

胍基乙酸中三聚氰胺的含量测定 分析报告

一、检测方法：

参考国家标准《NY/T1372-2007 饲料中三聚氰胺的测定》和《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》。

二、客户要求：

胍基乙酸中三聚氰胺的含量测定。

三、方法原理

试样用三氯乙酸溶液-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。

四、试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 乙腈：色谱纯。

4.1.2 甲醇：色谱纯。

4.1.3 氨水：分析纯，含量为 25%-28%。

4.1.4 三氯乙酸：分析纯。

4.1.5 柠檬酸：分析纯。

4.1.6 庚烷磺酸钠：色谱纯。

4.1.7 三氯乙酸溶液（1%）：准确称取 5g 三氯乙酸于 500mL 容量瓶中，用水溶解并定容至刻度，混匀后备用。

4.1.8 氨化甲醇溶液（5%）：准确量取 5mL 氨水和 95mL 甲醇，混匀后备用。

4.1.9 离子对试剂缓冲液：准确称取 2.10g 柠檬酸和 2.16 庚烷磺酸钠，加入约 980mL 水溶解，定容至 1L 备用。

4.1.10 三聚氰胺标准溶液：购买市售三聚氰胺标准溶液，浓度为 100 μ g/mL。

4.1.11 阳离子交换固相萃取柱：CNW Poly-Sery MCX SPE 混合型阳离子交换固相萃取柱，基质为苯磺酸化的聚苯乙烯-二乙烯苯基高聚物，60mg，3mL。

4.1.12 微孔滤膜：0.45 μ m，有机相。

4.2 仪器设备

4.2.1 高效液相色谱仪：福立 LC5090 高效液相色谱仪，配备 LC5090 在线脱气机、LC5090 二元高压输液泵、LC5090 自动进样器、LC5090 柱温箱、LC5090 紫外检测器。

4.2.2 色谱柱：Sunniest C18 柱，4.60 mm * 250 mm，粒径为 5.0 μ m。

4.2.3 分析天平：精度 0.0001g。

4.2.4 50mL 具塞离心管。

4.2.5 10mL 塑料离心管。

4.2.6 高速离心机。

4.2.7 涡旋混合器。

4.2.8 流动相抽滤装置。

4.2.9 MultiVap-10 定量平行浓缩仪。

4.2.10 固相萃取装置。

五、溶液配制

5.1 标准溶液配制

5.1.1 标准曲线绘制：吸取不同体积的三聚氰胺标准溶液（100 μ g/mL），用流动相稀释，配成浓度为 0.4，1.0，5.0，10，25，50 μ g/mL 的三聚氰胺标准系列溶液。

5.2 样品溶液配制

5.2.1 样品提取

称取 2g（精确到 0.01g）试样于 50mL 具塞离心管中，加入 15mL 三氯乙酸溶液（4.1.7）和 5mL 乙腈，涡旋混合 2min，超声提取 10min，在 10000r/min 转速下离心 10min，将上清液转移至 25mL 容量瓶中，用三氯乙酸溶液（4.1.7）定容至 25mL，移取 5mL 滤液，加入 5mL 水混匀后做待净化液。

5.2.2 样品净化

将阳离子交换固相萃取柱（4.1.11）依次用 3mL 甲醇、5mL 水活化，再加入待净化液（5.2.1），依次用 3mL 水和 3mL 甲醇洗涤，抽至近干后，用 6mL 氨化甲醇溶液（4.1.8）洗脱。整个固相

萃取过程流速不超过 1mL/min。洗脱液于 50℃下用氮气吹干，残留物用 1mL 流动相定容，涡旋混合 1min，过滤 0.45 微米滤膜后供液相色谱测定。

六、色谱条件

a) 色谱柱：Sunniest C18，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μ m

b) 流速：1.0 mL/min

c) 检测波长：240nm

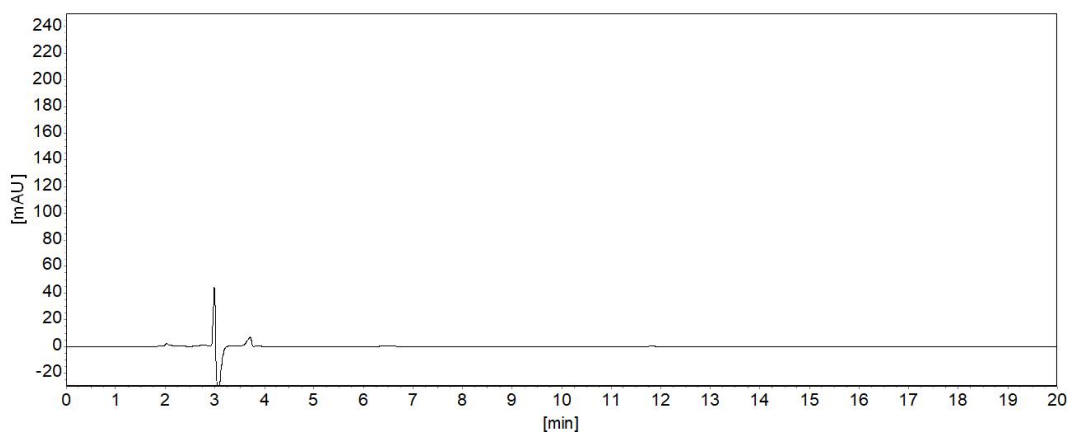
d) 柱温：30℃

e) 进样量：20 μ L

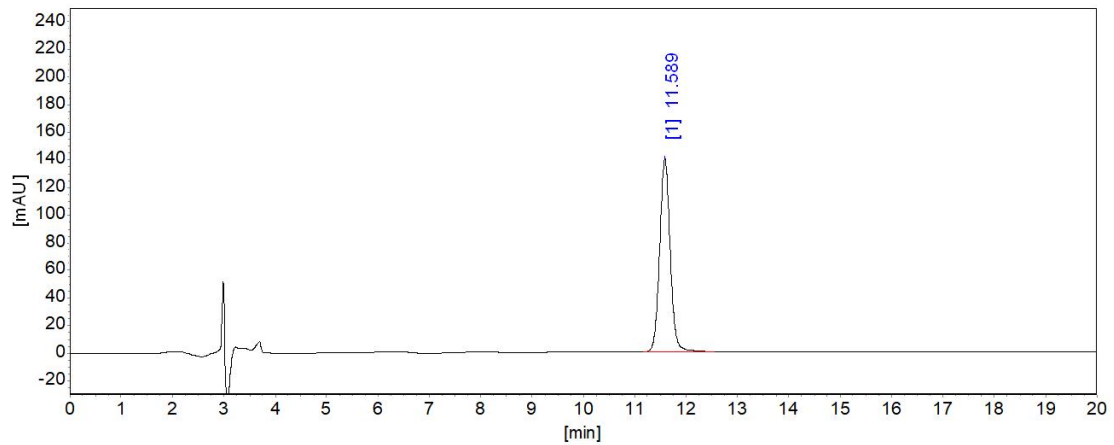
f) 流动相：离子对试剂缓冲液（3.1.10）：乙腈=88：12

七、分析结果

7.1 试剂空白谱图



7.2 三聚氰胺标准溶液（25 μ g/mL）典型谱图及结果



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [ug/mL]
1	三聚氰胺	11.589	139823.9	1983024.3	100.0000	25.2686
总计：			139823.9	1983024.3	100.0000	25.2686

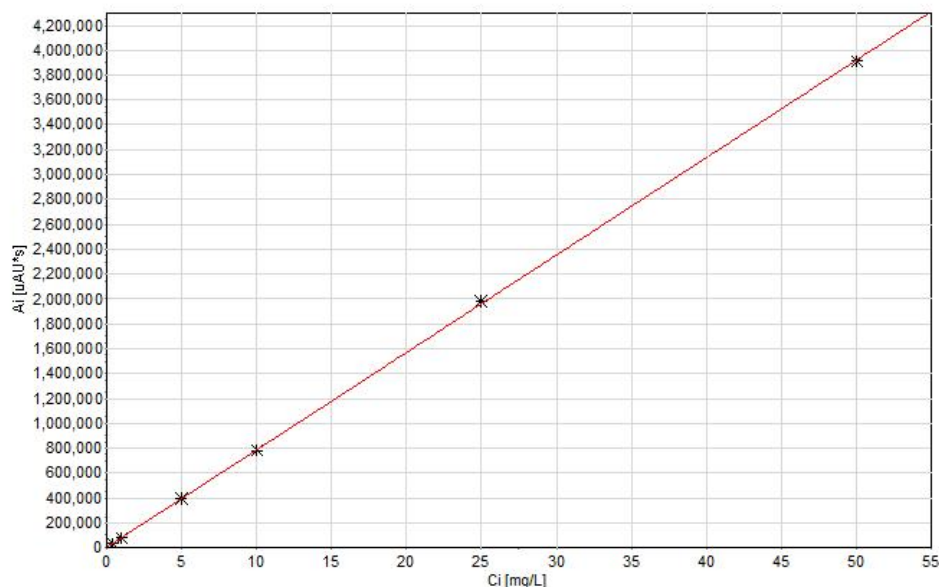
7.3 三聚氰胺标准曲线方程及相关系数

被校正的方法: 胍基乙酸三聚氰胺

校正时间: 2023-10-09 09:25:22

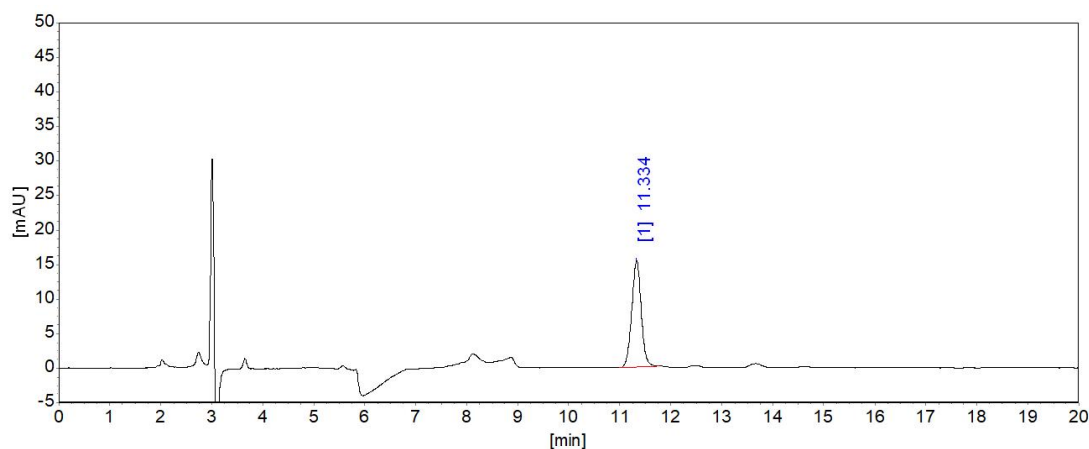
曲线类型: 直线(不用零点数据)

组分[三聚氰胺]: 曲线方程: $C_i = -0.0270259 + 1.27561E-005 \cdot A_i$

校正因子: $f_0 = -0.0270259$, $f_1 = 1.27561E-005$ 相关系数: $r^2 = 0.99995$


谱图文件	面积Ai	浓度C	纯度Wi [mg]	Yi=Ai	Xi=Ci	偏差%
(001-005-01) 胍基乙酸三聚氰胺[三聚氰胺标样0.4ppm].std	30392.9	0.4	8E-006	30392.9	0.4	9.833
(002-006-01) 胍基乙酸三聚氰胺[三聚氰胺标样1.0ppm].std	77306.2	1	2E-005	77306.2	1	4.090
(003-007-01) 胍基乙酸三聚氰胺[三聚氰胺标样5.0ppm].std	393379.7	5	0.0001	393380	5	0.181
(004-008-01) 胍基乙酸三聚氰胺[三聚氰胺标样10.0ppm].std	781627.8	10	0.0002	781628	10	0.565
(005-009-01) 胍基乙酸三聚氰胺[三聚氰胺标样25.0ppm].std	1983024.3	25	0.0005	1.98302E006	25	1.075
(006-010-01) 胍基乙酸三聚氰胺[三聚氰胺标样50ppm].std	3912182.4	50	0.001	3.91218E006	50	0.246

7.4 胍基乙酸标品 (≥99.5%) 的谱图及结果 (客户提供样品量少, 称样量为 1.4652g)



地址: 四川省成都市成华区成致路50号3栋2单元3楼

分析员: 刘海侠

电话: 15657600027

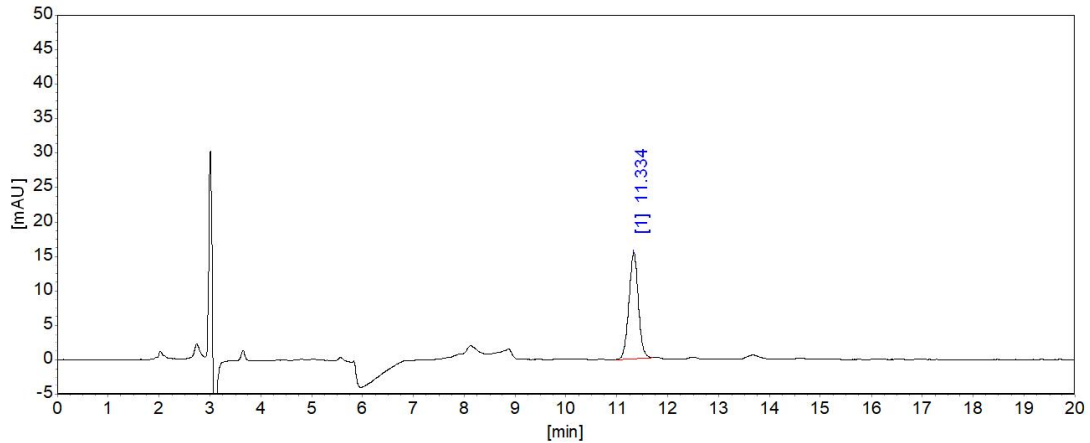
邮编: 610052

审核: 金迁

日期: 2023.10.9

分析结果表

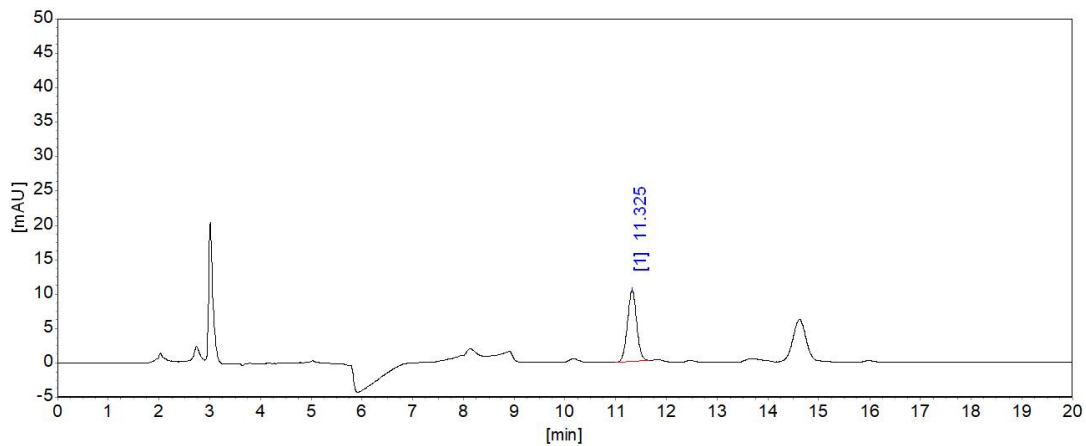
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [mg/kg]
1	三聚氰胺	11.334	15369.0	198267.9	100.0000	8.5384
总计:			15369.0	198267.9	100.0000	8.5384



分析结果表

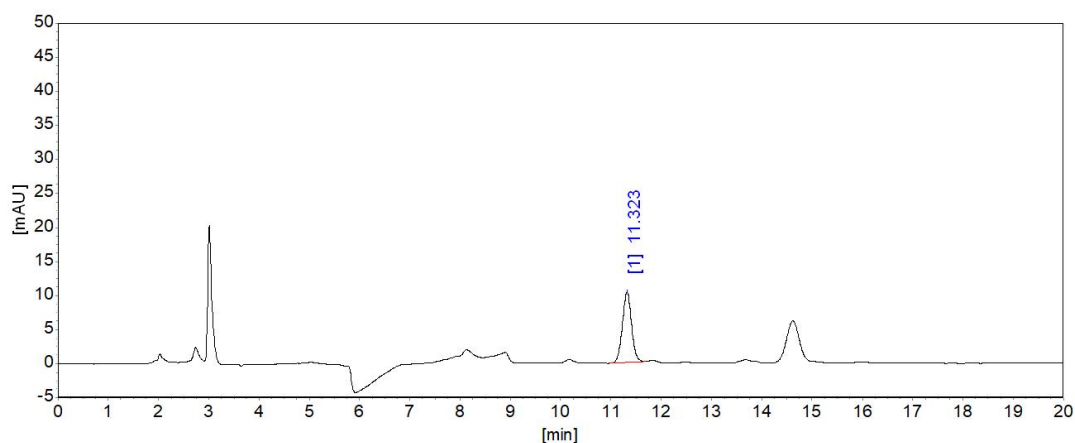
峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [ug/mL]
1	三聚氰胺	11.334	15385.9	197225.6	100.0000	8.4931
总计:			15385.9	197225.6	100.0000	8.4931

7.5 胍基乙酸磐恒样品的谱图及结果 (称样量 2.0292g)



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [mg/kg]
1	三聚氰胺	11.325	10350.1	130625.3	100.0000	4.0391
总计:			10350.1	130625.3	100.0000	4.0391



分析结果表

峰序	组分名	保留时间 [min]	峰高 [uAU]	峰面积 [uAU*s]	面积%	含量 [mg/kg]
1	三聚氰胺	11.323	10310.9	130323.4	100.0000	4.0296
总计：			10310.9	130323.4	100.0000	4.0296

说明：(1) 本实验参考国家标准《NY/T1372-2007 饲料中三聚氰胺的测定》和《GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》，其中国家标准《NY/T1372-2007 饲料中三聚氰胺的测定》为新发布团体标准《T/TCVMA 0023-2023 饲料添加剂 胍基乙酸》的推荐检测标准。

(2) 建议客户购买市售有证的固体三聚氰胺标准品（CAS 108-78-01，纯度大于 99%，有证书），因为液体标准溶液打开后不易保存，浓度容易发生变化，加之标准溶液的量也较少，不利于样品质量监控。

以上数据仅供参考，如有问题请电话联系。