

食品中塑化剂的检测 (SPE-GC/MS,LC/MS)

使用 QueChERS 方法 (部件号: 60105-341, 60105-204)

样品制备

1. 液体试样 (易乳化或不易乳化样品均可使用此方法)

准确称取混合均匀的液体试样 5.0g (含有二氧化碳气体的先除去二氧化碳 (于 25mL 具塞磨口玻璃试管中, 加 10mL 乙腈, 加入 6g $MgSO_4$ 和 1.5g 醋酸钠 (Thermo QueChERS, PN:60105-341), 涡旋 1min, 4000r/min 离心 2min, 收集上清液, 于 40°C 氮吹至近干, 用乙腈定容至 5mL。

2. 固体或半固体试样 (含油脂或不含油脂试样均可使用此方法)

准确称取混合均匀固体或半固体试样 5.0g 于 50mL 具塞磨口玻璃试管中, 加入 5mL 水 (含水试样无需加水), 准确加入 15mL 乙腈, 加入 6g $MgSO_4$ 和 1.5g 醋酸钠 (Thermo QueChERS, PN:60105-341), 涡旋 1min, 4000r/min 离心 2min, 收集上清液, 于 40°C 氮吹至近干。用乙腈定容至 5mL 加入 50mg PSA 粉, 50mg C18 粉, 150mg $MgSO_4$ (Thermo QueChERS clean-up, PN:60105-204), 涡旋 1min, 4000r/min 离心 2min, 取上清液。

GC/MS 方法

色谱柱

TG-5MS 30m×0.25mm×0.25μm

货号

26098-1420

程序升温

初始温度 60°C, 保持 1min, 以 15°C/min 速率升至 230°C, 保持 1min, 再以 5°C/min 速率升至 280°C, 并保持 4min

柱流速

1mL/min (恒流模式)

进样量

10μL

进样口温度

250°C

进样模式

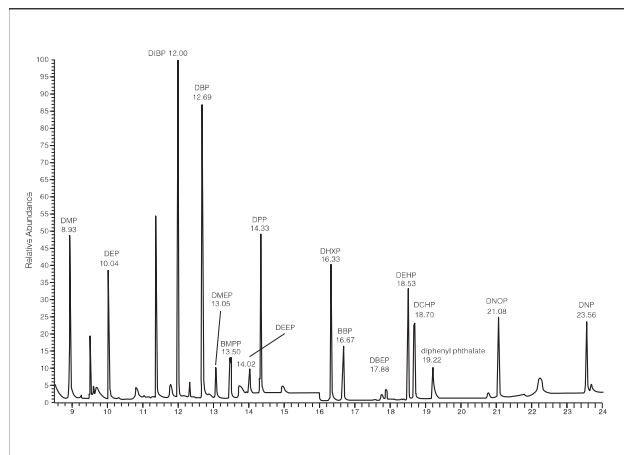
不分流进样; 0.8min 开始分流, 流速 50mL/min

检测

MS

GC/MS 方法结果

1. 浓度为 25ppb 的 16 种邻苯二甲酸酯的选择离子图



2. 样品结果

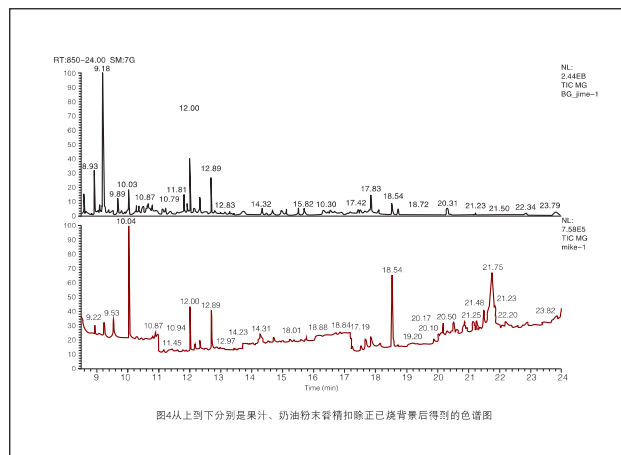


图4从上到下分别是果汁、奶油粉末经扣除正己烷背景后得到的色谱图

LC/MS 方法

色谱柱

Thermo AccuCore RP-MS 柱, 2.6m, 100mm×2.1mm

货号

17126-102130

流动相

A: 水

B: 甲醇

梯度

时间 (min)	A: 纯水	B: 甲醇
0	60%	40%
12	0	100%
15	0	100%

流速

0.3mL/min

进样量

3μL

MS 条件

电喷雾电离源 (ESI) , 正离子模式

选择反应监控 (SRM) 扫描模式

喷雾电压

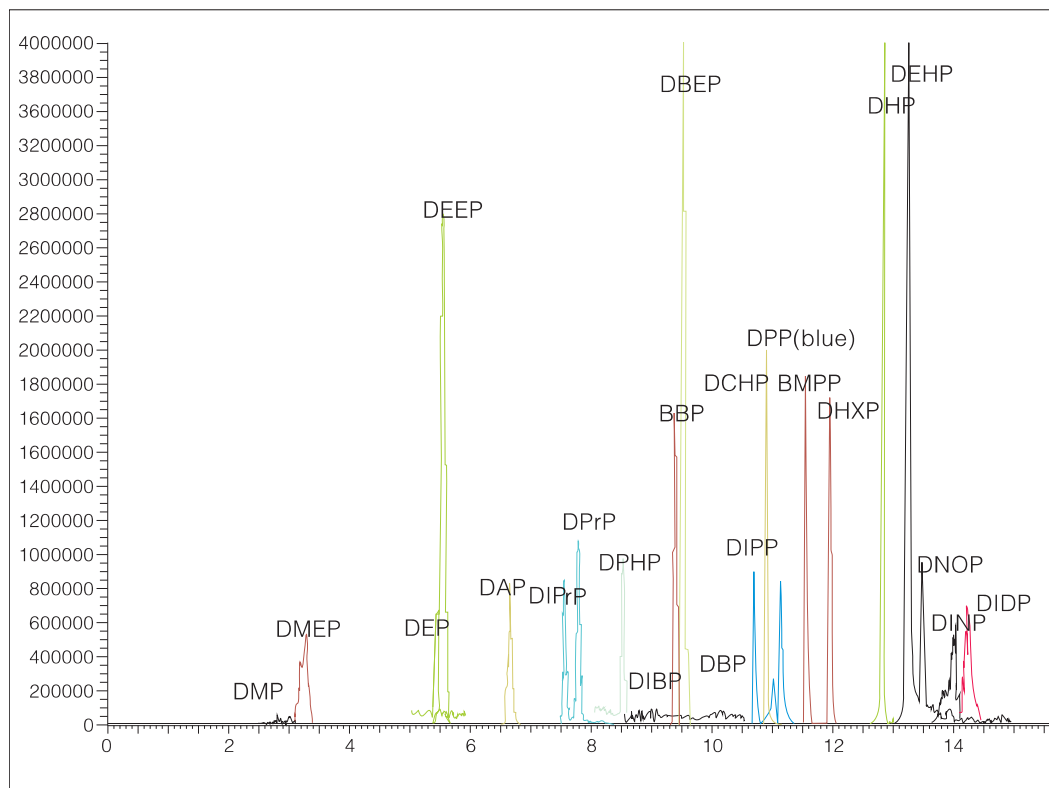
3700V

毛细管温度

350°C

结果

1.22 个邻苯二甲酸酯化合物分离图



2. 使用本方法提取啤酒, 饮料, 蜂蜜, 食用油, 饼干等食品, 提取回收率在 80-120%。