

高效液相色谱法测定生活饮用水中双酚 A 含量

LC-389

摘要： 本文使用岛津液相色谱仪，建立了生活饮用水中双酚 A 含量的检测方法。在 2 ~ 40 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，相关系数 r 为 0.9999。取浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 自来水加标溶液连续 6 次进样，双酚 A 峰面积 RSD 为 2.1%，保留时间 RSD 为 0.11%，平均回收率为 97.3%。以 3 倍信噪比计算检出限，双酚 A 的检出限为 0.002 mg/L ，以 10 倍信噪比计算定量限，双酚 A 的定量限为 0.006 mg/L ，满足生活饮用水检测的要求。

关键词： 高效液相色谱法 生活饮用水 双酚 A

技术特点：

- ❖ 样品前处理简单，只需高速离心。
- ❖ 目标物和干扰物正常分离。

双酚 A 是一种被添加到许多商品中的化学物质，包括食品容器和卫生用品。它于 19 世纪 90 年代首次被发现，但在 20 世纪 50 年代，化学家们意识到它可以与其他化合物混合，来生产出强度高、弹性好的塑料。含双酚 A 的塑料通常用于食品容器、婴儿奶瓶和其他物品中。双酚 A 的结构与雌性激素相似，它可能与雌激素受体结合，影响许多身体功能，欧盟和中国已明令禁止生产聚碳酸酯婴幼儿奶瓶和其他含双酚 A 的婴幼儿奶瓶。双酚 A 也被用于制造环氧树脂，这种树脂被涂在罐头食品容器的内衬上，以防止金属腐蚀

和断裂。GB/T 5749-2022《生活饮用水卫生标准》参考指标限值为 0.01 mg/L ，中国疾病预防控制中心新发布的 GB/T 5750-2023《生活饮用水标准检验方法》已经将双酚 A 检验方法纳入，其中第一法超高效液相色谱串联质谱法，第二法为液相色谱法。

本文选用液相色谱法，参照 GB/T 5750-2023《生活饮用水标准检验方法》，并参考了相关文献，采用岛津高效液相色谱仪 LC-20A，建立了生活饮用水中双酚 A 含量检测方法，方法的线性范围、相关系数、准确度、重复性、检出限等均满足标准的要求。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验采用岛津 Prominence LC-20A 高效液相色谱仪，具体配置为：

系统控制器：	CBM-20A	脱气机：	DGU-20A5R
输液泵：	LC-20AD	自动进样器：	SIL-20A
柱温箱：	CTO-20A	检测器：	RF-20A
色谱工作站：	LabSolutions Ver. 5.90		

1.2 分析条件

色谱条件

色谱柱：	Shim-pack GIST C18 (250 mm×4.6 mm I.D., 5 μm) P/N: 227-30017-08, 岛津(上海)实验室器材有限公司		
流动相 A：	纯水	流动相 B：	甲醇
流速：	1.0 mL/min	进样量：	100 μL
激发波长：	228 nm	发射波长：	312 nm
洗脱模式：	等度洗脱		

■ 样品前处理

2.1 标准溶液配制

双酚 A 标准储备液 [$\rho(\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_2) = 1.00 \text{ mg/mL}$]：准确称取双酚 A 10.0 mg，用少量甲醇溶解，转移到 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀。

双酚 A 标准中间液 [$\rho(\text{C}_{15}\text{H}_{16}\text{O}_2) = 10.00 \text{ }\mu\text{g/mL}$]：移取双酚 A 储备液 0.1 mL 于 10 mL 容量瓶中，用 50% 甲醇定容，混匀。

校准曲线溶液：移取双酚 A 标准中间液 0.10 mL 于 10 mL 容量瓶中，用纯水定容得到 100 $\mu\text{g/L}$ 标准使用溶液，再分别移取 0.20 mL、0.40 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL 标准使用溶液于 10 mL 容量瓶中，用纯水定容至刻度，得到 2.0 $\mu\text{g/L}$ 、4.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、20.0 $\mu\text{g/L}$ 、40.0 $\mu\text{g/L}$ 的校准系列溶液。

2.2 水样的处理

水样经 10000 r/min 高速离心 15 min 后，取上清液进行测定。

■ 结果与讨论

3.1 标准样品色谱图

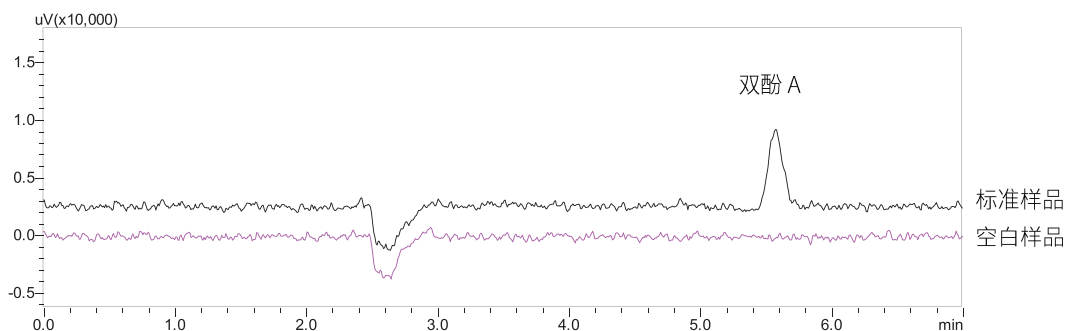


图 1 双酚 A 标准溶液（浓度 4.0 $\mu\text{g/L}$ ）和空白样品色谱图

从双酚 A 标准样品和空白样品的谱图上看，双酚 A 峰形正常，未出现干扰峰，说明在本实验条件下专属性良好，4.0 $\mu\text{g/L}$ 双酚 A 信噪比 5.93。

3.2 校准曲线、检出限及定量限

采用外标法制作校准曲线，校准曲线如下图 2。以 2.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度点的色谱峰信噪比计算出检出限 ($S/N=3$) 和定量限 ($S/N=10$)，校准曲线信息及检出限、定量限结果见表 1。

结果显示，双酚 A 在 2 ~ 40 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，线性相关系数 r 大于 0.999，线性良好，各点准确度在 94.6% ~ 102.5% 之间，检出限为 2.0 $\mu\text{g/L}$ ，定量限为 6.1 $\mu\text{g/L}$ 。

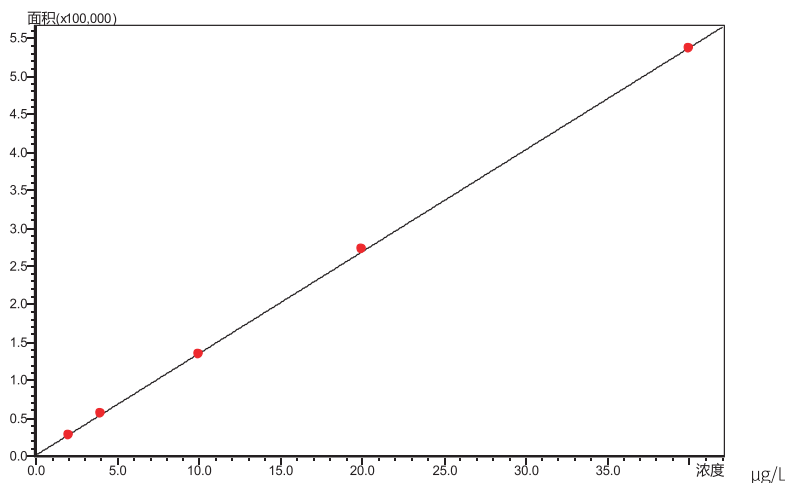


图 2 双酚 A 校准曲线

表 1 校准曲线信息及检出限、定量限

化合物名称	线性方程	相关系数 r	准确度 (%)	检出限 (µg/L)	定量限 (µg/L)
双酚A	$y=13408.8x+1432.06$	0.9999	94.6 ~ 102.5	2.0	6.1

3.3 重复性测试

取加标浓度为 10.0 µg/L 的自来水样品连续 6 次进样，考察仪器重复性，结果见表 2。

表 2 重复性结果 (n=6)

化合物		1	2	3	4	5	6	RSD(%)
双酚A	保留时间	5.573	5.581	5.589	5.587	5.585	5.590	0.11
	峰面积	135493	129561	128195	134276	131442	132654	2.1

3.4 实际样品检测

对实验室自来水进行检测。自来水样品和定量下限 2.0 µg/L 标准样品色谱图见图 3，检测结果为未检出。

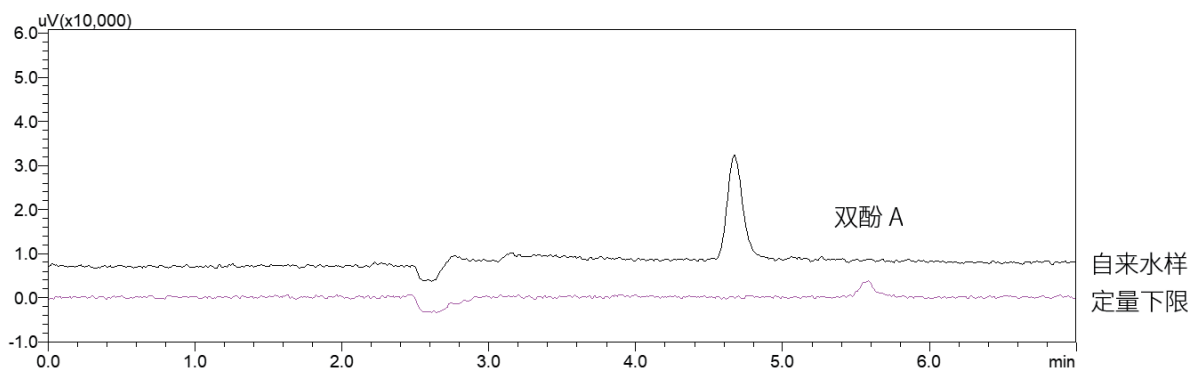


图 3 实验室自来水和定量下限标准样品色谱图

3.5 回收率测试

取 6 份自来水样品，分别加入双酚 A 标准溶液，混匀配制成加标样品，根据添加量计算出双酚 A 的理论浓度。样品经前述的前处理后，上机测定双酚 A 浓度，取 6 次平行测定结果的平均值评估回收率，回收率结果见表 3，平均回收率为 97.3%。

表 3 6 次平行测定回收率结果

化合物	1	2	3	4	5	6	理论浓度 (µg/L)	平均回收率 (%)
双酚A	10.00	9.56	9.45	9.91	9.70	9.79	10.0	97.3

■ 结论

采用岛津液相色谱仪 Prominence LC-20A 建立了生活饮用水中双酚 A 含量的检测方法。方法的线性范围、相关系数、重现性、加标回收率、检出限等指标全部满足 GB/T 5750-2023 的要求，该方法可为生活饮用水中双酚 A 含量的测定提供参考。

岛津应用云

