

ICS 67.100
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 22400—2008

GB/T 22400—2008

原料乳中三聚氰胺快速检测 液相色谱法

Rapid determination of melamine in raw milk—
High performance liquid chromatography method

中华人民共和国
国家标准
原料乳中三聚氰胺快速检测
液相色谱法
GB/T 22400—2008

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34771 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 22400-2008

2008-10-15 发布

2008-10-15 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由中国计量科学研究院提出。

本标准由全国仪器分析测试标准化技术委员会归口。

本标准主要起草单位：中国计量科学研究院。

本标准参加起草单位：中华人民共和国陕西出入境检验检疫局、中国人民解放军总医院、北京市产品质量监督检验所、国家地质实验测试中心、北京理工大学、中华人民共和国北京出入境检验检疫局、北京大学、北京市营养源研究所、军事医学科学院、北京科技大学、清华大学。

本标准主要起草人：李红梅、张庆合、汤桦、何雅娟、全灿、李秀琴、黄挺、苏福海、戴新华、马康、李晓敏、宋德伟、徐蓓。

表 3 三聚氰胺含量范围及重复性和再现性方程

| 成分 | 含量范围/(mg/kg) | 重复性限(r) | 再现性限(R) |
|----------------------------------|--------------|---------------------------------|----------------------------------|
| 三聚氰胺 | 0.3~100.0 | $\lg r = -1.260 + 0.9286 \lg m$ | $\lg R = -0.7044 + 0.7744 \lg m$ |
| 注： m 表示两次测定结果的算术平均值，单位为 mg/kg。 | | | |

7.3 重复性与再现性参考值

表 4 列出了 m 在不同范围时的 r 与 R 值，供参考。

表 4 m 在不同范围时的 r 与 R 值

| | | | | | | |
|--------------|-----------|-----------|-----------|-----------|------------|-----------|
| m /(mg/kg) | 0.30~0.40 | 0.40~0.50 | 0.50~1.00 | 1.00~2.00 | 2.00~2.50 | 2.50~10.0 |
| r | 0.02 | 0.02 | 0.03 | 0.05 | 0.10 | 0.13 |
| R | 0.08 | 0.10 | 0.12 | 0.20 | 0.34 | 0.40 |
| m /(mg/kg) | 10.0~20.0 | 20.0~40.0 | 40.0~60.0 | 60.0~80.0 | 80.0~100.0 | |
| r | 0.47 | 0.89 | 1.69 | 2.46 | 3.22 | |
| R | 1.17 | 2.01 | 3.44 | 4.71 | 5.88 | |

8 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- 鉴别样品、实验室和分析日期等资料；
- 遵守本标准规定的程度；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 对分析结果可能有影响而本标准未包括的操作或者任意的操作。

9 质量保证

- 操作人员应具备从事相应实验技术的能力，并符合国家相关规定。
- 仪器及相关计量器具应通过检定或校准，并在有效使用期内。
- 宜采用有证标准物质，若采用自配标样，应使用有证标准物质对自配标样进行验证。
- 原料乳样采集和保存应严格执行本标准和国家相关规定，实施全过程质量保证。

10 注意事项

- 如果保留时间或柱压发生明显的变化，应检测离子交换色谱柱的柱效以保证检测结果的可靠性。
- 使用不同的离子交换色谱柱，其保留时间有较大的差异，应对色谱条件进行优化。
- 强阳离子交换色谱的流动相为酸性体系，每天结束实验时应以中性流动相冲洗仪器系统进行维护保养。

原料乳中三聚氰胺快速检测
液相色谱法

1 范围

本标准规定了液相色谱法快速检测原料乳中三聚氰胺的方法。

本标准适用于原料乳，也适用于不含添加物的液态乳制品。

本标准定量检测范围为 0.30 mg/kg~100.0 mg/kg，方法检测限为 0.05 mg/kg。

注：当原料乳中三聚氰胺的含量大于 100.0 mg/kg 时，具体操作方法见 6.2.2.3.2。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 1 部分：总则与定义（GB/T 6379.1—2004，ISO 5725-1:1994，IDT）

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度）第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法（GB/T 6379.2—2004，ISO 5725-2:1994，IDT）

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD）

3 原理

用乙腈作为原料乳中的蛋白质沉淀剂和三聚氰胺提取剂，强阳离子交换色谱柱分离，高效液相色谱-紫外检测器或二极管阵列检测器检测，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯或以上规格，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 乙腈(CH_3CN): 色谱纯。
- 磷酸(H_3PO_4)。
- 磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。
- 三聚氰胺标准物质($\text{C}_3\text{H}_6\text{N}_6$): 纯度大于或等于 99%。
- 三聚氰胺标准储备溶液(1.00×10^3 mg/L): 称取 100 mg(准确至 0.1 mg)三聚氰胺标准物质，用水完全溶解后，100 mL 容量瓶中定容至刻度，混匀，4 °C 条件下避光保存，有效期为 1 个月。
- 标准工作溶液: 使用时配制。
 - 标准溶液 A(2.00×10^2 mg/L): 准确移取 20.0 mL 三聚氰胺标准储备溶液(4.5)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
 - 标准溶液 B(0.50 mg/L): 准确移取 0.25 mL 标准溶液 A(4.6.1)，置于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。
 - 按表 1 分别移取不同体积的标准溶液 A(4.6.1)于容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。按表 2 分别移取不同体积的标准溶液 B(4.6.2)于容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。