

QuEChERS-食品中邻苯二甲酸酯的测定 SN/T 3147-2017

1、适用范围

适用于油脂类邻苯二甲酸酯类化合物的测定（本实验选用菜籽油为样品基质）

参考标准：《SN/T 3147-2017 出口食品中邻苯二甲酸酯的测定方法》

2、溶液的配制

- 1) 标准贮备液：准确移取标准贮备液（1mg/mL 1.1mL）1.0mL，用丙酮稀释并定容至 10mL，浓度为 100 μ g/mL。
- 2) 标准工作液：准确移取 1mL 标准贮备液，用正己烷定容到 10mL,浓度为 10 μ g/mL。
- 3) 乙腈饱和的正己烷：量取 100mL 乙腈和 100mL 正己烷，混匀，取上层为乙腈饱和的正己烷。
- 4) 正己烷饱和的乙腈：量取 100mL 乙腈和 100mL 正己烷，混匀，取下层为正己烷饱和的乙腈。

3、提取步骤

- 1) 称取 5g 样品于玻璃管中，加入 2mL 乙腈饱和的正己烷，涡旋混匀后，加入 4mL 正己烷饱和的乙腈，涡旋混匀后，超声 10min，离心 5min（3000r/min），小心移取下层溶液于另一玻璃管中；再加入 4mL 正己烷饱和的乙腈，再重复提取一次，合并两次提取液。
- 2) 将提取液置于 40 $^{\circ}$ C 的水浴中氮吹至近干，准确加入 5mL 乙腈，涡旋混匀后，加入 50mgPSA，50mgC18E，150mgMgSO₄，涡旋混匀后，离心 5min（3000r/min），取上清液，待检测。

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

4、注意事项

1) 加标水平: 5g 样中加入 0.025mL 10 μ g/mL, 最后定容至 5mL, 该加标水平为 0.05mg/kg, 机读数为 0.125 μ g/mL。

2) 氮吹时近干, 留有一滴液体即可。

5、色谱条件

5.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	260 $^{\circ}$ C
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 250 $^{\circ}$ C, 保持 1min; 再以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 290 $^{\circ}$ C, 保持 7.5min
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
进样量	1 μ L

5.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70Ev
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	7.5min

6、色谱图或者加标回收率结果

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

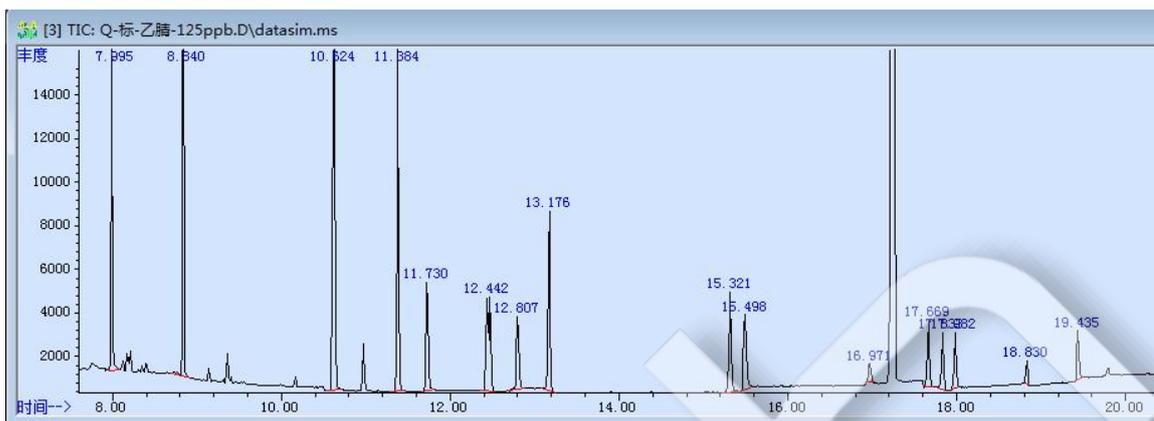


图 1 邻苯二甲酸酯标准品 0.125 μ g/mL 图谱

表 1.相关峰信息

峰号	名称	保留时间	峰宽	面积
1	DMP	7.995	0.026	231015
2	DEP	8.84	0.022	215986
3	DIBP	10.624	0.026	331212
4	DBP	11.384	0.028	240580
5	DMEP	11.73	0.029	80356
6	BMPP	12.442	0.055	144812
7	DEEP	12.807	0.034	65897
8	DPP	13.176	0.032	149986
9	DHXP	15.321	0.051	97533
10	BBP	15.498	0.038	75616
11	DBEP	16.971	0.038	20408
12	DCHP	17.669	0.035	61322
13	DEHP	17.833	0.033	51514
14	DPhP	17.982	0.033	53156
15	DNP	18.83	0.024	16379
16	DNOP	19.435	0.028	38063

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

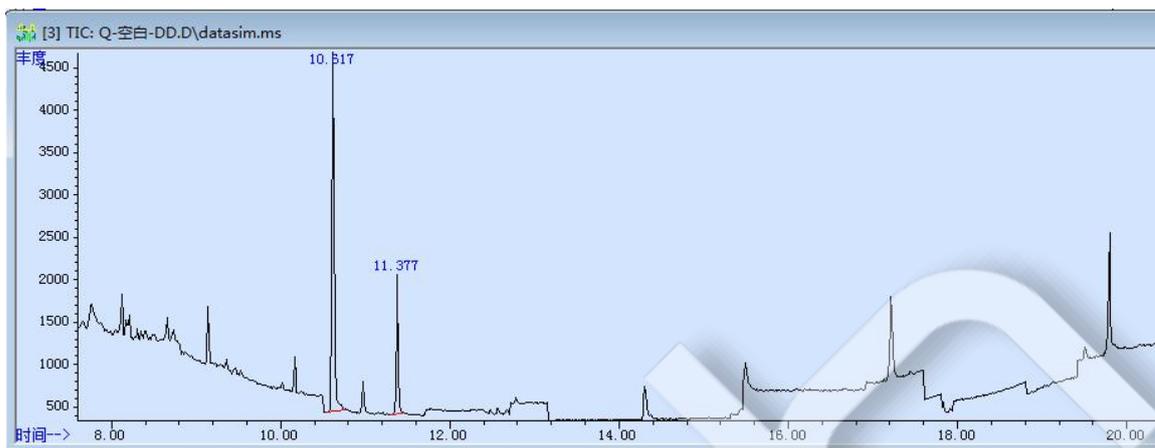


图 2. 试剂空白图谱

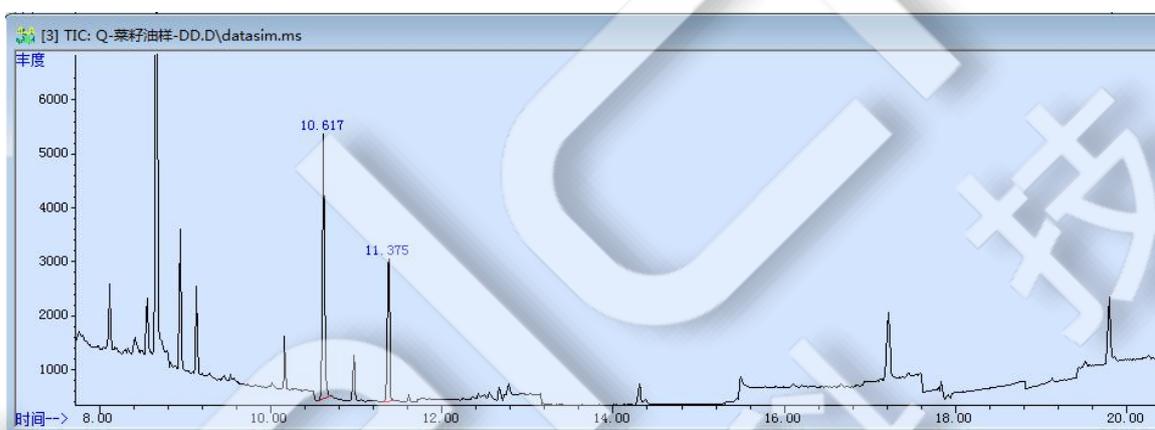


图 3. 菜籽油样净化后图谱

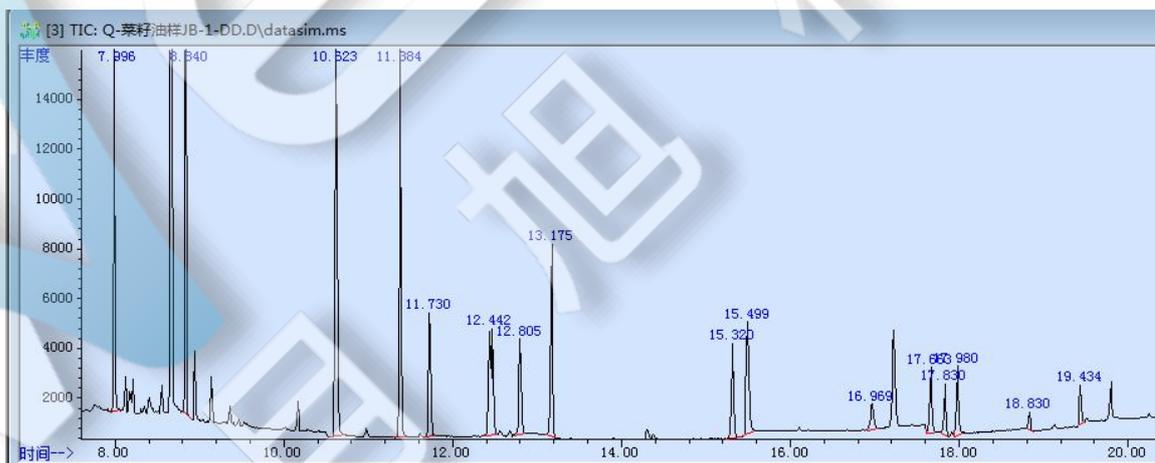


图 4. 菜籽油样加标 0.05mg/kg 净化后图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 2. 样加标 0.05mg/kg 回收表

	名称	平均回收率%	RSD% (n=4)
1	DMP	91.08%	4.33%
2	DEP	92.83%	0.24%
3	DIBP	64.94%	0.85%
4	DBP	84.56%	2.40%
5	DMEP	98.81%	0.47%
6	BMPP	94.82%	4.31%
7	DEEP	111.22%	4.07%
8	DPP	93.01%	0.12%
9	DHXP	83.75%	0.11%
10	BBP	133.48%	5.74%
11	DBEP	138.31%	1.07%
12	DCHP	87.88%	0.42%
13	DEHP	75.59%	4.82%
14	DPhP	109.14%	1.41%
15	DNP	72.99%	3.40%
16	DNOP	68.25%	0.64%

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com

8、相关产品信息

货号	名称	规格
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00533-20020	净化管	50mgPSA, 50mgC18E, 150mgMgSO ₄
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25μm
00826-MW013M0 1MHXAF	16种邻苯二甲酸酯混标	邻苯二甲酸二甲酯(DMP) 131-11-3 邻苯二甲酸二乙酯(DEP) 84-66-2 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP) 84-69-5 邻苯二甲酸二丁酯(DBP) 84-74-2 邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP) 117-82-8 邻甲酸二-4-甲基-2-戊基酯(BMPP) 146-50-9 邻苯二甲酸二乙氧基乙基酯(DEEP) 605-54-9 邻苯二甲酸二正戊酯(DPP) 131-18-0 邻苯二甲酸二己酯(DHXP, DNHP) 84-75-3 邻苯二甲酸丁苄酯(BBP) 85-68-7 邻苯二甲酸二丁氧基乙基酯(DBEP) 117-83-9 邻苯二甲酸二环己酯(DCHP) 84-61-7 邻苯二甲酸二-2-乙基己酯(DEHP) 117-81-7 邻苯二甲酸二苯酯 (DPHP) 84-62-8 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP) 117-84-0 邻苯二甲酸二壬酯(DNP) 84-76-4 1000mg/L 于 正己烷, 1.1ml

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000

E-mail:lingyuyu@welchmat.com