

# 高效液相色谱法检测食品接触材料中三聚氰胺的迁移量

三聚氰胺  
Melamine

## 【基本信息】

三聚氰胺俗称密胺、蛋白精，对身体有害，不可用于食品加工或食品添加物。按照食品安全国家标准（GB31604.15-2016），在用做食品包装材料时，需要测定三聚氰胺的迁移量，在此用自来水、0.1%柠檬酸、65%乙醇作为水性、酸性、酒精类食品模拟物对三聚氰胺进行高效液相色谱的检测。

## 【溶液的配制】

- 1、磷酸二氢钠缓冲溶液（0.005 mol/L，pH=6.5）配制：称取 0.78 g 二水合磷酸二氢钠，用 900 mL 水溶解，用 100 g/L 的氢氧化钠溶液调整其 pH 至 6.5，之后用水定容至 1000mL。
- 2、液相色谱流动相配制：用上述磷酸二氢钠缓冲溶液与乙腈相混合，乙腈—磷酸缓冲溶液（75—25，体积比）。
- 3、称取 1 mg 三聚氰胺粉末标准品，加入 10 mL 水，常温下超声溶解，获得 0.1 mg/mL 溶液作为对照品，用 0.22 μm 有机相微孔滤膜过滤后进样。
- 4、将上述 0.1 mg/mL 三聚氰胺水溶液稀释 500 倍，浓度为 0.2 μg/mL，用 0.22 μm 有机相微孔滤膜过滤后进样。
- 5、水性食品模拟物：用自来水稀释上述 0.1 mg/mL 三聚氰胺水溶液至 10 μg/mL，用 0.22 μm 有机相微孔滤膜过滤后进样。
- 6、酸性食品模拟物：用 1g/L 柠檬酸水溶液稀释上述 0.1 mg/mL 三聚氰胺水溶液至 10 μg/mL，用 0.22 μm 有机相微孔滤膜过滤后进样。
- 7、酒精类食品模拟物：用 65%乙醇水溶液稀释上述 0.1 mg/mL 三聚氰胺水溶液至 10 μg/mL，用 0.22 μm 有机相微孔滤膜过滤后进样。

## 【分析条件】

仪器：Agilent 1220  
色谱柱：TSKgel Amide-80 HR（4.6 mm I.D.×25 cm，5μm）  
流动相：乙腈—磷酸二氢钠缓冲溶液  
流速：1.0 mL/min  
柱温：室温  
进样体积：20 μL  
检测器：紫外检测器，230nm

分析结果:

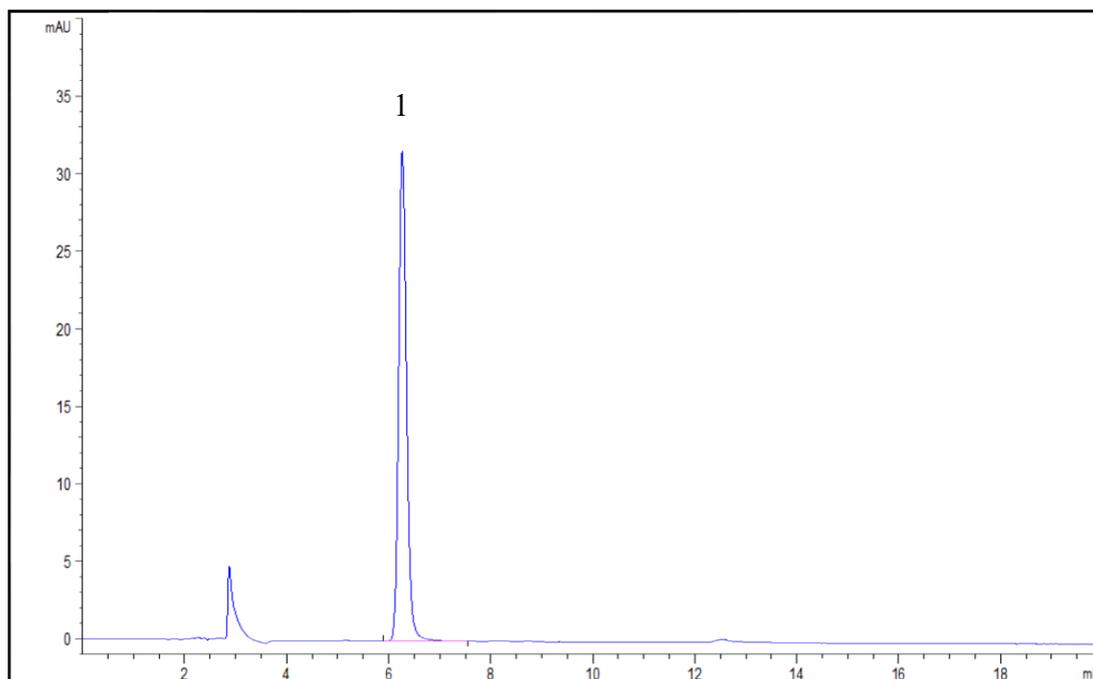


图 1. 10 µg/mL 三聚氰胺水溶液的色谱图

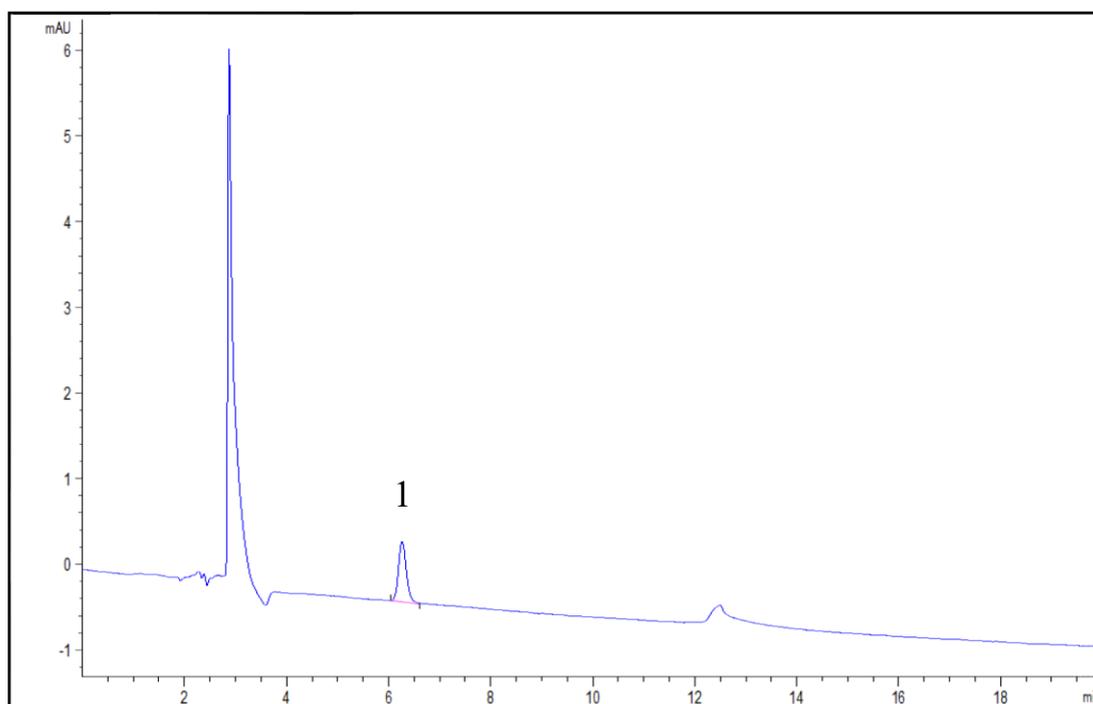


图 2. 0.2 µg/mL 三聚氰胺水溶液的色谱图

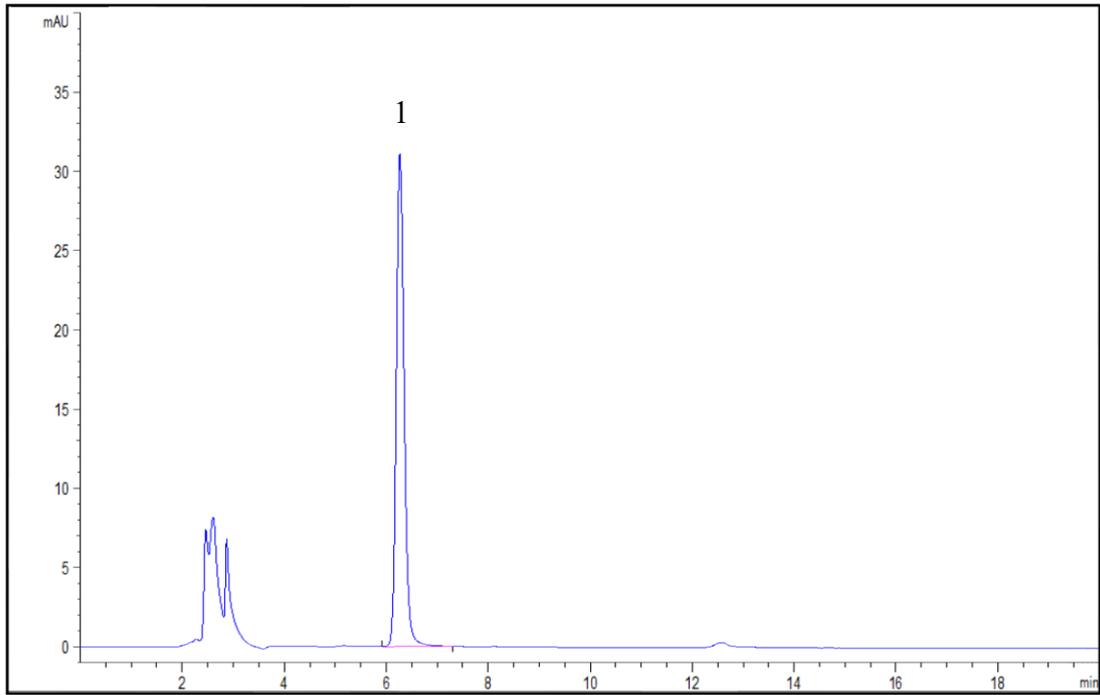


图 3. (10 µg/mL 三聚氰胺) 水性食品模拟物的色谱图

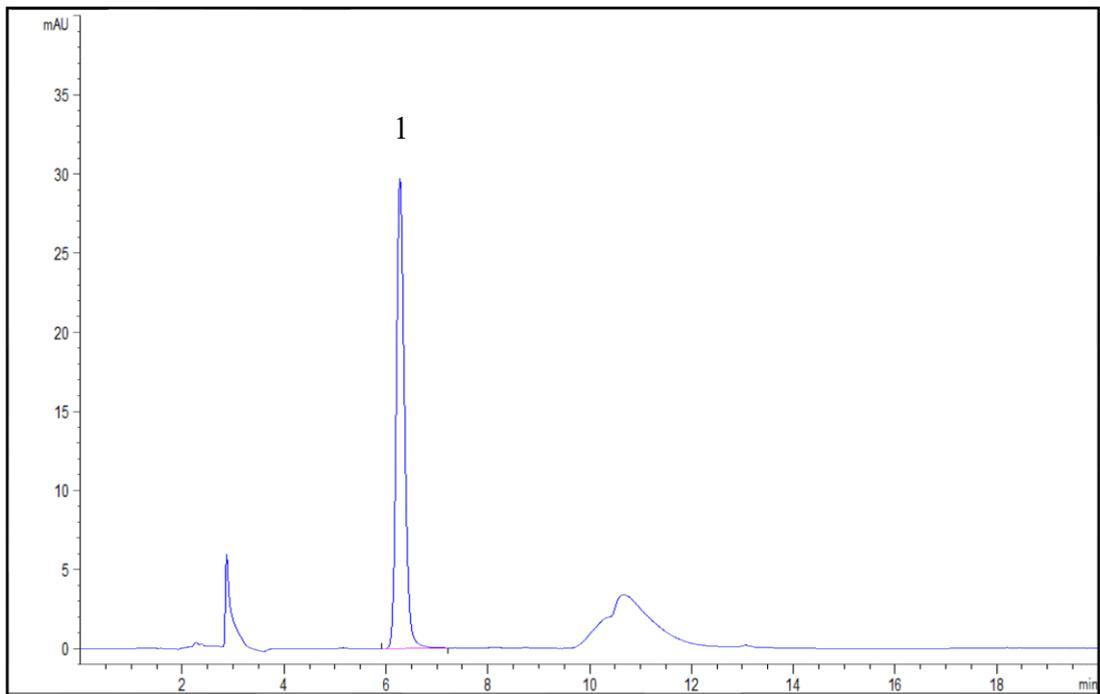


图 4. (10 µg/mL 三聚氰胺) 酸性食品模拟物的色谱图

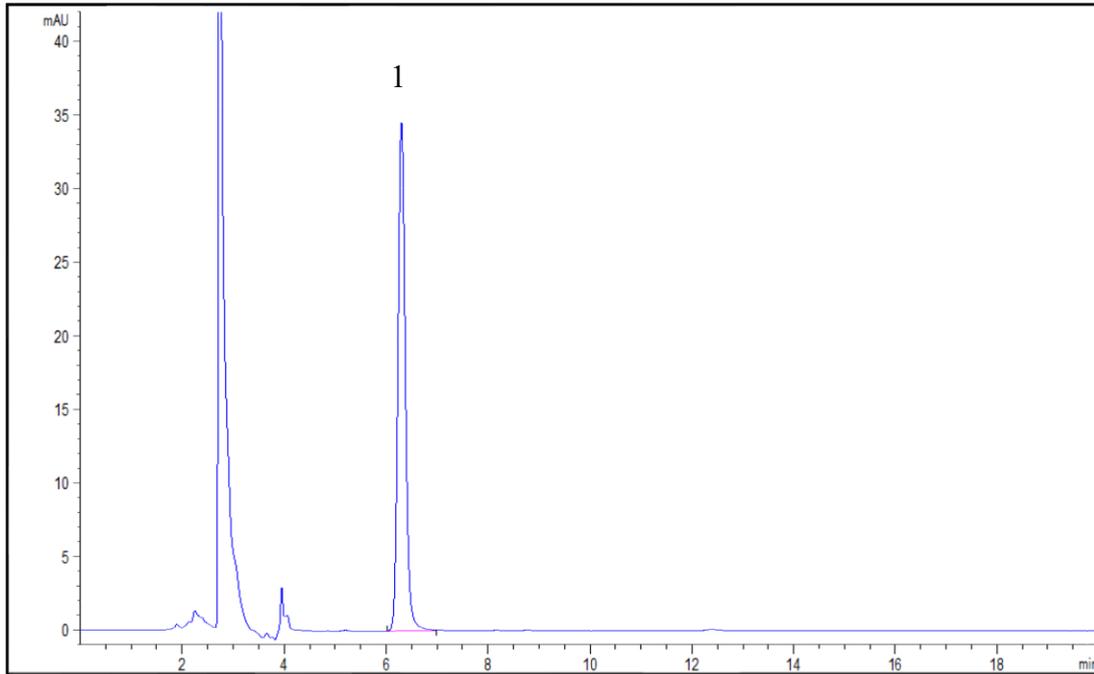


图 5. (10  $\mu\text{g/mL}$  三聚氰胺) 酒精类食品模拟物的色谱图

色谱图序号	峰序号	物质名称	保留时间	对称因子	理论塔板数	拖尾因子
1	1	三聚氰胺	6.268	0.80	8492	1.06
2	1	三聚氰胺	6.264	0.80	8475	1.18
3	1	三聚氰胺	6.268	0.80	8410	1.19
4	1	三聚氰胺	6.277	0.77	7657	1.19
5	1	三聚氰胺	6.302	0.86	9655	1.15

## 结论:

TSKgel Amide-80 HR (4.6 mm I.D.  $\times$  25 cm, 5  $\mu\text{m}$ ) 可以检测出 0.2 ppm 浓度的三聚氰胺, 满足食品安全国家标准 (GB 31604.15-2016) 检出限要求。在国家标准附录的色谱图中, 其三聚氰胺的保留时间差异较大 (分别约为 5.2 min、5.6 min、5.6 min), RSD=4.22%, 因此 TSKgel Amide-80 HR 色谱柱相比之下拥有更好的出峰重现性 (RSD=0.25%)。

## 附 录 (GB31604.15-2016 中的色谱图)

### A.1 水性食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

水性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.1。

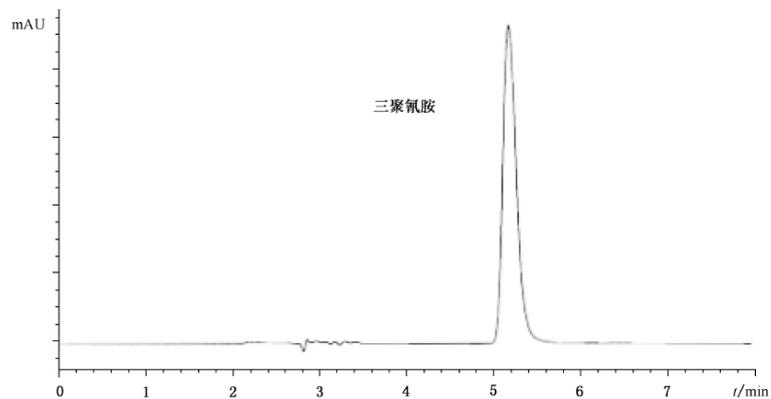


图 A.1 水性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)

### A.2 酸性食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

酸性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.2。

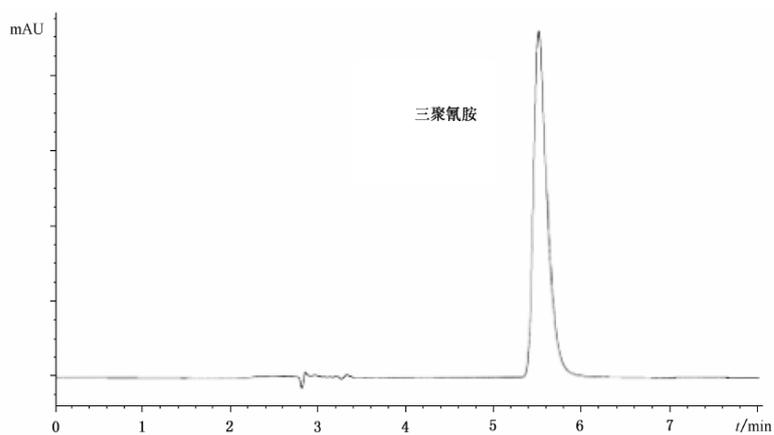


图 A.2 酸性食品模拟物中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)

### A.3 酒精类食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

酒精类食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.3。

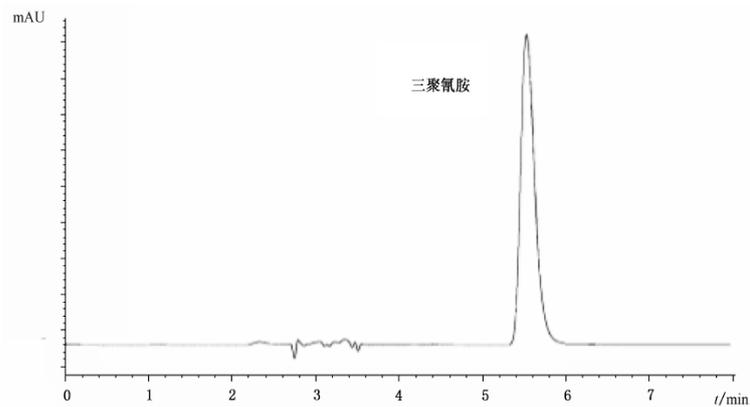


图 A.3 酒精类食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)