



气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂



标准品



小型仪器

邻苯二甲酸酯检测—有图有真相

一、GC-FID方法

—— 简单基质: 包括饮用水, 果汁, 功能饮料, 可乐, 食用油, 纯牛奶等

1、水性饮料: 饮用水, 果汁, 功能饮料, 可乐:

准确移取样品5mL, (如果是可乐, 超声20min, 去除二氧化碳, 有固形物的饮料先离心取上清液), 加入到dSPE玻璃萃取管(无油基质萃取管, SBEQ-CA8650-glass);准确加入正己烷2mL, 充分旋涡混合, 4000r/min离心5min, 取上清液GC-FID分析。

2、普通食用油等(不含太多的添加剂):

称取0.5g油样, 用2mL乙腈饱和的正己烷溶解, 然后分别用4mL正己烷饱和的乙腈提取两次, 离心, 收集乙腈层后全部倒入dSPE玻璃萃取管(纯油基质A套餐净化管, SBEQ-CA8645-glass)充分振荡, 4000r/min离心5min, 取上清液GC-FID分析。

如果要油品里面更低浓度的PAEs, 可以放大取样量, 提取以后浓缩定量后在上dSPE玻璃萃取管。

3、对于纯牛奶等(含有10%以下的油脂或者脂肪等, 不含太多添加剂):

取2mL溶液样品, 倒入dSPE玻璃萃取管(C套餐萃取管, SBEQ-CA8649-glass), 准确称重, 加入10%叔丁基甲醚乙腈溶液4mL, 充分振荡, 4000r/min离心5min, 上清液加入dSPE玻璃萃取管(C套餐净化管, SBEQ-CA8648-glass, 16 mL螺盖试管), 旋涡混合1分钟后, 4000r/min离心5min, 取上清液GC-FID分析。

色谱柱: CD-5石英毛细管柱(30m*0.25mm*0.25 μ m, GAEQ-521511)

载气: 氮气, 流速1mL/min

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C

进样方式: 不分流进样

检测器温度: 300 $^{\circ}$ C

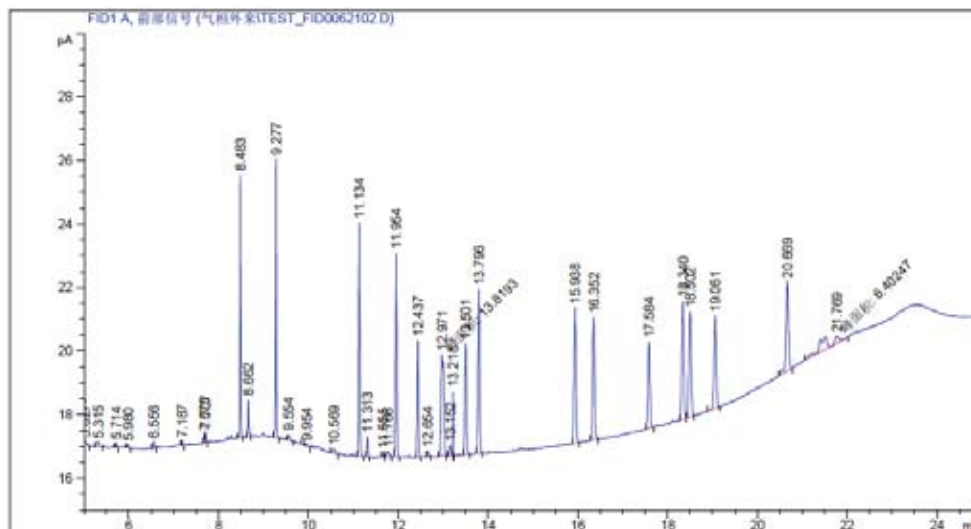
进样量: 1 μ L

升温程序: 初始柱温60 $^{\circ}$ C, 保持1min,

以20 $^{\circ}$ C/min升温至220 $^{\circ}$ C, 保持1min,

再以5 $^{\circ}$ C/min升温至280 $^{\circ}$ C, 保持4min

1ppm 16种邻苯二甲酸酯混标, (CDGG-116767-01-1ml稀释1000倍), GC-FID



峰	保留时间 [min]	峰面积 [pA*s]
DMP	8.483	10.25193
DEP	9.277	11.73405
DIBP	11.134	13.70991
DBP	11.954	13.00761
DMEP	12.437	7.90615
BMPP	12.971	13.81929
DEEP	13.501	8.82699
DPP	13.796	13.13986
DHXP	15.938	12.61213
BBP	16.352	11.62982
DBEP	17.584	8.66102
DCHP	18.340	12.82449
DEHP	18.502	11.18351
邻苯二甲酸二苯酯	19.061	9.70280
DNOP	20.669	10.96257
DNP	21.769	6.40247



气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂



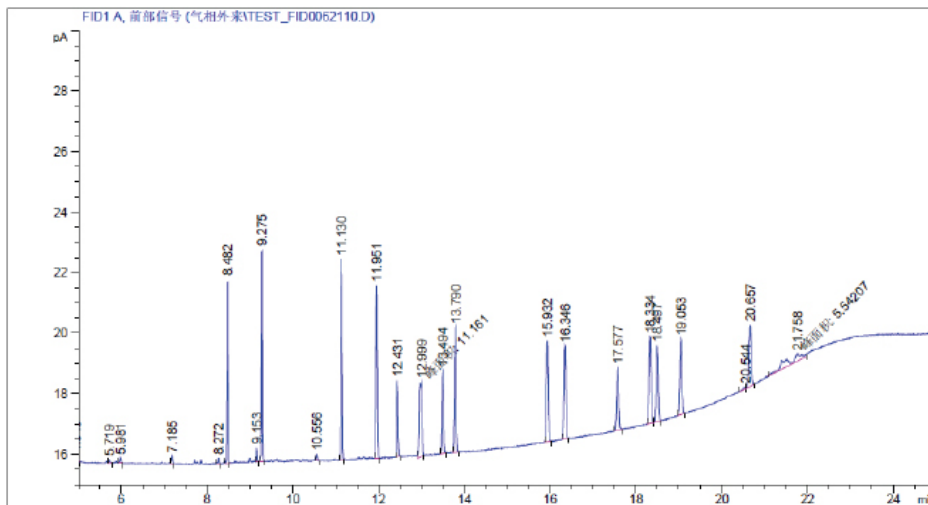
标准品



小型仪器

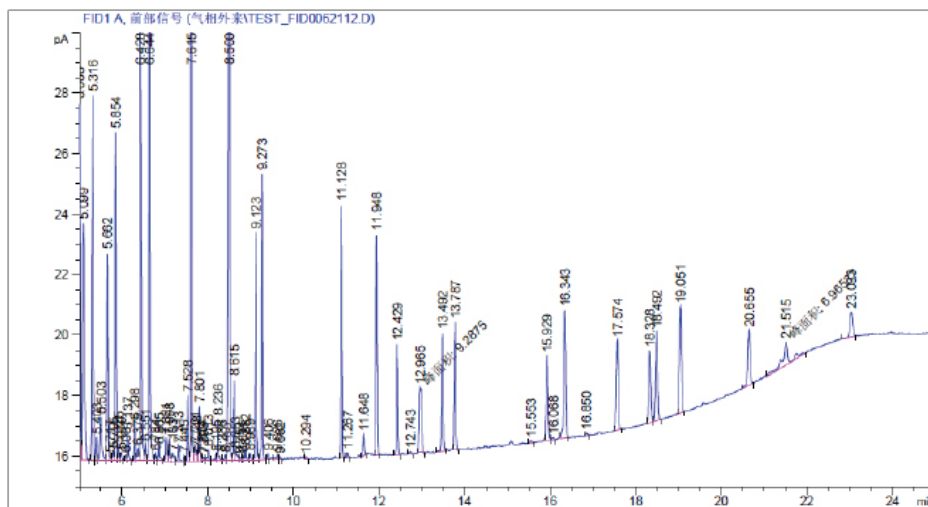
GC-FID方法

a. 水中1ppm PAEs加标GC-FID谱图



峰	保留时间 [min]	峰面积 [pA*s]	浓度 ppm
DMP	8.48	7.71	0.75
DEP	9.28	9.37	0.80
DIBP	11.13	12.17	0.89
DBP	11.95	11.67	0.90
DMEP	12.43	5.39	0.68
BMPP	13.00	11.16	0.81
DEEP	13.49	6.86	0.78
DPP	13.79	10.56	0.80
DHXP	15.93	10.05	0.80
BBP	16.35	9.09	0.78
DBEP	17.58	6.72	0.78
DCHP	18.33	9.67	0.75
DEHP	18.50	8.56	0.77
邻苯二甲酸二苯酯	19.05	7.98	0.82
DNOP	20.66	7.45	0.68
DNP	21.76	5.54	0.87

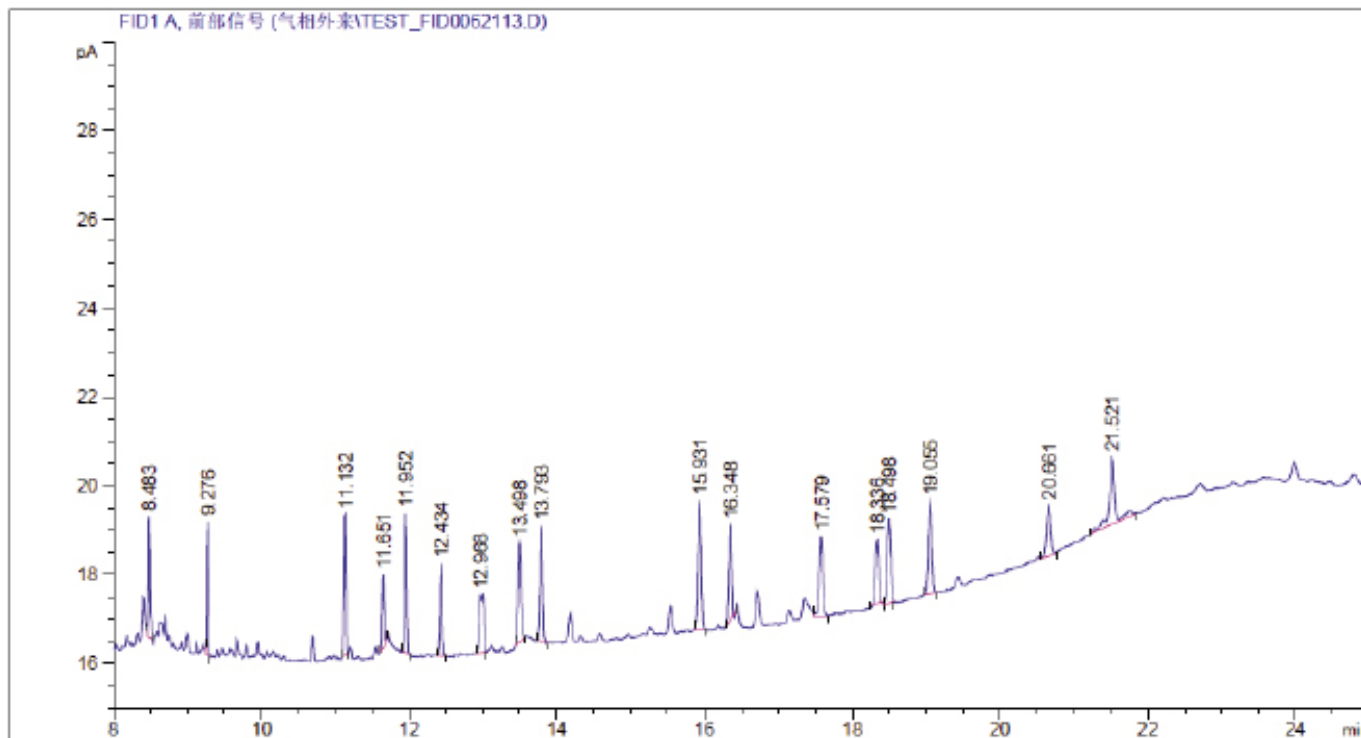
b. 果汁中1ppm PAEs加标GC-FID谱图



峰	保留时间 [min]	峰面积 [pA*s]	浓度 ppm
DEP	9.273	12.98	1.27
DIBP	11.128	15.49	1.32
DBP	11.948	14.75	1.13
DMEP	12.429	8.04	1.02
BMPP	12.971	9.29	0.67
DEEP	13.492	9.85	1.12
DPP	13.787	10.64	0.81
DHXP	15.929	8.63	0.68
BBP	16.343	12.98	1.12
DBEP	17.574	9.75	1.13
DCHP	18.328	8.15	0.64
DEHP	18.492	10.05	0.90
邻苯二甲酸二苯酯	19.051	11.64	1.20
DNOP	20.655	6.97	0.64
DNP	21.515	6.97	1.09



c. 玉米油中0.5ppm加标GC-FID谱图



前十四个目标物的回收率在68-140%之间, DNOP回收率是83%

二、GC-MS方法

—— 针对所有样品,特别是复杂基质: 如乳饮料、方便面酱包、酸奶、奶茶等

1. 对于水性饮料、食用油、含有10%以下的油脂或者脂肪的饮品:

请参照GC-FID方法前处理步骤完全一样, 最后上GC-MS分析。

2. 对于含80%以上油脂基质: 如方便面酱包,火锅底料等

油水混合物, 取样1.0g, 用2mL乙腈饱和的正己烷溶解, 然后分别用4mL正己烷饱和的乙腈提取两次, 离心, 收集全部乙腈层, 倒入dSPE玻璃萃取管(多油基质B套餐净化管, SBEQ-CA8647-glass), 充分振荡, 4000r/min离心5min。上清液GC-MS分析。

3. 对于固体样品:

如饼干等, 1g样品加适量的水, 漩涡成浆状, 然后按照: 含有10%以下的油脂或者脂肪的样品前处理后, 上GC-MS。

色谱柱: CD-5MS石英毛细管柱 (30m*0.25mm*0.25 μ m, GAEQ-554421)

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C

升温程序: 初始柱温60 $^{\circ}$ C, 保持1min, 以12 $^{\circ}$ C/min升温至300 $^{\circ}$ C, 保持5min。

载气: 氮气, 流速1mL/min

进样方式: 不分流进样

进样量: 1 μ L

色谱与质谱接口温度: 280 $^{\circ}$ C

电离方式: 电子轰击源 (EI)

监测方式: 选择离子扫描模式 (SIM)

电离能量: 70eV

溶剂延迟: 5min



气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂

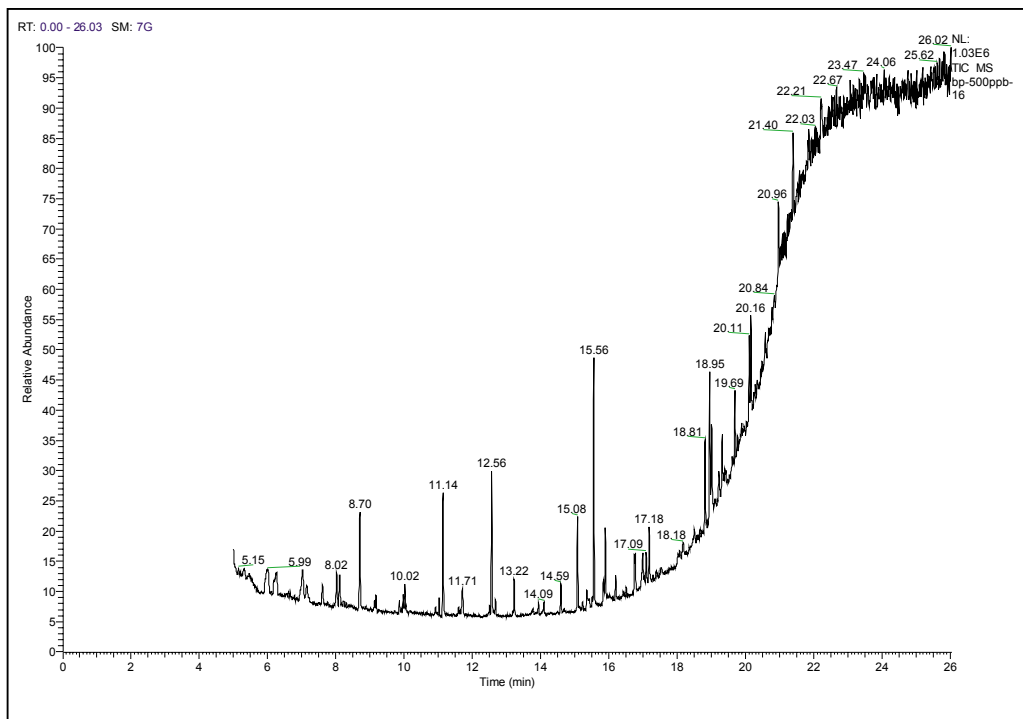


标准品



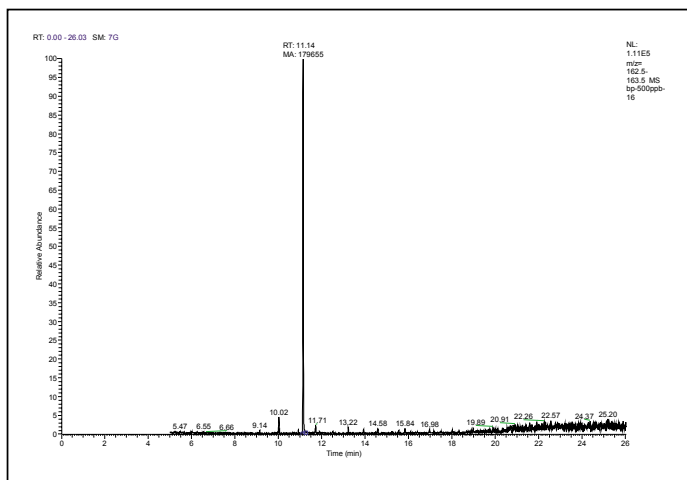
小型仪器

a. 0.5ppm 14种邻苯二甲酸酯混标, GC-MS, 总离子流图以及多反应监测谱图

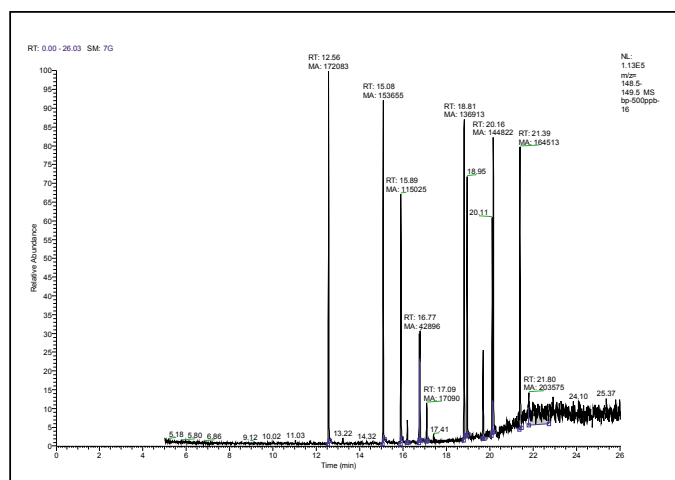


峰	保留时间 [min]	峰面积 [pA*s]
DMP	11.14	179655
DEP	12.56	172083
DIBP	15.08	153655
DBP	15.89	115025
DMEP	16.2	11426
BMPP	16.75	89110
DEEP	17.09	17090
DHXP	18.81	136913
BBP	18.95	124593
DBEP	19.69	43489
DCHP	20.11	97946
DEHP	20.16	144822
DNOP	21.39	164513
DNP	21.3-22.8	203575
DNNP	21.769	6.40247

500ppb-14-TIC



500ppb-14-163(m/z)



500ppb-14-149(m/z)





气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂

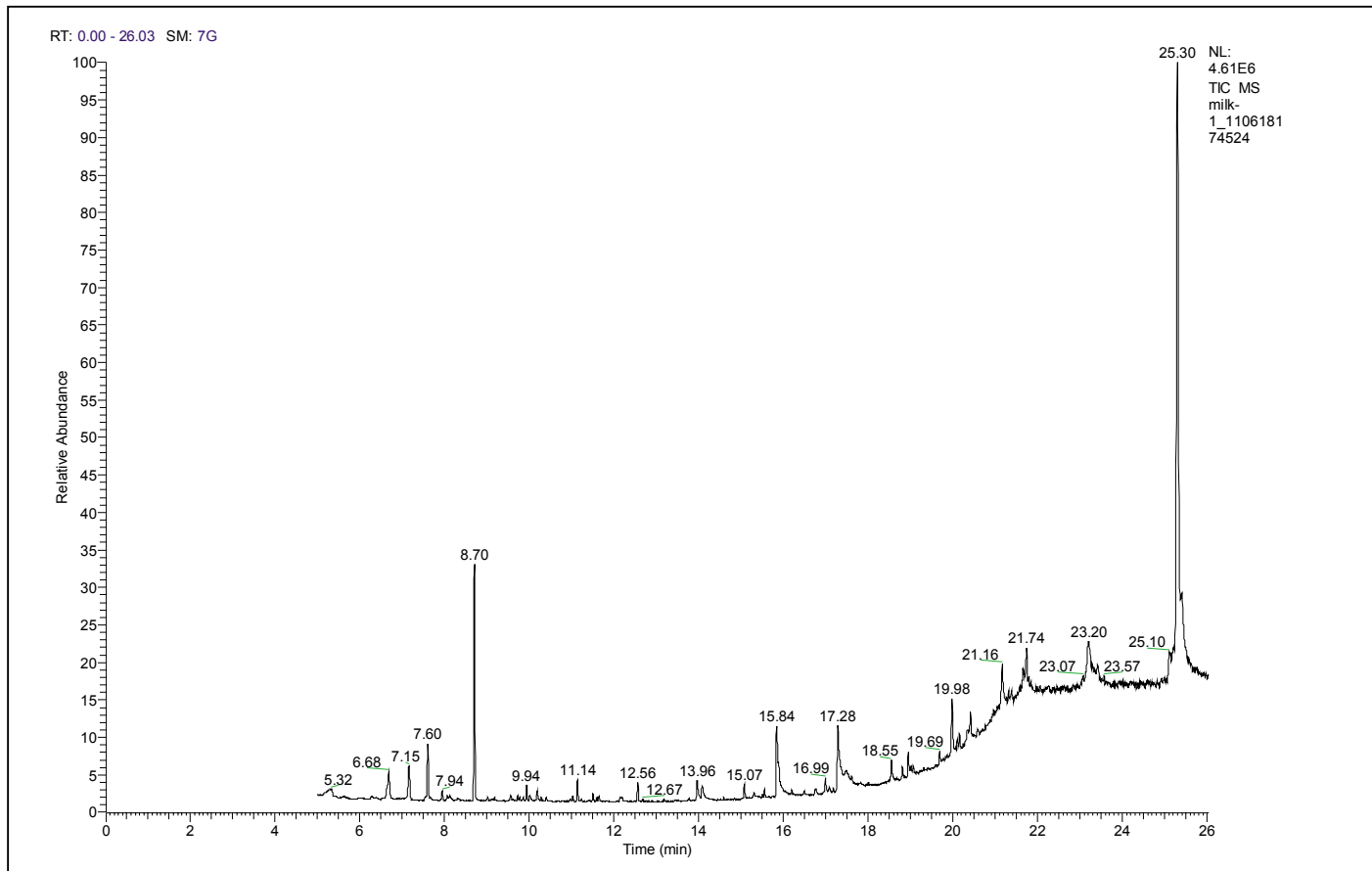


标准品

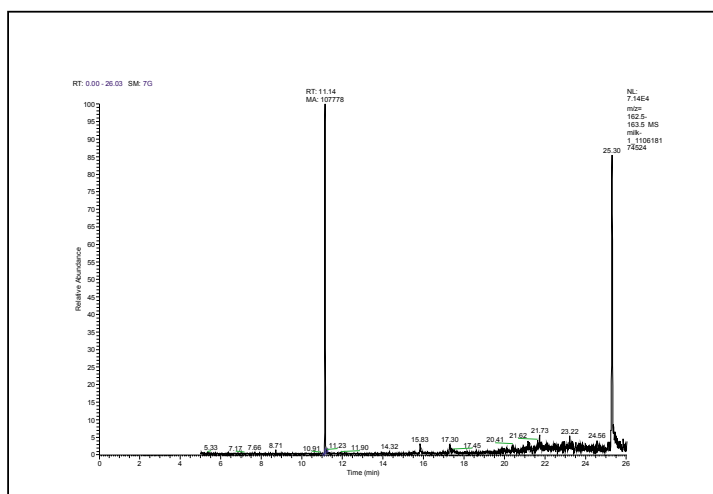


小型仪器

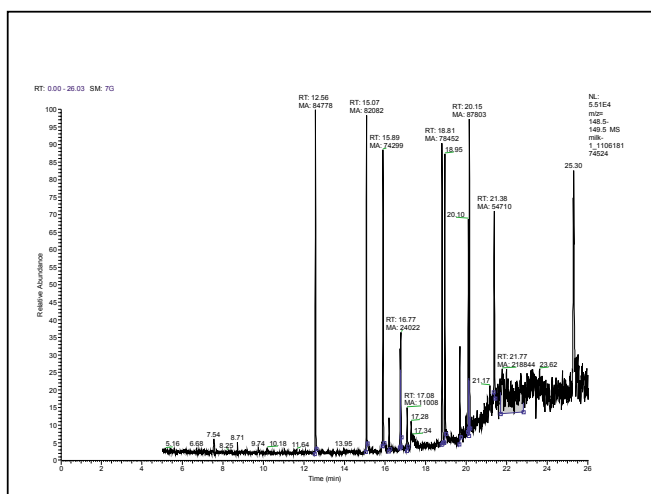
b. 牛奶中1ppm加标GC-MS谱图



milk-TIC



Milk-163(m/z)



Milk-149(m/z)

前十四个目标物的回收率在71-111%，DNOP与DNP的回收率在65%左右





气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂

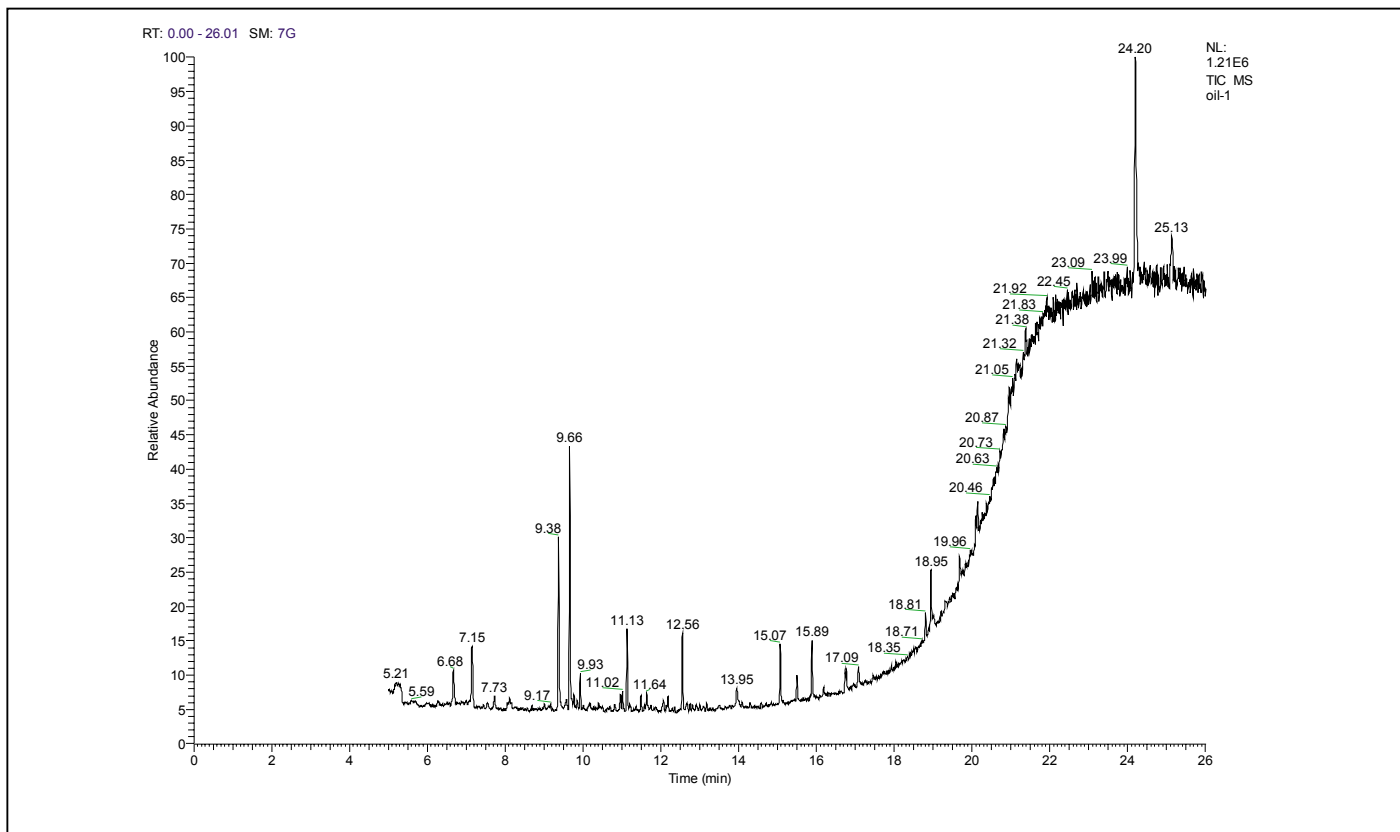


标准品

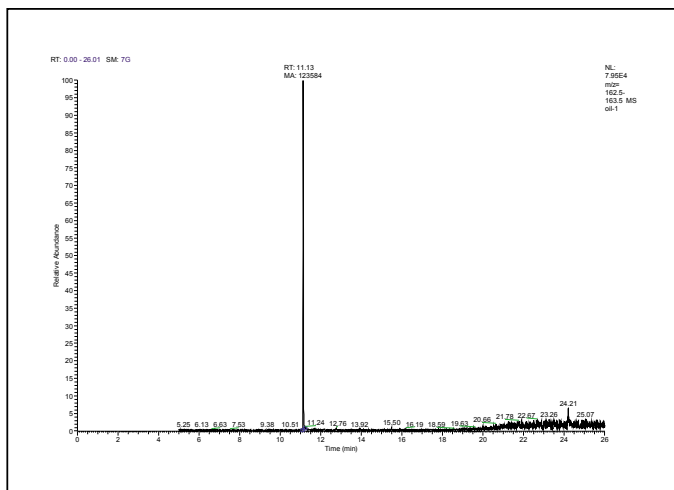


小型仪器

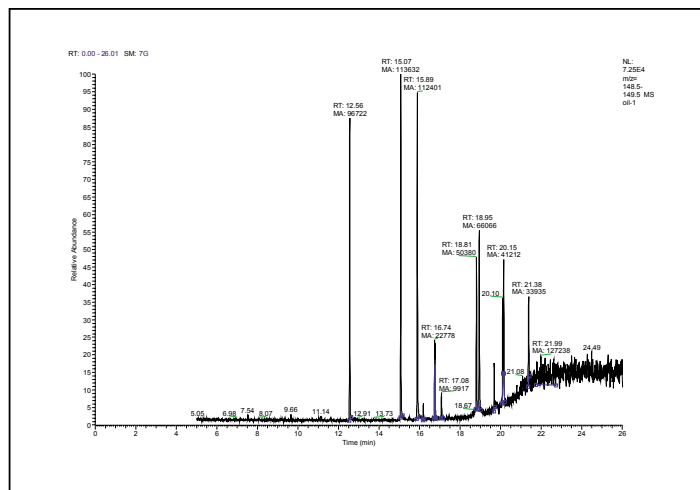
c. 玉米油中1ppm加标GC-MS谱图



Oil-TIC



Oil-m/z163



Oil-m/z149





气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂

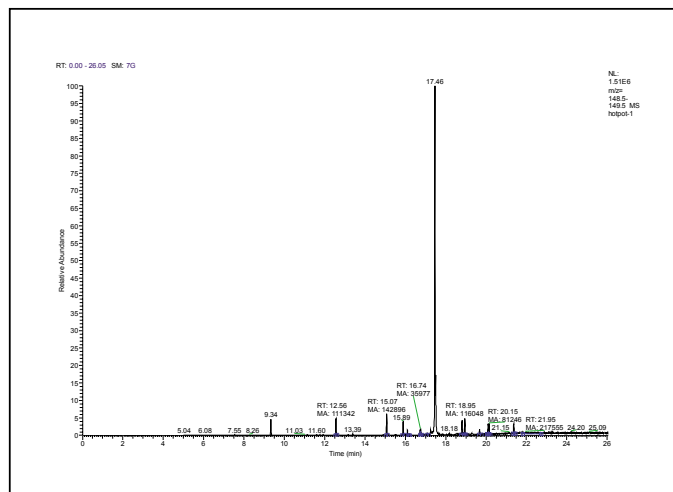
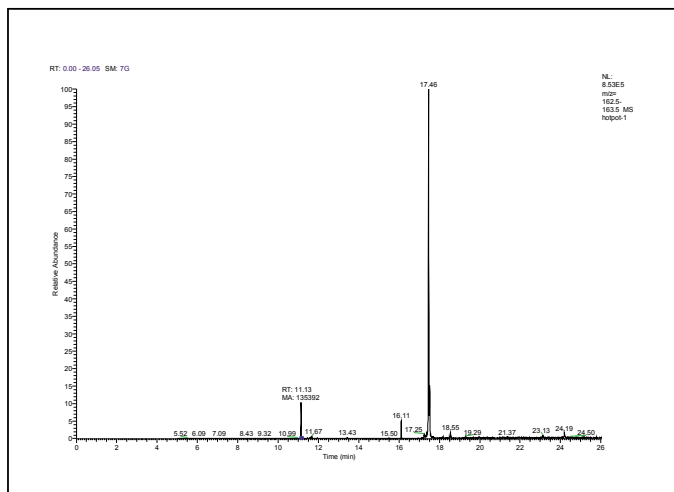
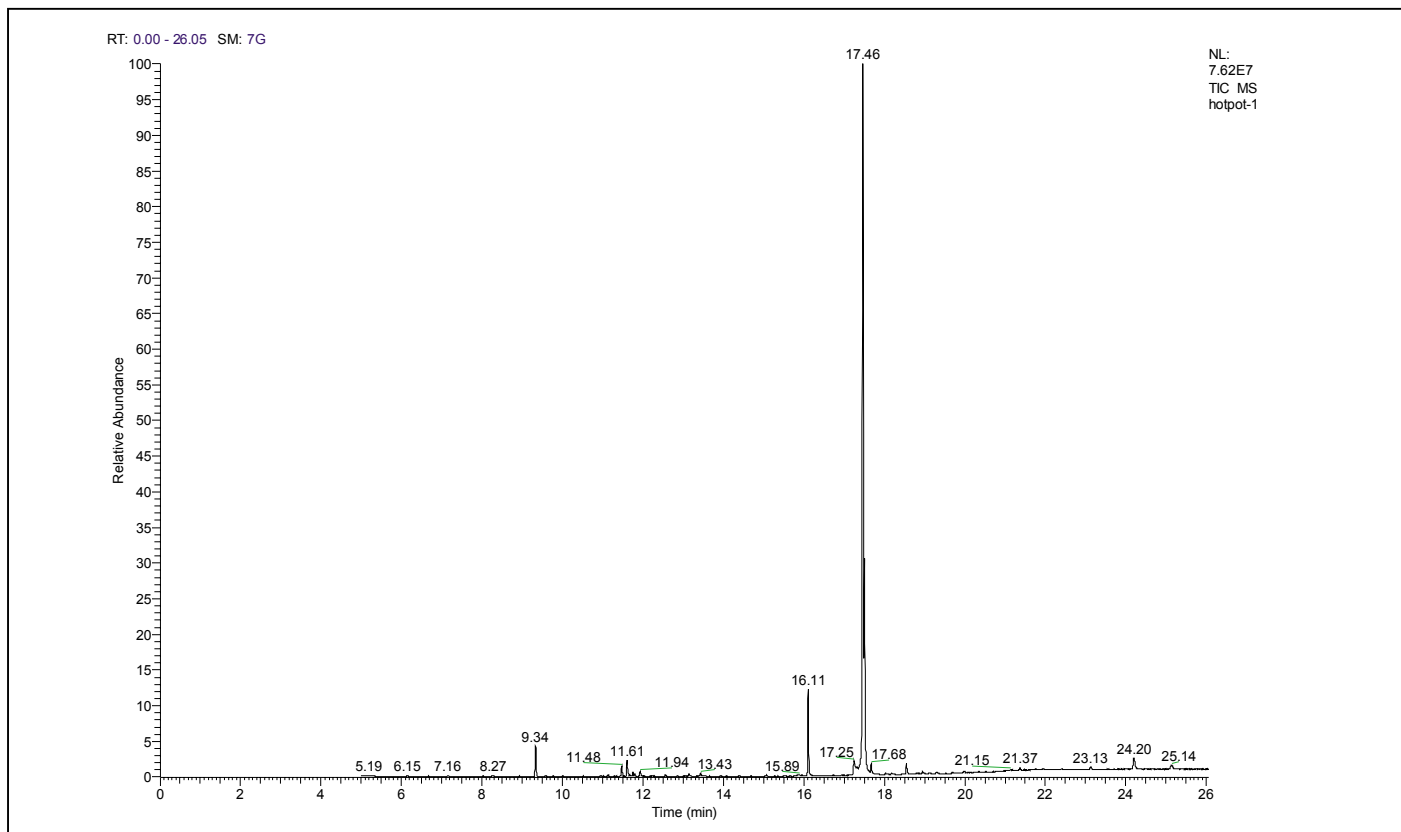


标准品



小型仪器

d. 火锅底料0.5ppm加标GC-MS谱图



前十四个目标物的回收率在70-94%之间, DNOP与DNP的回收率在60%左右





气相色谱

液相色谱

固相萃取

样品瓶

化学试剂

标准品

小型仪器

版本号: QW-20110623-11-V3

三、邻苯二甲酸酯 (PAEs) 检测液相色谱方案

色谱柱: CNW Athena C18-wp (4.6mm*250mm, 5um, LAEQ-462572)

流动相: 乙腈 和水

柱温: 30℃

进样量: 10 uL

检测器: PDA, 228nm

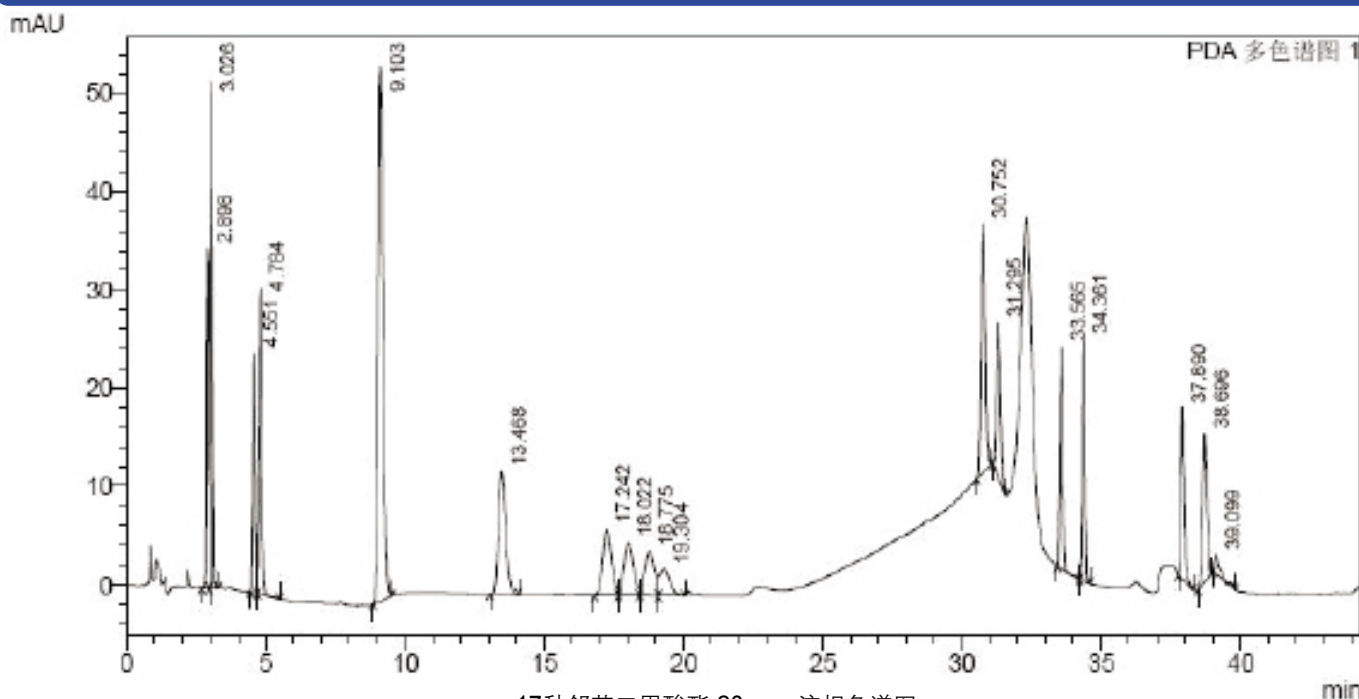
进样浓度: 20ppm 17种混标, 溶于甲醇

梯度程序:

T	乙腈	水	Flow (mL/min)
0	60	40	2
20	60	40	2
20.01	60	40	1.5
32	100	0	1.5
40	100	0	1.5

液相色谱方案

17种邻苯二甲酸酯 20ppm 液相色谱图



17种邻苯二甲酸酯 20ppm 液相色谱图

名称	保留时间	面积	分离度	拖尾因子
DNEP	2.898	160824	0.000	0.000
DMP	3.026	251198	0.865	0.000
DEEP	4.551	169378	8.754	0.000
DEP	4.784	213838	1.179	0.000
邻苯二甲酸二丙酯	9.103	655685	16.390	1.246
邻苯二甲酸二苯酯	13.468	222613	10.816	1.222
BBP	17.242	148125	7.001	0.000
DIBP	18.022	126450	1.273	0.000
DBEP	18.775	109210	1.149	0.000
DBP	19.304	70307	0.673	0.000
DPP	30.752	261907	19.572	1.184
DCHP	31.295	157379	1.915	1.168
BMPP	33.565	166878	9.173	1.182
DNHP	34.361	165822	3.904	1.214
DEHP	37.890	141997	16.850	1.366
DNOP	38.696	158198	3.121	1.154
DNP	39.099	25423	1.405	2.144
		3199234		

液相色谱方案帮助没有GC、LC-MS以及GC-MS的客户对邻苯二甲酸酯类物质的进行内部筛查, 如果谱图过于复杂, 建议质谱确认, 本方案仅供参考。



安谱总部 地址: 上海市斜土路2897弄50号海文商务楼5层 网址: www.anpel.com.cn Tel: 021-54890099 Fax: 021-54248311

北京办事处 Tel: 010-83130651 Fax: 010-83130098
 广州办事处 Tel: 020-38811673/31 Fax: 020-38811577
 深圳办事处 Tel: 0755-26075073 Fax: 0755-26075056
 武汉办事处 Tel: 027-87250176 Fax: 027-51164236
 青岛办事处 Tel: 0532-80829481/2 Fax: 0532-80829482
 成都办事处 Tel: 028-85254001/2 Fax: 028-85254003
 南京办事处 Tel: 025-83737312 / 83716726 Fax: 025-83701408



气相色谱



液相色谱



固相萃取



样品瓶



化学试剂



标准品



小型仪器

实验中常用耗材:

(本资料中价格仅供参考, 具体请询我公司销售员。)

货号	描述	报价(元)
CDGG-116767-01-1ml	16种邻苯二甲酸酯混标1000mg/L正己烷	1050.00
CDGG-116767-06-1ml	16种邻苯二甲酸酯混标1000mg/L于甲醇	1150.00
SBEQ-CA8645-glass-25(分装)	dSPE玻璃萃取管(纯油基质A套餐净化管) 25支/盒	962.00
SBEQ-CA8645-glass	dSPE玻璃萃取管(纯油基质A套餐净化管) 100支/盒	3495.00
SBEQ-CA8647-glass-25(分装)	dSPE玻璃萃取管(多油基质B套餐净化管) 25支/盒	1155.00
SBEQ-CA8647-glass	dSPE玻璃萃取管(多油基质B套餐净化管) 100支/盒	4199.00
SBEQ-CA8648-glass-25(分装)	dSPE玻璃萃取管(含油含蛋白基质C套餐净化管) 25支/盒	1473.00
SBEQ-CA8648-glass	dSPE玻璃萃取管(含油含蛋白基质C套餐净化管) 100支/盒	5355.00
SBEQ-CA8650-glass	dSPE玻璃萃取管(无油基质萃取管) 100支/盒	1079.00
SBEQ-CA8649-glass	dSPE玻璃萃取管(含油含蛋白基质C套餐萃取管) 100支/盒	962.00
VJEQ-312016-16100	12ML螺盖试管, 100只/箱	650.00
GAEQ-554421	CD-5MS毛细管柱 30*0.25mm*0.25μm	4688.00
GAEQ-521511	CD-5毛细管柱 30*0.25mm*0.25μm	3628.00
SGCR-4-100-150-250	短型玻璃巴斯德吸管 250只/盒	105.00
VAAP-32009E-1232A-100	CNW 9mm 棕色螺纹口自动进样瓶(带刻度、书写)	125.00
VEAP-5394-09FRB-100	兼容Agilent的9mm 蓝色开孔拧盖、含PTFE/硅橡胶隔垫, Bond	145.00
CBEQ-4-105666-4000	农残级石油醚, 40-60℃ 4L	860.00
CBEQ-4-105668-4000	农残级石油醚, 30-60℃ 4L	860.00
CBEQ-4-104328-4000	农残级环己烷, 4L	500.00
CBEQ-4-108709-4000	农残级正己烷, ≥95%, 4L	480.00
CBEQ-4-101437-4000	农残级乙酸乙酯, 4L	480.00
CBEQ-4-102099-4000	农残级乙腈, 4L	540.00
CBEQ-4-103502-2500	农残级无水硫酸钠, 2.5KG	1000.00
CBEQ-4-103602-1000	农残级氯化钠, 1KG	720.00
CAEQ-4-000306-4000	LC-MS甲醇, 4L	600.00
CAEQ-4-000308-4000	LC-MS乙腈, 4L	760.00
CAEQ-4-000302-4000	LC-MS水, 4L	600.00

此方法为上海安谱科学仪器有限公司开发, 为大家参考, 请各位老师指出实验中的不足。

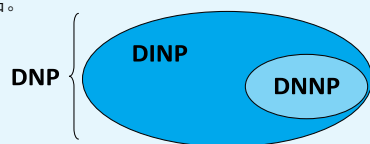
如果有问题请联系: 021-54890099*697 固相萃取产品专员 或者发E-MAIL到 qiangwei@anpelsci.com

如果需要试用样品, 和安谱公司具体业务员联系。

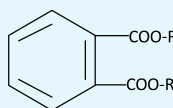
关于DNP和DINP:

DNP: 应为邻苯二甲酸二壬酯。GB/T 21911-2008显示峰为单峰, 此峰应为邻苯二甲酸二壬酯(DNNP)。目前各个标准品供应商品牌提供的DNP, 有的是异构体混合物, 所出峰为多个峰, 其中也包括DINP; 也有部分提供的是DNNP, 为单峰。两者都属于DNP。

而在实际工业上使用的DNP塑化剂, 应为异构体混合物。所以如果您购买的DNP为异构体混合物, 并且没有要求对DINP进行定量, 则不需要再另外购买DINP标准品。



结构式:

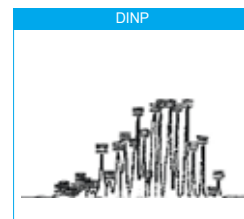
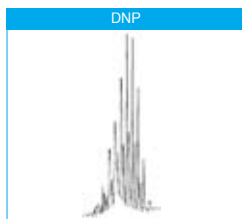
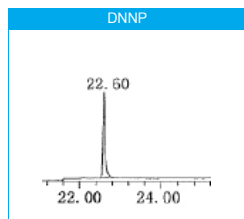


对于DNP, R= 所有C9H19, 包括直链和支链

对于DNNP, R=直链 C9H19

对于DINP, R=所有支链 C9H19

谱图形状如下:



实验证明DNNP的出峰时间在DNP出峰的时间窗之内, 而商品化的工业塑化剂, 是异构体混合物, 因此只检测DNNP的含量是不严谨的。由于DNP的吸收为同浓度其他邻苯二甲酸酯的1/10, 建议您检测时提高加标的浓度。