

# 气相色谱质谱法检测香水中的邻苯二甲酸酯

GCMS-067

**摘要：**应用气相色谱质谱联用仪对香水中的邻苯二甲酸酯进行检测，对方法线性范围和最低检出限进行了测定。

**关键词：**邻苯二甲酸酯 气相色谱质谱法

邻苯二甲酸酯，又称酞酸酯，缩写PAE，是邻苯二甲酸形成的酯的统称。邻苯二甲酸酯是一类能起到软化作用的化学品。它被普遍应用于玩具、食品包装材料、医用血袋和胶管、乙烯地板和壁纸、清洁剂、润滑油、个人护理用品(如指甲油、头发喷雾剂、香皂和洗发液)等数百种产品中。邻苯二甲酸酯是国际上重点监控的内分泌干扰激素，其损害严重时可导致细胞突变，最终致畸和致癌。欧盟第2005/84/EC号指令要求所有玩具或儿童护理用品的塑料所含的DEHP【邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯】、DBP【邻苯二甲酸二丁酯】及BBP【邻苯二甲酸甲苯基丁酯】浓度超过0.1%的不得在欧盟市场出售；对可放进口中的玩具及儿童护理塑料中所含的另三种邻苯二甲酸盐【DINP(邻苯二甲酸二异壬酯)、DIDP(邻苯二甲酸二异癸酯)及DNOP(邻苯二甲酸二正辛酯)】进行限制，浓度不得超过0.1%。我国目前对邻苯二甲酸酯的含量还没有明确的规定。本文应用气相色谱质谱联用仪对香水中的两种邻苯二甲酸酯邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)和邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)进行检测。DEHP和DNOP的结构图分别见图1和图2。

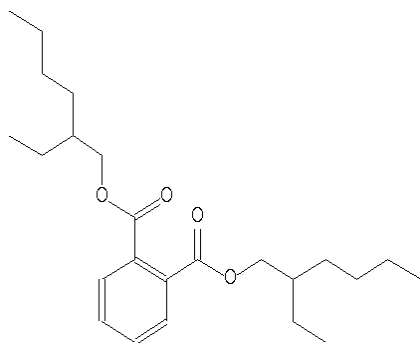


图1 DEHP结构式

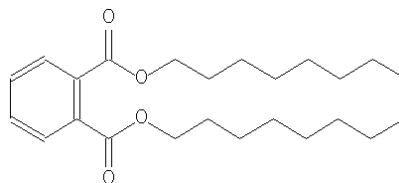


图2 DNOP结构式

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津GCMS-QP2010 Ultra气质联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱：Rtx-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)

进样口温度：260℃

柱温：60℃(1 min) 20℃/min 220℃(1 min) 10℃/min  
280℃(5 min)

柱线速度：40 cm/sec

进样模式：不分流，1 min

离子源温度：200℃

接口温度：280℃

采集方式：

SCAN模式：(m/z 40~350)

SIM模式：

化合物	检测离子(m/z)	离子比%
DEHP	149	100
	167	50
	279	30
	113	16
DNOP	149	100
	167	3
	279	18
	261	3

### 1.3 样品处理

液体进样。进样量1  $\mu\text{L}$ 。

## ■ 结果与讨论

### 2.1 DEHP和DNOP的TIC图及质谱图

配制DEHP和DNOP溶液，按上述分析条件进样，得到DEHP和DNOP的谱图及质谱图如图3、图4、图5所示。

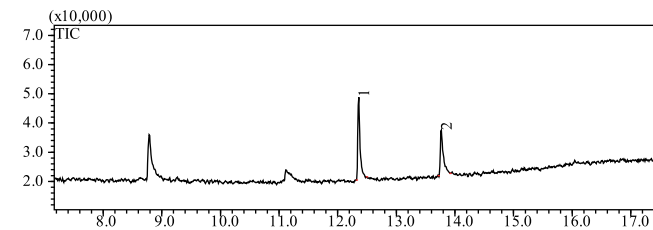


图3 标样的TIC图 (1.DEHP; 2.DNOP)

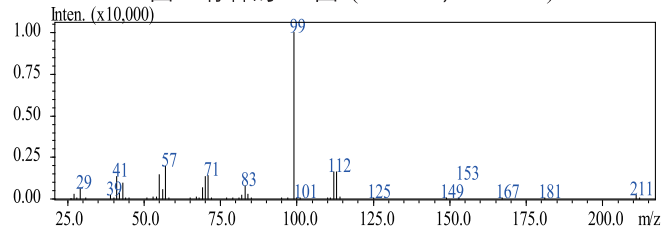


图4 DEHP的质谱图

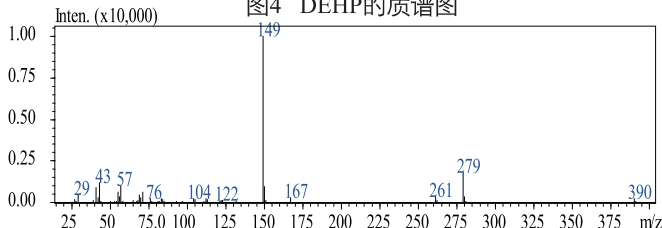


图5 DNOP的质谱图

### 2.2 标准曲线

#### 2.2.1 DEHP的校准曲线

配制DEHP标准系列溶液，浓度分别为：10，20，50  $\mu\text{g/mL}$ 。得到DEHP的标准曲线如图6所示，线性方程为： $Y=397.9423X+2698.538$ ，线性回归系数为0.9991。

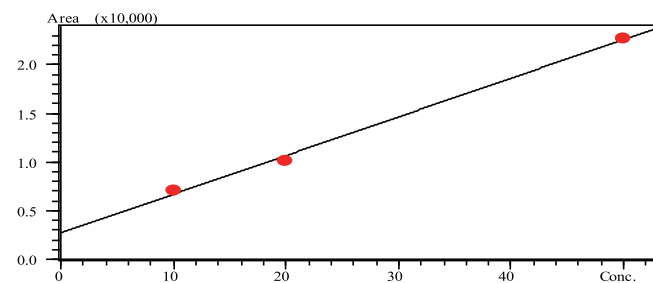


图6 DEHP的标准曲线

#### 2.2.2 DNOP的校准曲线

DNOP的标准曲线如图7所示，线性方程为： $Y=1047.7X-2260.0$ ，线性回归系数为0.9993。

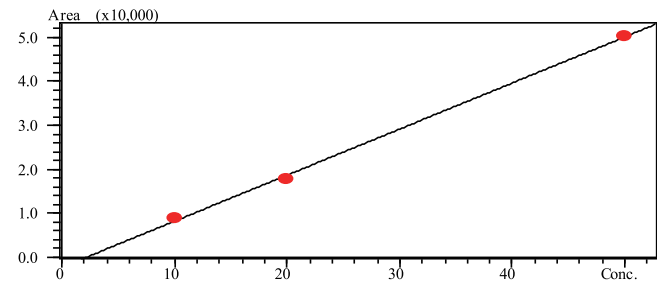


图7 DNOP的标准曲线

### 2.3 检出限

以10  $\mu\text{g/mL}$ 标样数据为基础，以3倍信噪比计算DEHP最低检出限为0.113  $\mu\text{g/mL}$ ；DNOP最低检出限为0.169  $\mu\text{g/mL}$ 。

### 2.4 样品检测结果

按照上述分析条件检测香水样品，谱图见图8。其中DEHP的含量为35.72  $\mu\text{g/mL}$ ，DNOP含量为11.29  $\mu\text{g/mL}$ 。

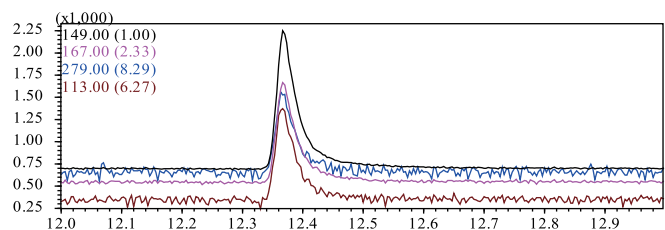


图8 DEHP的TIC图(SIM)

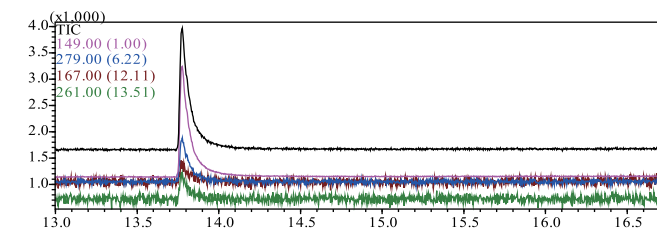


图9 DNOP的TIC图(SIM)

## ■ 结论

本文采用气相色谱质谱联用方法对香水中邻苯二甲酸酯进行了测定。在10~50  $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内，邻苯二甲酸酯标准曲线线性良好。方法重现性较好，DEHP最低检出限为0.113  $\mu\text{g/mL}$ ；DNOP最低检出限为0.169  $\mu\text{g/mL}$ 。香水样品中DEHP的含量为35.72  $\mu\text{g/mL}$ ，DNOP含量为11.29  $\mu\text{g/mL}$ 。