

ICS 67.100
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 22388—2008

原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法

Determination of melamine in raw milk and dairy products

2008-10-07 发布

2008-10-07 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

本标准包括三个方法：第一法 高效液相色谱法，第二法 液相色谱-质谱/质谱法，第三法 气相色谱-质谱联用法。检测时，应根据检测对象及其限量的规定，选用与其相适应的检测方法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由全国食品安全应急标准化工作组、全国质量监管重点产品检验方法标准化技术委员会提出并归口。

本标准第一法起草单位：中国检验检疫科学研究院、中国疾病预防控制中心、国家食品质量安全监督检验中心、北京市疾病预防控制中心、国家乳制品质量监督检验中心、浙江省质量技术监督检测研究院、国家加工食品质量监督检验中心(广州)。

本标准第一法主要起草人：宋书锋、鲁杰、安娟、杨大进、李淑娟、张晶、刘艳琴、杨红梅、杨金宝、鄂来明、廖上富、陈小珍、蔡依军、郭新东、吴玉銮。

本标准第二法起草单位：中国检验检疫科学研究院、北京市疾病预防控制中心、国家食品质量安全监督检验中心、中国疾病预防控制中心、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准第二法主要起草人：彭涛、吴永宁、邵兵、王浩、李晓娟、郭启雷、苗虹、赵云峰、丁涛、李立、蒋原。

本标准第三法起草单位：上海市质量监督检验技术研究院、国家食品质量安全监督检验中心、中国检验检疫科学研究院。

本标准第三法主要起草人：巢强国、常宇文、雷涛、陈冬东、赵玉琪、周耀斌、穆同娜、葛宇、曹程明、张辉、麦成华、曹红。

原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法

1 范围

本标准规定了原料乳、乳制品以及含乳制品中三聚氰胺的三种测定方法,即高效液相色谱法(HPLC法)、液相色谱-质谱/质谱法(LC-MS/MS法)和气相色谱-质谱联用法[包括气相色谱-质谱法(GC-MS法),气相色谱-质谱/质谱法(GC-MS/MS法)]。

本标准适用于原料乳、乳制品以及含乳制品中三聚氰胺的定量测定;液相色谱-质谱/质谱法、气相色谱-质谱联用法(包括气相色谱-质谱/质谱法)同时适用于原料乳、乳制品以及含乳制品中三聚氰胺的定性确证。

本标准高效液相色谱法的定量限为 2 mg/kg,液相色谱-质谱/质谱法的定量限为 0.01 mg/kg,气相色谱-质谱法的定量限为 0.05 mg/kg(其中气相色谱-质谱/质谱法的定量限为 0.005 mg/kg)。

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

3 第一法 高效液相色谱法(HPLC法)

3.1 原理

试样用三氯乙酸溶液-乙腈提取,经阳离子交换固相萃取柱净化后,用高效液相色谱测定,外标法定量。

3.2 试剂与材料

除非另有说明,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.2.1 甲醇:色谱纯。

3.2.2 乙腈:色谱纯。

3.2.3 氨水:含量为 25%~28%。

3.2.4 三氯乙酸。

3.2.5 柠檬酸。

3.2.6 辛烷磺酸钠:色谱纯。

3.2.7 甲醇水溶液:准确量取 50 mL 甲醇和 50 mL 水,混匀后备用。

3.2.8 三氯乙酸溶液(1%):准确称取 10 g 三氯乙酸于 1 L 容量瓶中,用水溶解并定容至刻度,混匀后备用。

3.2.9 氨化甲醇溶液(5%):准确量取 5 mL 氨水和 95 mL 甲醇,混匀后备用。

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

3.2.11 三聚氰胺标准品:CAS 108-78-01,纯度大于 99.0%。

3.2.12 三聚氰胺标准储备液:准确称取 100 mg(精确到 0.1 mg)三聚氰胺标准品于 100 mL 容量瓶中,用甲醇水溶液(3.2.7)溶解并定容至刻度,配制成浓度为 1 mg/mL 的标准储备液,于 4 ℃ 避光保存。