

微波萃取前处理测定纺织品中邻苯二甲酸酯

张绍辉, 王伟伟, 贾腾, 陈硕, 陈京祥

(海能未来技术集团股份有限公司, 山东 济南 250104)

摘要: 邻苯二甲酸酯是一类广泛使用的增塑剂, 存在于化妆品、儿童玩具、食品包装、印花服装和人造革等涂层产品中。研究表明, 邻苯二甲酸酯从物品中渗出, 在人体和动物体内发挥着类似雌激素的作用, 会对肝脏、肾和生殖系统造成负面影响, 同时还有致癌及导致内分泌失调的潜在危险。目前, 国内外关于邻苯二甲酸酯的测试方法, 前处理方式以索氏萃取方法为主, 本试验探讨了以低毒性的混合萃取溶剂, 采用微波萃取前处理方式进行邻苯二甲酸酯的检测, 可大大提高检测效率。

关键词: 纺织品;邻苯二甲酸酯

1 材料与amp;方法

1.1 样品制备

取适量印花涂层布、印花织布, 人造革;

1.2 仪器与试剂

MASTER 系列微波消解仪, 7890A+5975C 气质联用仪;

二氯甲烷、甲醇 (均为分析纯); DBP、BBP、DEHP、DNOP、DINP、DIDP 标准品 (纯度 $\geq 98.0\%$)。

2 实验方法

2.1 微波萃取前处理

取 5-10g 样品, 剪碎成 $0.25\text{cm}\times 0.25\text{cm}$, 混合均匀后每罐称取 0.5g 样品, 放入微波萃取罐中, 加入 20ml 二氯甲烷 / 甲醇 (1:1) 萃取溶剂 (空白样直接加萃取溶剂), 按设定的程序进行萃取; 把萃取液移至 50ml 容量瓶中, 残渣用萃取溶剂洗涤 3 次, 合并萃取液, 定容至 50ml, 萃取液经 $0.45\mu\text{m}$ 有机滤膜过滤后进行 GC-MS 分析。

微波萃取工作程序

取样量	加液量	步骤	设定温度($^{\circ}\text{C}$)	设定时间(min)
0.5g	20ml	1	115	20

2.2 仪器设置

按照 GC-MS 仪器分析条件进行测试（略）

3 结果与讨论

加标回收率和精密度试验结果

提取物	添加量 (mg/kg ⁻¹)	平均回收率 (%)	相对标准偏差 (%)
DMP	100	89.2	4.8
BBP	100	86.6	6.2
DEHP	300	102.5	3.7
DNOP	300	92.4	5.4
DINP	1000	85.0	4.7
DIDP	1000	101.0	3.4

结果表明, 6 类邻苯二甲酸酯的平均回收率为 85.0%~102.5% , RSD (相对标准偏差) 为 3.4%~6.2%。采用微波萃取方式, 以二氯甲烷 / 甲醇 (1:1) 混合溶剂作为萃取溶剂, 与传统的索氏萃取相比, 可大大提高邻苯二甲酸酯检测的前处理效率, 萃取效率可提高 30% 左右, 而且前处理的时间和溶剂消耗量降低至 20min 和 20ml。该方法的校正曲线线性相关性良好, 检测限分别为 10 mg/kg (DBP、BBP、DEHP、DNOP) 和 50mg/kg (DINP、DIDP), 平均回收率为 85.4%~102.5%, RSD 为 3.4%~6.2%。