

食用油中 16 种多环芳烃的分析方法

AF10185

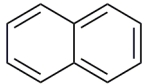
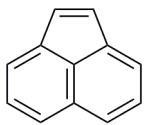
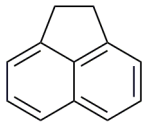
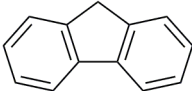
应用及技术服务部

摘要: 本实验建立了食用油中 16 种多环芳烃的前处理方法, 采用 Cleanert® PAHs-MIP 小柱结合气相色谱串联质谱的检测方法, 对食用油中的多环芳烃进行了测定。样品经环己烷溶解, Cleanert® PAHs-MIP 小柱净化, 二氯甲烷洗脱, DA-5MS 气相色谱柱进行检测, 外标法定量。结果表明, 当多环芳烃加标量为 0.1 mg/kg 时, 回收率在 80%~150%之间, 能够满足检测要求。

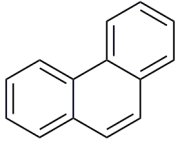
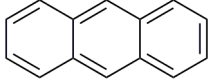
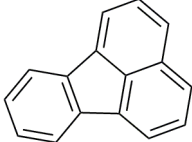
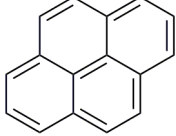
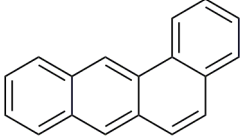
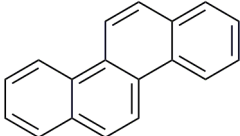
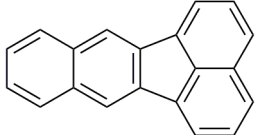
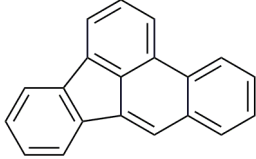
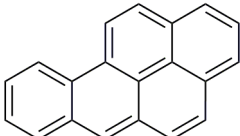
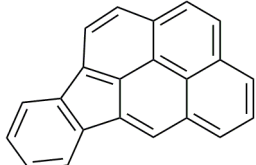
关键词: 食用油; 多环芳烃; Cleanert® PAHs-MIP; DA-5MS

样品信息

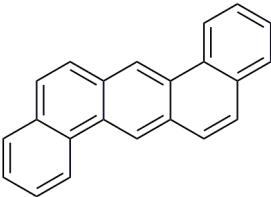
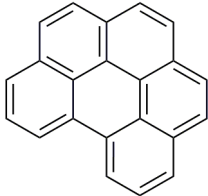
表 1. 16 种多环芳烃样品信息

样品名称	英文名	结构式	分子式	分子量
萘	Naphthalene		C ₁₀ H ₈	128.18
芘稀	Acenaphthylene		C ₁₂ H ₈	152.20
芘	Acenaphthene		C ₁₂ H ₁₀	154.21
芴	Fluorene		C ₁₃ H ₁₀	166.22



菲	Phenanthrene		C ₁₄ H ₁₀	178.23
蒽	Anthracene		C ₁₄ H ₁₀	178.22
荧蒽	Fluoranthene		C ₁₆ H ₁₀	202.25
芘	Pyrene		C ₁₆ H ₁₀	202.26
苯并[a]蒽	Benzo(a)anthracene		C ₁₈ H ₁₂	228.29
屈	Chrysene		C ₁₈ H ₁₂	228.29
苯并[k]荧蒽	Benzo(k)fluoranthene		C ₂₀ H ₁₂	252.30
苯并[b]荧蒽	Benzo(b)fluoranthene		C ₂₀ H ₁₂	252.30
苯并[a]芘	Benzo(a)pyrene		C ₂₀ H ₁₂	252.32
茚并[1,2,3-cd]芘	Indeno (1,2,3-c, d) pyrene		C ₂₂ H ₁₂	276.33



二苯并(a,h)蒽	Dibenz(a,h)anthracene		C ₂₂ H ₁₄	278.35
苯并(g,h,i)芘	Benzo (g,h,i)perylene		C ₂₂ H ₁₂	276.33

实验部分

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

气相色谱串联质谱仪 (GC-MS);

卓睿全自动固相萃取仪。

试剂材料

二氯甲烷为农残级; 环己烷、正己烷均为色谱纯;

16 种多环芳烃混合标准溶液;

Cleanert® PAHs-MIP 固相萃取小柱 (玻璃柱): 1000 mg/6 mL。

样品制备

样品提取

称取植物油样品 0.5 g, 加入 3 mL 环己烷溶解, 作为待净化液。

样品净化

将 Cleanert® PAHs-MIP 小柱依次用 5 mL 二氯甲烷, 5 mL 环己烷活化平衡, 将上述待净化液全部上样于小柱上, 弃去流出液, 用 4 mL 环己烷洗涤小柱, 弃去流出液, 将小柱抽干, 再用 10 mL 二氯甲烷洗脱小柱, 收集流出液, 于 35℃ 下氮吹至近干, 用正己烷定容至 1 mL, 待检测。

以上净化步骤可用卓睿全自动固相萃取仪完成。

实验条件

色谱条件



色谱柱: DA-5MS 色谱柱, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm;

进样口温度: 280℃;

柱温: 初温 45℃, 保持 1 min, 然后以 10℃/min 升至 180℃, 保持 1 min, 再以 10℃/min 升至 250℃, 保持 2 min, 再以 5℃/min 升至 285℃, 保持 2 min, 再以 10℃/min 升至 320℃, 保持 1 min, 最后以 10℃/min 升至 345℃。

载气: 氦气, 纯度 ≥ 99.999%

流速: 1 mL/min;

电离方式: EI源。

进样方式: 不分流进样;

样量: 1 μL;

质谱参数

表 2. 16 种多环芳烃 SIM 参数

中文名	SIM
萘	128/127/129
蒽烯	152/153/151/76
蒽	152/153/154
芴	166/165/167/82
菲	178/176/179/152
蒽	178/179/176
荧蒽	202/203/200/101
芘	202/201/203
苯并[a]蒽	228/226/229/114
屈	228/226/229
苯并[k]荧蒽	252/253/250/113
苯并[b]荧蒽	252/253/250/125
苯并[a]芘	252/253/250/126
茚并[1,2,3-cd]芘	276/277/138/137



二苯蒽	278/279/139
苯并[g,h,i]芘	276/277/138

实验结果

由表 3 可知, 采用固相萃取结合 GC-MS 的方法检测食用油中 16 种多环芳烃, 加标回收率在 80%~150%之间, 能够满足检测要求。由图 1~ 图 3 可知, 用 DA-5MS 检测 16 种多环芳烃, 分离度和峰形良好, 且保留时间稳定。

表 3. 食用中多环芳烃加标回收实验结果(添加水平 0.04 mg/kg)

物质名称	保留时间/min	平均回收率/%	变异系数/%
萘	10.028	113.1	11.4
苊烯	13.732	91.0	4.4
苊	14.154	94.9	2.7
芴	15.480	96.9	1.6
菲	18.163	96.2	1.6
蒽	18.309	96.0	0.6
荧蒽	21.299	92.7	3.2
芘	21.849	145.3	12.4
苯并[a]蒽	25.498	94.5	4.7
屈	25.620	89.6	3.5
苯并[b]荧蒽	29.509	99.2	2.5
苯并[k]荧蒽	29.619	96.5	2.2
苯并[a]芘	30.670	102.3	3.1
二苯并[a,h]蒽	34.926	97.6	2.6
苯并[g,h,i]芘	35.083	82.6	1.4
茚并[1,2,3-cd]芘	35.706	99.7	2.6

实验谱图



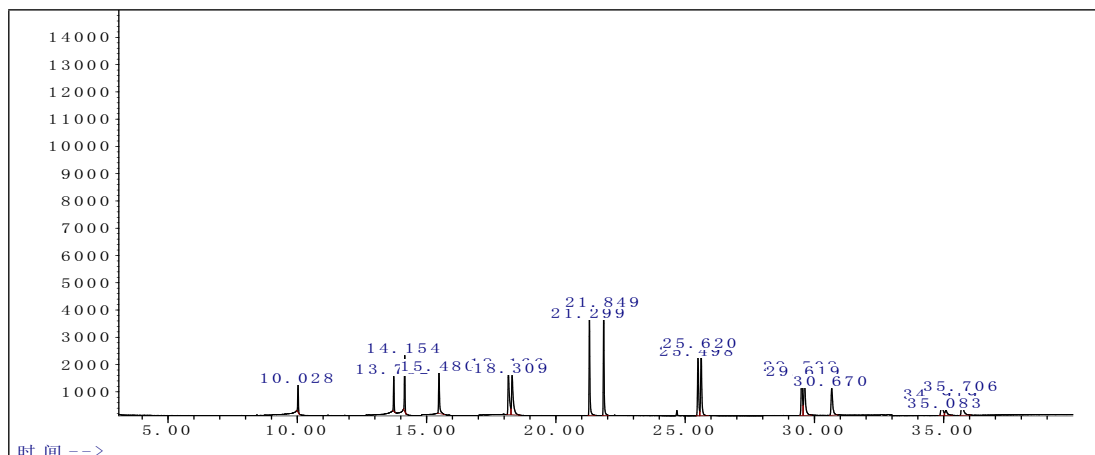


图 1. 0.05 µg/mL 16 种多环芳烃气质谱图

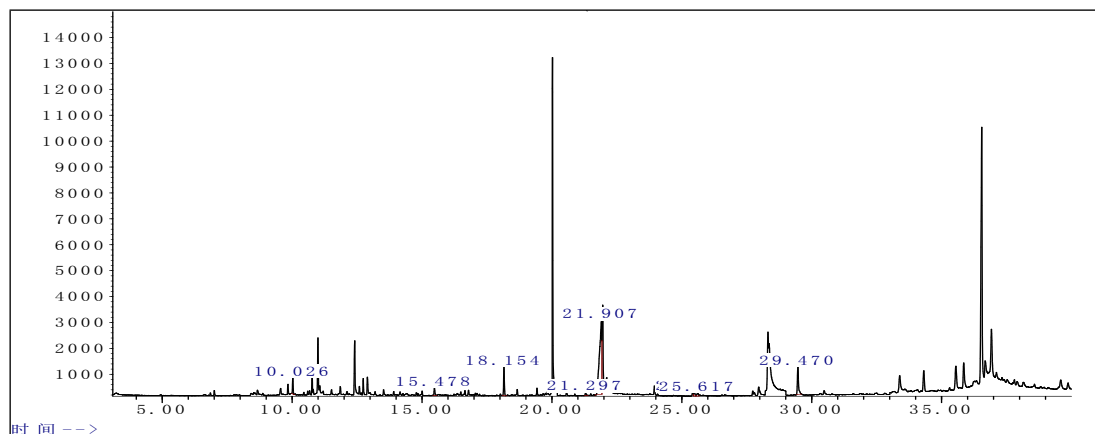


图 2. 植物油样品基质空白谱图

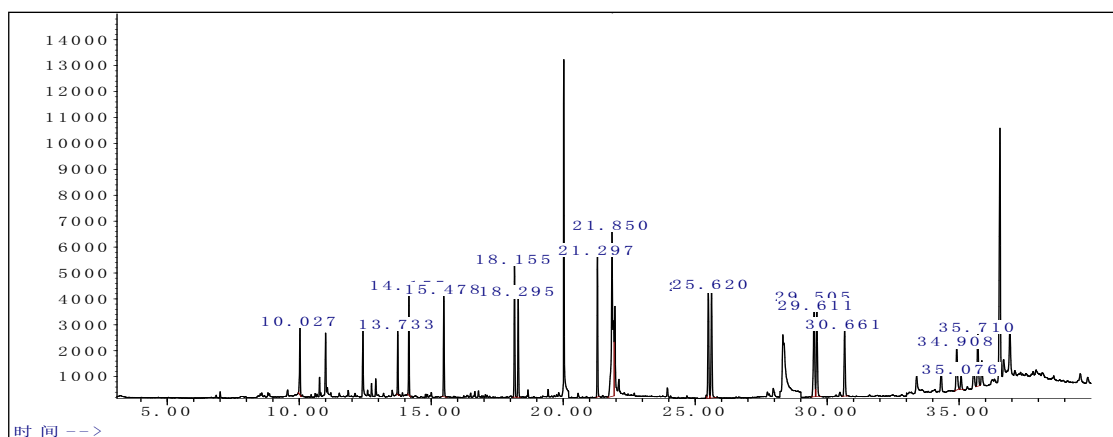


图 3. 0.1 mg/kg 植物油加标气质谱图

结论

本实验建立了植物油中 16 种多环芳烃的前处理方法，用 Cleanert®



PAHs-MIP 小柱结合高效液相色谱对加标量为 0.1 mg/kg 的样品进行了测定，加标回收率均在 80% ~ 150% 之间，可以满足检测要求，且净化效果良好。说明 Cleanert® PAHs-MIP 可以用于检测植物油中多环芳烃。

附：相关产品

产品名称	规格描述	包装数量	订货号
Cleanert® PAHs-MIP	1000 mg/6 mL	20 支/包	PAH0006-G
DA-5MS	30 m × 0.25 μm × 0.25 mm	1 支	1525-3002
1.5 mL 样品瓶	短螺纹透明带书写处 32 × 11.6 mm	100/pk	1109-0519
1.5 mL 样品瓶盖	9 mm 中心孔蓝盖，红色 橡胶/米色 PTFE 隔垫 45° Shore A; 1.0 mm	100/pk	0915-1819
氮吹仪	15 位	1 台	NV15-G

