



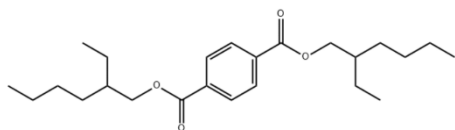
# 气质联用法测定食品中 对苯二甲酸二辛酯

BJS202101

## 前言

2021年1月国家市场监督管理总局发布关于《食品中对苯二甲酸二辛酯的测定》等6项食品补充检验方法，明确规定了对苯二甲酸二辛酯在食品中的含量限制。

对苯二甲酸二辛酯（DOTP）是一种有机化合物，分子式为 $C_{24}H_{38}O_4$ 。为透明油状液体，不溶于水，溶于一般有机溶剂。对苯二甲酸二辛酯是聚氯乙烯（PVC）塑料用的一种性能优良的主增塑剂，具有耐热、耐寒、难挥发、抗抽出、柔软性和电绝缘性能好等优点。



## Abstract

本应用介绍了SCION456C-SQ气质联用系统，测定食品中对苯二甲酸二辛酯的含量，该方法操作简单，重复性良好，回收率合格，符合BJS202101《食品中对苯二甲酸二辛酯的测定》要求。

Author :

天美仪拓实验室设备（上海）有限公司  
色谱市场部

实验部分

使用配备了分流/不分流进样口的SCION456C-SQ气质联用仪和MS Work Station色谱工作站软件进行实验。

样品准备

标准品：对苯二甲酸二辛酯标准品98.3%（CAS 6422-86-2）

标准溶液配置

标准储备液配置（1000ug/ml）：称取0.010g标准物质，用正己烷定容至10ml;

标准中间液配置（10ug/ml）：移取1000ug/ml标准储备液100ul，用正己烷定容至10ml;

标准曲线配置：分别移取适量的10ug/ml的标准中间液，使其浓度分别为0.025ug/ml，0.050ug/ml，0.10ug/ml，0.20ug/ml，0.40ug/ml，0.50ug/ml。

样品制备

称取0.5g待测样品，加2ml蒸馏水涡旋，再加入10ml的正己烷，涡旋1min，震荡1min,超声20min，离心5min，取上清液上机。

色谱条件

色谱柱： SCION-5MS（30m\*0.25mm\*0.25um）  
部件号 SC32223  
进样口： 250°C  
载气： He 1.0ml/min 恒流  
进样模式： 不分流  
升温程序： 100°C保持0.5min；  
20°C/min升至240°C 保持0.5min；  
10°C/min升至300°C保持3min。

质谱条件

离子源： 惰性EI源  
扫描模式： Scan&SIM  
扫描范围： 50-350aum  
溶剂延迟： 10min  
Manifold温度： 40°C  
离子源温度： 230°C  
传输线温度： 280°C



实验结果

使用上述仪器条件对5.0ug/ml的对苯二甲酸二辛酯进行分析，如图1所示，其能得到很好的分离。并对该方法进行自动生成SIM采集事件，提高灵敏度。

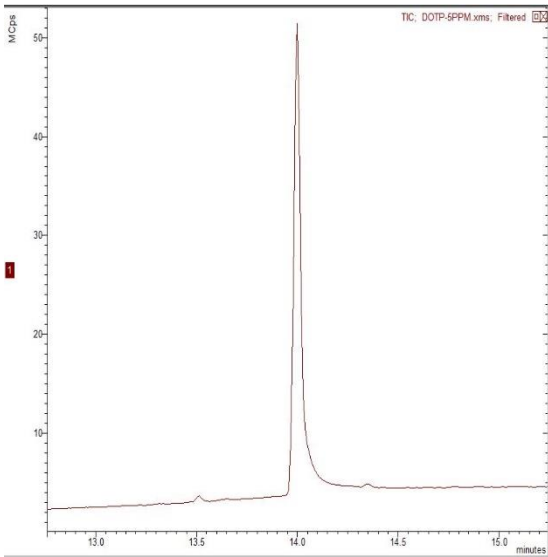


图1 标准溶液的总离子流图

实验最低检出限

在SIM采集下，对0.01ug/ml进行分析，其信噪比为172，满足条件，图谱见图2。

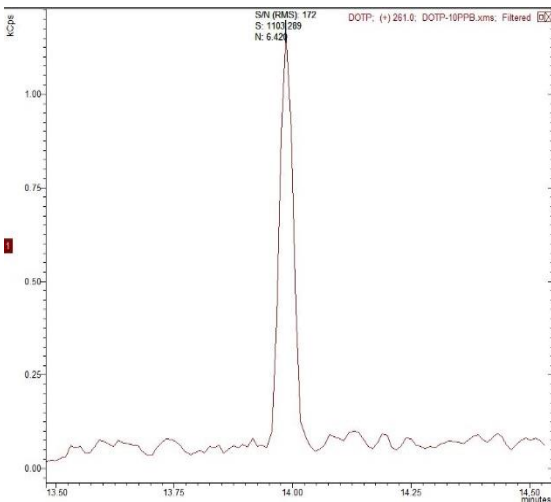


图2 SIM模式下的信噪比

校准曲线

使用SIM采集方法，采用外标法进行校准，依次从低浓度到高浓度进行测定。化合物的保留时间，峰面积及线性回归系数（ $R^2$ ）列于表1中，其线性回归系数（ $R^2$ ）为0.999，满足标准要求。

浓度 (ug/ml)	保留时间 (min)	峰面积	$R^2$
0.025	13.985	7695	0.999
0.050	13.985	14929	
0.10	13.984	29277	
0.20	13.984	58871	
0.40	13.985	126369	
0.50	13.985	159923	

表1 待测物的峰面积和线性回归系数

重复性测定

使用0.050ug/ml的标准工作液按照测试条件进行重复性实验，得到目标化合物的重叠色谱图如图3所示。由此可知，目标化合物重现性良好，其结果平均值为0.046ug/ml；RSD为0.646%。以上结果显示测试的准确度和精密度均为优良水平。

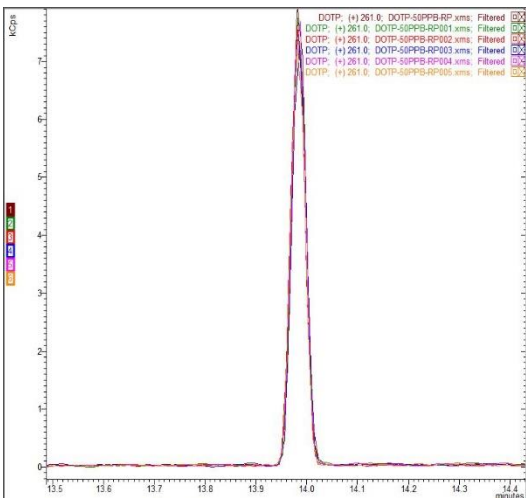


图3 待测物重复性实验结果

空白加标回收测试

称取0.5g去离子水于反应瓶中，加入500ul 10ug/ml的标准溶液于反应瓶中，加入2ml去离子水，涡旋；再加入10ml正己烷于反应瓶中，涡旋；水浴超声20min，离心去上清液上机测试。测试结果见表2。

样品名称	加标量	定容体积 (ml)	化合物/ 定量离子	保留时间 (min)	浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD
去离子水	500ul 10ug/ml的标准储备液	10ml	DOTP 261	13.980	0.533	106.6	0.604%
				13.981	0.531	106.2	
				13.980	0.527	105.4	
				13.981	0.524	104.8	
				13.980	0.528	105.6	
				13.979	0.529	105.8	

表2 空白加标回收测试结果

由上表结果可以看出，空白加标回收测试，其回收率在104.8%-106.6%之间，RSD别为0.604%，符合BJS202101标准的测试要求。可见测试条件优良，测试过程控制良好。谱图见图4。

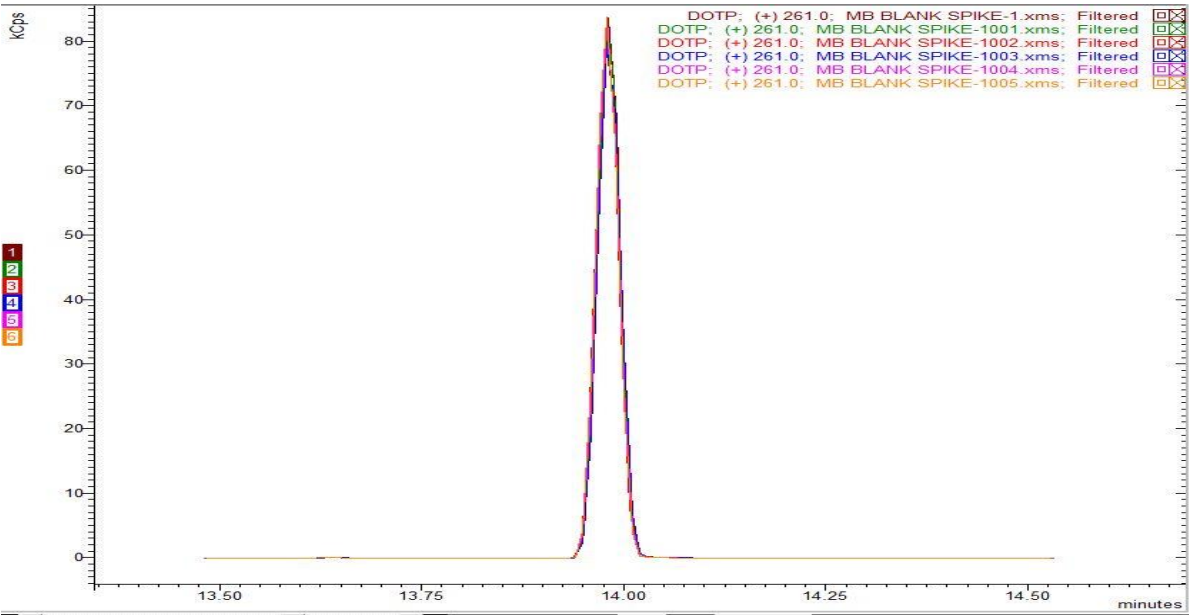


图4 空白加标回收谱图

加标回收测试

分别取0.5g液体样品1和液体样品2于反应瓶中，加入500ul 10ug/ml的标准溶液于反应瓶中，加入2ml去离子水，涡旋；再加入10ml正己烷于反应瓶中，涡旋；水浴超声20min，离心去上清液上机测试。测试结果见表3。

样品名称	加标量	定容体积 (ml)	化合物/ 定量离子	保留时间 (min)	浓度 (mg/kg)	回收率 (%)	RSD
样品1	500ul 10ug/ml的标准 储备液	10ml	DOTP 261	13.983	0.474	94.8	0.838%
				13.984	0.472	94.4	
				13.983	0.474	94.8	
				13.983	0.466	93.2	
				13.982	0.477	95.4	
				13.982	0.476	95.2	
样品1	500ul 10ug/ml的标准 储备液	10ml	DOTP 261	13.983	0.428	85.6	0.663%
				13.981	0.434	86.8	
				13.982	0.434	86.8	
				13.982	0.433	86.6	
				13.983	0.434	86.8	
				13.982	0.437	87.4	

表3 样品加标回收测试结果

由上表结果可以看出，标准储备液经过前处理后上机测试，回收率在85.6%-95.4%之间，RSD分别为0.838%和0.663%，符合BJS202101标准的测试要求。可见测试条件优良，测试过程控制良好。谱图见图5。

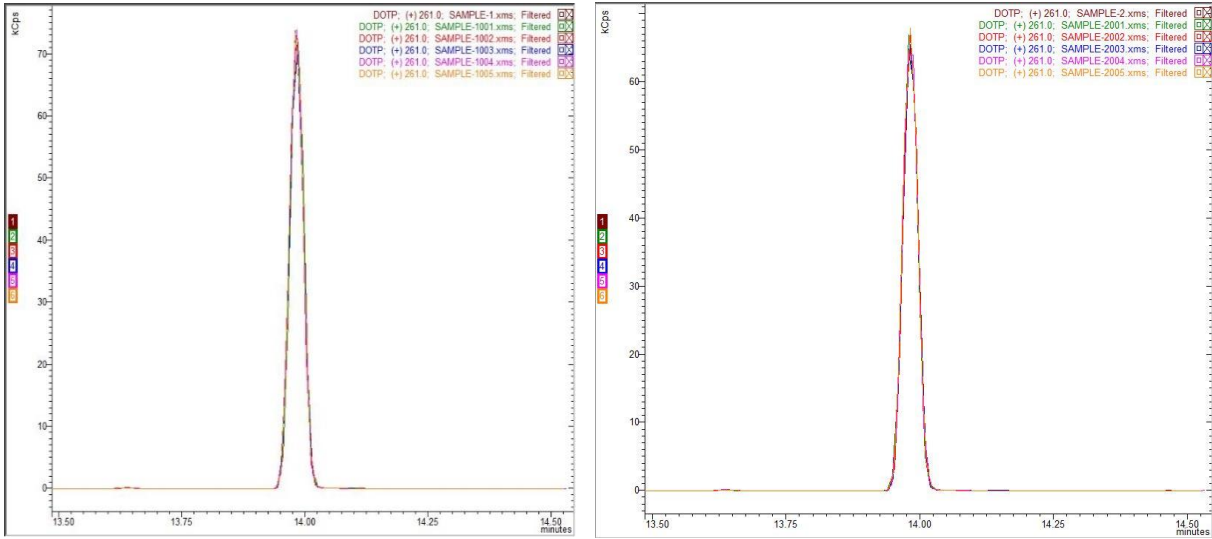


图5样品加标回收谱图

结论

使用SCION456C-SQ对食品中对苯二甲酸二辛酯的测试效果优良、准确，符合BJS202101的要求，可以用于待测样品的准确测试。

参考文献

【1】 BJS202101食品中对苯二甲酸二辛酯的测定





#### 天美集团总部

香港九龙葵涌青山道552-566号美达中心6楼

t 00852-27519488

e techcomp@techcomp.com.hk

#### 天美仪拓实验室设备(上海)有限公司

上海市松江新桥民益路201号16幢(201612)

t 021-67687200

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 北京分公司

北京市朝阳区红军营南路天畅园7号楼1、3层(100107)

t 010-64010651

e TIL\_CH@techcomp.cn

#### 广州分公司

广州市天河区体育西路109号高盛大厦16C(510620)

t 020-38899384

e TIL\_CH@techcomp.cn

400-810-7898

www.techcomp.cn

www.techcomp.com.hk



天美集团官方网站



天美集团官方微信

**Techcomp** 天美仪拓实验室设备(上海)有限公司  
Techcomp Instrument Ltd.