

# GCMS 法测定植物油中 DBP 和 DEHP 含量

## GCMS-564

**摘要：** 本文利用岛津 GCMS-QP2010 SE 气质联用仪，建立了植物油中邻苯二甲酸二丁酯（DBP）和邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）的检测方法。结果表明，在 0.025~1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内，两化合物标准曲线线性良好，线性关系均在 0.998 以上。取浓度 0.100  $\mu\text{g}/\text{mL}$  标准溶液进行重复性测试，两化合物峰面积 RSD 值均小于 2%，重复性良好。加标实验中两化合物平均回收率在 90~94% 之间。可以满足植物油生产厂家对植物油中邻苯二甲酸二丁酯（DBP）和邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）含量的测定。

**关键词：** 气质联用仪 植物油 DBP DEHP

### 技术特点：

- ❖ 使用超声提取植物油中邻苯二甲酸酯类塑化剂，SPE 小柱净化，可有效去除样品中杂质的干扰。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，提高了检测灵敏度。

邻苯二甲酸二丁酯（DBP）和邻苯二甲酸二（2-乙基己基）酯（DEHP）广泛用于树脂、塑料、橡胶、油漆及乳化剂等产品的加工生产中，是目前塑料制品中常用的增塑剂（俗称塑化剂）。目前，由于塑料制品的广泛使用，DBP 和 DEHP 已成为一种普遍存在的环境污染物。

邻苯二甲酸酯类塑化剂被归类为疑似环境荷尔蒙其生物毒性主要属雌激素与抗雄激素活性，会造成内分泌失调，危害生物体生殖机能，包括生殖率降低、流产天生缺陷、异常的精子数、睾丸损害，还会引发

恶性肿瘤或造成畸形儿。欧盟、美国、日本等先后将其列入优先控制污染物名单，并建立相应法规、规范，以减少对人类的危害。我国对食用油的塑化剂也有上限要求，食用油中 DBP 不得超过 0.3 mg/kg，DEHP 不得超过 1.5 mg/kg。

本文参考 GB 5009.271-2016《食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定》标准，利用岛津 GCMS-QP2010 SE 气质联用仪，对植物油中 DBP 和 DEHP 的含量进行了测定。结果稳定可靠，可为植物油中 DBP、DEHP 的检测提供参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2010 SE 气质联用仪

### 1.2 分析条件：

色谱柱：	SH-Rxi-5Sil MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 $\mu\text{m}$ )
柱温程序：	60°C (1 min)_20°C /min_220°C (1 min)_5°C /min_250°C (1 min)_20°C /min_290°C (3 min)
进样口温度：	260°C
流速控制方式：	恒线速度方式
离子源温度：	230°C
线速度：	36.5 cm/sec
色谱质谱接口温度：	250°C
进样方式：	不分流进样
检测器电压：	调谐电压 +0.3 kV
进样量：	1 $\mu\text{L}$
采集模式：	SIM，具体化合物信息见表 1

## ■ 样品前处理

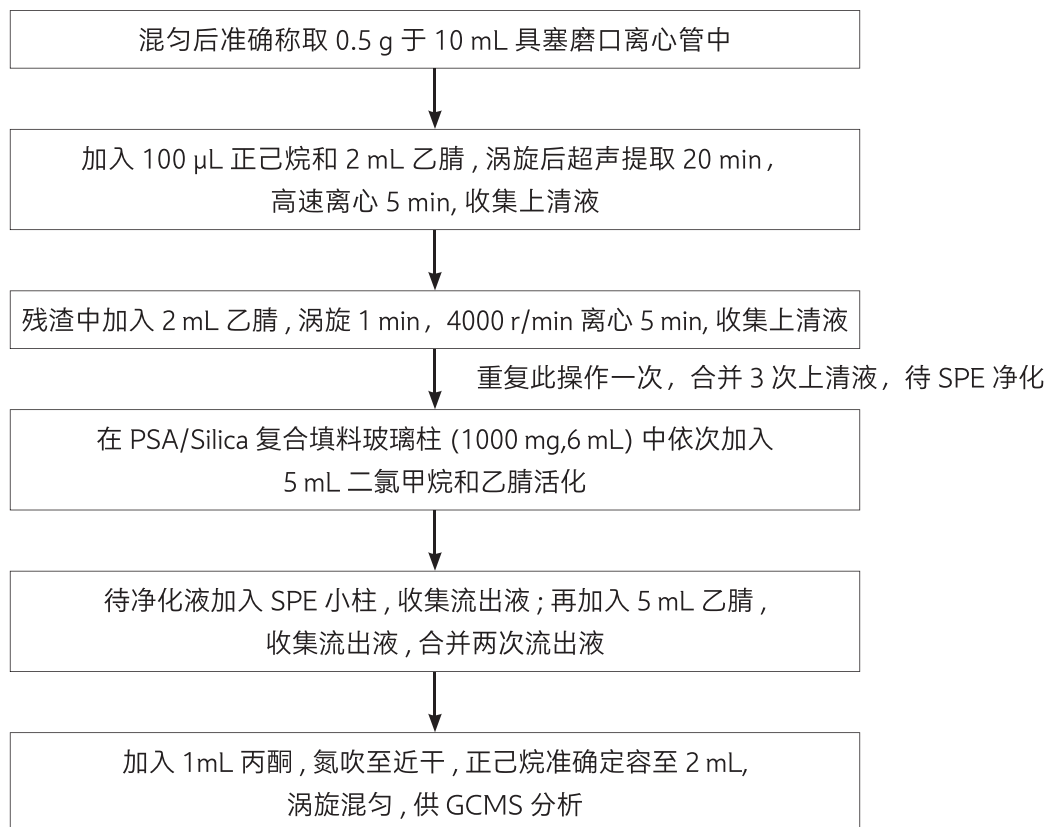


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准溶液色谱图

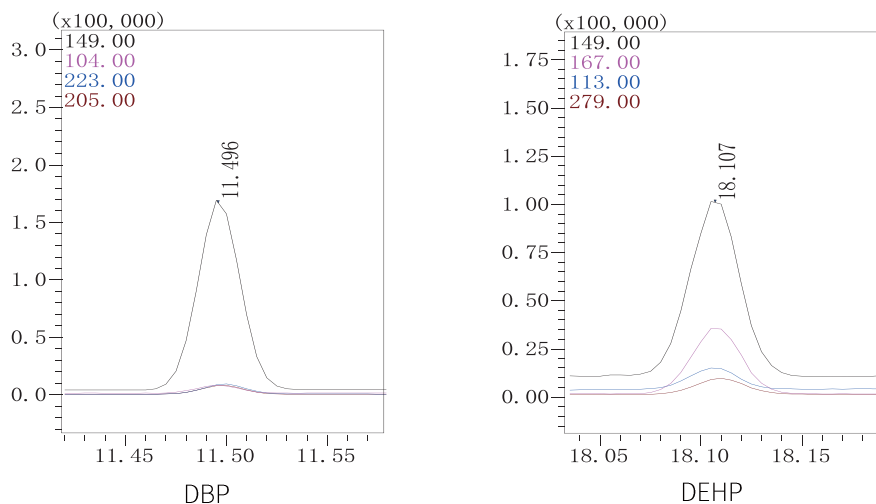


图 2 两化合物标准溶液质量色谱图 (浓度 0.025 μg/mL)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	84-74-2	11.499	149	104、223、205
2	邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯	DEHP	117-81-7	18.113	149	167、113、279

### 3.2 校准曲线及检出限

分别配制 0.025、0.05、0.1、0.5、1.0  $\mu\text{g/mL}$  的 DBP、DEHP 标准溶液浓度系列，取 1  $\mu\text{L}$  进样，SIM 方式采集，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，得到标准曲线如图 3 所示。取浓度为 0.025  $\mu\text{g/mL}$  的标准溶液，以 3 倍信噪比计算出 DBP、DEHP 的仪器检出限，标准曲线的相关系数以及检出限结果见表 2。

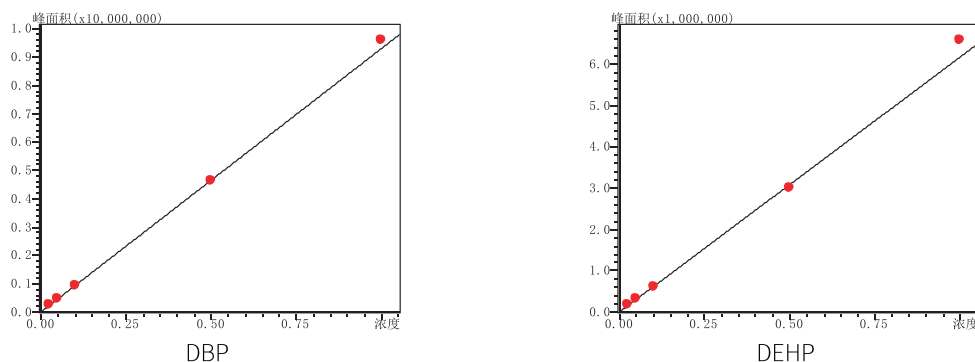


图 3 标准曲线

表 2 DBP、DEHP 校准曲线相关系数、回收率、检出限及重复性结果 (n=7)

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 ( $\mu\text{g/L}$ )	峰面积 RSD(%)
1	DBP	0.9995	0.11	1.4
2	DEHP	0.9983	1.2	1.8

### 3.3 重复性测试

取 0.1  $\mu\text{g/mL}$  标准溶液，连续进样 7 次，考察仪器的精密度，重复性结果见表 2 所示。

### 3.4 实际样品及样品加标回收测试

按照上述方法对浅色紫苏籽油样品进行测试，该样品中检测出 DBP 和 DEHP，其质量色谱图见图 4，样品具体测定结果见表 3。

取该样品进行加标回收率测试，平行 3 份，DBP、DEHP 加标浓度均为 0.2  $\text{mg/kg}$ ，按上述方法处理并测定。加标回收率结果表 4。

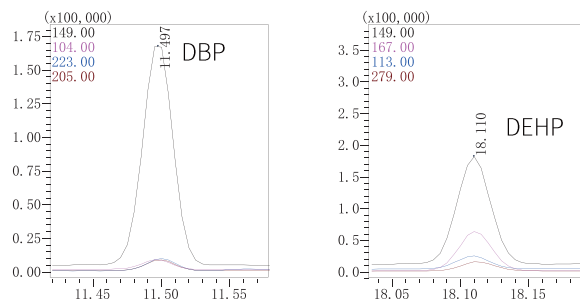


图 4 浅色紫苏籽油样品色谱图

表 3 浅色紫苏籽油样品测定结果

No.	化合物名称	含量 (mg/kg)
1	DBP	0.107
2	DEHP	0.126

表 4 浅色紫苏籽油加标样品加标回收率结果

No.	化合物名称	加标浓度 (mg/kg)	平均回收率 (%)	RSD (%) (n=3)
1	DBP	0.2	94	2.43
2	DEHP	0.2	90	2.40

## ■ 结论

本文参考 GB 5009.271-2016《食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定》标准, 利用岛津 GCMS-QP2010 SE 气质联用仪, 建立了植物油中邻苯二甲酸二丁酯 (DBP) 和邻苯二甲酸二 (2- 乙基己基) 酯 (DEHP) 的检测方法。在 0.025~1.00  $\mu\text{g}/\text{mL}$  浓度范围内, DBP、DEHP 标准曲线线性良好, 线性相关系数均在为 0.998 以上。取 0.1  $\mu\text{g}/\text{mL}$  的标准溶液连续进样 7 次, DBP、DEHP 峰面积重复性分别为 1.4%、1.8%。在实际样品及加标回收测试中, DBP、DEHP 平均回收率分别为 94%、90%。该方法稳定可靠, 可为植物油中邻苯二甲酸二丁酯 (DBP) 和邻苯二甲酸二 (2- 乙基己基) 酯 (DEHP) 含量的检测提供参考。

岛津应用云

