

Author

Roberto Troiano, PerkinElmer

William Goodman, PerkinElmer

UHPLC TRENNUNG UND NACHWEIS VON BISPHENOL A (BPA) IN KUNSTSTOFFEN

Einführung

Das BPA oder Bisphenol A war über Jahre in der Diskussion bezüglich seines gesundheitsschädlichen Potentials. BPA wurde beispielsweise in Babyfläschchen und anderen Kunststoff-Flaschen gefunden. BPA wird bei der Herstellung zweier gebräuchlicher Polymere, nämlich PVC und Polykarbonat, verwendet. PVC, Polyvinylchlorid, kommt in

vielen verschiedenen Produkten, wie Baumaterialien, medizinischen Geräten und Kinderspielzeug zum Einsatz. BPA wird in der PVC-Herstellung als Polymerisationsinhibitor verwendet, BPA-Rückstände können nach abgeschlossener Polymerisation zurückbleiben. Polykarbonat ist ein anderer, weit verbreiteter Kunststoff. Es hat wünschenswerte Eigenschaften bezüglich optischer Transparenz und Wärmebeständigkeit. BPA ist ein wichtiges Monomer bei der Herstellung von Polykarbonat-Polymeren, wird bei der Herstellung nicht vollständig umgesetzt und kann aus dem Polymer auslaugen. Neuerdings werden viele Einsatzgebiete von Polykarbonat durch neue Co-Polymere, wie z.B. Co-Polyester ersetzt, um das Austreten von BPA zu unterbinden.

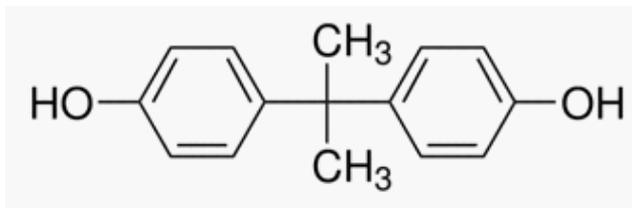


Abbildung 1: Struktur von Bisphenol A (BPA)

Als Ergebnis der gesundheitlichen Bedenken bezüglich der Einwirkung von BPA auf den menschlichen Organismus wird dieses Molekül jetzt in speziellen Produkten beobachtet, insbesondere Babyfläschchen und Kinderspielzeug. Einfache und robuste Testmethoden werden benötigt, um Gegenwart und Menge von BPA in Kunststoffen zu bestimmen. Dieser Artikel beschreibt die Extraktion und HPLC Analyse von BPA in Produkten für Kinder.



Abbildung 2: Kinderspielzeug, welches bezüglich des BPA-Gehaltes in diesem Artikel analysiert wurde.

Experimentelles

Die hier vorliegende Studie beinhaltet die Extraktion von BPA aus einer Spielzeugmatrix und die Analyse mittels UHPLC. Die verwendete Extraktionsprozedur soll die Kontaktstellen, durch welche ein Kind mit BPA in Berührung kommt, simulieren. Zwei unterschiedliche Extraktionstechniken kamen bei der Analyse zum Einsatz (30g Probe für jede Extraktion). Für die erste Extraktionsmethode wurde die Probe in 1 L Wasser bei 40°C für 24 Stunden (EN 14372) getaucht. Für die zweite Methode wurde die Probe in 1L HCL (0,07 M) bei 37°C für 2 Stunden getaucht. Nach der Extraktion wurden die Proben mit einer PerkinElmer Flexar™ FX-10 UHPLC-System mit einem PerkinElmer Serie 200a Fluoreszenz Detektor untersucht. Die Trennung erfolgte mit einer Brownlee validated C8 Säule (siehe Tabelle 1).

Tabelle 1: HPLC Bedingungen für die Analyse von BPA

HPLC System	PerkinElmer Flexar FX-10 UHPLC
Injektionsvolumen	50 µL
Säule	PerkinElmer C8 (150 mm x 4.6 mm, 5 µm)
Mobile Phase	Methanol/Water (65/35)
Flussrate	1 mL/min
Detektorwellenlänge	Anregung – 275 nm / Emission – 313 nm
Trennung	0.1 sec
PMT, Em BDW	sehr hoch, weit
Laufzeit	15 min

Ergebnisse

Das analysierte BPA eluierte unter gegebenen LC Bedingungen bei 5,43 Minuten (Abbildung 3). Das UHPLC-System wurde über einen Bereich von 1-50 ppb (µg/L) BPA kalibriert (Tabelle 2).

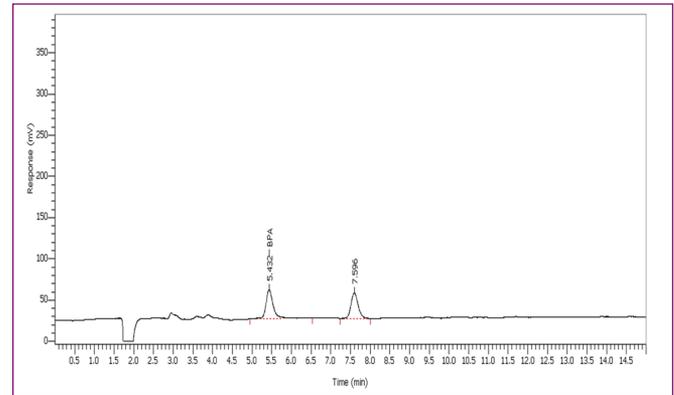


Abbildung 3: BPA-Kalibrationsstandard bei 1 ppb.

Tabelle 2: Tabelle zur Analyse von BPA über einen Bereich von 1 bis 50 ppb (µg/L).

Konzentration	Response
1 ppb	54163
10 ppb	378051
20 ppb	820335
40 ppb	1548750
50 ppb	1957851
r ²	0.9993

Die Nachweisgrenze (NG) für BPA mit der hier vorgestellten Methode beträgt 1 ppb. Das Signal-zu-Rauschverhältnis bei der NG beträgt ungefähr 1:10. Der Responsewert über den Kalibrationsbereich entspricht einer linearen Kalibration mit einem Regressionskoeffizienten von 0,9993. Blindläufe zwischen Standards und Proben zeigen, dass das System frei von BPA Verunreinigungen oder Verschleppungen war.

BPA in den Extrakten der Spielzeugproben wurde mittels der erstellten Kalibrationskurve der Standards quantifiziert (Tabelle 3). Abbildung 4 zeigt das Chromatogramm des Wasserextraktes der Probe des Spielzeugzwerges.

Tabelle 3: Ergebnisse der Analyse von Spielzeugproben

Sample	Extraction Type	µg/L	µg/g
Kubus	Wasser	2.04	0.068
Kubus	HCl	ND	ND
Würfel	Wasser	3.35	0.111
Würfel	HCl	1.56	0.052
Zwerg	Wasser	4.32	0.144
Zwerg	HCl	1.78	0.059

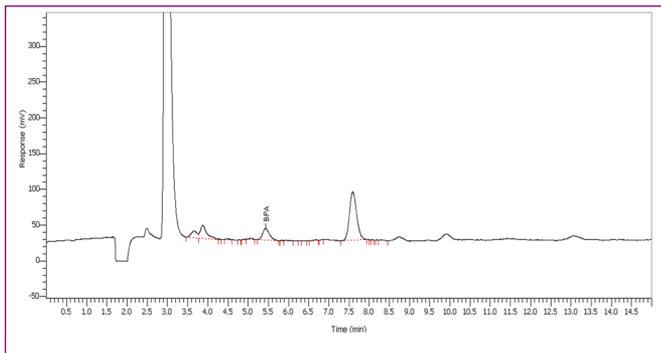


Abbildung 4: Analyse des BPA-Gehaltes des Spielzeugzwerges mit Wasser als Extraktionsmittel

Die Extraktionsprozedur, während der das Spielzeug 24 Stunden in Wasser bei 40°C geheizt wurde, setzt eine deutlich höhere Menge BPA aus der Matrix frei, als die Extraktion mit HCl. BPA wurde in allen drei Wasserextraktionen innerhalb des Kalibrationsbereiches der Standardkurve gefunden.

Fazit

Mit steigenden gesundheitlichen Bedenken bezüglich der Belastung durch BPA, wird dessen Analyse in Kunststoffen immer wichtiger. Das PerkinElmer Flexar FX-10 UHPLC-System stellt eine empfindliche und robuste Plattform für diese Analyse dar. Hier wurde eine Kalibration von BPA über einen Bereich von 1-50 ppb mit einer chromatographischen Laufzeit von weniger als 10 Minuten gezeigt. Diese Analyse wurde auf drei Spielzeugproben angewendet und BPA konnte in jeder Probe nachgewiesen werden.