

# SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2941—2011

---

塑料原料及制品中三聚氰胺含量的测定

Determination of melamine in plastic materials and products

2011-05-31 发布

2011-12-01 实施

---

中华人民共和国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李全忠、周明辉、刘莹峰、翟翠萍、郑建国。

# 塑料原料及制品中三聚氰胺含量的测定

## 1 范围

本标准规定了塑料原料及制品中三聚氰胺含量的高效液相色谱检测方法。  
本标准适用于塑料原料及制品中三聚氰胺的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 方法提要

塑料原料及制品粉碎后用1%三氯乙酸溶液提取,提取液经离心、过滤、定容后采用高效液相色谱检测,检测波长为208 nm,外标法定量。

## 4 试剂和材料

除另有规定外,测试中所用试剂均为分析纯,分析用水为符合GB/T 6682规定的一级水。

- 4.1 乙腈:色谱纯。
- 4.2 磷酸。
- 4.3 磷酸二氢钾。
- 4.4 磷酸二氢钾缓冲溶液:称取0.8437 g磷酸二氢钾(精确至0.0001 g)于1 000 mL容量瓶中,加入900 mL水,用磷酸调节pH为3,用水定容,摇匀。
- 4.5 三聚氰胺标准品: CAS编号为108-78-01,纯度大于99.0%。
- 4.6 三聚氰胺标准储备液:准确称取100 mg三聚氰胺标准品(精确至0.0001 g)于100 mL容量瓶中,用水溶解并定容至刻度,配制成浓度为1.00 mg/mL的标准储备液。
- 4.7 三氯乙酸。
- 4.8 1%三氯乙酸溶液:称取10 g三氯乙酸(精确至0.01 g)于1 000 mL容量瓶中,用水溶解并定容至刻度,混匀。

## 5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱(HPLC)仪:配有二极管阵列(DAD)检测器。
- 5.2 超声恒温水浴。
- 5.3 分析天平:感量为0.0001 g、0.01 g。
- 5.4 离心机:转速不低于4 000 r/min。
- 5.5 冷冻粉碎机。

5.6 滤膜:0.45 μm,有机相。

5.7 离心管:具塞,50 mL。

5.8 定性滤纸。

## 6 试样

将塑料原料及制品样品破碎成小于1 cm×1 cm的小块,经液氮冷冻后用粉碎机破碎成粒径小于0.2 mm的颗粒。称取2.5 g(精确至0.01 g)试样于50 mL具塞离心管中,加入20 mL 1%三氯乙酸溶液(4.8),于50℃水浴下超声提取30 min,以大于4 000 r/min离心10 min。上清液经1%三氯乙酸溶液(4.8)润湿的滤纸过滤,用1%三氯乙酸溶液(4.8)定容至25 mL。经0.45 μm滤膜过滤后供液相色谱测定。

空白样品制备:除不加样品外,其他步骤同上。

## 7 分析步骤

### 7.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱:强阳离子交换柱,250 mm×4.6 mm(内径),6 μm或性能相当者;
- b) 柱温:40℃;
- c) 流动相:磷酸二氢钾缓冲溶液+乙腈=30+70(体积比);
- d) 流速:0.8 mL/min;
- e) 检测波长:208 nm;
- f) 进样量:20 μL。

上述液相色谱操作条件系典型操作参数,可根据不同仪器的特点,对给定操作参数作适当调整,以期获得最佳效果。

### 7.2 标准工作曲线绘制

分别移取适量的三聚氰胺标准储备液(4.6),用1%三氯乙酸溶液(4.8)逐级稀释,配制成浓度分别为0.200 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L、80.0 mg/L、120 mg/L的三聚氰胺标准工作溶液系列。在7.1所列仪器参数下检测,待仪器稳定后,各取标准工作溶液平行进样两次,浓度由低到高进样检测。以三聚氰胺浓度为横坐标,单位以mg/L表示,以对应的峰面积平均值为纵坐标,绘制标准工作曲线。得到线性方程和相关系数。三聚氰胺标准品的色谱图参见图A.1。

### 7.3 样品检测

按7.1所列仪器参数为检测条件,待仪器稳定后,将制备的空白样品和测试样品依次进样,扣除空白本底,记录三聚氰胺色谱峰的保留时间与峰面积,每个溶液平行进样两次,计算峰面积平均值。以保留时间和紫外光谱图与标准品紫外光谱图对照判定三聚氰胺的存在与否。三聚氰胺标准品紫外光谱图参见图B.1。若样液的响应值超过了标准工作曲线的最大响应值,则应将样液用1%三氯乙酸溶液(4.8)稀释后重新进样检测。在检测标准品与测试样品的整个过程中确保操作条件一致。

## 8 结果计算

按式(1)计算样品中三聚氰胺的含量:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_i$  ——样品中三聚氰胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；

$c_i$  ——从校准曲线计算得出的样液浓度,单位为毫克每升(mg/L)；

$c_0$  ——从校准曲线计算得出的空白溶液浓度,单位为毫克每升(mg/L)；

$V$  ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；

$N$  ——样液稀释倍数；

$m$  ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 9 结果表示

以两次平行测定结果的平均值作为测定结果,两次平行测定结果的相对标准偏差不大于10%。



附录 A  
(资料性附录)  
三聚氰胺典型液相色谱图

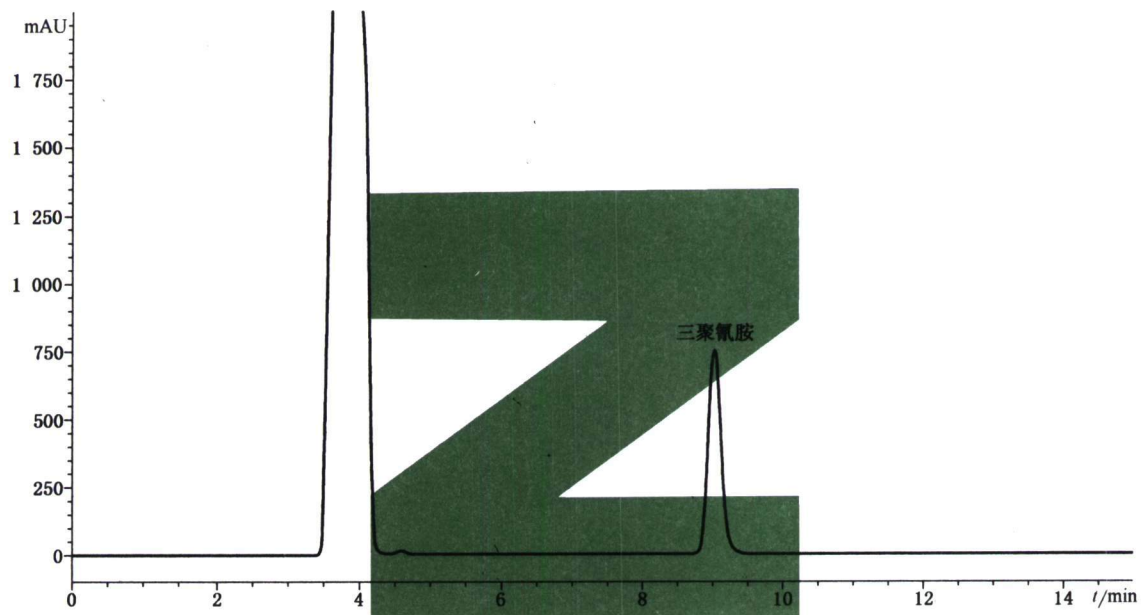


图 A.1 三聚氰胺标准品(20 mg/L)色谱图

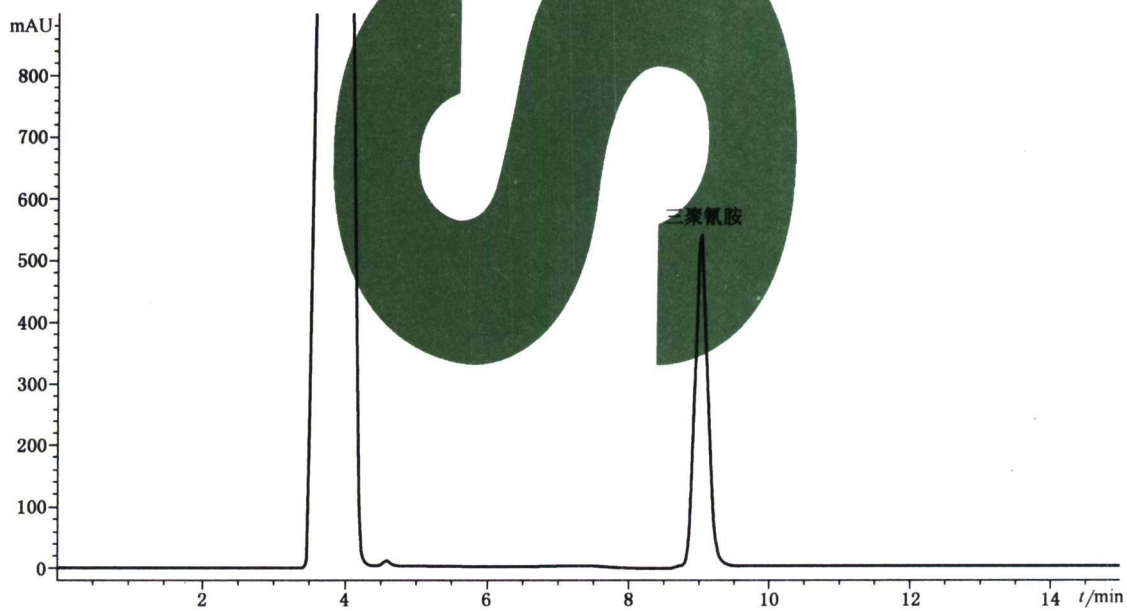


图 A.2 样品中添加三聚氰胺(15 mg/L)色谱图

附录 B  
(资料性附录)  
三聚氰胺标准品紫外光谱图

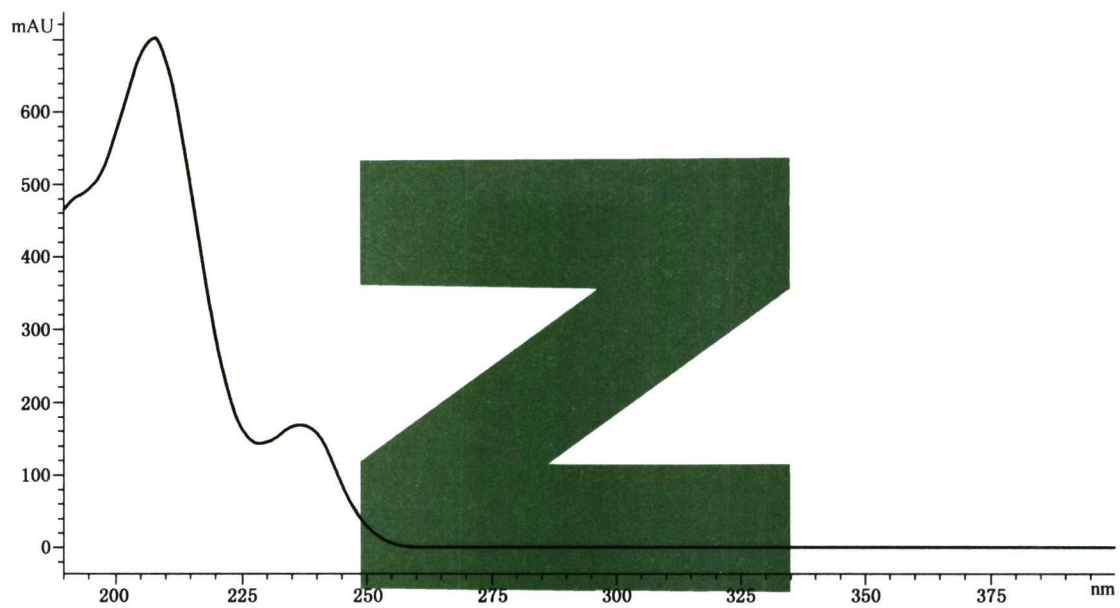


图 B.1 三聚氰胺标准品紫外光谱图