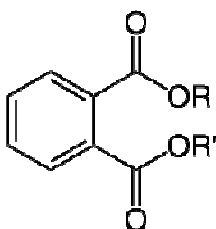


SPME + GCMS 快速、灵敏检测邻苯二甲酸酯

—— Sigma-Aldrich/Supelco 应对方案

关键词：起云剂 邻苯二甲酸酯 SPME 固相微萃取 气相色谱

前言



邻苯二甲酸酯类物质常被用于增塑剂、起云剂等添加到柔软的聚氯乙烯类产品中，从而增加塑料材质的韧性、通透度、强度和寿命。近期研究发现，邻苯二甲酸酯类物质主要会引起内分泌紊乱（女孩性早熟，男性生殖损害），致癌（乳腺癌）和肝毒性等方面的健康危害。出于公众健康方面的考虑，邻苯二甲酸酯类已经在美国、加拿大和欧盟等地域的部分产品中禁用。

最为常见的邻苯二甲酸酯类物质为：邻苯二甲酸(2-乙基己基)酯(DEHP)，邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)，邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)，邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯 (DEP)、邻苯二甲酸二丙酯(DPrP)、邻苯二甲酸丁基苯基酯(BBP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二戊酯(DPP)、邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)、邻苯二甲酸二己酯(DHP)。

Sigma-Aldrich 公司的 Supelco SPME 摒弃传统前处理的两大缺点：较长时间的样品前处理及大量的溶剂耗费，带给您更快速、灵敏及方便的分析检测方案。

检测方法：

SPME 萃取头：7 μ m PDMS (货号：57302)

萃取方式：直接浸没，15 分钟，快速搅拌

载气：氮气

质谱：45 - 465 m/z

流速：40 cm/sec;

进样口温度：280 °C

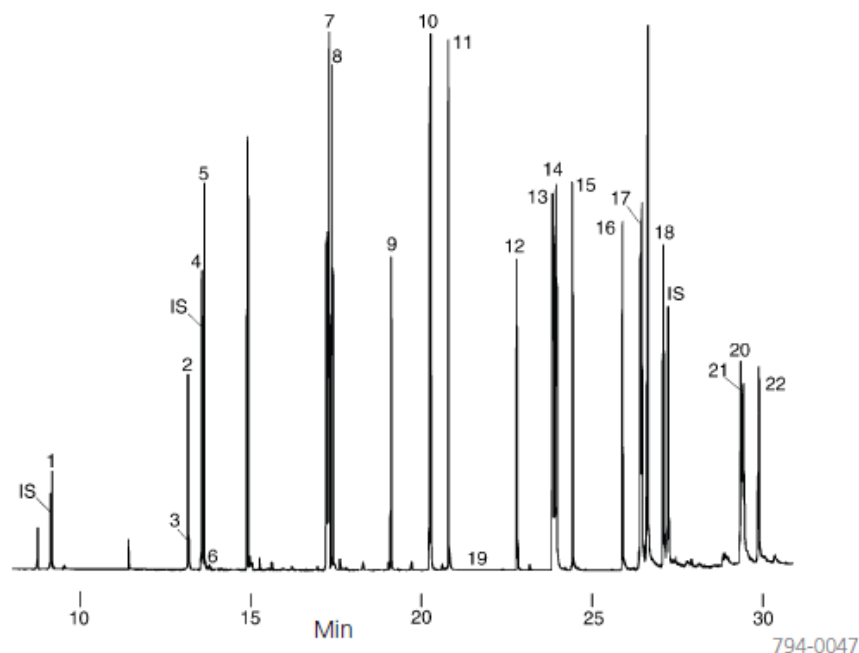
色谱柱：PTE-5, 30 m $\times$ 0.25 mm I.D $\times$ d_f 0.25 μ m (货号：24135-U)

柱温：60 °C (3 min) — 320 °C (10 °C/min)

检测结果：

	M/Z		M/Z
IS Naphthalene-d8	136	12. Benzyl butylphthalate	149
1. Naphthalene	128	13. Benzo(a)anthracene	228
2. Acenaphthylene	152	IS Chrysene-d12	240
3. Dimethylphthalate	163	14. Chrysene	228
IS Acenaphthene-d10	164	15. Bis(2-ethylhexyl)phthalate	149
4. Acenaphthene	154	16. Di-n-octylphthalate	149
5. Fluorene	166	17. Benzo(b)fluoranthene	252
6. Diethylphthalate	149	18. Benzo(k)fluoranthene	252
IS Phenanthrene-d10	188	19. Benzo(a)pyrene	252
7. Phenanthrene	178	IS Perylene-d12	264
8. Anthracene	178	20. Indeno(1,2,3-cd)pyrene	276
9. Di-n-butylphthalate	149	21. Dibenzo(a)anthracene	278
10. Fluoranthene	202	22. Benzo(ghi)perylene	276
11. Pyrene	202		





结论:

通过使用 7 μm 聚二甲基硅烷 (PDMS) 纤维萃取头的样品前处理, 对加标样品浓度 10~200ppb 进行考察 (方法 625 和 8060)。实验结果数据中, 稳定的响应因子和浓度值表现出良好的线性, 多点加标 ($n=5$) 相对方差 (RSD) 和标准方差反映了实验卓越的重现性和 SPME 令人满意的表现。

(表 1. 使用 7 μm 聚二甲基硅烷 (PDMS) 纤维萃取头实验结果相应因子)

Compound	Concentration (ppb in 4 mL Water)					Mean	Std. Dev.	% RSD
	10	25	50	100	150			
Naphthalene	0.99	1.08	1.01	0.96	1.16	1.04	0.07	6.8
Acenaphthylene	0.87	1.00	0.93	1.00	1.14	0.99	0.09	9.2
Dimethylphthalate	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01	0.01	0.00	20.7
Acenaphthene	0.96	1.02	1.04	0.95	1.02	1.00	0.03	3.5
Fluorene	0.52	0.49	0.54	0.68	0.63	0.57	0.07	12.3
Diethylphthalate	0.01	0.01	0.01	0.02	0.01	0.01	0.00	26.8
Phenanthrene	1.03	0.93	0.90	1.07	1.02	0.99	0.06	6.4
Anthracene	1.11	0.98	0.97	1.16	1.09	1.06	0.07	6.9
Di-n-butylphthalate	1.05	1.00	0.78	0.98	1.13	0.99	0.12	11.8
Fluoranthene	1.38	1.12	1.08	1.23	1.34	1.23	0.12	9.6
Pyrene	1.48	1.17	1.15	1.29	1.40	1.30	0.13	9.8
Benzyl butylphthalate	0.47	0.41	0.36	0.44	0.51	0.44	0.05	11.5
Benzo(a)anthracene	1.19	0.88	0.85	1.04	1.06	1.00	0.13	12.6
Chrysene	1.00	0.86	0.81	0.95	1.03	0.93	0.08	9.0
Bis(2-ethylhexyl)phthalate	0.99	0.76	0.85	0.81	0.86	0.85	0.08	9.1
Di-n-octylphthalate	1.29	1.01	1.05	1.21	1.39	1.19	0.15	12.2
Benzo(b)fluoranthene	1.14	1.04	1.10	0.90	1.00	1.04	0.08	8.0
Benzo(k)fluoranthene	1.17	0.89	1.13	0.93	1.10	1.04	0.11	10.6
Benzo(a)pyrene	1.06	0.78	0.78	0.88	0.99	0.90	0.11	12.4
Indeno(1,2,3-cd)pyrene	0.78	0.66	0.72	0.74	0.88	0.75	0.07	9.9
Dibenz(a)anthracene	0.57	0.52	0.62	0.60	0.71	0.60	0.06	10.5
Benzo(ghi)perylene	0.80	0.61	0.73	0.74	0.79	0.73	0.07	9.1

订购信息:

产品描述

货号

SPME 萃取手柄 (初次购买需要购置手柄, 手柄非耗材, 可反复使用)

适用于手动进样

57330-U

适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口

57331



天恒科技有限公司

TIN HANG TECHNOLOGY LIMITED

Laboratory Professional in Hong Kong Since 1996

Tel: (852) 2817 2121 Fax: (852) 2580 7763 E-mail: sales@tinhangtech.com Website: www.tinhangtech.com

SPME 萃取头套装 # 3

100 μ m PDMS (适合分析挥发性物质)	
用于手动进样	57300-U
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57301
30 μ m PDMS (适合分析非极性半挥发物质)	
用于手动进样	57308
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57309
7 μ m PDMS (适合分析中等极性到非极性的半挥发物质)	
用于手动进样	57302
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57303
65 μ m PDMS/DVB (适合分析极性物质)	
用于手动进样	57310-U
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57311
60 μ m PDMS/DVB (适合分析不挥发性物质)	
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57317
75 μ m Carboxen™/PDMS (适合分析气体样本和小分子类物质)	
用于手动进样	57318
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57319
85 μ m PA (聚丙烯酸酯, 适合分析极性半挥发物质)	
适用于手动进样	57304
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57305

SPME 萃取头套装 # 1 (其它套装请查询目录)

85 μ m PA, 100 μ m 和 7 μ m PDMS 各一支	
用于手动进样	57306
适用于自动进样器或 SPME/HPLC 接口	57307
SPME/HPLC 进样装置和 Rheodyne® 阀	57353

气相色谱柱

PTE-5, 30 m $\times$ 0.25 mm I.D $\times$ df 0.25 μ m	24135-U
SLB™-5ms, 30 m $\times$ 0.25 mm I.D $\times$ df 0.25 μ m	28471-U
SLB™-5ms, 30 m $\times$ 0.25 mm I.D $\times$ df 1.00 μ m	28476-U

**气相附件耗材 (衬管、隔垫、石墨压环、石英棉、微量进样器、气体净化设备等) 请垂询
热线**

标准品	英文名	货号	包装
邻苯二甲酸二甲酯 DMP	Dimethyl phthalate	36738-1G	1g
邻苯二甲酸二乙酯 DEP	Diethyl phthalate	36737-1G	1g
邻苯二甲酸二异丁酯 DIBP	Diisobutyl phthalate	152641-1L	1L
邻苯二甲酸二丁酯 DBP	Dibutyl phthalate	36736-1G	1g
邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯 DMEP	Bis(2-methoxyethyl) phthalate	36934-250MG	250mg
邻苯二甲酸二戊酯 DPP	Dipentyl phthalate	442867	1g
邻苯二甲酸丁基苄基酯 BBP	Benzyl butyl phthalate	442503	1g



天恒科技有限公司

TIN HANG TECHNOLOGY LIMITED

Laboratory Professional in Hong Kong Since 1996

Tel: (852) 2817 2121 Fax: (852) 2580 7763 E-mail: sales@tinhangtech.com Website: www.tinhangtech.com

邻苯二甲酸二环己酯 DCHP	Dicyclohexyl phthalate	36908-250MG	250mg
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯 DEHP	Bis(2-ethylhexyl) phthalate	36735-1G	1g
邻苯二甲酸二苯酯	Diphenyl phthalate	36617-1G-R	1g
邻苯二甲酸二正辛酯 DNOP	Di-n-octyl phthalate	31301-250MG	250MG
邻苯二甲酸二壬酯 DNP	Dinonyl phthalate	80151-25ML	25ML
邻苯二甲酸二异壬酯 DINP	Diisononyl phthalate	376663-1L	1L
邻苯二甲酸异癸酯 DIDP	Diisodecyl phthalate	80135-10ML	10ML

47643-U	11 种邻苯二甲酸酯类混标	2000 μ g/ml 溶于二氯甲烷	1ml
	BBP	双-(2-氯乙氧基) 甲烷	双(2-氯乙基) 醚
	DEHP	4-溴联苯醚	4-氯二苯醚
	双(2-氯异丙基) 醚	DBP	DEP
	DMP	DNOP	
48741	6 种邻苯二甲酸酯类混标	200 μ g/ml 溶于甲醇	1ml
	BBP	DEHP	DBP
	DEP	DMP	DNOP
47973	7 种邻苯二甲酸酯类混标	500 μ g/mL 溶于甲醇	1ml
	BBP	己二酸二(2-乙基己)酯	DEHP
	DBP	DEP	DMP
	五氯苯酚		
48223	6 种邻苯二甲酸酯类混标	500 μ g/ml 溶于甲醇	1ml
	BBP	己二酸二(2-乙基己)酯	DEHP
	DBP	DEP	DMP
48805-U	6 种邻苯二甲酸酯类混标	2000 μ g/ml 溶于甲醇	1ml
	DEHP	BBP	DBP
	DNOP	DEP	DMP
48231	6 种邻苯二甲酸酯类混标	2000 μ g/ml 溶于己烷	1ml
	DEHP	BBP	DBP
	DNOP	DEP	DMP
110	7 种邻苯二甲酸甲酯定制混标	1000 ppm 溶于二氯甲烷	1 ml
	邻苯二甲酸二异壬酯	68515-48-0	DINP
	邻苯二甲酸二正辛酯	117-84-0	DNOP
	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	117-81-7	DEHP
	邻苯二甲酸二异癸酯	26761-40-0	DIDP
	邻苯二甲酸丁基苄基酯	85-68-7	BBP
	邻苯二甲酸二丁酯	84-74-2	DBP
	邻苯二甲酸二异丁酯	84-69-5	DIBP
110	16 种邻苯二甲酸酯类混标	1000ug/ml 溶于正己烷	1 ml
	邻苯二甲酸二甲酯	131-11-3	DMP
	邻苯二甲酸二乙酯	84-66-2	DEP
	邻苯二甲酸二异丁酯	84-69-5	DIBP



天恒科技有限公司

TIN HANG TECHNOLOGY LIMITED

Laboratory Professional in Hong Kong Since 1996

Tel: (852) 2817 2121 Fax: (852) 2580 7763 E-mail: sales@tinhangtech.com Website: www.tinhangtech.com

邻苯二甲酸二丁酯	84-74-2	DBP
邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	117-82-8	DMEP
邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	146-50-9	BMPP
邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	605-54-9	DEEP
邻苯二甲酸二戊酯	131-18-0	DPP
邻苯二甲酸二己酯	84-75-3	DHXP
邻苯二甲酸丁基苄基酯	85-68-7	BBP
邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	117-83-9	DBEP
邻苯二甲酸二环己酯	84-61-7	DCHP
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	117-81-7	DEHP
邻苯二甲酸二苯酯	84-62-8	
邻苯二甲酸二正辛酯	117-84-0	DNOP
邻苯二甲酸二壬酯	84-76-4	DNP



天恒科技有限公司
TIN HANG TECHNOLOGY LIMITED

Laboratory Professional in Hong Kong Since 1996

Tel: (852) 2817 2121 Fax: (852) 2580 7763
E-mail: sales@tinhangtech.com Website: www.tinhangtech.com