沙琪玛中塑化剂的测定

一、提取

 取沙琪玛5g，捣碎，然后放于玻璃离心管中，加入石油醚20ml，漩涡振荡5min，4000RPM条件下，离心5min，取上清液；再加入石油醚20ml，漩涡振荡5min，离心5min，与上次上清液合并；再加入10ml石油醚，重复上述操作，并合并上清液。

 取上述上清液于100ml旋转蒸发瓶中，在35℃，150RPM条件下蒸发至干，加入5ml 环己烷：乙酸乙酯=1:1溶剂溶解作为凝胶净化样品。

二、净化

 仪器设备：LabTech AutoClean凝胶净化系统、LabTech EV115旋转蒸发仪

 流动相：环己烷：乙酸乙酯=1:1

 流速：5ml/min

 收集8-18分钟馏分

 收集液在40℃，150RPM条件下旋转蒸发至干，加入2ml已腈溶解，作为HPLC样品。

沙琪玛增塑剂加标凝胶净化谱图

沙琪玛凝胶净化谱图

-100

0

100

200

300

400

500

600

700

800

900

1000

1100

mV

2

4

6

8

10

12

14

16

18

20

min

图1：沙琪玛凝胶净化谱图

三、测定

 仪器：LabTech LC 600高效液相色谱

 色谱柱：LabTech ODS 250×4.6mm ID 5μm

 柱温：30℃

 检测波长：230nm

 流动相：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| 时间（min） | 流量（ml/min） | A（乙腈） | B（水） | 曲线类型 |
| 0 | 1.0 | 50 | 50 | 1 |
| 15 | 1.0 | 100 | 0 | 1 |
| 25 | 1.0 | 100 | 0 | 1 |
| 30 | 1.0 | 60 | 40 | 0 |



图2: 5种塑化剂混标HPLC谱图

（依次为：1、DMP 2、DEP 3、DBP 4、DEHP 5、DNOP）



图3: 沙琪玛5种塑化剂加标HPLC谱图

（依次为：1、DMP 2、DEP 3、DBP 4、DEHP 5、DNOP）

四、分析结果

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
|  塑化剂回收率 | DMP  | DEP  | DBP  | DEHP  | DNOP |
| 1 | 70.7 | 83.2 | 75.9 | 81.1 | 67.5 |
| 2 | 78.4 | 85.5 | 80.6 | 85.7 | 70.5 |
| 3 | 80.7 | 90.1 | 81.3 | 88.4 | 73.2 |
| RSD | 5.2 | 3.8 | 2.9 | 5.2 | 5.8 |