

中华人民共和国国家标准

GB/T XXXXX—XXXX

电子电气产品中双酚 A 的测定 高效液相色谱法

Determination of bisphenol A in electrical and electronic products—High performance liquid chromatography

(征求意见稿)

2024-3-31

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会

发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》和GB/T 20001.4-2015《标准编写规则 第4部分：试验方法标准》的规定起草。

本文件由全国环境管理标准化技术委员会（SAC/TC 297）提出并归口。

本文件起草单位：中国电子技术标准化研究院，XXXXXXXX。

本文件主要起草人：XXX

电子电气产品中双酚 A 的测定 高效液相色谱法

1 范围

本文件规定了电子电气产品中双酚A含量的高效液相色谱测试方法。
本文件适用于电子电气产品中双酚A含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682, ISO 3696:1987, MOD)

GB/T 39560.1 电子电气产品中某些物质的测定 第1部分:介绍和概述(IEC62321-1:2013, IDT)

GB/T 39560.2 电子电气产品中某些物质的测定 第2部分:拆解,拆分和机械制样(GB/T 39560.2-2020, IDT)

3 术语和定义

GB/T 39560.1《电子电气产品中某些物质的测定 第1部分:介绍和概述》界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

双酚 A Bisphenol A (BPA)

是一种有机化合物,分子式为 $C_{15}H_{16}O_2$, CAS 号为: 80-05-7, 分子结构图如图 1 所示。

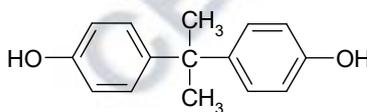


图 1 双酚 A 的结构

4 方法简介

电子电气产品按照GB/T 39560.2进行拆分后,粉碎至1 mm及以下粒径。用四氢呋喃溶剂对样品进行超声萃取,萃取液经过稀释后采用配置荧光检测器的高效液相色谱仪技术进行分离、测定,外标法定量。

5 试剂或材料

除另有说明外,所用试剂均为色谱级,水为符合GB/T 6682规定的一级水。

GB/T XXXXX—XXXX

5.1 四氢呋喃。

5.2 乙腈。

5.3 甲醇-水混合液（1+1，V/V）：取 100 mL 甲醇和 100 mL 水，混匀。

5.4 双酚 A 标准品，纯度 >98%。

5.5 双酚 A 标准储备溶液：准确称取 0.1g（精确到 0.0001g）双酚 A 标准品（5.4）于 50mL 烧杯中，加适量甲醇溶解，溶液定量移入 100mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，混匀。此溶液中双酚 A 浓度为 1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。储备液密封贮存在 4°C 冰箱中，可使用 3 个月。

5.6 双酚 A 标准母液：移取标准储备溶液（5.5），用甲醇-水溶液（5.3）配制成浓度为 10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准母液，标准母液密封贮存在 4°C 冰箱中，可使用 3~5 天。

5.7 针头过滤器：0.45 μm ，两相膜。

5.8 离心管：10 mL，带盖。

5.9 玻璃小瓶：50 mL，带密封盖。

5.10 注射器：2 mL。

5.11 液相色谱样品瓶：约 1.5 mL，带盖。

5.12 封口膜。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱：配置荧光检测器。

6.2 电子天平：感量为 0.1mg。

6.3 研磨机：具液氮冷冻装置。

6.4 水浴超声发生器，单位面积功率 $\geq 0.3 \text{ W}/\text{cm}^2$ 。

6.5 移液器或移液管：10mL，30mL。

6.6 旋液振荡器。

6.7 离心机：转速 $\geq 5000 \text{ r}/\text{min}$ 。

7 样品制备

按照 GB/T 39560.2 进行取样，用剪刀将样品剪至 $\leq 5 \text{ mm}$ 颗粒，经液氮冷至少 15min，用研磨机（6.4）破碎成粒径小于 1 mm 的小颗粒作为待测试样。

8 测试步骤

8.1 超声萃取

称取第7章中粉碎好的试样1 g（精确到0.1mg），小心放入玻璃小瓶（5.9）底部，并使用移液器或移液管（6.5）准确移取10mL四氢呋喃（5.1）沿着装有试样的玻璃小瓶内壁缓慢加入，盖紧瓶盖并用封口膜（5.12）密封好，放入水浴超声发生器中超声振荡60 min，超声振荡完成后放置室温下冷切至室温。

8.2 稀释

开取8.1中玻璃小瓶瓶盖，使用移液器或移液管（6.5）准确移取30 mL甲醇-水混合液（5.3），缓慢滴加至开盖的玻璃小瓶中，再盖紧瓶盖，将玻璃小瓶放置旋液振荡器（6.6）振荡约0.5 min，使玻璃小瓶内萃取液充分混和。此时待测试样萃取液可认为定容至40 mL。

8.3 离心分离

开取8.2中玻璃小瓶瓶盖，使用移液器或移液管（6.5）移取约10 mL萃取液至离心管（5.8）中，盖上盖，放入离心机（6.7）中在5000 r/min下离心5 min。用注射器（5.10）取出离心管中上清液约2 mL经针头过滤器（5.7）过滤后注入液相色谱样品瓶（5.11）中待测。

8.4 高效液相色谱测定

由于测试结果取决于所使用的仪器，因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的。

8.4.1 高效液相色谱参考条件

高效液相色谱参考条件如下：

- a) 液相色谱柱： C_{18} , 250 mm×4.6 mm (i.d.)，粒径为5 μm ，或性能相当者。
- b) 柱温：30°C。
- c) 流动相：甲醇-水（70-30，体积比）。
- d) 流速：1 mL/min
- e) 进样量：10.0 μL 。
- f) 检测器波长：激发波长275nm，发射波长：313nm。

8.4.2 标准工作曲线

将双酚A标准母液（5.6）用甲醇-水混合液（5.3）分别配置至0.1、0.2、0.5、1.0和2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度系列双酚A标准溶液，宜现用现配。按8.4.1规定的仪器分析条件分别对上述系列浓度的双酚A标准溶液进行测定。以双酚A的浓度为横坐标，对应色谱峰面积为纵坐标不过原点绘制标准工作曲线，标准工作曲线线性相关系数 ≥ 0.995 ，否者重新配置各浓度系列双酚A标准溶液，并重新测试和绘制标准工作曲线。

8.4.3 定性定量分析

按照8.4.1规定的仪器分析条件对8.3中待测试液进行分析，以高效液相色谱仪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。如8.3中待测试液中BPA浓度不在标准工作曲线浓度范围，则需要对8.3中待测试液进行浓缩或稀释，以保证定量测试的准确性，如需要浓缩时，宜使用氮吹后用甲醇-水混合液（5.3）重新定容，如需要稀释时，宜直接使用甲醇-水混合液（5.3）进行稀释，并记录浓缩因子或稀释因子。双酚A标准工作溶液的色谱图参见附录A。

8.5 空白试验

除不加试样外，按8.1至8.4步骤测试。

9 结果计算

按式（1）计算试样中双酚A的含量，计算结果扣除空白值：

$$X = (C - C_B) \times \frac{V}{M} \times S \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——试样中双酚A的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C ——试液中双酚A的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

C_B ——空白试验（8.5）试液中双酚A的浓度，单位为微克每毫升（ $\mu\text{g/mL}$ ）；

V ——萃取液定容体积，单位为毫升（mL）（本方法中为40 mL）；

M ——试样的称样量，单位为克（g）；

S ——如需要对8.3中待测试液进行浓缩或稀释时， S 为浓缩因子或稀释因子（无量纲）；

注：计算结果精确到0.01。

10 测定低限和精密度

10.1 测定低限

本方法对双酚A的测定低限为2 mg/kg。

10.2 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容：

- 1) 使用的标准方法；
- 2) 试验样品的详细描述；
- 3) 试验结果；
- 4) 试验日期；
- 5) 实验中出现的异常情况；
- 6) 与规定程序的偏离。

附录 A
(资料性)
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。

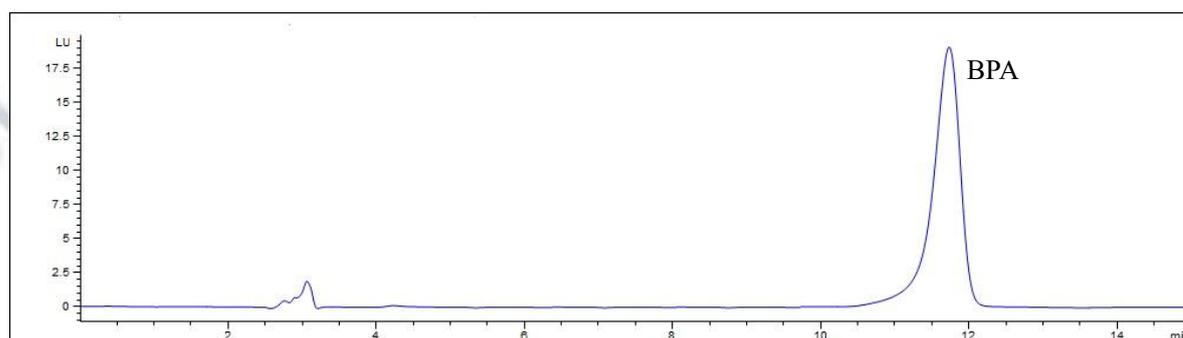


图 A.1 双酚 A 的标准溶液的液相色谱图