

# 饮用水中的邻苯二甲酸酯的测定

北京莱伯泰科仪器股份有限公司

## 前言:

邻苯二甲酸酯(Phthalic Acid Esters ,PAEs) 主要用作塑料增塑剂, 其进入人体和动物体内会有类似雌激素的作用, 干扰内分泌, 导致癌细胞增殖, 并可引发急性中毒。而邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)更是唯一被列入《生活饮用水卫生标准》进行控制与监测的邻苯二甲酸酯类。DEHP的作用类似于人工荷尔蒙, 会损害男性生殖能力并促使女性性早熟, 长期大量摄取会导致肝癌。由于幼儿正处于内分泌系统生殖系统发育期, DEHP对幼几带来的潜在危害会更大。DEHP难溶于水, 在水中都是以痕量存在, 因而在检测中, 需要先对水中的DEHP加以富集。国标《生活饮用水标准检验方法》中利用环己烷对水中的DEHP进行液液萃取(LLE), 但该方法在富集组分含量较低时, 需要采集大量样品, 不仅劳动强度大, 而且有机溶剂用量大, 前处理工作繁杂, 容易造成对环境的污染和对人员的伤害。固相萃取法(Solid Phase Extraction, SPE)采用高效、高选择性的固定相, 利用吸附剂对大体积水样中的有机污染物加以富集, 具有溶剂用量少、分离效果好、操作简单、省时省力等特点。本文采用 Sepaths 全自动固相萃取仪萃取水中的邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP), 并用高效液相色谱检测。

## 实验部分:

### 1.1 仪器与试剂

- Sepaths-6 全自动固相萃取系统 (莱伯泰科有限公司, 美国波士顿)
- LC600 二元高压梯度高效液相色谱 (北京莱伯泰科仪器有限公司, 北京)
- MultiVap-8 平行浓缩仪 (北京莱伯泰科仪器股份有限公司, 北京)
- C-18 固相萃取膜片 (47mm, CPI-12HS)
- 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) 标准品 (98.5%, 液态)
- 甲醇 (色谱纯), 乙腈 (色谱纯), 二氯甲烷 (分析纯), 水 (实验室纯水标准)



### 1.2 标样处理

1.2.1 配置 DEHP 标准储备液: 精确量取 DEHP 标准品 10mg, 用乙腈定容至 100ml 容量瓶中, 配置浓度为 100ppm 的标准储备液。

1.2.2 配置 DEHP 标准使用液: 精确量取 500  $\mu$ L 标准储备液, 用乙腈定容至 10ml 容量瓶中, 配置浓度为 5ppm 的标准使用液, 随用随配。

### 1.3 样品处理

1.3.1 空白样品: 取自来水 1L, 加入 5mL 甲醇, 装入样品瓶中备用。

1.3.2 加标样品: 取自来水 1L, 加入 5mL 甲醇, 加入 1mL 的 DEHP 标准使用液, 装入样品瓶中备用。

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址: 北京空港工业区

电话: 010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真: 010-80486354(总部)/64974268(市场)

1.3.3 样品净化：用二氯甲烷 10mL、甲醇 15mL、纯水 15mL 依次对 C18 萃取膜进行活化，将 1L 水样以 15-20mL/min 的速度通过 C18 萃取膜后干燥 3 分钟，依次用乙腈和二氯甲烷各 7mL 重复洗脱两次。

仪器方法设置如图 1



图 1 仪器方法

收集洗脱液后除水，用 MultiVap-8 平行浓缩仪氮吹浓缩至近干，用 1mL 乙腈定容，待分析。

#### 1.4 高效液相色谱仪 (HPLC) 的检测条件

色谱柱：Labtech C18 (4.6mm X 250mm, 5 μm)，柱温：30℃，紫外检测器波长：230nm

流动相：乙腈，流速：1mL/min，进样量：20 μL

## 实验结果：

### 2.1 邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) 标准使用液 5ppm 的液相色谱图

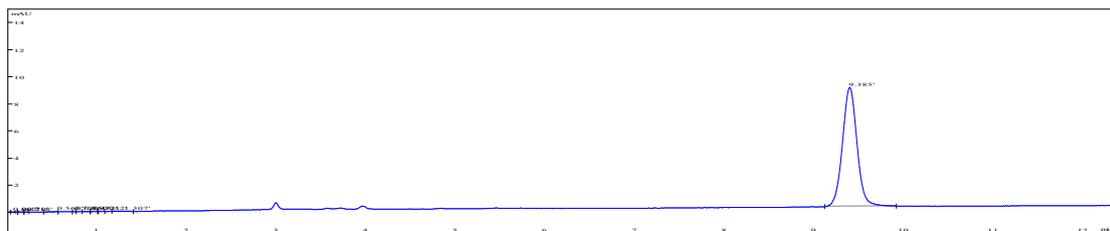


图 2 5ppm 标准品色谱图

### 2.2 空白样品液相色谱图

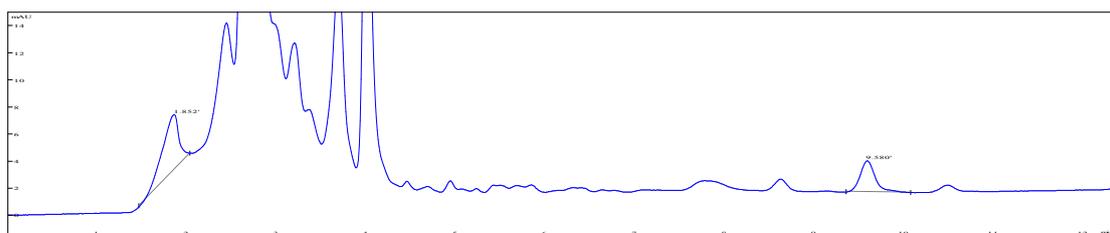


图 3 空白样品色谱图

### 2.3 加标样品液相色谱图

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)

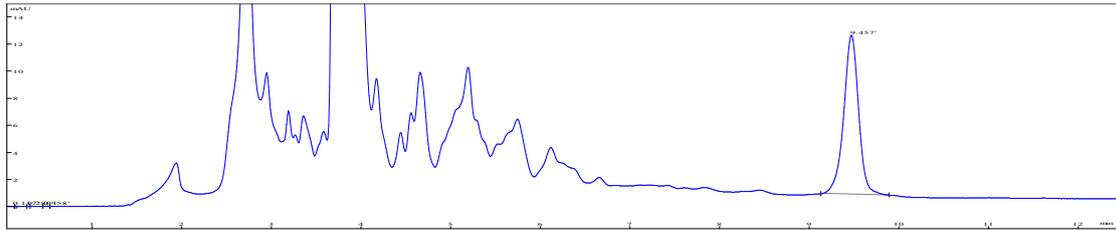


图 4 加标样品 A 色谱图

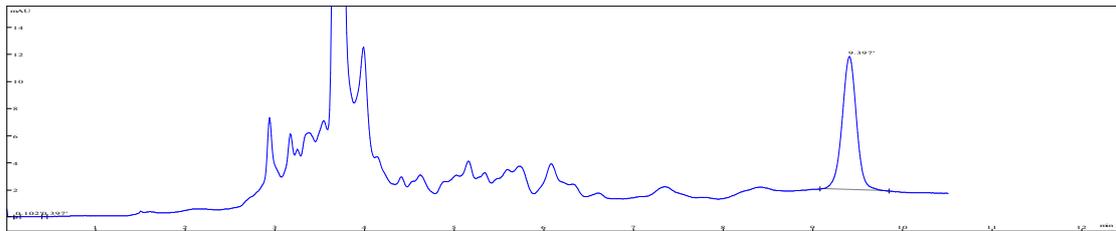


图 5 加标样品 B 色谱图

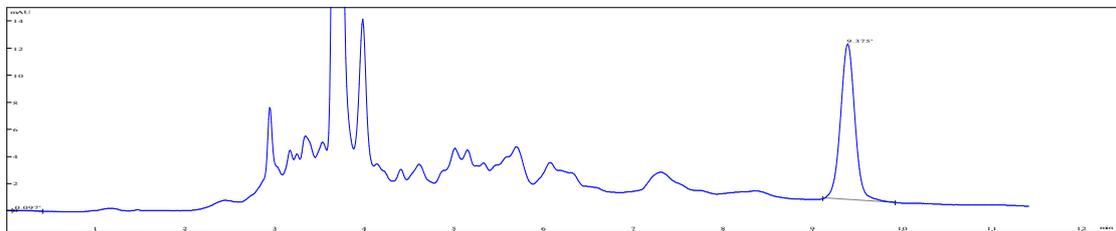


图 6 加标样品 C 色谱图

#### 2.4 加标回收率

本文通过 1L 水样加标做三个平行样考察方法准确度和 C-18 固相萃取膜片及 Sepaths 全自动固相萃取装置的重现性。通过比较加标样品、空白样品和标准使用液的峰面积得到回收率。见下表：

	样品 A	样品 B	样品 C	平均回收率	RSD
加标回收率	110.42%	94.26%	102.78%	102.49%	7.89%

### 结论：

本文建立了使用全自动固相萃取装置和 C18 固相萃取膜进行前处理，采用高效液相色谱法测定水中的邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) 的分析方法。自来水中的加标水平在 5ppb，加标回收率在 94.26%~110.42%之间，重复性 (RSD) 为 7.89%。实验结果表明，该方法稳定可靠且简单高效，适用于水中邻苯二甲酸酯的检测。

参考文献：

[1] EPA Method 3535A Solid-Phase Extraction (SPE)

撰稿人：康锐

北京莱伯泰科仪器有限公司

地址：北京空港工业区

电话：010-80486450(总部)/64973119(市场)

传真：010-80486354(总部)/64974268(市场)