



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4424—2016

进出口纺织品 双酚 A 的测定 液相色谱法

Import and export textiles—Determination of bisphenol A—
High performance liquid chromatography method

2016-03-09 发布

2016-10-01 实施



中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：魏孟媛、段冀渊、刘芳、孙美蓉。

进出口纺织品 双酚 A 的测定

液相色谱法

1 范围

本标准规定了进出口纺织品中双酚 A 含量的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于进出口纺织品中双酚 A 含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

以甲醇为溶剂,超声提取纺织品中的双酚 A,提取液经滤膜过滤后,用高效液相色谱荧光检测器(HPLC-FLD)测定。根据其保留时间定性,外标法定量。

4 试剂

4.1 甲醇:HPLC 级。

4.2 双酚 A 标准物质:CAS 号 105-60-2,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.3 双酚 A 标准储备溶液:准确称取适量双酚 A 标准物质(4.2),用甲醇(4.1)配制成浓度为 100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液。

4.4 双酚 A 标准系列工作溶液:根据需要,用甲醇(4.1)将双酚 A 标准储备溶液(4.3)稀释成适用浓度的标准工作溶液。

注 1:标准储备溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~ 4 $^{\circ}\text{C}$ 避光保存,有效期为 6 个月;标准工作溶液在 0 $^{\circ}\text{C}$ ~ 4 $^{\circ}\text{C}$ 下避光保存,有效期为 1 个月。

注 2:标准系列工作溶液配制方法举例,准确移取 0.02 mL、0.05 mL、0.1 mL、1 mL、2 mL 的标准储备溶液(4.3),分别用甲醇定容至 10 mL,标准系列工作溶液浓度为 0.2 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 、20 $\mu\text{g/mL}$ 。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有荧光检测器(FLD)。

5.2 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.3 超声波提取器:工作频率 40 kHz。

5.4 聚四氟乙烯滤膜:0.22 μm 。

6 分析步骤

6.1 样品制备

取有代表性试样,将其剪碎至 5 mm×5 mm 以下,混匀。称取试样 0.5 g(精确至 0.1 mg),放入反应器中,准确加入 5 mL 甲醇(4.1),密闭。置于超声波发生器中常温提取 20 min,提取液经滤膜(5.3)过滤,所得滤液供仪器分析。

6.2 仪器分析

6.2.1 仪器分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数,下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱, 250 mm×4.6 mm×5 μm, 或相当者;
- b) 流动相: 甲醇-水(65+35, 体积比);
- c) 流速: 1 mL/min;
- d) 柱温: 30 ℃;
- e) 进样量: 10 μL;
- f) FLD 检测波长: 激发波长为 275 nm; 发射波长为 313 nm。

6.2.2 标准工作曲线

分别准确移取双酚 A 系列标准工作溶液(4.4),按照 6.2.1 规定的仪器分析条件进行测定。以双酚 A 的浓度为横坐标,对应色谱峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线。

6.2.3 定性定量分析

按照 6.2.1 规定的仪器分析条件对提取液(6.1)进行分析,以 HPLC-FLD 色谱图中的保留时间进行定性,以获得的双酚 A 峰面积外标法进行定量。双酚 A 标准工作溶液的 FLD 色谱图参见附录 A。

6.3 空白试验

除不加试样外,按 6.1 和 6.2 步骤测定。

7 结果计算

用 6.2.3 测得的双酚 A 峰面积,利用标准工作曲线(6.2.2)获得提取液中双酚 A 浓度,按式(1)计算样品中双酚 A 的含量:

$$X = \frac{c \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中双酚 A 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——提取液中双酚 A 的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——提取液的体积,单位毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算两次平行试验结果的平均值,结果按 GB/T 8170 修约至小数点后一位。

8 测定低限

本方法的测定低限为 1.0 mg/kg。

9 精密度

下列数据来自不同样品的共同实验见表 1。

表 1 方法的精密度 单位为毫克每千克

纺织样品	平均值	重复性限 <i>r</i>	再现性限 <i>R</i>
棉样品	4.67	0.61	0.84
涤样品	4.74	0.67	0.85
丝样品	4.57	0.38	0.86

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- a) 使用的标准方法；
- b) 试验样品的详细描述；
- c) 试验结果；
- d) 试验日期；
- e) 试验中出现的异常情况；
- f) 与规定程序的偏离。

SN/T 4424—2016

附 录 A

(资料性附录)

双酚 A 的标准溶液的液相色谱图

双酚 A 的标准溶液的液相色谱图见图 A.1。

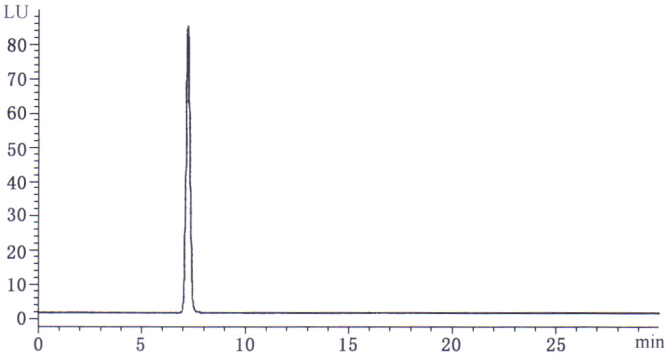


图 A.1 双酚 A 的标准溶液的液相色谱图
