

气相色谱一质谱联用法测定食品，药品及包装材料中十六种塑化剂

1. 引言

邻苯二甲酸酯类化合物是日常塑胶用品中经常添加的增塑剂。邻苯二甲酸酯类物质进入体内后会产生内分泌失调，引发恶性肿瘤，并容易造成畸形儿等严重危害。因此，在针对饮用水，玩具，包装材料和食品等的相关国家标准中，都对此类化合物的含量和检测方法有明确的规定。

根据相关国家标准，邻苯二甲酸酯类化合物的检测主要应用气相色谱质谱联用仪。PerkinElmer 利用先进的 Clarus 系列气相色谱质谱联用仪，为食品，药品和包装材料中塑化剂的检测提供快速准确的解决方案。Clarus 系列气质联用仪具有使用维护方便，快速分析，最宽质量范围，最高灵敏度，稳定性好等优点。其卓越的快速扫描速率最大限度地提高了分析的准确性，同时强大的 SIFI（全扫描和选择离子扫描同时采集）又加强了对样品在痕量浓度时的定性能力。

表一，十六种塑化剂

编号	中文名称	英文名称
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP
2	邻苯二甲酸二（2-甲氧基）乙酯	DMEP
3	邻苯二甲酸二乙酯	DEP
4	邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯	DEEP
5	邻苯二甲酸二苯酯	DPhP
6	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP
7	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP
8	邻苯二甲酸二丁酯	DBP
9	邻苯二甲酸二-（2-丁氧基）乙酯	DBEP
10	邻苯二甲酸二戊酯	DPP
11	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP
12	邻苯二甲酸二（4-甲基-2 戊基）酯	DMPP

13	邻苯二甲酸二己酯	DHXP
14	邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯	DEHP
15	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP
16	邻苯二甲酸二壬酯	DNP



图一, PerkinElmer Clarus 系列气相色谱质谱联用仪

2. 材料与方法

仪器：PerkinElmer Clarus 系列气相色谱质谱联用仪

样品处理和标样配制：参照 GB-T 21911-2008 食品中邻苯二甲酸酯的测定。药品及包装材料的前处理参照食品及其包装材料的国标，用正己烷萃取。饮料和酒类食品的前处理需先超声除气，再用正己烷萃取。

气相条件：

进样口温度：250 度

进样量：1ul，不分流进样

色谱柱：PerkinElmer Elite-5MS, 30m X 0.25mm X 0.25μm

柱温箱：

60 度（保持 1 分钟）---20 度/分--- 220 度（保持 1 分钟）---5 度/分---280 度（保持 8 分钟）

柱流速：1ml/min

质谱条件：

传输线温度：280 度

离子源温度：250 度

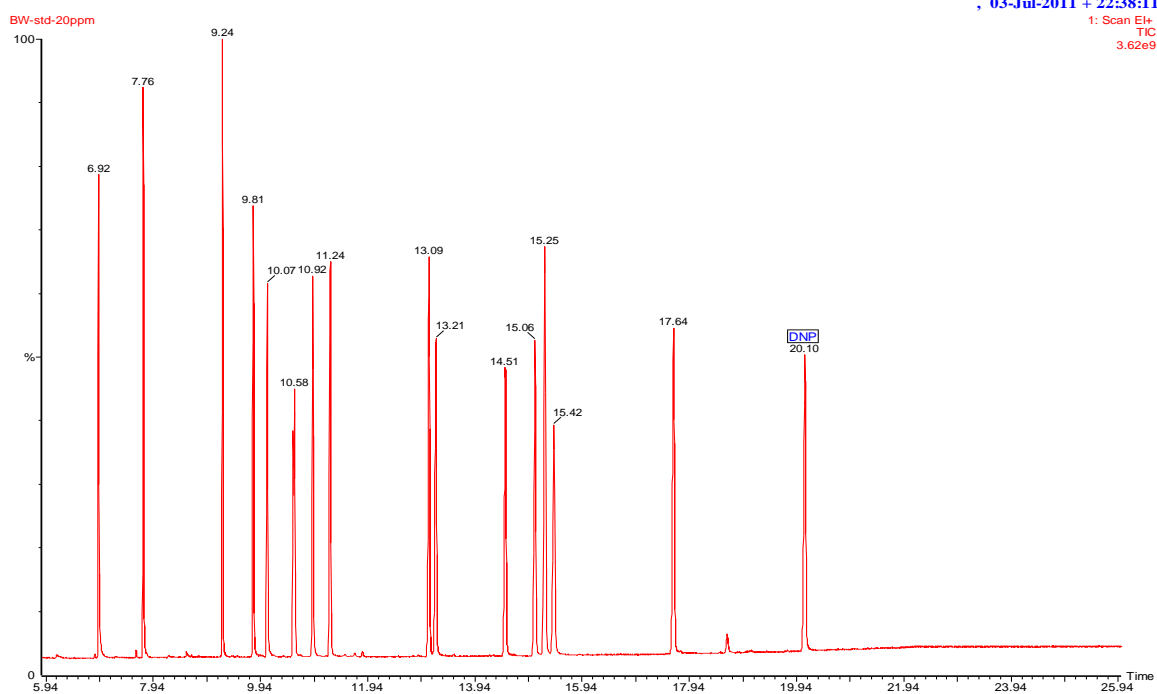
全扫描：40 – 450 m/z

选择离子扫描：

编号	化合物	选择离子
1	DMP	163, 77
2	DEP	149, 177
3	DIBP	149, 223
4	DBP	149, 223
5	DMEP	59, 149
6	BMPP	149, 251
7	DEEP	72, 45
8	DPP	149, 237
9	DHXP	149, 104
10	BBP	149, 91
11	DBEP	149, 223
12	DCHP	149, 167
13	DEHP	149, 167
14	DPhP	225, 77
15	DNOP	149, 279
16	DNP	149, 71

3. 结果

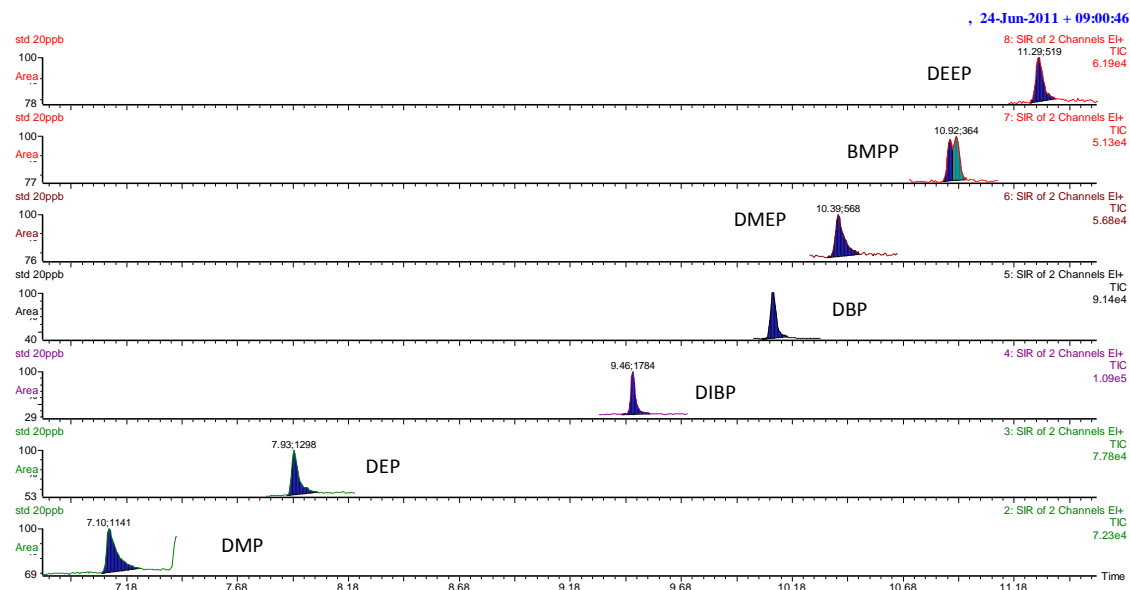
在全扫描模式下进行十六种化合物的定性以及保留时间的确定。

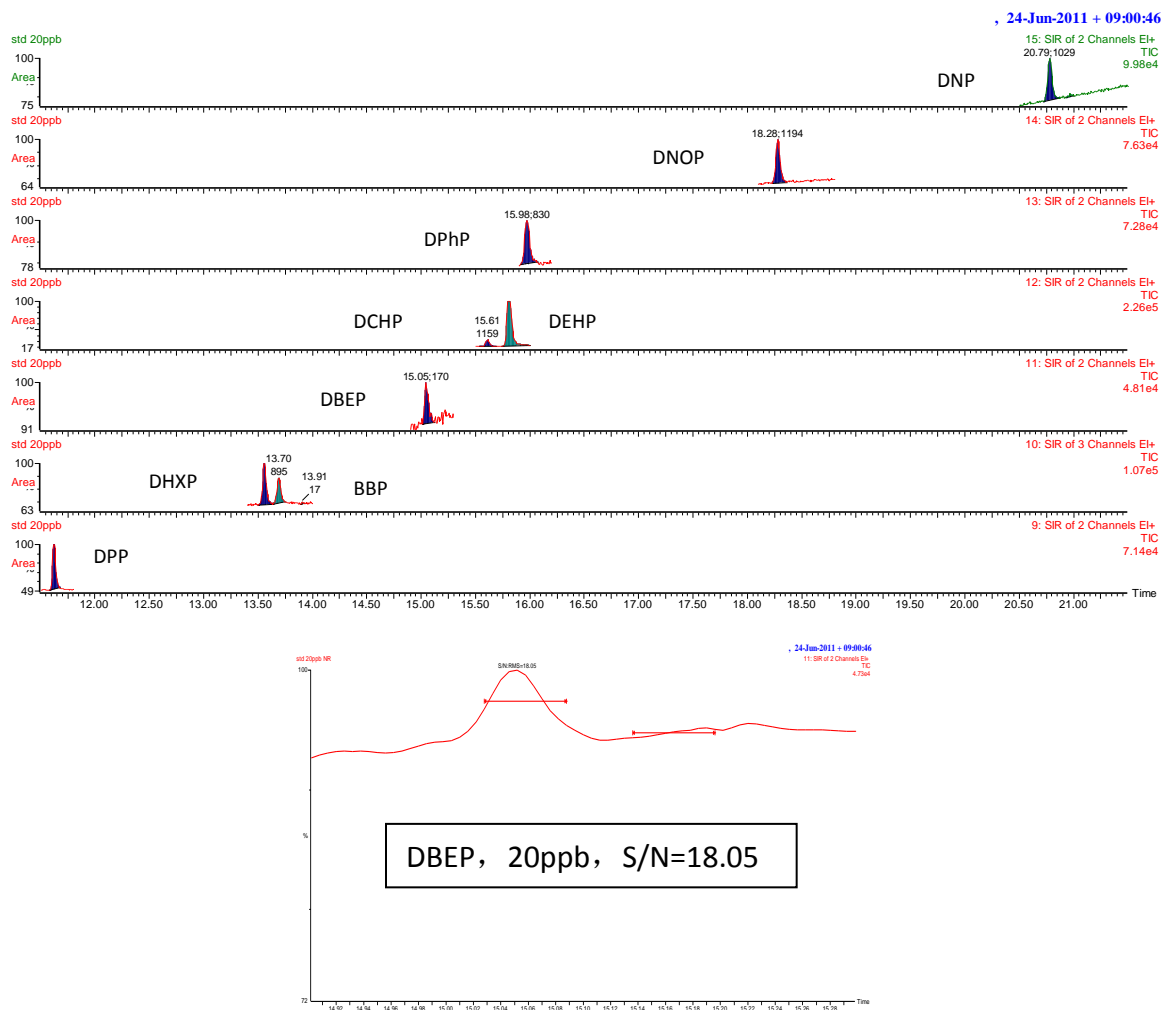


图二，十六种塑化剂的总离子流图

检出限:

本方法针对十六种塑化剂的定量限都可到 20ppb。其中 DBEP 的响应最低，但其 20ppb 的信噪比也可达到 18.05。





图三，十六种塑化剂，20ppb 的选择离子扫描结果以及 DBEP 的信噪比

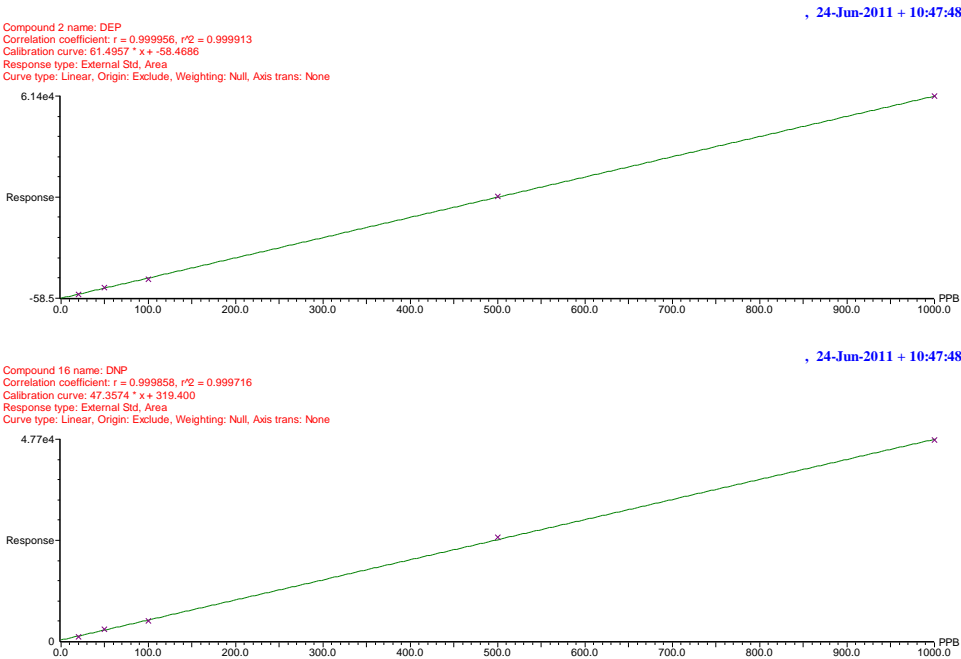
线性：

浓度范围从 20ppb 到 1000ppb 所做的标准曲线和相关系数。

表二， 十六种塑化剂的线性相关系数

编号	化合物	相关系数 (r2)
1	DMP	0.9987
2	DEP	0.9999
3	DIBP	0.9996
4	DBP	0.9993
5	DMEP	0.9995
6	BMPP	0.9985
7	DEEP	0.9991
8	DPP	0.9989

9	DHXP	0.9992
10	BBP	0.9994
11	DBEP	0.9996
12	DCHP	0.9997
13	DEHP	0.9999
14	DPhP	0.9982
15	DNOP	0.9999
16	DNP	0.9997



图四，DEP 和 DNP 的标准曲线

精密度：

十六种塑化剂 100ppb 的精密度(n=6)如下表所示。

表三，十六种塑化剂 100ppb 的精密度

编号	化合物	RSD (%)
1	DMP	2.78
2	DEP	2.74
3	DIBP	1.42
4	DBP	1.59
5	DMEP	1.39
6	BMPP	2.31
7	DEEP	1.79
8	DPP	2.71
9	DHXP	1.91

10	BBP	1.71
11	DBEP	2.34
12	DCHP	2.37
13	DEHP	1.75
14	DPhP	2.34
15	DNOP	2.21
16	DNP	2.09

4. 讨论

PerkinElmer Clarus 系列气相色谱质谱仪具有很高的灵敏度和稳定性，完全能满足 s 食品，药品及相关包材的检测分析要求。并且，对十六种邻苯二甲酸酯类塑化剂的定量限可到 0.02mg/kg 或更低，因此能够更加快速准确地检测食品，药品和包装材料中的塑化剂。

参考资料：

1. GB-T 21911-2008 食品中邻苯二甲酸酯的测定
2. SNT 2037-2007 与食品接触的塑料成型品中邻苯二甲酸酯类增塑剂迁移量的测定 气相色谱质谱联用法
3. GBT 21928-2008 食品塑料包装材料中邻苯二甲酸酯的测定