

使用岛津 Nexera LC-40 XR 进行滤膜浸出液中双酚 A 的分析

LC-237

摘要： 本文采用岛津 Nexera LC-40 XR 高效液相色谱仪，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，线性相关系数均 > 0.999，准确度在 92.1-105.9% 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： Nexera LC-40 XR 高效液相色谱仪 双酚 A 紫外检测器 荧光检测器

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。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。

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。

根据 Revised Cramer 法则划分 BPA 为毒性较高的 III 类化合物，其限值为 90 $\mu\text{g}/\text{天}$ ，本实验采用 Nexera LC-40 XR 高效液相色谱仪对过滤膜浸出液中的双酚 A 进行了分析，该方法灵敏度高、重复性好，能够为过滤膜浸出液中的双酚 A 的质量控制提供帮助。

■ 实验部分

1.1 仪器

本实验使用岛津超高效液相色谱仪 Nexera LC-40 XR。具体配置为：

系统控制器：CBM-40lite

检测器 A：RF-20A XS 荧光检测器

输液泵：LC-40D XR

检测器 B：SPD-40V 紫外检测器

自动进样器：SIL-40C XR

色谱工作站：LabSolutions Version 6.89

柱温箱：CTO-40C



图 1 Nexera LC-40 XR 高效液相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱: Shimadzu VP-ODS (150 mm×4.6 mm I.D., 5 μm) ; 柱温: 40℃
 SN: 6FR97024; 激发波长: 227 nm (检测器 A)
 岛津 (上海) 实验器材有限公司 发射波长: 313 nm (检测器 A)
 流动相: A: 水; B: 甲醇 检测波长: 278 nm (检测器 B)
 流速: 1 mL/min 进样体积: 20 μL
 洗脱方式: 等度洗脱, B 相起始浓度为 70%。

1.3 标准品及试剂

标准品: 双酚 A (Bisphenol A, C₁₅H₁₆O₂, CAS 号: 80-05-7), 4℃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, 20, 50, 100, 200, 500, 1000 μg/L 的工作液。

■ 结果与讨论

2.1 标准色谱图

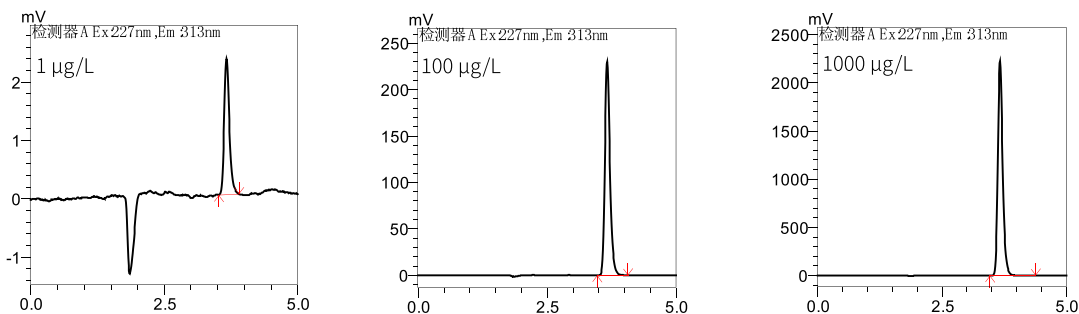


图 2 双酚 A 标准色谱图 (检测器 A)

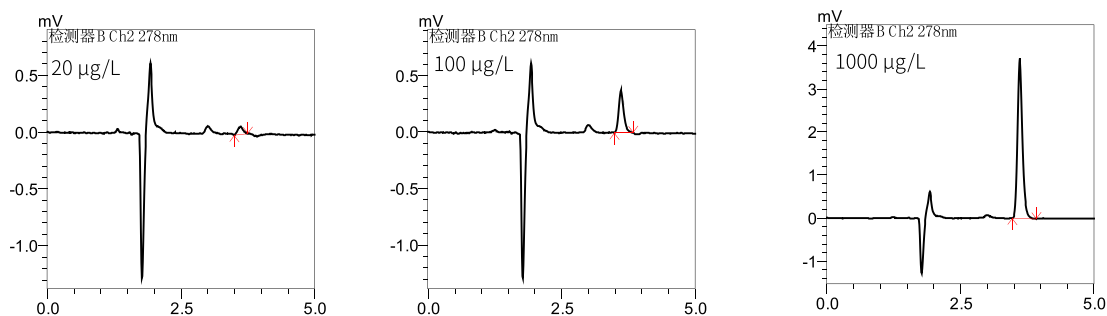


图 3 双酚 A 标准色谱图 (检测器 B)

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 4、图 5 所示，双酚 A 在 1-1000 $\mu\text{g/L}$ (检测器 A)、20-1000 $\mu\text{g/L}$ (检测器 B) 范围内，线性良好，线性相关系数均 > 0.999 ，准确度在 92.1-105.9% 之间。

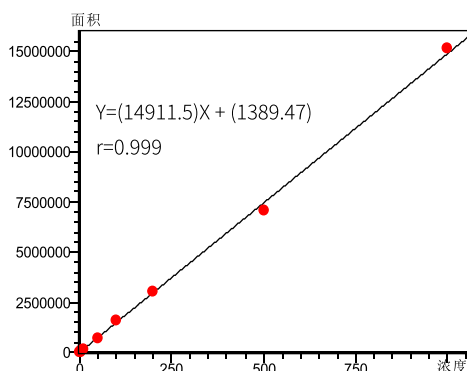


图 4 双酚 A 标准曲线 (检测器 A)

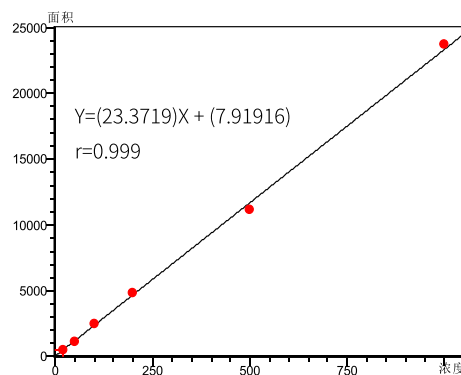


图 5 双酚 A 标准曲线 (检测器 B)

2.3 精密度实验

对 1、100、1000 $\mu\text{g/L}$ (检测器 A)，20、100、1000 $\mu\text{g/L}$ (检测器 B) 的标准溶液连续分析 6 次，计算保留时间和峰面积的 RSD。双酚 A 的保留时间 $\text{RSD} < 0.05\%$ ，峰面积的 $\text{RSD} < 1.2\%$ ，表明仪器稳定性良好，详见表 1、表 2。

表 1 对照品溶液精密度测试结果 (检测器 A, n=6)

双酚 A	浓度 (1 $\mu\text{g/L}$)		浓度 (100 $\mu\text{g/L}$)		浓度 (1000 $\mu\text{g/L}$)	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	3.667	15,916	3.670	1,586,807	3.667	15,308,661
2	3.666	15,798	3.668	1,586,926	3.667	15,287,554
3	3.668	15,753	3.670	1,589,397	3.666	15,317,102
4	3.667	15,703	3.667	1,587,962	3.666	15,312,237
5	3.667	15,776	3.668	1,589,604	3.667	15,335,968
6	3.667	15,722	3.667	1,586,731	3.668	15,350,845
RSD(%)	0.016	0.482	0.035	0.083	0.016	0.144

表 2 对照品溶液精密度测试结果 (检测器 B, n=6)

双酚 A	浓度 (20 $\mu\text{g/L}$)		浓度 (100 $\mu\text{g/L}$)		浓度 (1000 $\mu\text{g/L}$)	
	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积	保留时间	峰面积
1	3.612	404	3.618	2,463	3.612	23,660
2	3.612	403	3.616	2,429	3.613	23,589
3	3.610	399	3.610	2,400	3.613	23,686
4	3.608	404	3.612	2,474	3.612	23,664
5	3.611	407	3.611	2,443	3.615	23,624
6	3.611	405	3.613	2,469	3.611	23,779
RSD(%)	0.048	0.683	0.078	1.159	0.045	0.273

2.4 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。

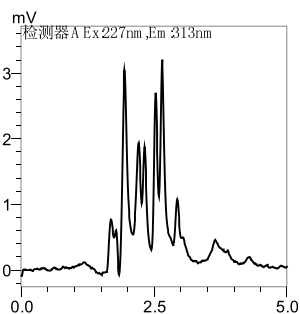


图 6 过滤膜浸出液色谱图 (检测器 A)

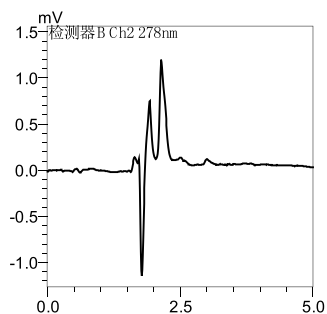


图 7 过滤膜浸出液色谱图 (检测器 B)

■ 结论

本文采用岛津 Nexera LC-40 XR 高效液相色谱仪，对滤膜浸出液中的双酚 A 进行了分析。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

