

Application News

No. L514

高效液相色谱
High Performance Liquid Chromatography

肥料中的三聚氰胺及其相关物质的同时分析

Analysis of Melamine and Its Related Substances in Fertilizers

用于肥料、农药、土壤改良等多种用途的石灰氮是生产优质蔬菜中不可缺少的物质。近年来，在石灰氮中加水生成的石灰氮水和颗粒产品中，发现会生成三聚氰胺含量较高的副产物。而农作物可能从土壤中吸收三聚氰胺，从而损害人类的健康。例如，三聚氰胺及其相关物质三聚氰酸如果同时被吸收到生体内，会生成结晶，将对肾脏功能造成不良影响。¹⁾

因此，农林水产省消费安全局下达通知，将石灰氮中三聚氰胺浓度的暂定容许值设定为 0.4 %。²⁾

本文向您介绍按照日本独立行政法人农林水产消费安全技术中心（FAMIC）主编的肥料试验法中（2016，8.1.c）³⁾ 的规定，对肥料中的三聚氰胺及其相关物质三聚氰酸二酰胺、三聚氰酸一酰胺和三聚氰酸进行预处理和分析的示例。^{4) 5)}

■ 标准样品的分析

Analysis of Standard Solution

图 1 为三聚氰胺及其相关物质的结构；表 1 为分析条件；图 2 为三聚氰胺及其相关物质的混合标准溶液（各 1 mg/L）的色谱图。标准溶液和流动相的制备方法请参考试验法。图 3 为三聚氰胺和相关物质的标准曲线。由图可知，标准曲线的浓度范围为 0.05 ~ 5 mg/L，相关系数 R^2 达到 0.9999 以上，说明线性良好。

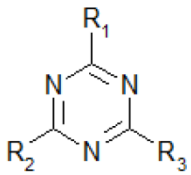
	Substance	R ₁	R ₂	R ₃
	Cyanuric acid	OH	OH	OH
	Ammelide	OH	OH	NH ₂
	Ammeline	OH	NH ₂	NH ₂
	Melamine	NH ₂	NH ₂	NH ₂

图 1 三聚氰胺及其相关物质的结构
Chemical Structure of Melamine and Its Related Substances

表 1 分析条件
Analytical Conditions

仪器	: Prominence
色谱柱	: TOSOH, TSKgel Amide-80 (250 mm L. × 4.6 mm I.D., 5 μm)
保护柱	: TOSOH, TSKgel guardgel Amide-80 (15 mm L. × 3.2 mm I.D.)
流动相	: 磷酸盐 (钠盐) 缓冲液 pH 6.7±0.2 / 乙腈 = 1/4 (v/v)
流速	: 1.0 mL/min
柱温	: 40 °C
进样体积	: 10 μL
检测器	: UV-VIS 检测器 (SPD-20A) 214 nm

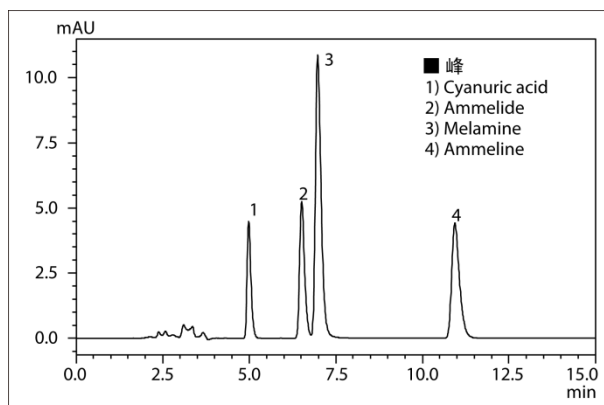


图 2 标准溶液（1 mg/L）的色谱图
Chromatogram of Standard Mixture (1 mg/L each)

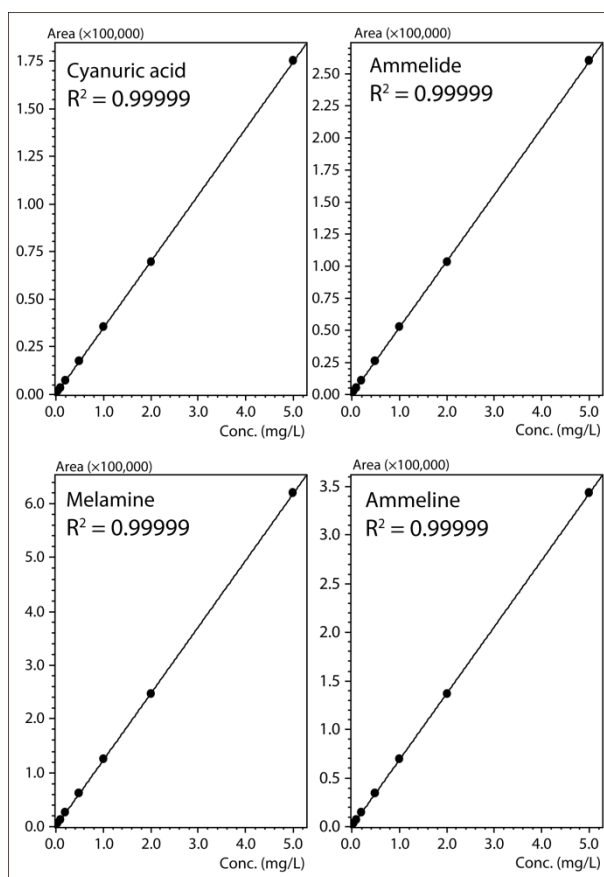


图 3 标准曲线
Linearity (0.05 to 5 mg/L)

■ 重复性

Repeatability

对标准溶液（0.1 mg/L）重复分析 6 次，得到的面积相对标准偏差（%RSD）结果良好，分别为：三聚氰酸 0.41%，三聚氰酸一酰胺 0.42%，三聚氰胺 0.52%，三聚氰酸二酰胺 0.56%。另外，对 0.1 mg/L 的标准溶液按照图 4 进行了预处理后，换算成肥料中三聚氰胺等的浓度，相当于 0.02%。

■ 肥料中的三聚氰胺及其相关物质的分析

Analysis of Melamine and its Related Substances in Fertilizer

向肥料样品中添加三聚氰胺及其相关物质，并按照试验法进行预处理。图 4 为预处理步骤；图 5 为分析结果。本次对常用的 2 种石灰氮、含石灰氮的化肥、化肥和硫酸铵共 5 种样品进行了分析。将添加的三聚氰胺换算成质量百分比（样品中的三聚氰胺含量），约相当于 0.035~2.8%，三聚氰酸二酰胺约相当于 0.035~1.6%，三聚氰酸一酰胺约相当于 0.035~1.1%，三聚氰胺约相当于 0.037~1.2%。由此可知，可以完成农林水产消费安全局规定的石灰氮和以石灰氮为原料的肥料中三聚氰胺暂定限量值为 0.4% 的测定。

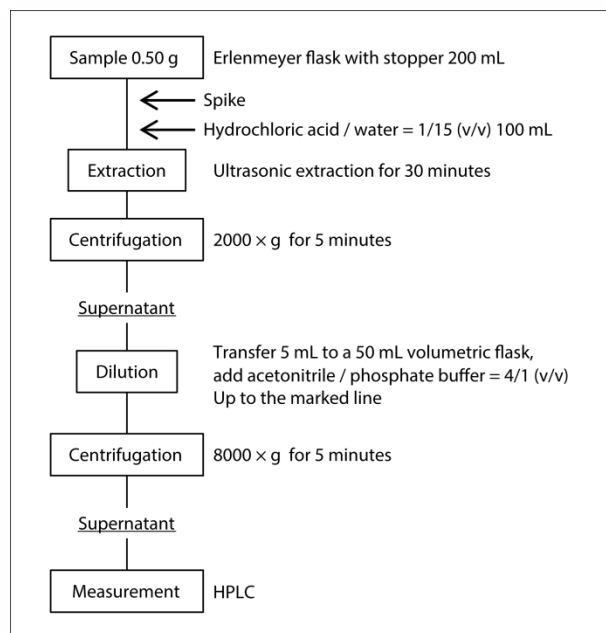


图 4 预处理方法
Pretreatment Procedure

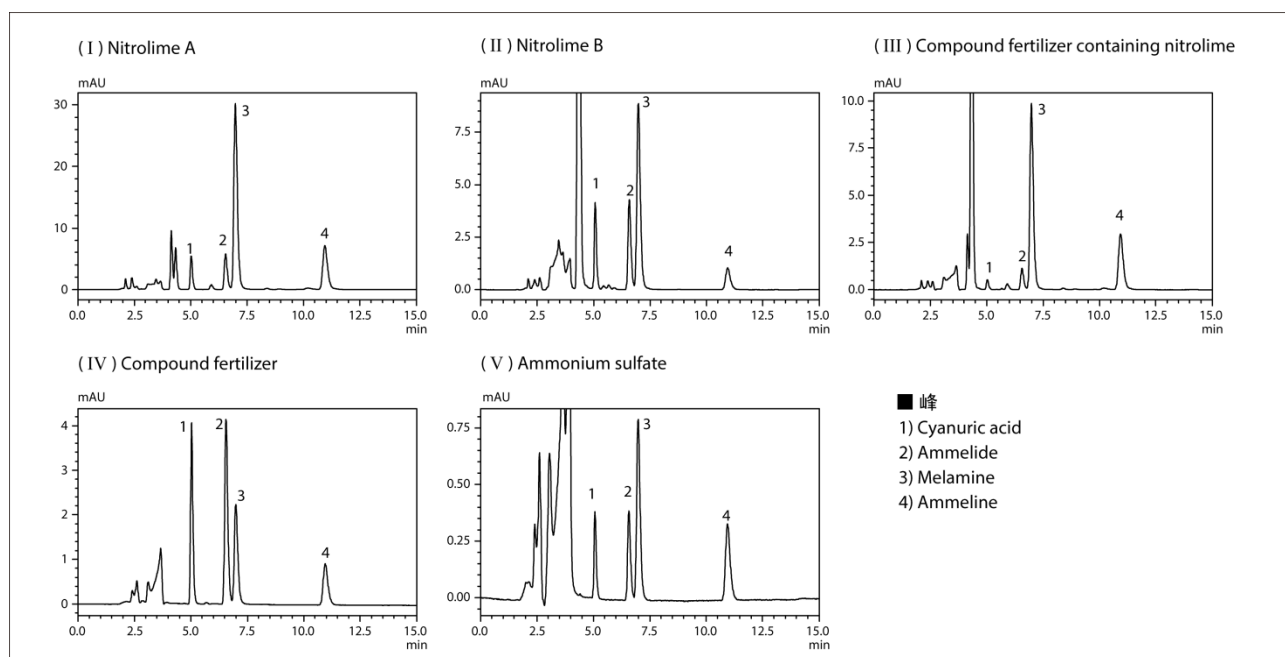


图 5 样品溶液的色谱图
(I) 石灰氮 A (II) 石灰氮 B (III) 含石灰氮的化成肥料 (IV) 化成肥料 (V) 硫酸铵
Chromatograms for (I) Nitrolime A, (II) Nitrolime B, (III) Synthetic Fertilizer Containing Calcium Cyanamide, (IV) Synthetic Fertilizer, and (V) Ammonium Sulfate

参考文献

- 1) 关于三聚氰胺等对健康的影响：日本食品安全委员会，2008 年 10 月 9 日制作，2009 年 4 月 30 日更新
- 2) 关于石灰氮中三聚氰胺的暂定容许值的设定：日本农林水产省消费安全局；24 消安第 6116 号，2013 年 3 月 25 日制定，2013 年 5 月 30 日部分修订
- 3) 肥料等试验法（2016）：日本独立行政法人农林水产消费安全技术中心（FAMIC）：http://www.famic.go.jp/ffis/fert/obj/shikenho_2016.pdf
- 4) 坂东悦子、白井裕治：基于高效液相色谱（HPLC）法同时测定肥料中的三聚氰胺及其相关物质，肥料研究报告，6，27-35（2013）
- 5) 坂东悦子、甲斐茂浩：基于高效液相色谱（HPLC）法同时测定肥料中的三聚氰胺及其相关物质 - 共同试验 -，肥料研究报告，7，10-21（2014）



岛津企业管理（中国）有限公司
岛津（香港）有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话：800-810-0439
400-650-0439

免责声明：

※ 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售；
※ 本资料中的所有信息仅供参考，不予任何保证。
如有变动，恕不另行通知。

第一版发行日：2016 年 12 月