

# 奶粉中双酚 A 的 HPLC 测定

## 一、样品提取

准确称取奶粉样品 2.0 g(精确至 0.01g) 于 50 mL 玻璃试管中, 加入 10 mL 乙腈 (HPLC 级), 涡旋 3 min, 50°C 超声提取 15 min, 12000 r/min 离心 5 min, 取上清液于一干净的玻璃试管中, 残留部分按上述操作重复提取一遍, 合并乙腈相, 混匀后取 10 mL 于 50°C 氮吹近干, 以 10% 甲醇 - 水溶液 (V/V) 复溶, 待净化。

## 二、样品净化

净化小柱: HLB, 200mg, 6 mL (玻璃柱)。  
先以 5 mL 甲醇和 5 mL 水活化固相萃取小柱, 上待净化液, 待样液流出后以 6 mL 10% 甲醇 - 水溶液 (V/V) 分两次淋洗小柱, 待淋洗液全部流出后抽干小柱, 用 5 mL 10% 乙酸乙酯 - 甲醇溶液 (V/V) 洗脱, 收集全部洗脱液, 50°C 氮吹近干, 以 1 mL 75% 甲醇 - 水溶液 (V/V) 复溶, 离心取上清液, 待上机。

## 三、仪器条件

仪器: UltiMate 3000 (Thermofisher Scientific), 配 DAD 检测器

色谱柱: Copure® C18 (4.6 mm×250 mm, 5 μm)

流动相: 甲醇 / 水 =75/25 (V/V) 流速: 1 mL/min

柱温: 30°C 进样量: 10 μL 检测波长: 224 nm

## 四、实验结果

表 1 奶粉中双酚 A 加标回收实验结果

样品	加标水平 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (% , n=3)
婴儿二段奶粉	0.500	99.58	4.91
	2.00	93.25	3.22
	5.00	92.47	3.99
高钙低脂高蛋白奶粉	0.500	103.8	3.59
	2.00	94.13	4.20
	5.00	96.02	4.33

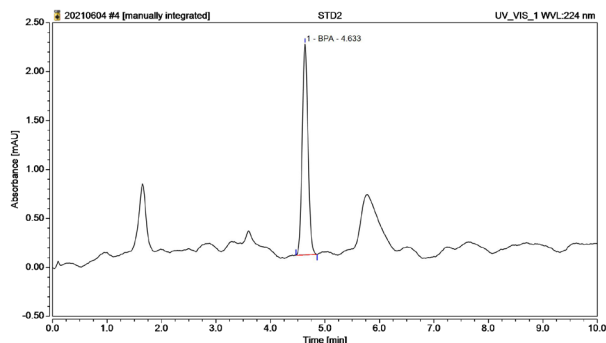


图 1 浓度为 0.5 mg/L 的双酚 A 标物色谱图

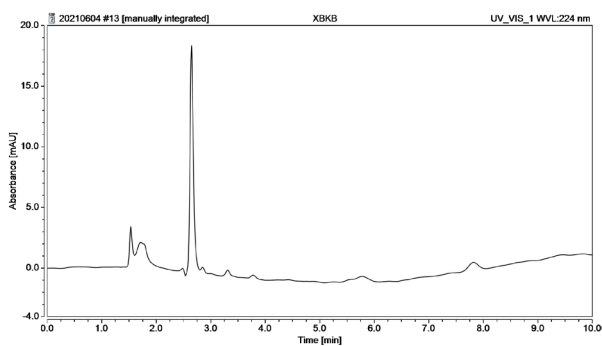


图 2 婴儿二段奶粉的双酚 A 色谱图

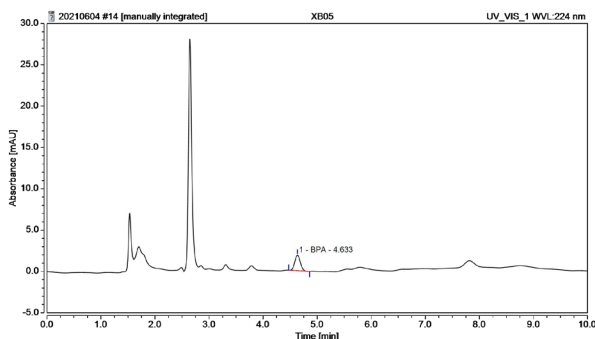


图 3 婴儿二段奶粉添加浓度为 0.5 mg/kg 的双酚 A 色谱图

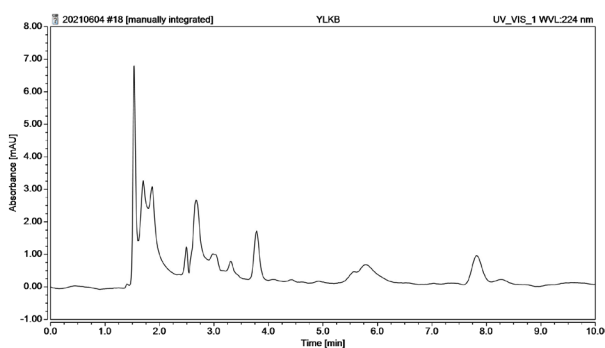


图 4 高钙低脂高蛋白奶粉的双酚 A 色谱图

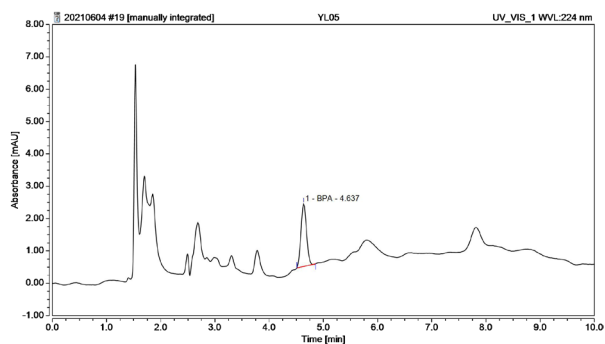


图 5 高钙低脂高蛋白奶粉添加浓度为 0.5 mg/kg 的双酚 A 色谱图

## 订购信息

货号	描述	包装
COHLB6200-BL	Copure® HLB 玻璃柱, 200 mg, 6 mL	30 支 / 盒
CS4625ODS	Copure® ODS 色谱柱, 4.6 mm×250mm, 5 μm	1 根 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒