

# DB34

安 徽 省 地 方 标 准

DB 34/T 1768—2012

---

## 食品包装用三聚氰胺成型品中三聚氰胺单 体迁移量的测定 高效液相色谱法

Determination of melamine monomer's migration from tripolycyanamide products  
for food packaging HPLC method

2012 - 12 - 24 发布

2013 - 01 - 24 实施

---

安徽省质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由安徽省质量技术监督局、安徽省食品质量安全检验方法标准化技术委员会提出。

本标准由安徽省食品质量安全检验方法标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国家农副加工食品质量监督检验中心、安徽国家农业标准化与监测中心。

本标准主要起草人：邵栋梁、李静、谭炜、张居舟、张家磊、周胜男、满靖、凌燕。



# 食品包装用三聚氰胺成型品中三聚氰胺单体迁移量的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本标准规定了三聚氰胺成型品中三聚氰胺单体迁移量的高效液相色谱（HPLC）测定方法。

本标准适用于三聚氰胺成型品中三聚氰胺单体迁移量的测定，适用于该产品的风险预警监测及相关科学研究。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 5009.156 食品用包装材料及其制品的浸泡试验方法通则

GB/T 23296.1-2009 食品接触材料 塑料中受限物质 塑料中物质向食品及食品模拟物特定迁移试验和含量测定方法以及食品模拟物暴露条件选择的指南

## 3 原理

试样中三聚氰胺单体按照 GB/T 5009.156 方法，用 4% 乙酸溶液在 60℃ 下浸泡 2 h，浸泡液经过滤，通过高效液相色谱柱进行分离，采用紫外检测器进行检测，外标法定量。

## 4 试剂和材料

4.1 冰乙酸。

4.2 4% 乙酸溶液：量取 40 mL 冰乙酸于 1 L 容量瓶中，用水定容。

4.3 氢氧化钠。

4.4 氢氧化钠溶液（1 mol/L）：称取 4 克氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

4.5 柠檬酸。

4.6 庚烷磺酸钠。

4.7 三聚氰胺标准品（纯度≥99%）。

4.8 标准储备液：准确称取 0.1 g 三聚氰胺标准品于 100 mL 容量瓶中，用水超声并定容，即为 1000 mg/L 三聚氰胺标准储备液，于 4℃ 的冰箱中避光保存，有效期 3 个月。

4.9 标准工作液：将三聚氰胺标准储备液用 4% 乙酸稀释至浓度为 0.25、0.5、1.0、5.0、10.0 mg/mL 的系列标准工作溶液待用，标准工作溶液应现用现配。

4.10 0.45 μm 水系过滤头。

注：除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

## 5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪，配紫外检测器。
- 5.2 分析天平：感量 0.1 mg、0.01 g。
- 5.3 恒温水浴锅。
- 5.4 容量瓶等玻璃仪器。

## 6 分析步骤

### 6.1 浸泡试验

清洗试样表面，用 4%乙酸按照 GB/T 5009.156 浸泡法则对试样进行浸泡，60℃恒温 2 h，取试样浸泡液，经 0.45 μm 水系滤膜净化后供 HPLC 分析。

### 6.2 空白实验

直接取 4%乙酸作为空白试样，均按上述测定步骤进行。

### 6.3 参考分析条件

- a) 色谱柱：C18 (250 mm×4.6 mm ( i. d. ), 5 μm)柱或柱效相当的色谱柱；
- b) 流动相：

离子对试剂缓冲溶液：准确称取 2.10 g (0.01mol)柠檬酸和2.02g (0.01mol)庚烷磺酸钠，加入约 980 mL 水溶解，用 1 mol/L的氢氧化钠溶液调节pH至3.1后，定容至 1 L 备用。

流动相配制：准确移取 900 mL 离子对试剂缓冲溶液于 1000 mL 容量瓶中，加乙腈定容，混匀，过滤、脱气。

- c) 色谱条件：流速 1.0 mL/min；进样量：20 μL；柱温：35℃；检测波长：240 nm。

### 6.4 平行试验

按以上步骤，对同一试样进行平行测定。

### 6.5 绘制标准工作曲线

按 6.3 所列的测定条件，对标准工作溶液进行测定。以三聚氰胺标准溶液浓度（4.8）为横坐标，单位以“mg/L”表示，以三聚氰胺峰面积值为纵坐标，绘制标准工作曲线。标准曲线的相关系数要求等于或大于 0.996。标准溶液色谱图参见附录 A。

按式（1）计算回归参数：

$$y = a \times x + b \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- $y$  —— 标准工作溶液中三聚氰胺的峰面积值；
- $a$  —— 回归曲线的斜率；
- $x$  —— 标准工作溶液中三聚氰胺的浓度，单位为mg/L；
- $b$  —— 回归曲线的截距。

### 6.6 试液测定

对空白溶液（6.2）和试样提取溶液（6.1）依次进样，记录相应峰面积，扣除空白值，根据线性方程，计算试样提取溶液中三聚氰胺的浓度，单位以 mg/L 表示。

## 6.7 结果计算

试样中三聚氰胺浓度  $c$  按式（2）计算：

$$c = \frac{y-b}{a} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$c$  ——试样提取溶液中三聚氰胺的含量，mg/L；

$y$  ——试样提取溶液中三聚氰胺的峰面积值；

$b$  ——回归曲线的截距；

$a$  ——回归曲线的斜率。

计算结果保留三位有效数字。

## 6.8 三聚氰胺单体迁移量的转化计算

由 6.7 得到的试样提取溶液中三聚氰胺单体的浓度，根据迁移实验中所使用的浸泡液的体积和测试试样与浸泡液的接触面积，通过数学换算计算出三聚氰胺单体迁移量，单位以“mg/dm<sup>2</sup>”表示。详见 GB/T 23296.1-2009 的第 13 章。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示，保留两位有效数字。

## 7 检测方法灵敏度和准确度

### 7.1 灵敏度

本标准中三聚氰胺单体迁移量的方法定量检测限为 0.25 mg/L。

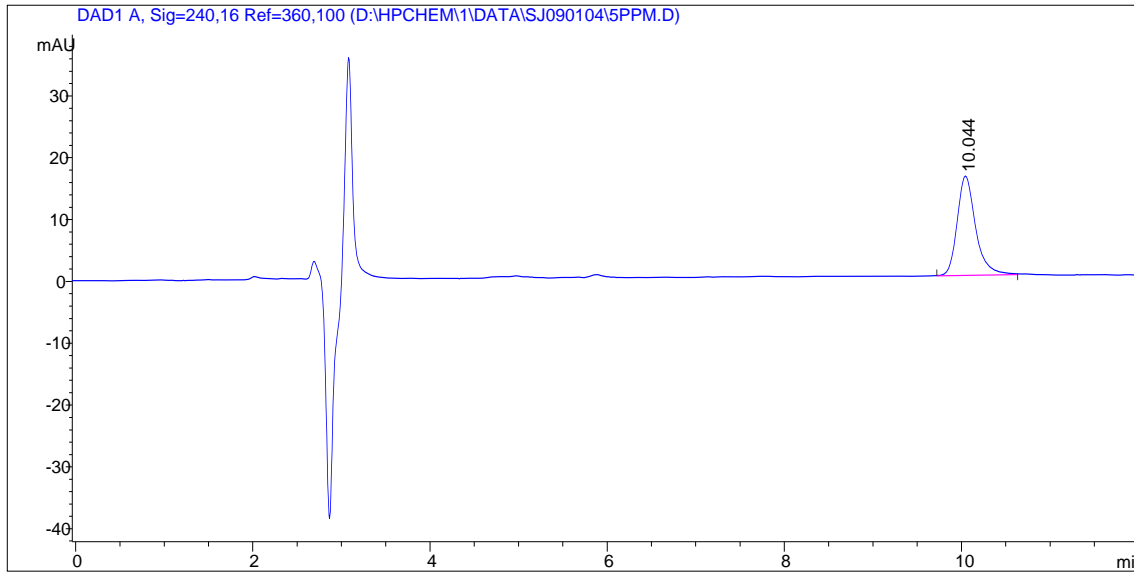
### 7.2 准确度

本方法在 0.25 mg/L~10 mg/L 添加范围浓度内，用空白添加标准校正，三聚氰胺的回收率范围为 85%~99%。

### 7.3 重复性

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附录 A  
(资料性附录)  
4%乙酸溶液中三聚氰胺标准色谱图



图A.1 4%乙酸溶液中三聚氰胺标准色谱图