

# Extrapid 固相萃取仪配用 Rapidisk C18 固相萃取盘萃取水中双酚 A 并用高效液相色谱法测定

北京莱伯泰科仪器有限公司

## 前言：

分析水样中的痕量污染物，固相萃取技术越来越受到人们的关注。相比于液液萃取，它的优点主要是减少了溶剂使用量和溶剂暴露，节约时间并提高了工作效率。

双酚 A 是一种与雌激素相似的神经毒素和生殖毒素，会妨碍机体健康生长和机体功能。针对实验动物的毒理学研究显示，双酚 A 可在生长发育的关键阶段对生殖系统神经系统和免疫系统造成危害，并同前列腺癌，乳腺癌早熟和生殖器缺陷有关，通常双酚 A 用在塑料制品中，它会迁移到水体之中。GB5749-2006《生活饮用水卫生标准》明确规定了饮用水中双酚 A 含量不得超过 0.01mg/L。因此需要建立一个快速有效的方法富集并检测水中的双酚 A 含量。



本文采用 Extrapid 手动固相萃取装置富集自来水中的双酚 A。Extrapid 是 4 通道大体积固相萃取仪，它可以通过阀调节废液和收集液流路，操作方便简洁。

## 实验部分：

### 1.1 仪器与试剂

Extrapid 手动固相萃取装置（北京莱伯泰科仪器有限公司，北京）

Rapidisk C18 固相萃取盘（北京莱伯泰科仪器有限公司，北京）

LC600 二元高压梯度高效液相色谱（北京莱伯泰科仪器有限公司，北京）

流速： 1ml/min

流动相： 乙腈/水(v/v) 6/4

色谱柱： ultimate C18 (4.6 mm X 250 mm, 5 um)

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)

进样量： 20 uL  
 检测波长： 230nm  
 无水甲醇 （AR. 北京化学试剂厂）  
 乙腈 （色谱纯, Fisher）  
 双酚 A 标准品 （迪马科技）

## 1.2 标样处理

1.2.1 精密称取双酚 A 标准品 0.1g, 用甲醇稀释并定容至 100ml, 配置成浓度为 100ppm 的储备液。

1.2.2 从储备液中精密量取 4ml, 用甲醇稀释并定容至 500ml, 浓度为 0.8ppm, 待测。

## 1.3 样品制备

1.3.1 每次取水样 300ml, 加入 40ml 浓度为 0.8ppm 的标准溶液。

1.3.1.1 每次取水样 500ml, 加入 40ml 浓度为 0.8ppm 的标准溶液。

1.3.2 样品均使用 Extrapid 手动固相萃取装置萃取, 方法参照 Table1. 上样时将阀调至 waste 位置, 经萃取盘萃取后的液体流至废液收集瓶。洗脱时将阀调至 collection 位置, 将洗脱液收集在收集瓶中。

1.3.3 萃取液用甲醇定容至 40ml。

1.3.4 用 LabTech 高效液相色谱测定

## 1.4 双酚 A 的萃取方法

Table1

步骤	溶剂	浸泡时间	干燥时间
预活化 1	甲醇 10ml	1min	30sec
预活化 2	试剂水 10ml	1min	30sec
上样 (20min)			
淋洗	试剂水 10ml	30sec	1min
洗脱 1	甲醇 10ml	1min	1min
洗脱 2	甲醇 10ml	1min	1min
洗脱 3	甲醇 10ml	2min	1min

四通道 Extrapid 上样 500ml 时, 所需时间在 20min-30min 之间。40min 内能完成整个实

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址: 北京空港工业区

电话: 010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真: 010-80486354(总部)/64974268(市场)

验流程，大大节省了时间提高工作效率。

## 实验结果

### 2.1 空白 标样和样品加标色谱图

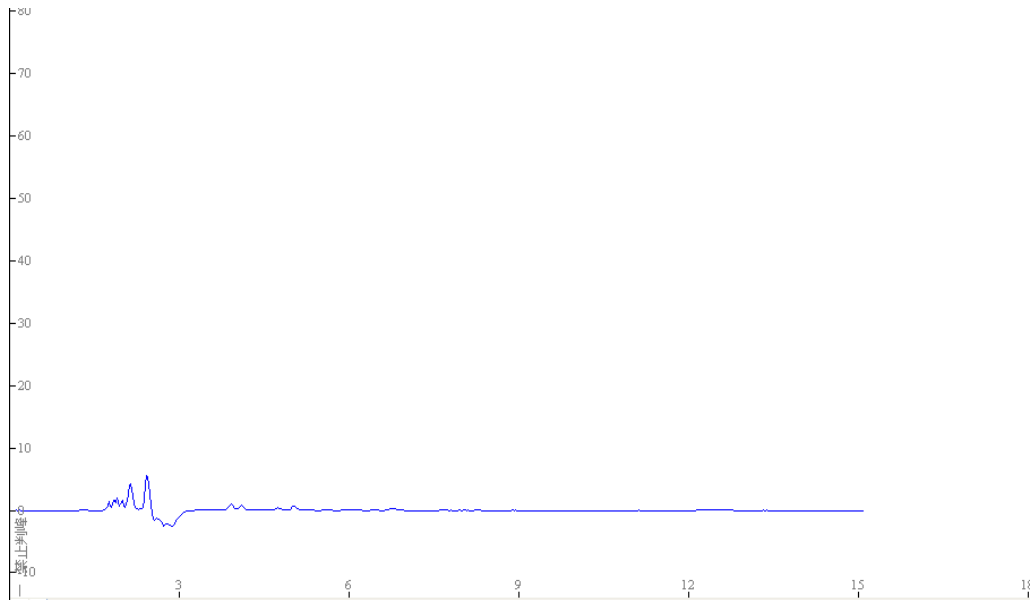


Figure 1 空白 水样经 Rapidisk C18 固相萃取盘处理后的液相色谱图

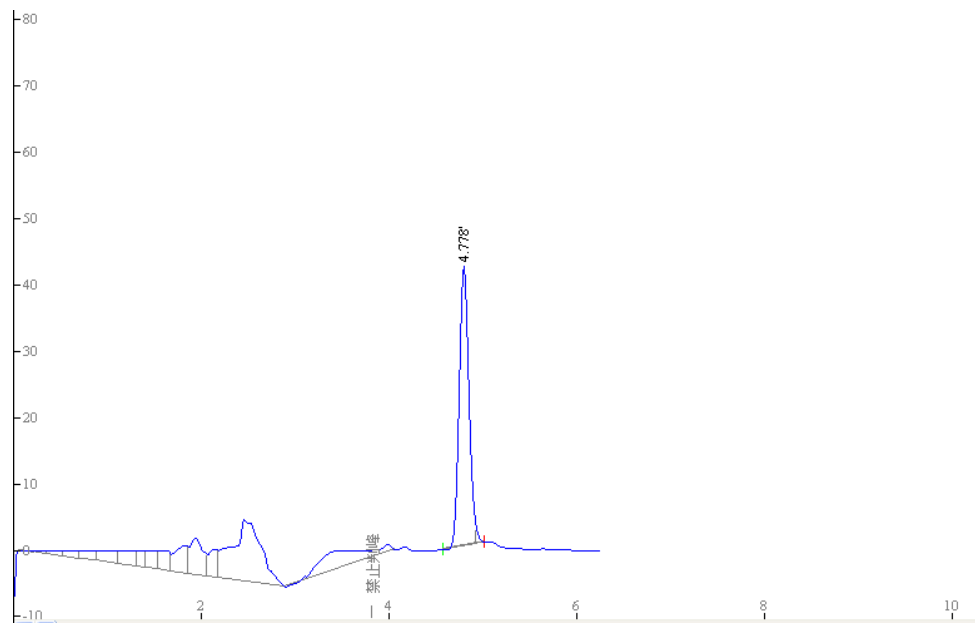


Figure 2 双酚 A 0.8ppm 标准品液相色谱图

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)

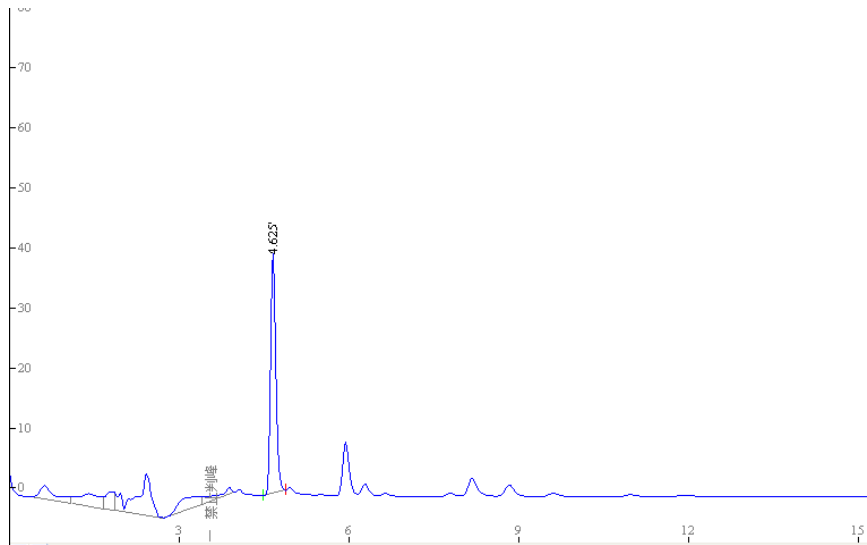


Figure 3 样品加标 水样加标后经 Rapidisk C18 固相萃取盘处理后的液相色谱图

## 2.2 加标回收率精密度

本文通过 300ml 水样加标和 500ml 水样加标分别做三次平行样考察方法准确度和 Rapidisk C18 固相萃取盘及 Extrapid 手动固相萃取装置的重现性。加标回收方法参照 1.3.1, 1.3.1.1, 1.3.2, 1.3.3。通过比较峰面积得到回收率。见下表：

实验分组	理论浓度值加标量 (mg/L)	实际检测值 (mg/L)	回收率 (%)	Rsd
300ml—A	0.8	0.6912	86.4	0.59%
300ml—B		0.6824	85.3	
300ml—C		0.692	86.5	
500ml—A	0.8	0.6704	83.8	0.62%
500ml—B		0.6792	84.9	
500ml—C		0.6656	83.2	

## 结论

本文采用 Extrapid 手动固相萃取装置和 Rapidisk C18 固相萃取盘进行前处理，高效液相色谱法测定水中的双酚 A。实验结果表明，Extrapid 手动固相萃取装置和 Rapidisk C18 固相萃取盘的重现性及回收率好，本方法准确可靠，操作方便。

撰稿人：张海超

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)