

岛津应用数据集

● 色谱分析

反相离子对色谱法检测冰淇淋中三聚氰胺

摘要：对于许多食品，人们需要获悉其中蛋白质的含量，但是直接测定蛋白质的含量比较困难，通常通过测定氮原子的含量来间接推算其中蛋白质的含量。三聚氰胺（含氮量66%）与蛋白质（平均含氮量16%）相比含有更高比例的氮原子，因此被一些造假者利用，添加在食品中以造成食品蛋白质含量较高的假象。继2008年9月国内发生三鹿奶粉三聚氰胺事件后，伊利雪糕、大白兔奶糖、

亨氏米粉、立顿奶茶等奶制品也相继被检测出含有三聚氰胺，严重损害了国内消费者的利益。

本文参考国标 GB/T 22388—2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法中的样品提取纯化过程，采用反相离子对色谱法测定冰淇淋中三聚氰胺含量，重现性好，灵敏度高。

仪器概况

仪器装置

本实验使用岛津 Prominence LC-20A 高效液相色谱仪系统。具体配置为 LC-20AD 输液泵，DGU-20A3 在线脱气机，SIL-20A 自动进样器，CTO-20AC 柱温箱，SPD-20A 紫外可见检测器，CBM-20A 控制器和 LCsolution 色谱工作站。

分析方法

色谱柱：Shimadzu VP-ODS 4.6×250 mm 5μm

检测波长：240 nm

流动相：缓冲液：乙腈=90：10

（缓冲液配制方法：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1L 备用）

流速：1 mL/min

柱温：40℃

进样量：20 μl

洗脱方式：等度洗脱。

样品前处理方法

参考国标 GB/T 22388—2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法中的样品提取纯化过程，具体步骤如图1所示。

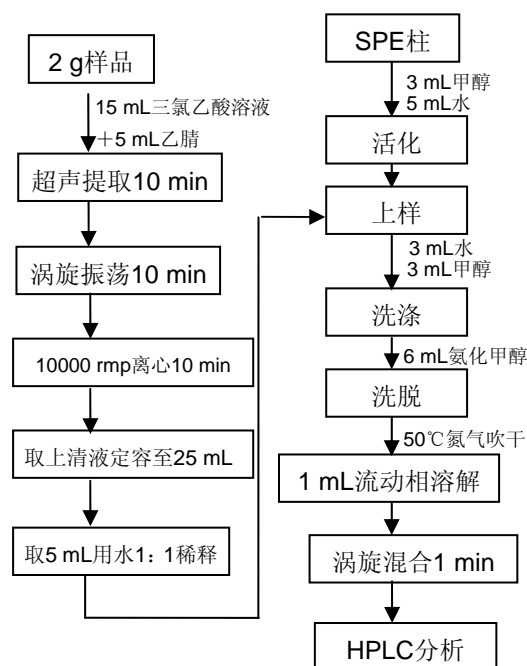


图1 前处理步骤

分析结果

1.保留时间与峰形

图2为本方法检测三聚氰胺标样的典型色谱图（样品浓度为0.8 ug/mL）

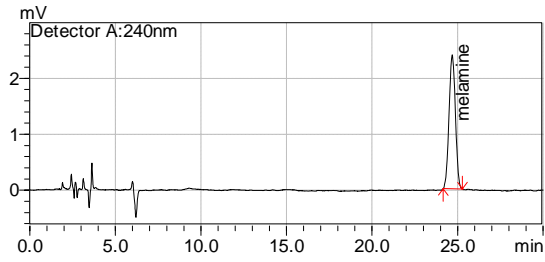


图2 三聚氰胺标样图谱

由图2可见，本方法所测三聚氰胺保留时间为24.40min，峰形尖锐，对称性好。

2.标准曲线

用流动相将三聚氰胺标准储备液逐级稀释得到的浓度为0.8、2、20、40、80 $\mu\text{g/mL}$ 的标准工作液，浓度由低到高进样检测，以峰面积-浓度作图，得到标准曲线回归方程(见图3)。

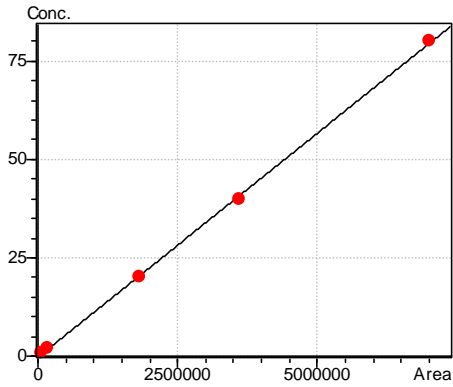


图3 校准曲线

结果表明，该方法线性良好，相关系数为0.9999。

3.实际样品分析结果

按本方法测定两份冰淇淋样品(空白样品和阳性样品)，得到的图谱分别如图4和图5所示，空白样品在三聚氰胺出峰处无基质干扰。经计算，阳性样品中三聚氰胺的含量为1.40 mg/kg。

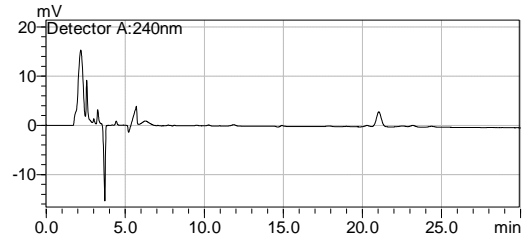


图4 空白样品检测结果

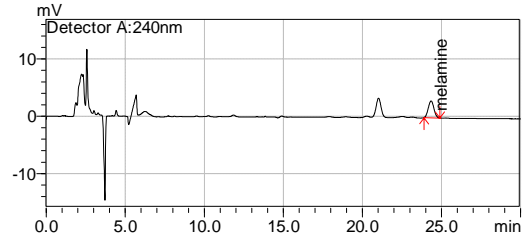


图5 阳性样品检测结果

结论

本方法具有仪器成本低，灵敏度高等优点，适用于冰淇淋中三聚氰胺含量的准确测定。