

奶粉中三聚氰胺的测定

SGLC-LC -145

摘要：本应用建立了奶粉中三聚氰胺的测定方法。采用岛津 SHIMSEN Styra MCX 产品对样品进行净化，Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津 HPLC 检测分析。对空白样品进行 2.5 mg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示：2.5 mg/kg 加标浓度的平均回收率为 89.06%，RSD 为 2.48%。该方法操作简单、回收率高、重现性好，适用于奶粉中三聚氰胺的测定。

关键词：SHIMSEN Styra MCX 三聚氰胺 奶粉 HPLC

1. 实验部分

1.1 实验仪器及耗材

仪器配置：岛津高效液相色谱仪 LC-20AD；

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 (250×4.6 mm, 5 μm , P/N: 227-31020-06)；

固相萃取小柱：SHIMSEN Styra MCX 60 mg/3 mL (P/N: 380-00853-01)

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC/MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

1.2 分析条件

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 (250×4.6 mm, 5 μm , P/N: 227-31020-06)；

流 速：1.0 mL/min

进样量：20 μL

柱 温：40 °C

流动相： A：离子对试剂缓冲液（准确称取 2.10 g 柠檬酸和 2.16 g 辛烷磺酸钠，加水约 980 mL 溶解，用氢氧化钠调节 pH 至 3.0，加水定容至 1L。）

B：乙腈

A：B=91：9

1.3 样品前处理

1.3.1 样品准备

精密称取样品 2 g 于 50 mL 离心管中，加 15 mL 1%三氯乙酸溶液和 5 mL 乙腈，涡旋 1 min，超声 10 min，8000 r/min 离心 2 min，取出上清液于量瓶中，用 1%三氯乙酸定容至 25 mL，移取 5 mL 提取液，加 5 mL 水，混匀，待净化。流程图见图 1。

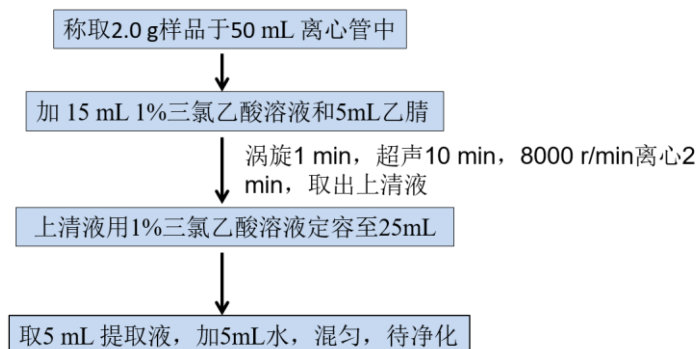


图 1 样品提取流程图

1.3.2 样品净化

SHIMSEN Styra MCX 60 mg/3 mL

3 mL 甲醇、3 mL 水活化，弃去流出液；待净化液上样，弃去流出液；3 mL 水、3 mL 甲醇清洗，弃去流出液；5 mL 5%氨水甲醇洗脱，收集流出液；将收集的洗脱液于 50℃氮吹至干，加流动相（A：B=91：9）1 mL，涡旋混匀，过 0.22 μm PTFE 微孔滤膜，供 HPLC 分析。流程图见下图 2。

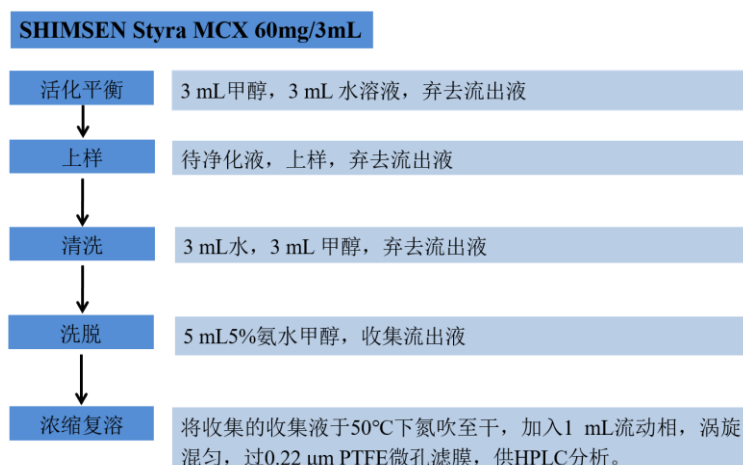
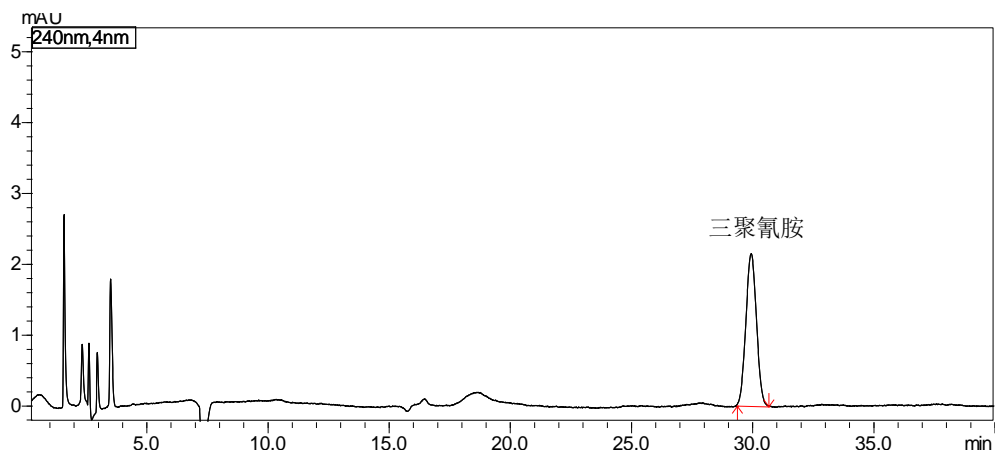


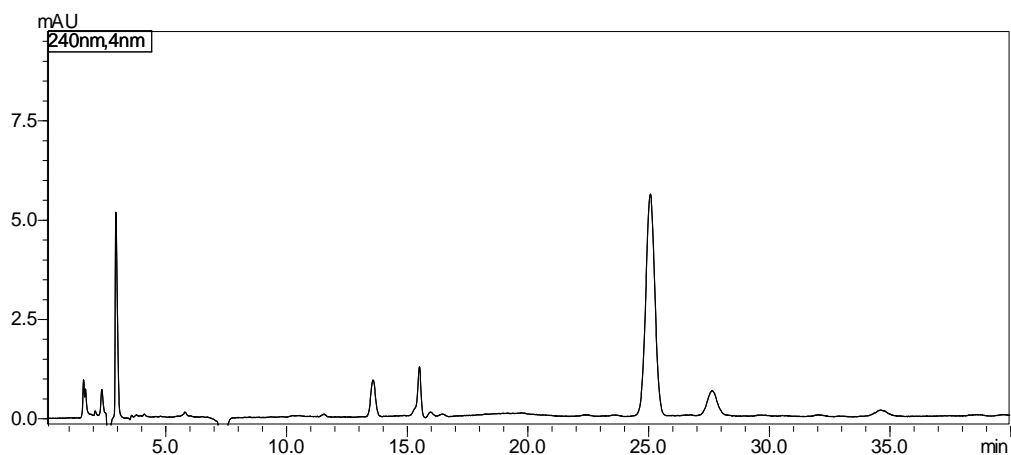
图 2 样品净化流程图

2. 结果及讨论

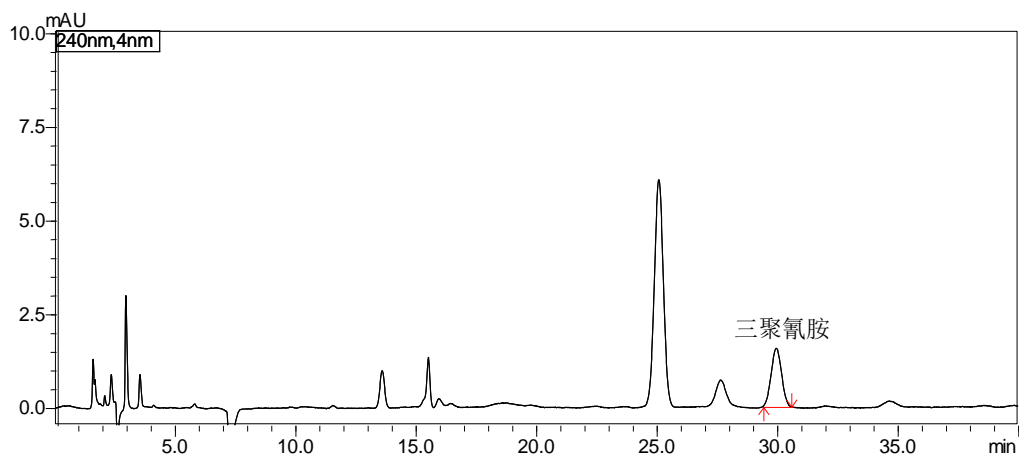
2.1 色谱图



三聚氰胺标准品溶液液相色谱图 (1.0 µg/mL)



奶粉中三聚氰胺 (空白样品) 液相色谱图



奶粉中三聚氰胺 (加标样品: 添加浓度为 2.5 mg/kg) 液相色谱图

2.2 奶粉中三聚氰胺的 HPLC 检测添加回收结果

将奶粉空白样品进行 2.5 mg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，具体结果如下：2.5 mg/kg 加标浓度的平均回收率为 89.06%，RSD 为 2.48%。

| 实验结果 | 添加水平 (0.1 mg/kg) |
|-----------|------------------|
| | 91.05 |
| 回收率 (%) | 89.44 |
| | 86.69 |
| 平均回收率 (%) | 89.06 |
| RSD (%) | 2.48 |

3. 结论

本应用建立了奶粉中三聚氰胺的测定方法。采用岛津 SHIMSEN Styra MCX 产品对样品进行净化，Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津 HPLC 检测分析。对空白样品进行 2.5 mg/kg 浓度加标后，按照上述前处理方法处理后上机，平行 3 份样品考察回收率和 RSD，结果显示：2.5 mg/kg 加标浓度的平均回收率为 2.5 mg/kg 加标浓度的平均回收率为 89.06%，RSD 为 2.48%。该方法操作简单、回收率高、重现性好，适用于奶粉中三聚氰胺的测定。