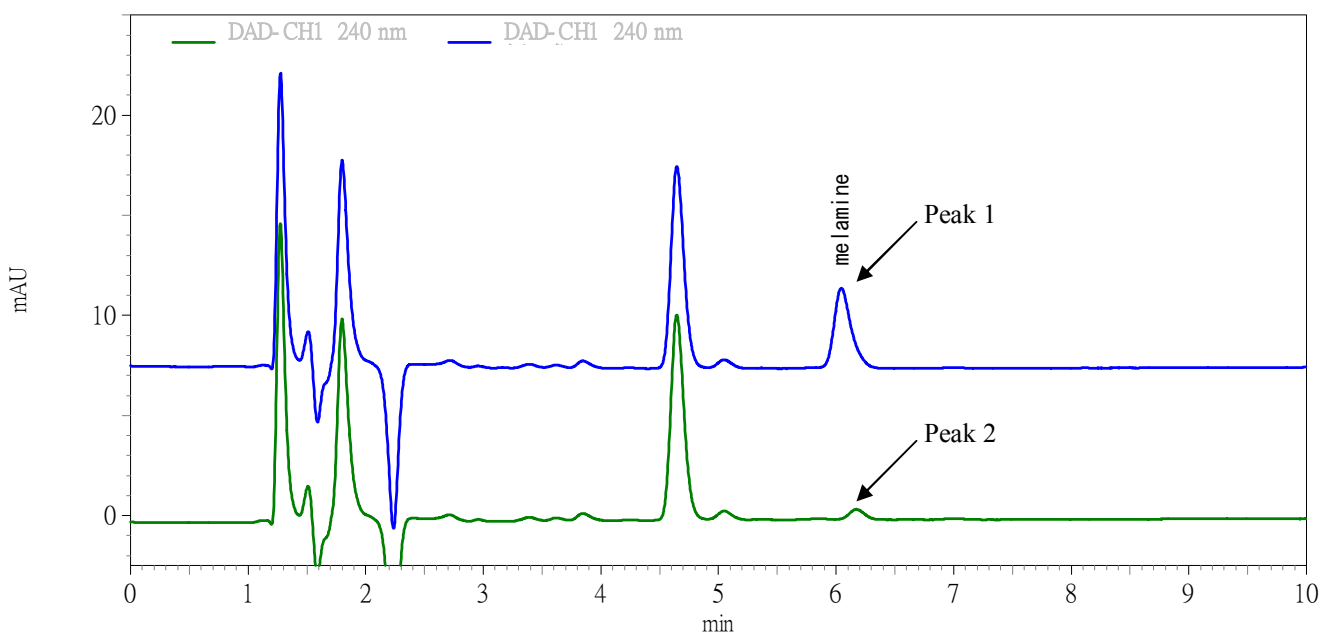


## 奶粉中三聚氰胺的液相色谱检测方法“假阳性”干扰排除方法

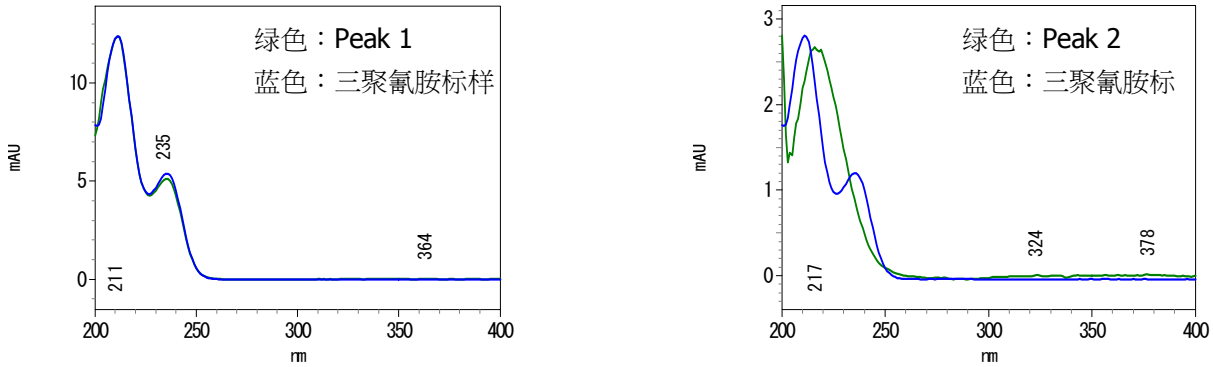
近期从各地反馈的使用HPLC检测三聚氰胺的结果显示，由于奶粉样品基质复杂，样品经前处理后仍无法把杂质完全除去，导致有时候色谱图出现“假阳性”干扰。具体表现在“三聚氰胺”色谱峰附近出现未知干扰峰，影响三聚氰胺的定性与定量。

如果使用DAD检测器，通过对其3D光谱图进行分析，这种干扰很容易直接排除。但由于绝大多数客户使用的仪器配置都是紫外检测器，如果色谱经验欠缺，极易造成误判，得出错误结果。

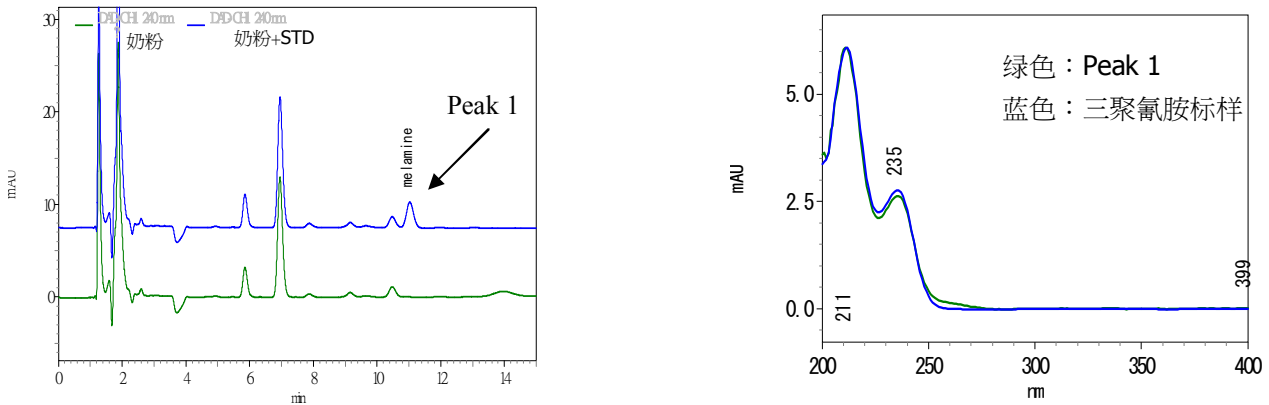
日立公司应用中心也发现了这种现象。以下是他们采用美国FDA实验方法（**HPLC-UV乙腈/缓冲液 = 15/85**）得到的图谱。下面绿色谱线是脱脂牛奶，上面蓝色谱线是添加10 ug/mL三聚氰胺标样的脱脂牛奶。如果仅从保留时间判断，我们一般会认为Peak 2就是三聚氰胺，此为阳性结果。



但是利用 DAD 的全波长扫描功能，分别把 Peak 1、Peak 2 与三聚氰胺标准品的光谱图进行匹配比较，我们不难发现 Peak 2 是假的阳性结果。如下图：



为此，日立公司将FDA方法(HPLC-UV)做了相应修正，把流动相比例调整为：**乙腈/缓冲液 = 10/90**，其他条件不变，使色谱峰出峰推迟，三聚氰胺与干扰峰分离度提高，不使用DAD检测器，也可直接排除“假阳性”干扰。如图：



此外，日立还强烈推荐一种使用超高速液相色谱LCU + 2 $\mu$ m C8色谱柱分析三聚氰胺的实验方法，总分析时间仅为3min，而且不必使用DAD也可以直接排除“假阳性”干扰。如图：

