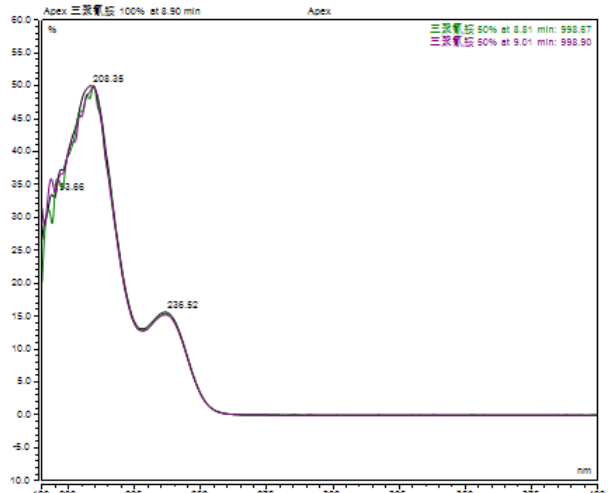


图 4 三聚氰胺光谱图

订购信息

货号	描述	包装
COMCX360	Copure® MCX 固相萃取柱, 60mg/3mL	50 支 / 盒
SDC-3000-D	biocomma® 多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	Nylon 针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 µm, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒