

白酒中邻苯二甲酸二异壬酯的 GC-MS 分析

1 前言

邻苯二甲酸二异壬酯，英文简称 DINP，分子式为 $C_{26}H_{42}O_4$ ，CAS 号 20548-62-3，分子量为 418。是一种主增塑剂，应用于各种软硬塑料制品，可以和其他增塑剂混用而不影响本身特性；与 PVC 相容性好，即使大量使用也不会析出；能赋予制品良好的耐光、耐热、耐老化和电绝缘性能，因此在各种软硬塑料中得到广泛应用。欧盟已将其列为环境荷尔蒙，我国卫生部公告 2011 第 551 号规定其限值为 9mg/kg。由于 DINP 有大量同分异构体存在，沸点高，沸程宽，因此色谱图呈现峰组现象。本文建立了白酒中邻苯二甲酸二异壬酯的检测方法，该方法简单、快速而准确。

2 实验部分

2.1 方法原理

样品在一定温度下加热除去乙醇等易挥发物质，冷却后用正己烷萃取，静置分层后取上清液进 GC-MS 分析。

2.2 仪器与试剂

气质联用仪 GC-MS3100（北京东西分析仪器有限公司产品）

涡旋振荡器，水浴锅，分析天平（感量 0.0001g）。

10mL 圆底玻璃具塞试管

邻苯二甲酸二异壬酯标样（异构体混合物）

正己烷（色谱纯）

2.3 样品处理

准确量取 5mL 白酒样品于 10mL 玻璃具塞试管中，95℃水浴加热 30min（期间振荡混匀数次），除去乙醇等易挥发物质，然后冷却至室温，加入 2mL 正己烷，加盖密封后涡旋振荡器上振荡提取 1min，静置分层后取上层清液进 GC-MS 分析。

2.4 分析条件

色谱条件：Equity-5™ (30m×0.25mm×0.25μm)石英毛细管柱，柱前压 100KPa，

柱流量:1ml/min, 吹扫流量:2ml/min, 不分流进样, 60S 后打开分流阀, 分流比:60:1; 进样量 2uL。汽化室:250℃, 柱温:80℃保持 1min, 以 20℃/min 升至 300℃, 保持 10min ;

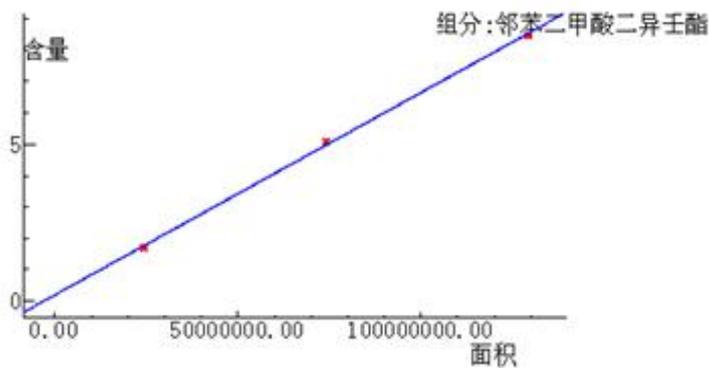
质谱条件:EI 源, 电子能量 70eV, 离子源 200℃, 接口 260℃, 溶剂延迟:12.75min。

扫描方式:全扫描定性, 扫描范围:44.5u~450u, 扫描周期:0.6s, 倍增器高压:1400V;

选择离子扫描定量, 监测离子为 m/z149、167、293。

3 实验结果

3.1 标准曲线



3.2 样品谱图

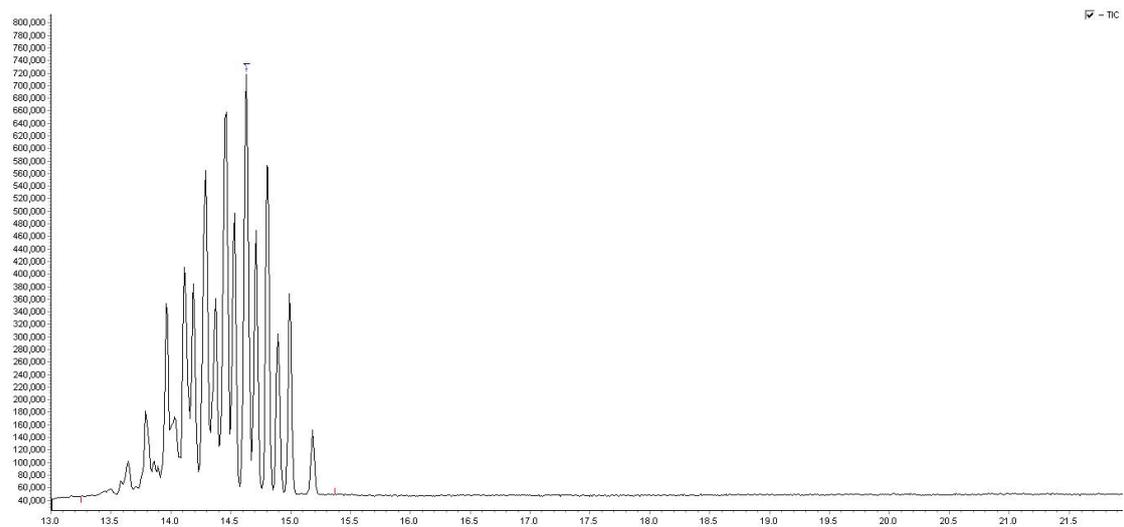


图 1 邻苯二甲酸二异壬酯选择离子扫描 TIC 图

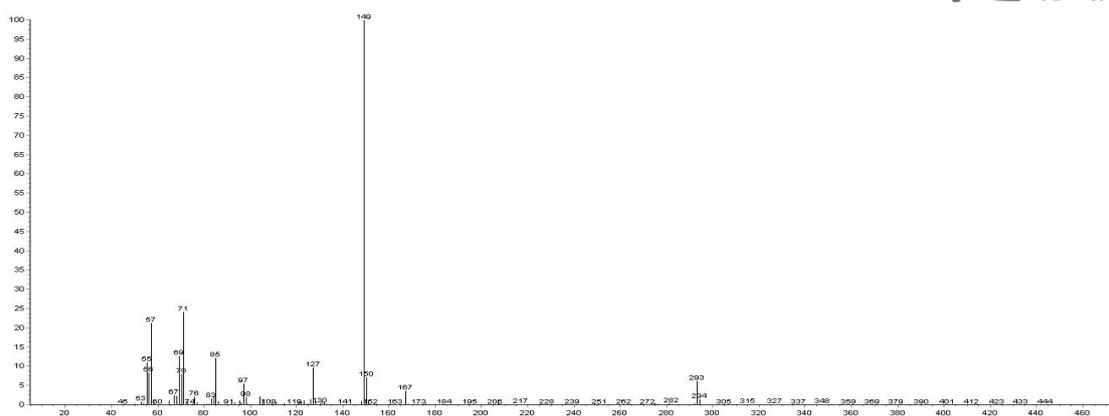


图 2 邻苯二甲酸二异壬酯质谱图