



中华人民共和国国家标准

GB/T 22288—2008

植物源产品中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、 三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸的测定 气相色谱-质谱法

Determination of melamine, ammeline, ammelide and cyanuric
acid in original plant products—GC-MS method

2008-08-12 发布

2008-12-01 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
植物源产品中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、
三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸的测定
气相色谱-质谱法
GB/T 22288—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 14 千字

2008年11月第一版 2008年11月第一次印刷

*

书号: 155066·1-34131

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

前 言

本标准附录 A、附录 B 和附录 C 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中国检验检疫科学研究院、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李淑娟、李刚、李建中、安娟、陈冬东、蔡会霞、丁涛、蒋原、彭涛、代汉慧、唐英章。

植物源产品中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、 三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了植物源产品中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸测定的气相色谱/质谱检测方法。

本标准适用于小麦粉、玉米粉、大米粉中三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸含量的测定。

2 原理

试样用溶剂提取,提取液经氮吹仪浓缩后用硅烷化试剂衍生,使用 GC-MS 在选择监测离子模式下对三聚氰胺、三聚氰酸一酰胺、三聚氰酸二酰胺和三聚氰酸进行检测和确证,外标法定量。

3 试剂与材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 二乙胺。
- 3.2 乙腈:色谱纯。
- 3.3 吡啶:纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.4 硅烷化试剂:含有 1% 三甲基一氯硅烷(TMCS)的 *N,O*-双三甲基硅基三氟乙酰胺(BSTFA)。
- 3.5 提取溶剂:二乙胺-水-乙腈(10+40+50,体积比)。
- 3.6 三聚氰胺:纯度 $\geq 99.0\%$,CAS 编号:108-78-1。
- 3.7 三聚氰酸二酰胺:纯度 $\geq 99.0\%$,CAS 编号:645-93-2。
- 3.8 三聚氰酸一酰胺:纯度 $\geq 99.5\%$,CAS 编号:645-92-1。
- 3.9 三聚氰酸:纯度 $\geq 99.0\%$,CAS 编号:108-80-5。
- 3.10 标准储备溶液:分别称量 10.0 mg(精确到 0.1 mg)的标准品,用二乙胺-水(20+80,体积比)超声溶解并分别定容于 100 mL 容量瓶中, $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下冷冻避光保存,有效期 3 个月。
- 3.11 混合标准中间溶液:分别移取 1.0 mL 四种标准储备液于同一 10 mL 容量瓶中,用提取溶剂(3.5)定容,充分摇匀,得到浓度为 $10.0\ \mu\text{g/mL}$ 的混合标准工作液。 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷藏避光保存,有效期 1 个月。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击(EI)源。
- 4.2 天平:感量为 0.1 mg 和 0.001 g。
- 4.3 超声波清洗器。
- 4.4 氮吹仪。
- 4.5 离心机。
- 4.6 涡旋混合器。