

ICS 65.120
B 46

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 1372—2007

饲料中三聚氰胺的测定

Determination of Melamine in Feeds

2007-06-14 发布

2007-06-14 实施



中华人民共和国农业部 发布

前 言

本标准参考美国食品药品监督管理局(FDA)实验室方法和国内相关实验室的方法,提出了饲料中三聚氰胺的测定方法。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准由农业部畜牧业司提出。

本标准由全国饲料工业标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:国家饲料质量监督检验中心(北京)。

本标准起草人:赵根龙、王培龙、宋荣、索德成、马东霞、张苏、李丽蓓、杨曙明、苏晓鸥。

饲料中三聚氰胺的测定

1 范围

本标准规定了测定饲料中三聚氰胺的含量的高效液相色谱法(HPLC)和气相色谱质谱联用法(GC-MS),其中GC-MS法为确证法。

本标准适用于配合饲料、浓缩饲料、添加剂预混合饲料、植物性蛋白饲料、宠物饲料(干粮、罐头)中三聚氰胺的测定。

本标准中HPLC法最低定量限为2.0 mg/kg,GC-MS法最低定量限为0.05 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 20195 动物饲料 试样的制备

3 HPLC法

3.1 原理

试样中的三聚氰胺用三氯乙酸溶液提取,提取液离心后经混合型阳离子交换固相萃取柱净化,洗脱物吹干后用甲醇溶液溶解,用高效液相色谱仪进行测定。

3.2 试剂与材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂和符合GB/T 6682的三级水,色谱用水符合GB/T 6682一级水的规定。

3.2.1 甲醇:色谱纯。

3.2.2 乙腈:色谱纯。

3.2.3 氨水:浓度25%~28%。

3.2.4 混合型阳离子交换固相萃取柱:60 mg,3 mL。

3.2.5 三氯乙酸溶液 10 g/L:称取10 g三氯乙酸加水至1 000 mL。

3.2.6 氨水甲醇溶液:量取5 mL氨水,溶解于100 mL甲醇中。

3.2.7 乙酸铅溶液 22 g/L:取22 g乙酸铅用约300 mL水溶解后定容至1 L。

3.2.8 滤膜:0.45 μm,有机相。

3.2.9 甲醇溶液:200 mL甲醇(3.2.1)加入800 mL一级水,混匀。

3.2.10 流动相:称取2.02 g庚烷磺酸钠和2.10 g柠檬酸于1 L容量瓶中,用水溶解并稀释至刻度。取

NY/T 1372—2007

3.2.12.2 标准中间液:吸取标准储备液 5.00 mL,于 50 mL 容量瓶内,用甲醇溶液(3.2.9)定容至 50 mL,该溶液三聚氰胺浓度为 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$,于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱内贮存,有效期 1 个月。

3.2.12.3 标准工作液:用移液管分别移取标准中间液 1 mL、5 mL、10 mL、25 mL、50 mL 于 5 个 100 mL 容量瓶内,用甲醇溶液(3.2.9)定容,该溶液三聚氰胺浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、

$$X = \frac{A \times C_s \times V}{A_s \times m} \times n \dots\dots\dots (1)$$

式中:

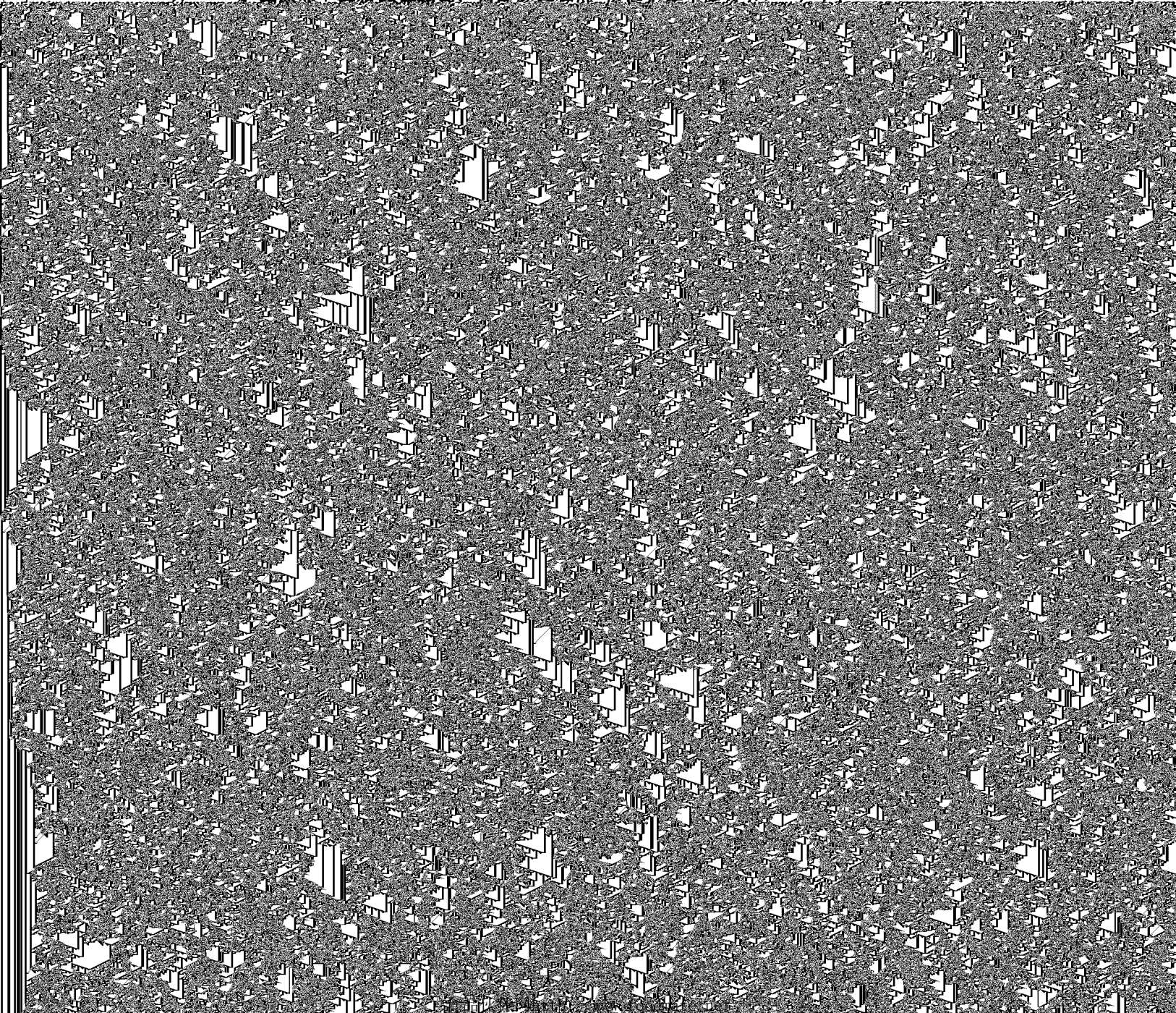
- V —— 净化后加入的甲醇溶液体积,单位为毫升(mL);
- A_s —— 三聚氰胺标准溶液对应的色谱峰面积响应值;
- A —— 试样溶液对应的色谱峰面积响应值;
- C_s —— 三聚氰胺标准溶液的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g);
- n —— 稀释倍数。

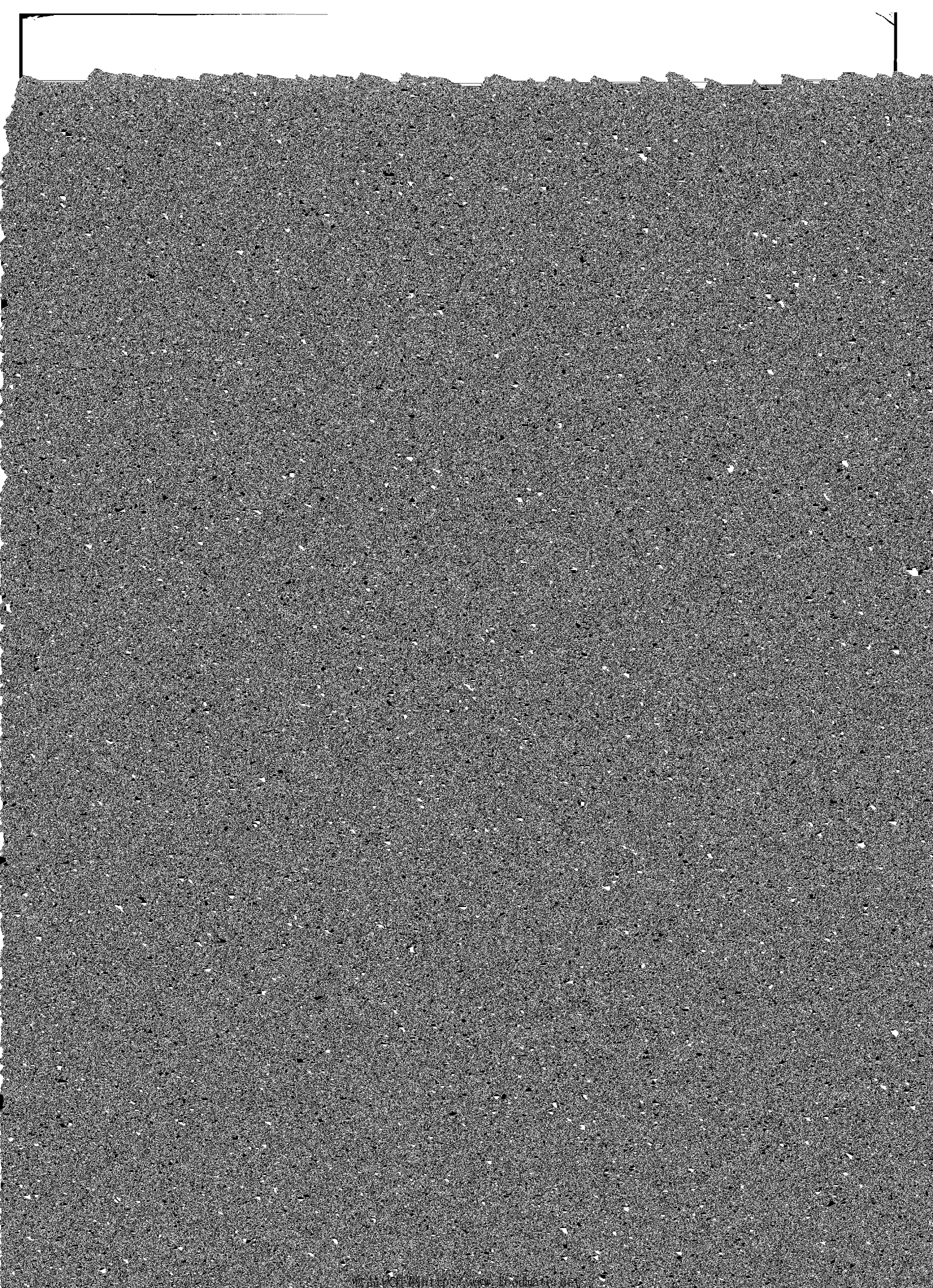
多点校正按式(2)计算:

$$X = \frac{C_x \times V}{m} \times n \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- V —— 净化后加入的甲醇溶液体积,单位为毫升(mL);





附录 A
(资料性附录)
三聚氰胺标准图谱

A.1 三聚氰胺标准色谱图见图 A.1。

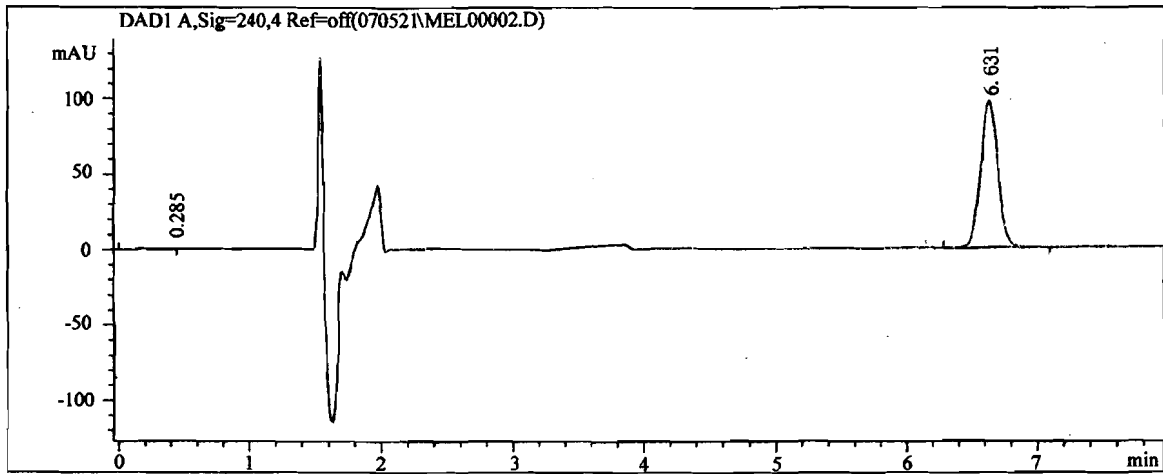


图 A.1 三聚氰胺标准色谱图

A.2 三聚氰胺标准紫外光谱图见图 A.2。

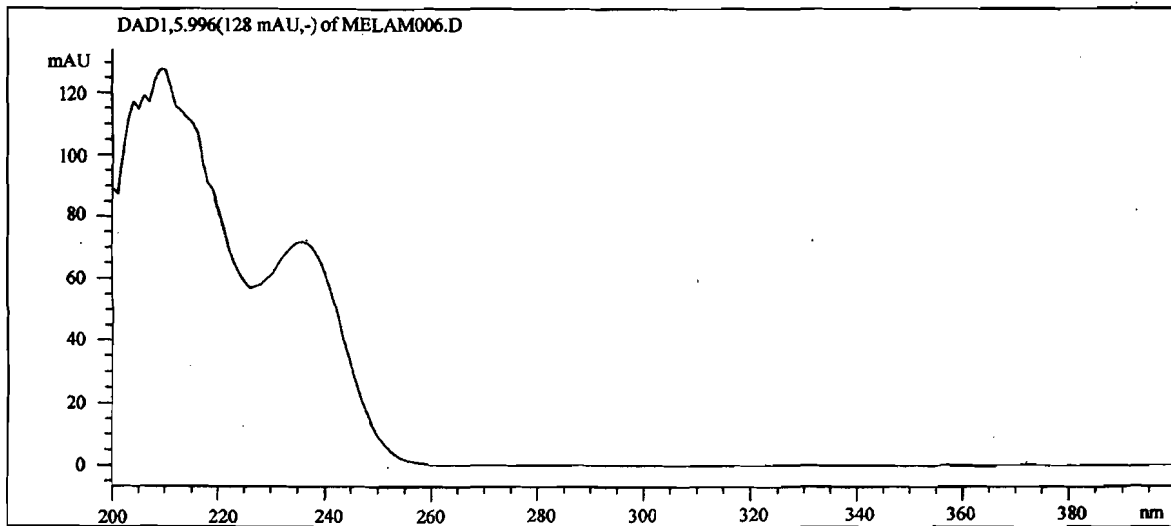


图 A.2 三聚氰胺紫外光谱图

A.3 三聚氰胺标准品衍生物选择离子色谱图见图 A.3。

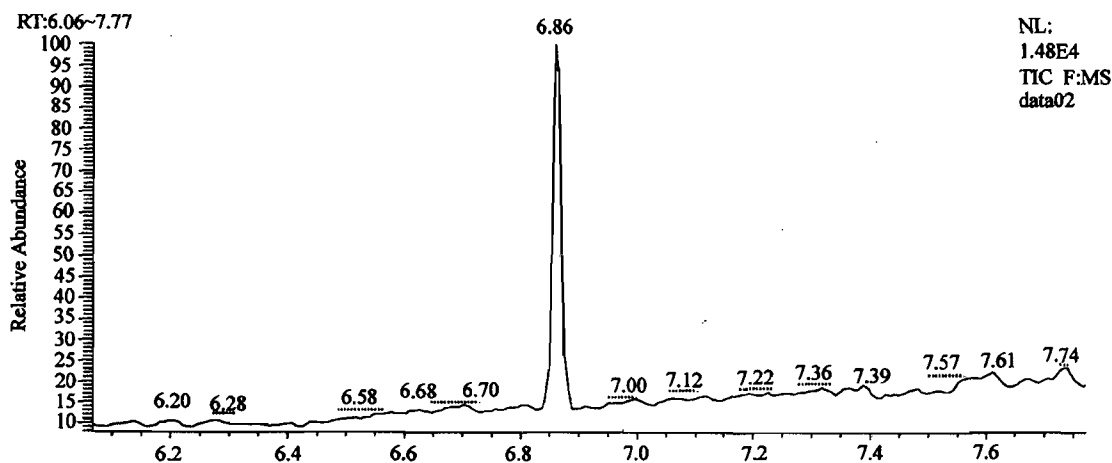


图 A.3 三聚氰胺标准品衍生物选择离子色谱图

A.4 三聚氰胺衍生物选择离子质谱图见图 A.4。

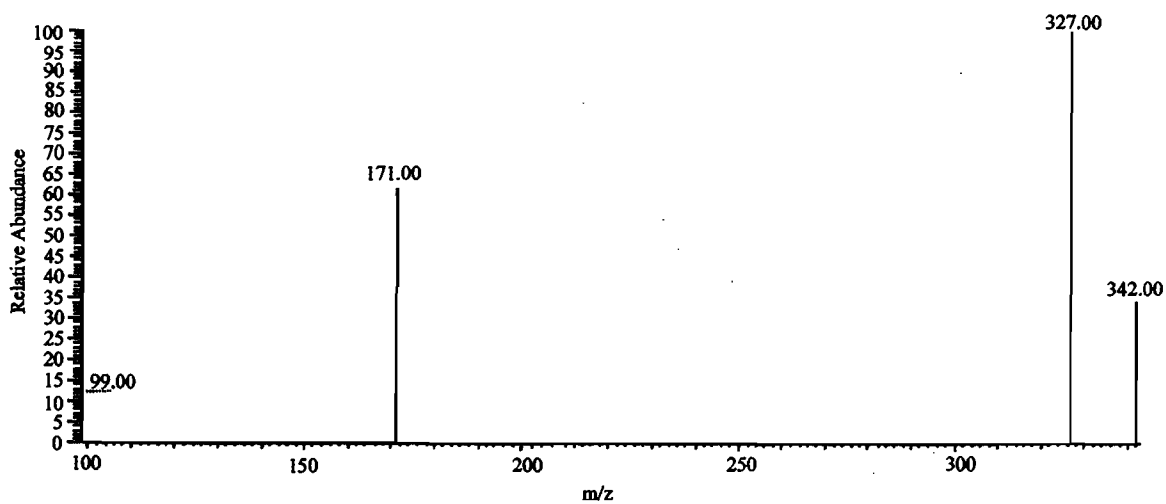


图 A.4 三聚氰胺衍生物选择离子质谱图