

月旭科技原料乳与乳制品中三聚氰胺测定解决方案

1、适用范围

适用于原料乳、乳制品以及乳制品中三聚氰胺的定量(适合 GB/T22388-2008)。

2、提取步骤

称取 2 g (精确至 0.01g) 试样于 50 mL 具塞塑料离心管中, 加入 15 mL 1% 三氯乙酸和 5 mL 乙腈, 超声提取 10 min, 再振荡提取 10 min 后, 以不低于 4000 r/min 离心 10 min, 上清液经三氯乙酸溶液润湿的滤纸过滤后, 用三氯乙酸溶液定容至 25 mL, 移取 5 mL 滤液, 加入 5 mL 水, 混匀后待净化液。

3、SPE 净化步骤净化

SPE 柱: 月旭 Welchrom[®]P-SCX 固相萃取柱 (60 mg/3 mL)

a)活化: 依次加入 3 mL 甲醇、5 mL 水活化, 流出液弃去;

b)上样: 将提取液加入月旭 Welchrom[®]P-SCX 柱中, 流出液弃去;

c)淋洗: 依次用 3 mL 水、3mL 甲醇淋洗, 淋洗液弃去;

d)洗脱: 用 6 mL 5%氨水-甲醇溶液洗脱, 收集洗脱液;

e)浓缩: 50 度氮气或者水浴蒸发至干, 残留物用 1 mL 流动相定容, 涡旋混合 1 min, 过微孔滤膜后, 供 HPLC 分析;

注: 整个固相萃取全过程采用的自然重力流速过柱, 不需要加压也不需要抽真空。

4、色谱条件

色谱柱：月旭 Ultimate[®]XB-C18 (4.6 x 250 mm, 5 μ m)

流动相：乙腈离子对试剂缓冲液/乙腈 = 90/10 (混匀，走单泵)

流速：1.5 mL/min

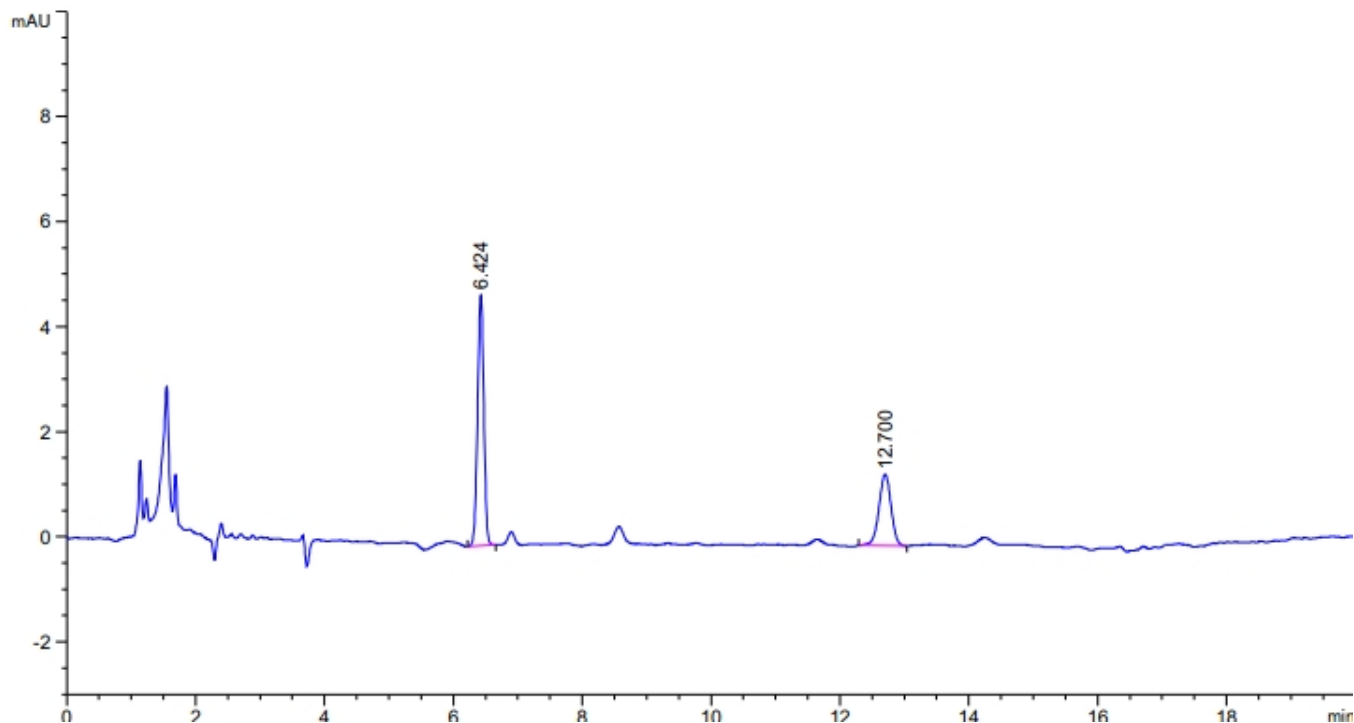
进样量：10 μ L

柱温：40 $^{\circ}$ C

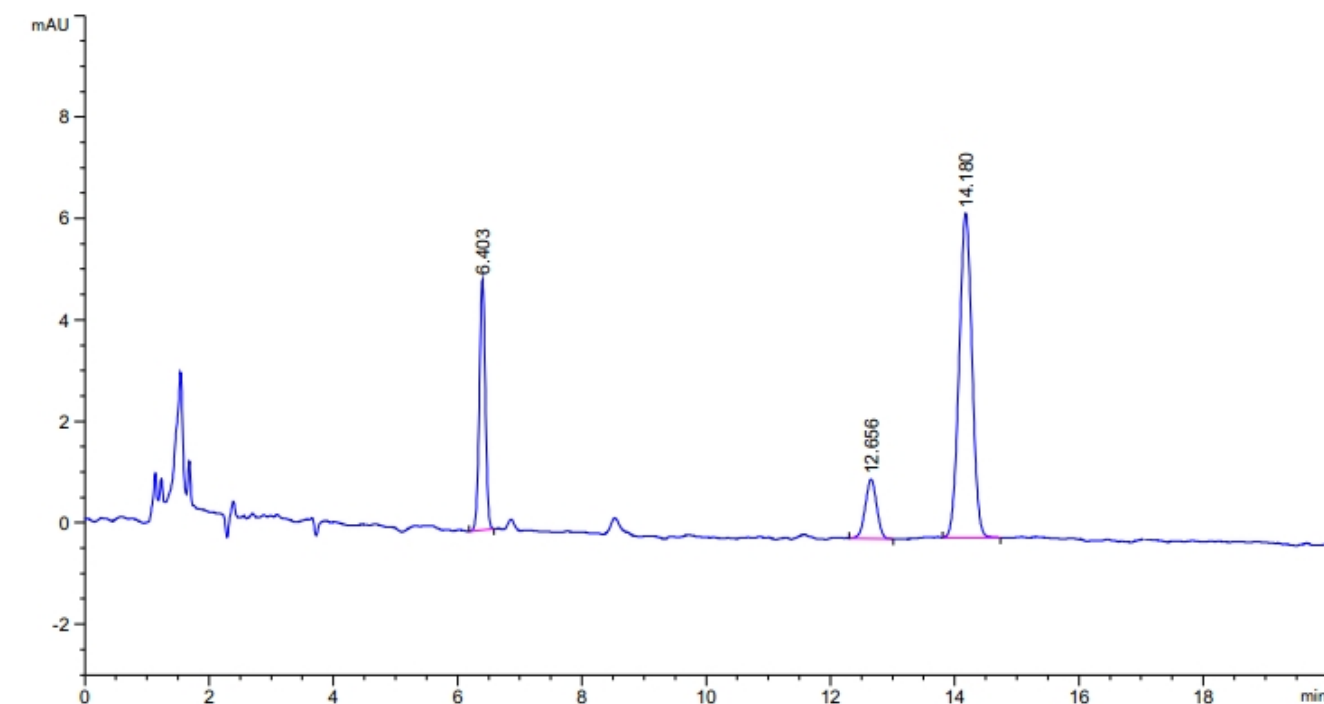
检测波长：240 nm

注：离子对试剂缓冲液配置方法。准确称取 2.10g 柠檬酸和 2.16g 辛烷磺酸钠，加入约 980mL 水溶解，调节 pH 值至 3.0 后，定容至 1L 备用。

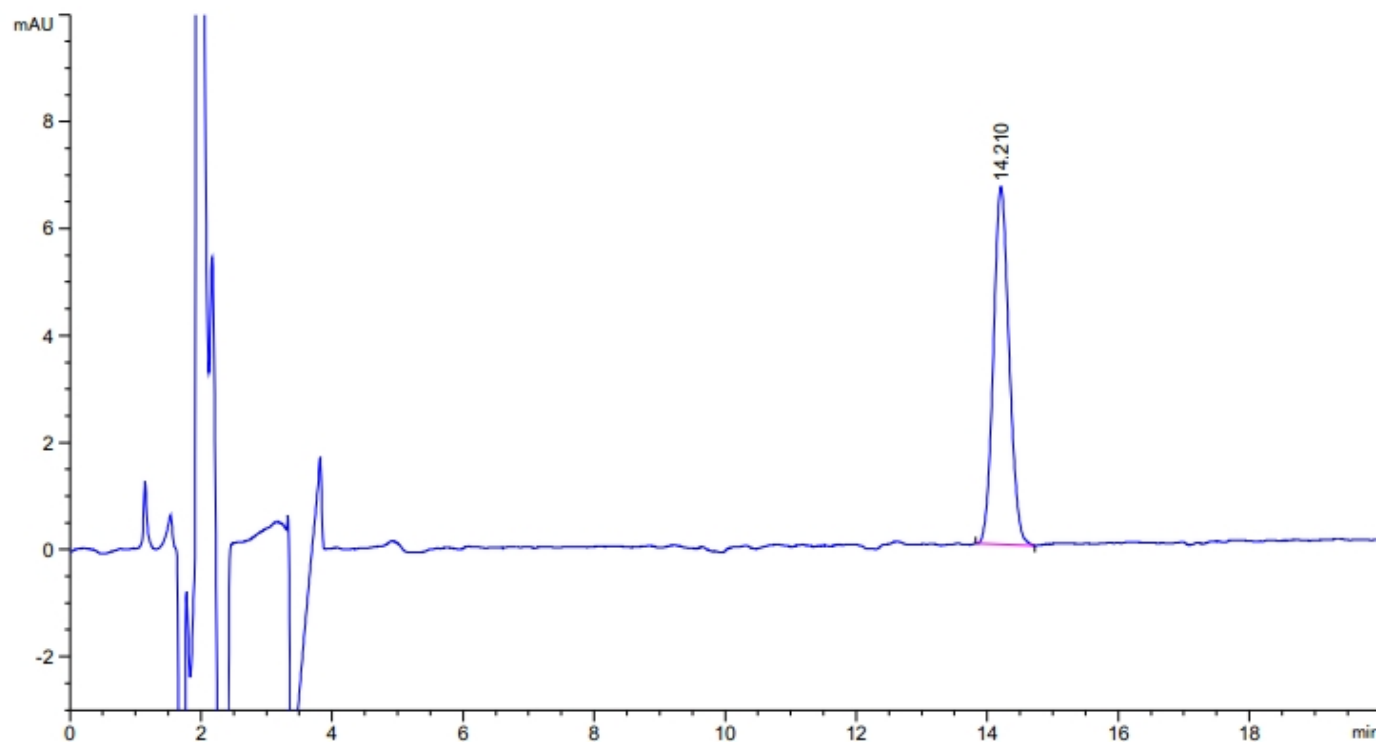
5.色谱图或者加标回收率结果



实际牛奶样品色谱图



实际牛奶样品加标色谱图（加标浓度为：10 mg/kg）



三聚氰胺标准品色谱图

表 1: 加标回收率测定结果

样品名称	原始含量(mg/kg)	加标含量(mg/kg)	回收率(%)	RSD(%)
1	---	10.0	84.1	
2	---	10.0	85.4	2.9
3	---	10.0	88.9	