

氣相層析質譜儀分析雙酚A的方法

Analysis of Bisphenol A with Gas Chromatography-Mass Spectroscopy

指導老師:許憲呈

學生:陳彥齊、劉韋成

實驗目的

以氣相層析質譜儀分析尿液中雙酚A萃取衍生物。雙酚A為工業聚合物，為一種對人體有害的物質，從尿液中分析人體內含有的雙酚A，在進行氣相層析質譜儀分析前，需要先進行萃取與衍生化等前置處理。

實驗器材



1.離心管



2.玻璃滴管



3.微量滴管



4.內插管

實驗步驟

檢量線配製

分別配製5、10、25、50、100、125、250 ng/mL 標準溶液，處理步驟如下樣本處理程序。

1. 取2mL尿液至離心管，並加入20 μ L 10000 ng/mL 內標準品 bisphenol A-D16，隨後加入5mL的氯丁烷，上蓋，置於振盪器震盪約8分鐘。
2. 取出振盪完成的樣本，放入離心機在1600 rpm下離心8分鐘，離心後以乾淨的玻璃吸管取上清液至另一乾淨的離心管中。
3. 將裝有上清液的離心管，以MGS-2100E氮氣吹乾裝置將溶劑吹乾。
4. 然後用微量滴管取40 μ L含1% 三甲基氯矽烷的N,O-bis-(trimethylsilyl) trifluoroacetamide (BSTFA)的衍生劑和130 μ L的乙腈(CH_3CN)，最後再以試管振盪器震盪均勻混合，然後置於90 $^{\circ}C$ 的烘箱中反應30分鐘。
5. 然後將衍生處理後的樣本取出放入內插管中，以自動注射裝置取樣2 μ L進行GC-MS分析。

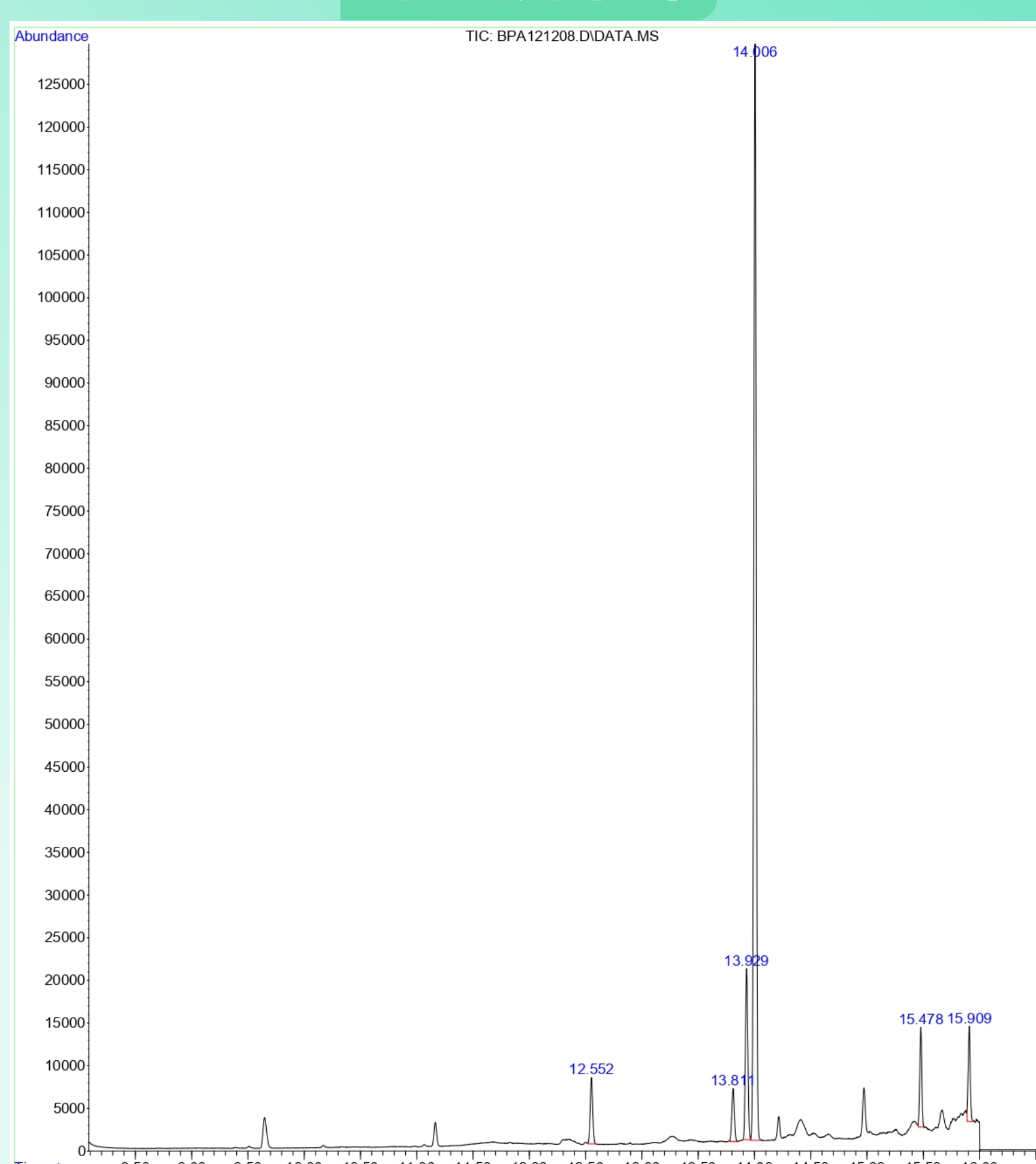
儀器分析條件設定

氣相層析質譜儀分析樣本以不分流模(splitless mode)注入，注射器溫度為280 $^{\circ}C$ 。分離管柱起始溫度為120 $^{\circ}C$ ，維持1分鐘，接著第一段以10 $^{\circ}C/min$ 的速率加溫至260 $^{\circ}C$ ，接著第二段以30 $^{\circ}C/min$ 的速率，從260 $^{\circ}C$ 加溫至290 $^{\circ}C$ ，維持0.5分鐘。

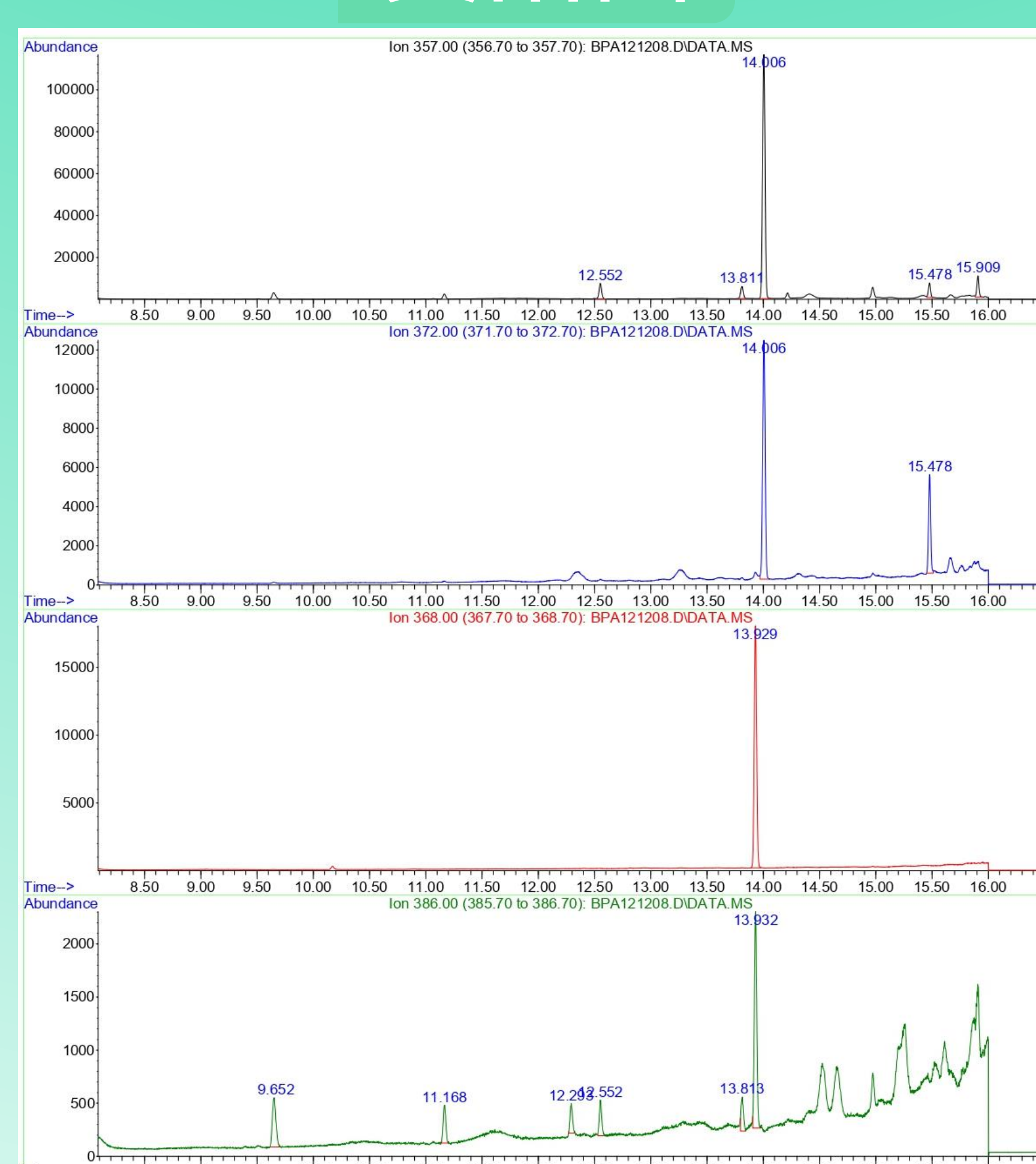
質譜設定為電子離子化模式(electron ionization mode, EI mode) 在70 eV，掃描範圍為50至650 Da。丙二酚及丙二酚d16標準品衍生結果分析確認，其中斷片離子(fragment ions)質荷比(m/z)分別為357、372與368、386作為定量及定性分析的訊號。

實驗結果

層析圖



質譜圖



檢量線圖

