

食品中邻苯二甲酸酯的测定 GB 5009.271-2016

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：《GB 5009.271-2016 食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定》

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，最好现配先用。

3、提取步骤

称取 5g 样品于玻璃管中，加入 100 μ L 正己烷，2ml 乙腈，涡旋混匀后，超声 10min，离心 5min（3000r/min），小心移取上层清液于另一玻璃管中；再加入 2mL 乙腈，重复提取两次，合并三次提取液，待净化。

4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® O-PTC,500mg/500mg/6mL

活化：5mL 二氯甲烷、5mL 乙腈，弃去；

上样：待净化液全部上样，控制流速，不宜过快，收集于玻璃柱管中；

洗脱：用 6mL 乙腈洗脱，收集于玻璃柱管中，并抽干。

浓缩：在 40℃水浴下氮气吹近干，用正己烷复溶并定容至 2mL，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

5、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。

6、色谱条件

6.1 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

6.2 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

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

7、色谱图或者加标回收率结果

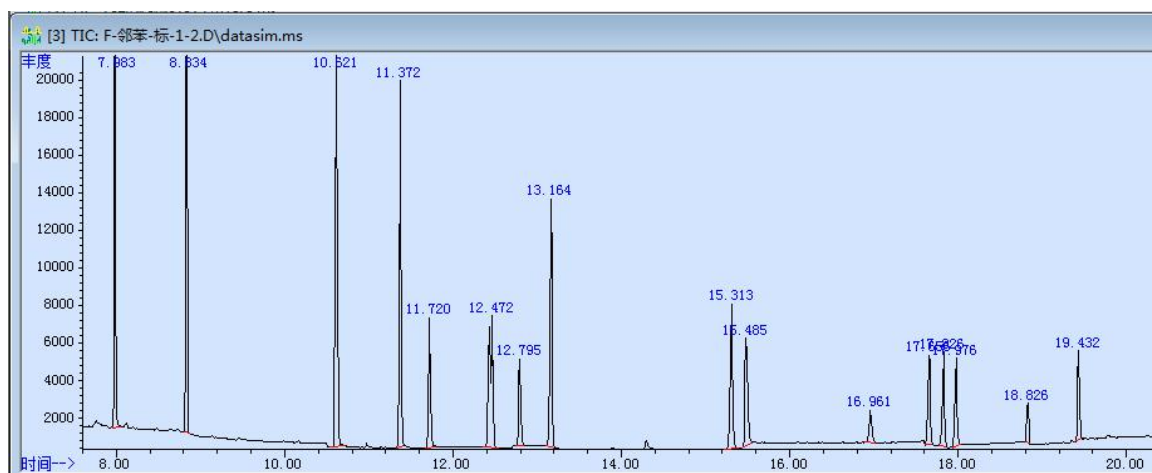


图 1 邻苯二甲酸酯标准品 0.125 μ g/mL 图谱

表 1.相关峰信息

峰号	名称	保留时间	峰宽	面积
1	DMP	7.983	0.019	262851
2	DEP	8.834	0.016	256828
3	DIBP	10.621	0.041	356990
4	DBP	11.372	0.026	323353
5	DMEP	11.72	0.021	89520
6	BMPP	12.472	0.059	223103
7	DEEP	12.795	0.03	83634
8	DPP	13.164	0.029	231026
9	DHXP	15.313	0.037	166005
10	BBP	15.485	0.036	126161
11	DBEP	16.961	0.04	41689
12	DCHP	17.656	0.034	103081
13	DEHP	17.826	0.031	92490
14	DPhP	17.976	0.033	92338
15	DNP	18.826	0.025	33316
16	DNOP	19.432	0.027	78263

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

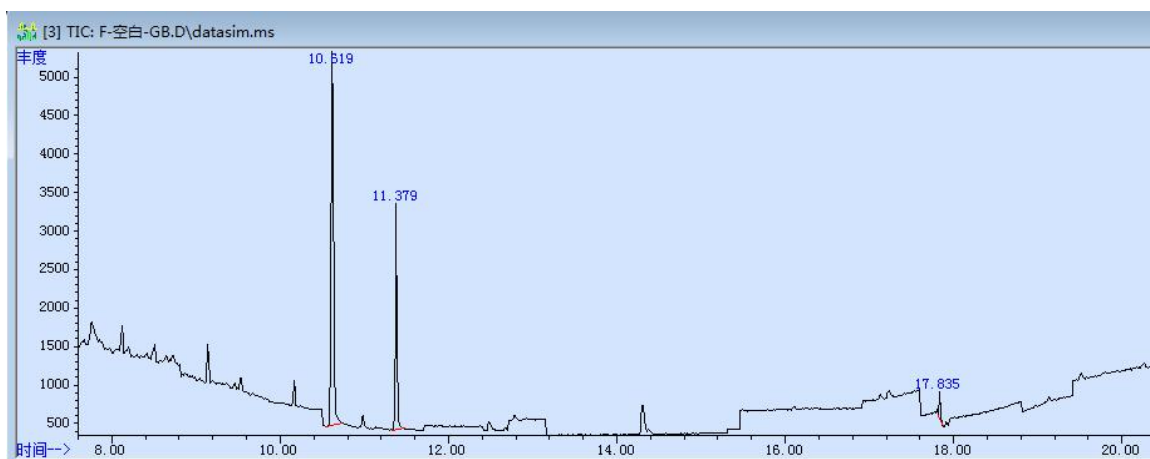


图 2. 试剂空白图谱

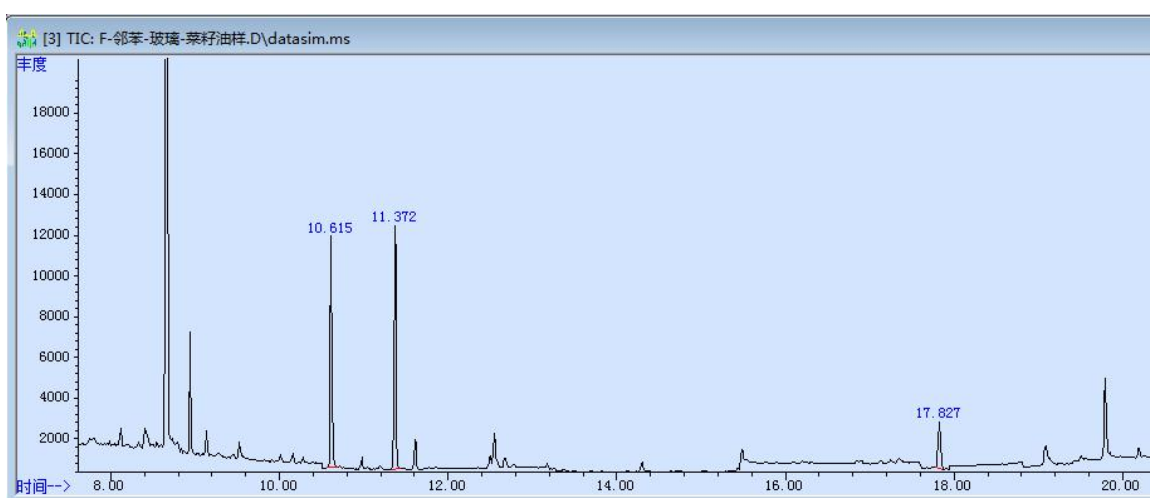


图 3.菜籽油样净化后图谱

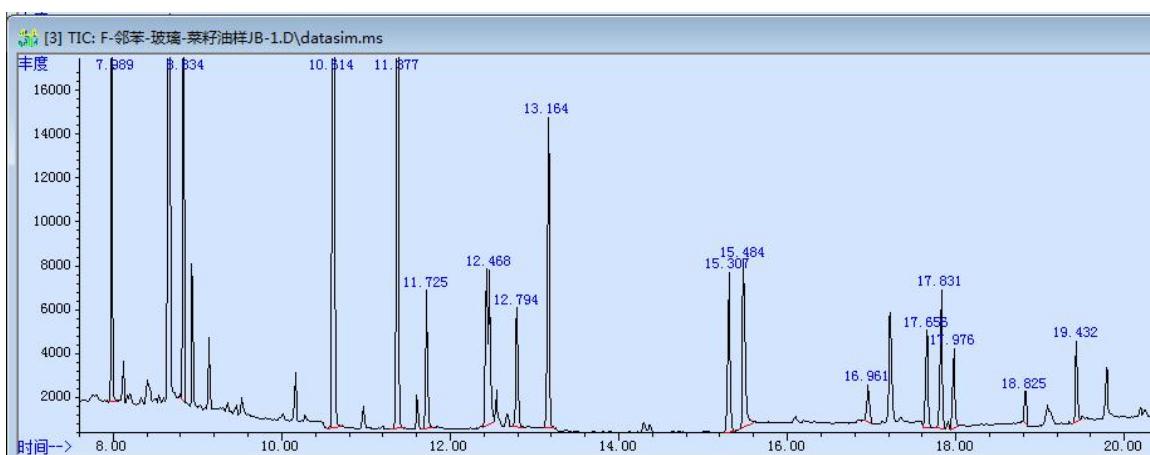


图 4 .菜籽油样加标 0.05mg/kg 净化后图谱

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=6)
1	DMP	89.68%	9.47%
2	DEP	102.09%	2.01%
3	DIBP	86.50%	6.88%
4	DBP	93.37%	8.36%
5	DMEP	91.72%	5.07%
6	BMPP	103.72%	6.62%
7	DEEP	123.25%	4.58%
8	DPP	106.36%	4.91%
9	DHXP	86.42%	5.16%
10	BBP	120.25%	2.32%
11	DBEP	96.75%	4.00%
12	DCHP	86.90%	4.97%
13	DEHP	79.85%	5.30%
14	DPhP	83.39%	3.88%
15	DNP	68.65%	3.51%
16	DNOP	73.46%	7.10%

8、相关产品信息

货号	名称	规格
09566-11011	SPE 小柱	Welchrom® O-PTC,500mg/500mg/6ml,30pk
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	MgSO ₄ 150mg, PSA 50mg, C18E 50mg
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25μm

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

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 邻苯二甲酸二-4-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
-------------------------	--------------	---