

LCMS-8040 测定过滤膜浸出液中双酚 A 的含量

LCMSMS-484

摘要： 本文使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱仪 LCMS-8040，建立了过滤膜浸出液中双酚 A 的定量分析方法。结果显示双酚 A 线性良好，标准曲线相关系数 ≥ 0.9995 ，准确度在 91.1~104.4% 之间。该方法可满足过滤膜浸出液样品中双酚 A 的定性定量测定。

关键词： LCMS-8040 过滤膜浸出液 双酚 A

双酚 A (bisphenol A, BPA)，是一种酚类抗氧化剂，是合成塑料包装材料制品的一种常见添加剂，常用于生产聚碳酸酯、环氧树脂、聚砜树脂、聚苯醚树脂等多种高分子材料。用含双酚 A 的材料制成的医疗器械、药包材及食品包装时，材料中的双酚 A 可能会迁移到药品或者食品中，从而进入人体，进而危害人体健康。

双酚 A 是一种外源性的内分泌干扰物，是雌激素的一种，具有某些雌激素特性，可引起雄性哺乳动物

性腺发育不良、精子数量减少等，也会引起雌性哺乳动物阴道、子宫、卵巢等形态及功能上的改变。同时，双酚 A 还具有一定的胚胎毒性和致畸性。BPA 类物质的研究越来越受到关注，我国 (GB 13116-91、GB/T 5009.99-2003)、日本 (食品卫生法)、欧盟 (2002/72/EC 法则)、美国 (EPA 1993) 均对双酚 A 做了限量标准。本文对过滤膜浸出液中的双酚 A 进行三重四极杆液质联用方法的开发，建立其快速检测方法。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津超高效液相色谱与三重四极杆质谱仪联用系统 LCMS-8040。具体配置为 LC-30ADCL×2 (输液泵)，DGU-20A5R CL (在线脱气机)，SIL-30ACMP CL (自动进样器)，CTO-30ACL (柱温箱)，CBM-20ACL 系统控制器，LCMS-8040 三重四极杆质谱仪，LabSolutions Ver. 5.97 SP1 色谱工作站。

1.2 分析条件

液相色谱条件：

色谱柱：Shimadzu Shim-pack GIST C18 (100 mm×2.1 mm I.D., 2 μ m) P/N: 227-30014-04 岛津 (上海) 实验器材有限公司

流动相：流动相 A- 水 流动相 B- 甲醇

进样量：2 μ L

流速：0.3 mL/min

洗脱方式：等度洗脱，B 相浓度为 70 %。

柱温：30°C

质谱条件：

离子源：ESI-

加热模块温度：400°C

雾化气流速：3.0 L/min

DL 温度：250°C

干燥气流速：15.0 L/min

扫描模式：多反应监测 (MRM)

表 1 MRM 参数

序号	化合物名称	前体离子	产物离子	Q1 Pre Bias(V)	CE	Q3 Pre Bias (V)
1	双酚 A	227.00	212.10*	13	19	23
			133.00	13	26	26

* 定量离子对

1.3 标准品及试剂

标准品：双酚 A (Bisphenol A, C₁₅H₁₆O₂, CAS 号 : 80-05-7) , 4 °C 冰箱保存。

甲醇：色谱级，室温保存。

实验用水：由 Milli-Q Plus 水净化系统经去离子与二次净化制得。

1.4 样品及标准曲线配制

1.4.1 样品

某过滤器材有限公司提供。

1.4.2 标准曲线配制

称取双酚 A 1 mg，用甲醇定容至 1 mL，配置成 1000 mg/L 的储备液，再用水稀释成浓度为 1, 2, 5, 10, 50, 100, 200 μg/L 的工作液。

■ 结果讨论

2.1 标品色谱图

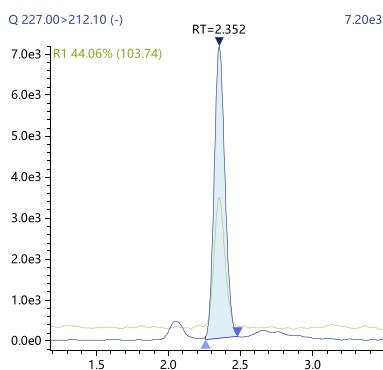


图 1 双酚 A 色谱图 (标曲中间点 L4)

2.2 线性关系

对系列标准曲线溶液进行分析，以面积为纵坐标，浓度为横坐标，进行线性拟合。结果如图 2 所示，双酚 A 在 1-200 μg/L 范围内，线性良好，线性相关系数均 > 0.9995，准确度在 91.1-104.4% 之间。

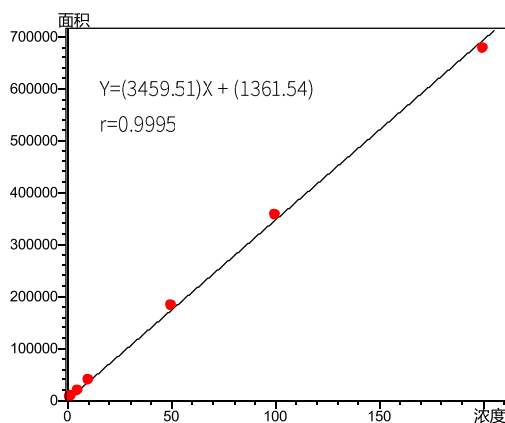


图 2 双酚 A 标准曲线

2.3 重复性考察

对 1、10、200 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液连续分析 6 次，计算保留时间和峰面积的 RSD。结果见表 2，双酚 A 的保留时间 RSD< 0.05%，峰面积的 RSD< 1.2%。仪器稳定性良好。

表 2 保留时间和面积 RSD

中文名称	浓度 ($\mu\text{g/L}$)	保留时间 RSD(%)	面积 RSD (%)
双酚 A	1	0.15	2.21
	10	0.13	1.69
	200	0.09	0.28

2.4 加标回收率考察

在过滤膜浸出液样品中添加双酚 A 标样，配制 2 $\mu\text{g/L}$ 的样品，进行加标回收试验。经测试双酚 A 的回收率为 97.5%，MRM 色谱图如图 3 所示。

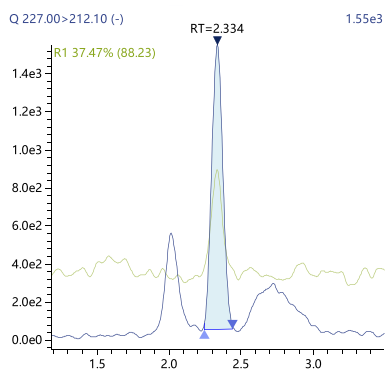


图 3 2 $\mu\text{g/L}$ 双酚 A 样品 MRM 色谱图

2.5 实际样品测定

采用上述方法测定某过滤膜浸出液，样品中未检出双酚 A。

■ 结论

本文使用岛津超高效液相色谱 - 三重四极杆质谱仪 LCMS-8040 建立了过滤膜浸出液中双酚 A 的测定方法。该方法分析速度快、精密度良好，可供相关行业参考。

岛津应用云

