

食品中多环芳烃的测定

AF10213

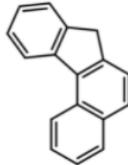
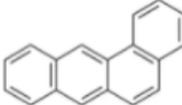
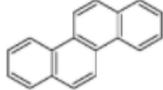
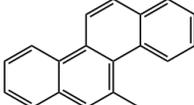
应用及技术服务部

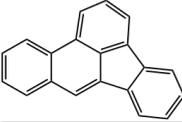
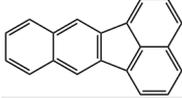
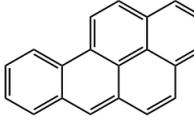
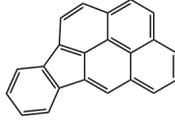
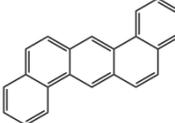
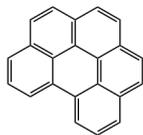
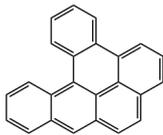
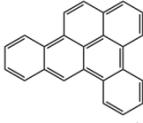
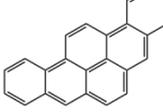
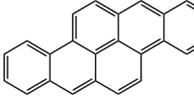
摘要: 本实验重现了 GB 5009.265-xxxx 的第一法，采用 SPE 结合气相色谱串联质谱的方法，对植物油中 16 种多环芳烃进行了检测。样品经氢氧化钾乙醇溶液皂化，正己烷提取，Cleanert PAH-EU 固相萃取净化，ZB-PAH-EU 色谱柱 GC-MS 法检测，采用内标法定量。结果表明，相对回收率在 80%~110% 之间，能够满足检测要求。

关键词: 植物油；多环芳烃；Cleanert PAH-EU；GC-MS；

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
苯并[c]芘	7H-Benzo[c]fluorene		C ₁₇ H ₁₂	216.27
苯并[a]蒽	Benz[a]anthracene		C ₁₈ H ₁₂	228.29
环戊并[c,d]芘	CYCLOPENTA(C,D)PYRENE		C ₁₈ H ₁₀	226.27
蒽	Chrysene		C ₁₈ H ₁₂	228.28
5-甲基蒽	5-methyl-chrysen		C ₁₉ H ₁₄	242.31

苯并[b]荧蒽	Benzo[fluoranthene		C ₂₀ H ₁₂	252.31
苯并[k]荧蒽	Benzo[k]fluoranthene		C ₂₀ H ₁₂	252.31
苯并[j]荧蒽	Benzo[j]fluoranthene		C ₂₀ H ₁₂	252.31
苯并[a]芘	Benzo[a]pyrene		C ₂₀ H ₁₂	252.31
茚并[1,2,3-cd]芘	Indeno(1,2,3-cd)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[ghi]茚	1,12-Benzoperylene		C ₂₂ H ₁₂	276.33
二苯并[a,i]芘	DIBENZO(A,I)PYRENE		C ₂₄ H ₁₄	302.37
二苯并[a,e]芘	DIBENZO(A,E)PYRENE		C ₂₄ H ₁₄	302.37
二苯并[a,i]芘	DIBENZO(A,I)PYRENE		C ₂₄ H ₁₄	302.37
二苯并[a,h]芘	DIBENZO[B,DEF]CHRYSENE		C ₂₄ H ₁₄	302.37

仪器、试剂与材料

主要仪器设备

气相色谱串联质谱仪（GC-MS）。

试剂材料

二氯甲烷、乙酸乙酯、正己烷、丙酮、异辛烷均为色谱纯；

固相萃取小柱：PAH-EU，250 mg/6 mL（P/N：PAH2506-EU）；

16种多环芳烃混合标准溶液：乙酸乙酯稀释；

1.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液：称取 8.2 g 氢氧化钾，加入 100 mL 乙醇，超声溶解；

二氯甲烷-乙酸乙酯（1+1）溶液：量取 50 mL 二氯甲烷和 50 mL 乙酸乙酯混合，摇匀；

丙酮-异辛烷（1+1）溶液：量取 50 mL 丙酮和 50 mL 异辛烷混合，摇匀。

前处理方法

样品提取

称取 1 g 植物油样品置于 50 mL 离心管中，加入 5 mL 1.5 mol/L 氢氧化钾乙醇溶液，涡旋混匀，置于 70°C 水浴皂化 3 min，取出用自来水冷却至室温。加入 4 mL 水，5 mL 正己烷，涡旋混匀 2 min，10000 rpm 离心 2 min，上层正己烷提取液待净化。

样品净化

在固相萃取小柱上加 1 g 左右无水硫酸钠，依次用 3 mL 二氯甲烷、3 mL 正己烷活化小柱，将待净化液转移至小柱上，弃去流出液。用 4 mL 正己烷淋洗小柱，弃去流出液，抽干小柱，最后用 5 mL 二氯甲烷-乙酸乙酯（1+1）溶液洗脱，收集流出液于 40°C 氮气吹干，用 0.1 mL 丙酮-异辛烷（1+1）溶液溶解，涡旋，转移至进样瓶中，待检测。

基质混合标准工作溶液配制

取高浓度多环芳烃混合标准溶液，用空白样品基质溶液稀释成 0.1 µg/mL 的基质混合标准工作溶液。

色谱条件

色谱柱：ZB-PAH-EU，20 m × 0.18 mm × 0.14 μm (P/N: 7FD-G043-47)；

进样口温度：280°C；

离子源温度：230°C；

四级杆温度：150°C；

进样量：1 μL；

进样模式：不分流进样；

溶剂延迟：16.5 min；

柱温：初温 80°C，保持 2 min，以 10°C/min 升至 250°C，保持 2 min，再以 8°C/min 升至 315°C，保持 5 min，最后以 20°C/min 升温至 320°C，保持 5 min。

流量程序：0.7 mL/min 保持 32 min，再以 5 mL/min 从 0.7 mL/min 升至 1.5 mL/min 至结束。

表 1. 目标物离子信息

物质名称	英文简称	选择离子
苯并[c]芘	BcFL	213、215、216
苯并[a]蒽	BaA	226、229、228
环戊并[c,d]芘	CPP	224、227、226
蒽	CHR	226、229、228
5-甲基蒽	MCH	239、241、242
苯并[b]荧蒽	BbFA	250、253、252
苯并[k]荧蒽	BkFA	250、253、252
苯并[j]荧蒽	BjFA	250、253、252
苯并[a]芘	BaP	250、253、252
茚并[1,2,3-cd]芘	IP	274、277、276
二苯并[a,h]蒽	DBahA	276、279、278
苯并[ghi]花	BghiP	274、277、276
二苯并[a,l]芘	DBalP	300、303、302

二苯并[a,e]芘	DBaP	300、303、302
二苯并[a,i]芘	DBaI	300、303、302
二苯并[a,h]芘	DBaH	300、303、302

实验结果

表 2. PAH-EU 回收率数据 (添加水平: 0.01 mg/kg)

物质名称	回收率%	变异系数
5-甲基蒽	100.3	2.57%
苯并 a 蒽	87.2	1.63%
苯并 a 芘	100.7	0.72%
苯并 b 荧蒽	97.4	2.31%
苯并 c 芴	90.5	11.44%
苯并 ghi 花	97.9	5.51%
苯并 j 荧蒽	81.2	2.26%
苯并 k 荧蒽	83.2	3.26%
二苯并 a,e 芘	104.3	7.73%
二苯并 a,h 蒽	97.0	1.25%
二苯并 a,h 芘	109.2	8.29%
二苯并 a,i 芘	108.6	14.44%
二苯并 a,l 芘	107.9	10.96%
环戊并 cd 芘	98.6	11.05%
蒽	88.1	11.44%
茚并 1,2,3-cd 芘	97.0	1.25%

实验谱图

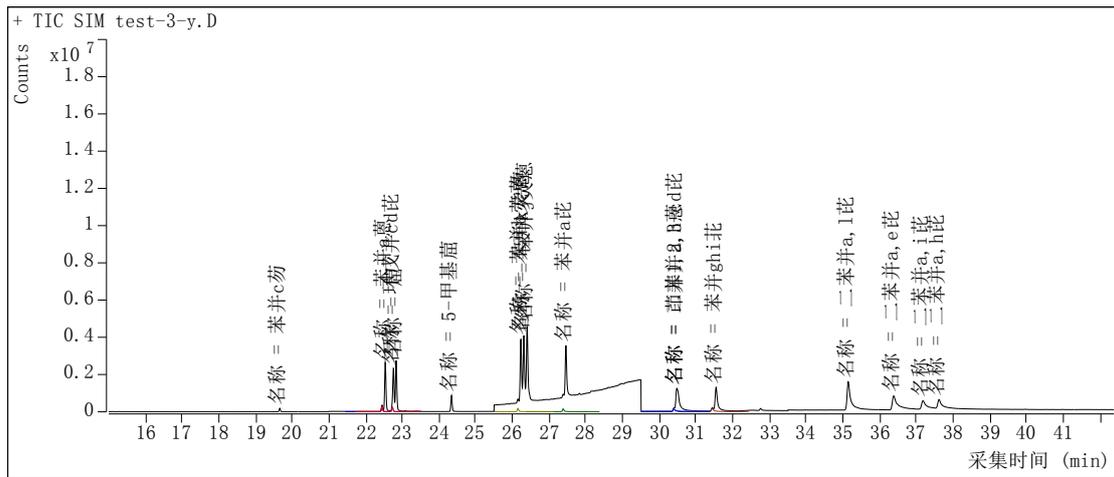


图 1. 0.1 µg/mL 混合标准工作溶液色谱图

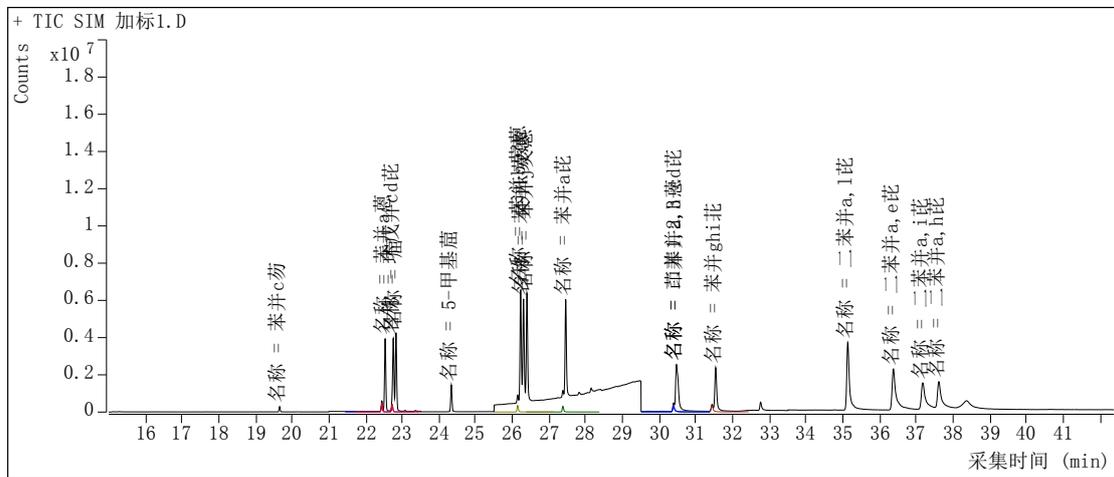


图 2. 0.1 µg/mL 基质标准工作溶液色谱图

实验结论

本实验建立了植物油中 16 种多环芳烃的前处理方法，用 Cleanert® PAH-EU 小柱结合 GC-MS 对加标量为 0.01 mg/kg 的样品进行了测定，加标回收率均在 80%~110%之间，可以满足检测要求，且净化效果良好。说明 Cleanert® PAH-EU 可以用于检测植物油中多环芳烃。