

# 高效液相色谱法快速检测原料乳及乳制品中三聚氰胺

LC-022

三聚氰胺是一种用途广泛的基本有机化工中间产品，是生产三聚氰胺甲醛树脂的主要原料，也可以用作阻燃剂、减水剂、甲醛清洁剂等，广泛应用于木材、塑料、涂料、造纸、纺织、皮革、电气、医药等行业。

三聚氰胺具有一定的毒性，动物长期摄入三聚氰胺会造成生殖、泌尿系统的损害，膀胱、肾部结石。

2008年9月，中国爆发三鹿婴幼儿奶粉受三聚氰胺污染事件，使得原料乳及乳制品中三聚氰胺的检测成为多方关注的重点。

## 仪器概况

### 1.1 实验装置

本实验所使用仪器配置为 LC-20AD 输液泵，DGU-20A3 在线脱气机，SIL-20A 自动进样器，CTO-20AC 柱温箱，SPD-20A 紫外可见检测器，CBM-20A 控制器和 LCsolution 色谱工作站。

### 1.2 分析方法

色谱柱：阳离子交换色谱柱  
(SCX, 25 cm or 15cm × 4.6 mm, 5 $\mu$ m)。

柱温：室温 流速：1.5ml $\text{min}^{-1}$

检测波长：240 nm。

进样量：20  $\mu$ L

### 1.3 样品前处理

称取均匀液体奶样品 15 克左右 (精确至 0.01 g)。

试样置于 4  $^{\circ}\text{C}$  环境下，可保存 7 天

在称取好的液态奶样品中加入 30.0 mL 乙腈，在液体混合器上涡旋 20 s。

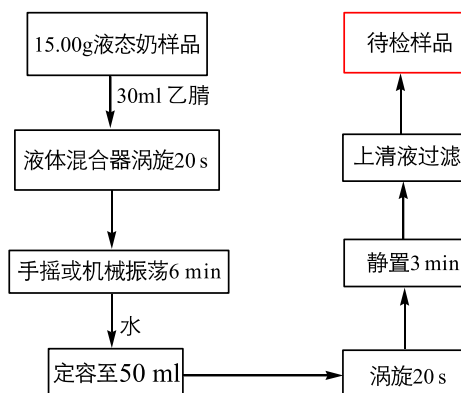
目前，应用高效液相色谱法、LCMS、GCMS 等方法，可对原料奶和奶制品中的三聚氰胺进行准确的检测，但其样品前处理步骤较多，耗时较长，无法进行大量样品的快速检测。

本方法针对高效液相色谱法对，原料乳以及乳制品样品的前处理步骤以及分析方法进行改进，极大地简化了样品的前处理步骤以及分析时间，提高工作效率，实现了高效液相色谱法三聚氰胺的快速、准确检测。

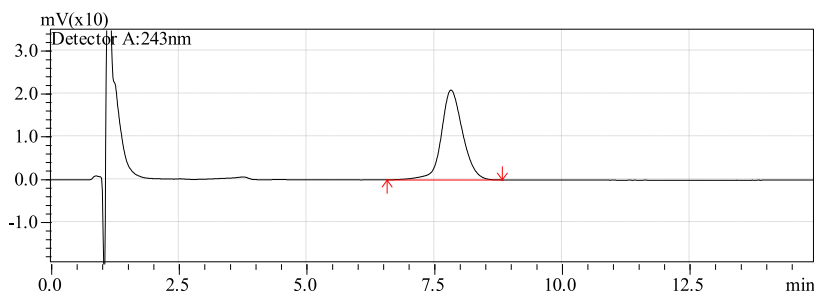
使用手摇或机械振荡 6 min，加水定容至 50.0 mL，涡旋 20 s。

静置 3 min 后，取上清液，将上清液经滤膜过滤后，进样检测。

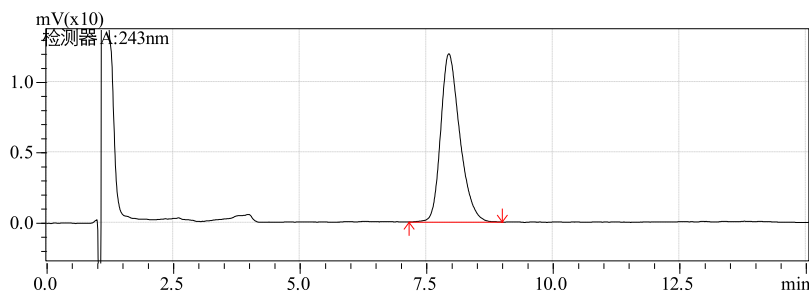
样品前处理具体流程，如右图所示。



## 实验结果



A 三聚氰胺标准物质的色谱图



B 液态奶样品中三聚氰胺的色谱图

本方法检测限为  $0.01\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ，三聚氰胺成分测量范围为  $0.5\text{--}100.0\text{ mg} \cdot \text{kg}^{-1}$ ，具有良好的灵敏度、线性范围、精密度与重现性。

## ■ 结论

本方法使用液相色谱法对原料乳及乳制品中三聚氰胺进行快速检测，适用于原料乳及乳制品中三聚氰胺成分的定量检测。

本方法极大地简化了原料乳以及乳制品进行分析时，样品前处理的步骤，缩短样品前处理时间，可在短时间内对大量样品进行处理，轻松完成样品制备工作。

优化高效液相色谱分析条件，减少分析时间，可在相同时间内完成更多样品的分析任务，提高工作效率。

将简单易行的前处理方法与快速准确的分析手段相结合，减少整体的样品分析时间，提高工作效率，充分满足原料乳与乳制品中三聚氰胺检测的需要。