

# 通过热脱附GC/MS定量分析食用油中的邻苯二甲酸酯

## Part 2: 热脱附GC/MS分析条件的最佳化

**[背景]** 前篇 (PYA3-043C) 中, 为了定量分析橄榄油中的DEHP, 通过释放气体分析(EGA)-MS进行基础调查, 样品量1-10  $\mu\text{L}$  的范围内进行变化来讨论DEHP的洗脱温度。样品量10  $\mu\text{L}$ , 热脱附温度为400  $^{\circ}\text{C}$ 进行热脱附GC/MS分析, 由于油脂成分的妨碍TD-GC/MS在SIM模式( $m/z$  149,  $m/z$  279)的测定没能检测到源自DEHP的峰。为了DEHP被检测到时良好的分离, 有必要通过减少样品量和降低热脱附温度, 从而减少妨碍成分导入到分离色谱柱的量。在本篇中, 通过EGA-MS尝试DEHP的热脱附条件的最佳化。

**[方法]** 分析使用多功能热裂解器直结GC进样口, GC进样口和MS检测器通过EGA管和免放空GC/MS适配器连接的系统。样品是使用市售的橄榄油, 通过分别将1% DEHP 添加到3  $\mu\text{L}$  (2.76 mg)或5  $\mu\text{L}$  (4.6 mg)样品中进行测量。

**[结果]** Fig. 1所示280  $^{\circ}\text{C}$ (保持 10 min) 在内的加热炉条件所得到的EGA曲线。DEHP质谱特征离子( $m/z$  149)的色谱图中, 在280  $^{\circ}\text{C}$ 脱附的DEHP (Zone A), 以及在280  $^{\circ}\text{C}$ 没有脱附的残留DEHP (Zone B)的两个峰被检测到。Zone A和Zone B的峰面积和所对应的Zone B的峰面积来计算, 得到DEHP的残留率, 并在图中所示。在热脱附程序的最终温度(280  $^{\circ}\text{C}$ )保持10 min, 对于所有样品量, 可以热脱附90%以上的DEHP, 同时抑制油脂成分的挥发。样品量为3  $\mu\text{L}$ 时, 由97%以上的DEHP得到热脱附可知, 3  $\mu\text{L}$  样品量在280  $^{\circ}\text{C}$ 的热脱附条件保持10 min为最佳条件。

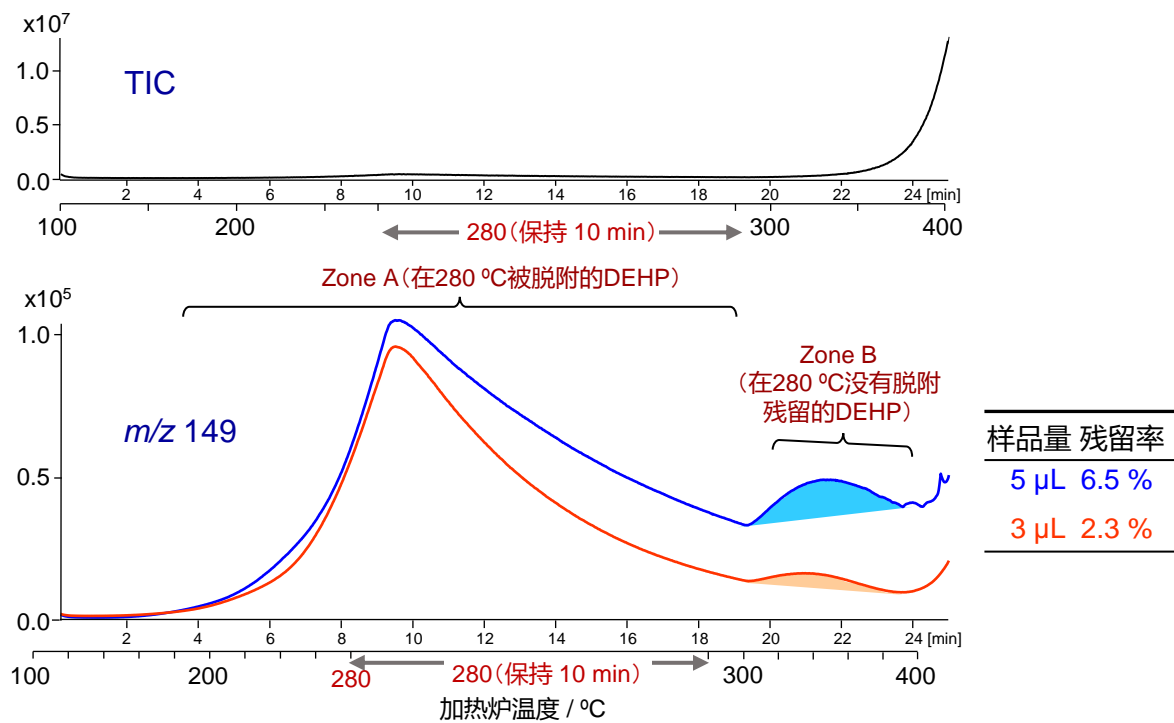


Fig. 1 橄榄油(含有1%的DEHP)的EGA曲线。

样品: 橄榄油 (3 or 5  $\mu\text{L}$ , 含有1%的DEHP), 加热炉温度: 100 - 280  $^{\circ}\text{C}$  (20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ , 10 min hold) - 400  $^{\circ}\text{C}$  (20  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), GC进样口温度: 300  $^{\circ}\text{C}$ , EGA管: UADTM-2.5N (L=15 m, i.d.=0.15 mm), 管流量: 1 mL/min (He), 分流比: 1/20, MS测定模式: Scan-SIM同时测定模式。

参考: 穗坂 等, 日本分析化学会 第64年会(2015), N2001

**Keywords:** 油脂, 食用油, 邻苯二甲酸酯, 微量分析, 受控物质

**使用产品:** 多功能热裂解器, UADTM-2.5N, 样品杯G, 免放空GC/MS适配器

**应用领域:** 食品分析, 脂质分析, 天然有机物分析, 添加剂分析

**关联的技术笔记:** PYA3-043C (Part 1), PYA1-158C (Part 3)

如有任何查询, 请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**  
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102  
[www.frontier-lab.com/cn](http://www.frontier-lab.com/cn)