

食品大讲堂

迪马科技酒类产品中 17 种塑化剂检测



主讲：Dikma

主办：[食品伙伴网](#)

制作：foodmatebak 版权所有：食品伙伴网

目录

Foodspace陈词	2
课堂讲述	3
塑化剂-邻苯二甲酸酯简介	3
二、塑化剂检测方法及标准.....	6
三、迪马科技酒中 17 种塑化剂检测整体解决方案.....	8
四、迪马科技多种食品基质中塑化剂检测解决方案.....	17
五、迪马科技多种药品基质中塑化剂检测解决方案.....	37
在线问答	47
结束语	53

Foodspace 陈词

大家好，食品大讲堂开课啦。本次大讲堂讲课为有奖课程，欢迎大家积极参与！

本次课程我们依旧请到的是迪马科技的 Dikma 老师，为我们主要讲解迪马科技对酒类产品中 17 种塑化剂的检测。

本次课程大纲：

1. 塑化剂-邻苯二甲酸酯简介
2. 塑化剂检测方法及标准
3. 迪马科技白酒及红酒中 17 种塑化剂检测解决方案
4. 迪马科技多种食品基质中塑化剂检测解决方案
5. 迪马科技多种药品基质中塑化剂检测解决方案

讲课老师简介：

Dikma，论坛中级会员，迪马科技技术培训讲师--陈治春，分析化学硕士，近几年一直从事固相萃取等样品前处理技术的市场培训工作，培训用户涉及出入境检验检疫、质检、疾控、环境、科研院所、食品药品等系统，得到用户的广泛认可。

曾进行的培训包括：

蒙牛乳业固相萃取及 HPLC 技术培训 / 金锣集团固相萃取技术培训 / 哈尔滨工业大学国际持久性有机污染物会议应用技术讲座 / 全国食品药品检验系统固相萃取技术培训 / 第二届全国食品检测技术及实验室管理交流会 / 2011 中国青岛国际食品安全检测技术及仪器设备展览会技术培训 / 北京疾病预防控制系统固相萃取技术及 HPLC 技术培训 / 山东省疾控系统固相萃取技术培训 / 吉林省质检系统固相萃取技术培训 / 浙江省公安系统固相萃取技术培训 / 浙江省农科院固相萃取技术培训 / 湖北省农检系统固相萃取技术培训

迪马科技塑化剂检测专用玻璃固相萃取柱——ProElut PSA 产品介绍

ProElut PSA 由硅胶键合乙二胺基-N- 丙基得到，有两个氨基，其共轭酸的 pKa 值分别为 10.1 和 10.9，与 NH₂ 相似但比 NH₂ 柱具有更强的离子交换能力。同时 PSA 可与金属离子产生螯合作用，用于提取金属离子。

相关应用：

[多种食品中邻苯二甲酸酯（塑化剂）的检测](#)

[药品中塑化剂-邻苯二甲酸酯的检测](#)

[酒类产品中塑化剂的检测—GCMS法](#)

课堂讲述

各位食品伙伴网的版友，大家好！

又一次与大家见面了，今天和大家一起谈论的是最近异常热点的白酒中塑化剂超标事件，我们想要和大家分享的是迪马科技针对这一事件推出的整体解决方案。无论是您正在检测塑化剂还是准备检测塑化剂，希望这个解决方案都能给您带来帮助！

下面开始我们今天的介绍！

塑化剂-邻苯二甲酸酯简介

增塑剂，又称塑化剂，是工业上被广泛使用的高分子材料助剂，在塑料加工中添加这种物质，可以使其柔韧性增强，容易加工，可合法用于工业用途。2011 年 5 月起台湾食品中先后检出 DEHP、DINP、DNOP、DBP、DMP、DEP 等 6 种邻苯二甲酸酯类塑化剂成分，药品中检出 DIDP。截止 6 月 8 日，台湾被检测出含塑化剂食品已达 961 项。6 月 1 日卫生部紧急发布公告，将邻苯二甲酸酯（也叫酞酸酯）类物质，列入食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单。主要包括：

1. 邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)
2. 邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)
3. 邻苯二甲酸二苯酯
4. 邻苯二甲酸二甲酯(DMP)
5. 邻苯二甲酸二乙酯(DEP)
6. 邻苯二甲酸二丁酯(DBP)
7. 邻苯二甲酸二戊酯(DPP)
8. 邻苯二甲酸二己酯(DHXP)
9. 邻苯二甲酸二壬酯(DNP)
10. 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)
11. 邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)
12. 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)
13. 邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)
14. 邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP)
15. 邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)
16. 邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)
17. 邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(BMPP)

增塑剂的分类方法很多。根据分子量的大小可分为单体型增塑剂和聚合型增塑剂；根据物状可分为液体增塑剂和固体增塑剂；根据性能可分为通用增塑剂、耐寒增塑剂、耐热增塑剂、阻燃增塑剂等；根据增塑剂化学结构分类是常用的分类方法。

按照化学结构划分为以下各类：

- (1) 苯二甲酸酯类(包括邻苯、对苯、间苯二甲酸酯)。
- (2) 脂肪族二元酸酯类(包括己二酸酯、壬二酸酯、癸二酸酯)。

- (3)磷酸酯类(包括磷酸脂肪醇酯、磷酸酚酯和含氯磷酸酯)。
- (4)多元醇酯类(包括甘油三醋酸酯、一缩二乙二醇苯甲酸酯等)。
- (5)苯多酸酯类(包括偏苯三酸三辛酯、偏苯三酸三己酯、均苯四酸四酯)。
- (6)柠檬酸酯类[包括柠檬酸三乙酯、乙酰柠檬酸三乙酯、柠檬酸三丁酯、乙酰柠檬酸三(2-乙基己)酯等]。
- (7)聚酯类(包括己二酸丙二醇聚酯、癸二酸丙二醇聚酯、邻苯二甲酸聚酯等)。
- (8)环氧类(包括环氧大豆油、环氧亚麻子油、环氧油酸丁酯、环氧硬脂酸辛酯、环氧化甘油三酸酯、环氧四氢邻苯二甲酸二辛酯等)。
- (9)含氯类(包括氯化石蜡、五氯硬脂酸甲酯)。
- (10)反应性增塑剂(包括顺丁烯二酸二丁酯、马来酸二辛酯、丙烯酸/甲基丙烯酸多元醇酯、富马酸酯、衣康酸酯、不饱和聚酯树脂等)。

邻苯二甲酸酯类塑化剂

邻苯二甲酸酯是最普遍使用的塑化剂，是由二羧酸邻苯二甲酸及醇类所形成的酯类，有良好的防水性及防油性。这类的塑化剂并非食品或食品添加物，且具有毒性。常见的邻苯二甲酸酯类塑化剂如下：

邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯 (DEHP) 邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) 邻苯二甲酸二丁酯 (DnBP, DBP) 邻苯二甲酸丁苄酯 (BBzP, BBP) 邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP) 邻苯二甲酸二正辛酯 (DOP, DnOP) 邻苯二甲酸二异辛酯 (DIOP) 邻苯二甲酸二乙酯 (DEP) 邻苯二甲酸二异丁酯 (DIBP) 邻苯二甲酸二正己酯 (DnHP) 以下列出邻苯二甲酸酯的致癌性及生殖毒性比较，致癌性部份以国际癌症研究机构 (IARC) 的分类为主。

DEHP	食品包装 医疗器材 建筑材料 塑化剂	动物：有 2B 3类	动物：有 人类：研究中	是
DINP	鞋底 建筑材料 塑化剂	动物：有 未列入致癌物分类中	动物：不明显 人类：研究中	不是
DNOP	地板胶 聚乙烯磁砖 帆布 塑化剂	未列入致癌物分类中	动物：不明显 人类：研究中	不是
DIDP	电缆线 胶鞋 地毯黏胶 橡胶衬垫	未列入致癌物分类中	动物：不明显 人类：研究中	不是
DIBP	油漆 纸浆 纸板 接着剂 塑化剂	未列入致癌物分类中	动物：不明显 人类：研究中	不是

	黏度调整剂			
	食品包装			
DBP	乳胶黏合剂 溶剂	未列入致癌物分类中	动物：有 人类：研究中	是
	建筑材料（含 PVC）			
BBP	人造皮革 汽车内饰 塑化剂	动物：有 3 类	动物：有 人类：研究中	是
	溶剂			
DEP	护理用品 油墨	未列入致癌物分类中	动物：有 人类：研究中	是
	溶剂			
DMP	个人卫生用品 护理用品 油墨	未列入致癌物分类中	动物：不明显 人类：研究中	不是

人体伤害

邻苯二甲酸酯类塑化剂被归类为疑似环境荷尔蒙，其生物毒性主要属雌激素与抗雄激素活性，会造成内分泌失调，阻害生物体生殖机能，包括生殖率降低、流产、天生缺陷、异常的精子数、睾丸损害，还会引发恶性肿瘤、造成畸形儿。

塑化剂 DEHP 的作用类似于人工荷尔蒙，会危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 对幼儿带来的潜在危害会更大。

幼儿使用后果

- 1、可能会造成小孩性别错乱，包括生殖器变短小（[6]男婴生殖器官至肛门之间的距离缩短）、性征不明显。
- 2、目前虽无法证实对人类是否致癌，但对动物会产生致癌反应。
- 3、邻苯二甲酸酯可能影响胎儿和婴幼儿体内荷尔蒙分泌，引发激素失调，有可能导致儿童性早熟。

避免危害方法

1. 人体暴露在塑化剂下最多的情况是经由食物的摄取进入人体，我们可以修正生活习惯降低塑化剂的吸收，譬如在选择食品容器时，应当避免使用塑料材质，改以高质量的不锈钢、玻璃、陶瓷器为主。
2. 尽量避免食物与塑料容器的长间接接触或浸泡，降低塑化剂溶出的机会。

3.保存食品经常会使用到的保鲜膜，宜选择完全不添加塑化剂的 PE、PVDC 材质，并避免高温加热。

4.必需加热有保鲜膜之食材时，则可在保鲜膜上戳数个小洞，让气体可以释出，在包覆时也要避免直接接触到食物。

二、塑化剂检测方法 & 标准

在网上找到的关于邻苯二甲酸酯的限量标准

国家	限制条件	限量																					
	邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)																						
	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	适应于 3 岁以下不可放入口中所有儿童玩具或儿童护理品: DEHP+DBP+BBP ≤ 0.1%																					
欧盟 REACH 2005/84/EC	邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)																						
	邻苯二甲酸二异壬 (DINP)																						
	邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)	可被放入口中的所有玩具或儿童护理品: DEHP+DIDP+DNOP ≤ 0.1%																					
	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)																						
		<table border="1"> <thead> <tr> <th><12 岁且不能放入口的玩具</th> <th><12 岁且能放入口的玩具</th> <th>儿童护理品</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)</td> <td>0.1%</td> <td>0.1%</td> </tr> <tr> <td>邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)</td> <td>0.1%</td> <td>0.1%</td> </tr> <tr> <td>邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)</td> <td>0.1%</td> <td>0.1%</td> </tr> <tr> <td>邻苯二甲酸二异壬 (DINP)</td> <td>—</td> <td>0.1%</td> </tr> <tr> <td>邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)</td> <td>—</td> <td>0.1%</td> </tr> <tr> <td>邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)</td> <td>—</td> <td>0.1%</td> </tr> </tbody> </table>	<12 岁且不能放入口的玩具	<12 岁且能放入口的玩具	儿童护理品	邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)	0.1%	0.1%	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	0.1%	0.1%	邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)	0.1%	0.1%	邻苯二甲酸二异壬 (DINP)	—	0.1%	邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)	—	0.1%	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)	—	0.1%
<12 岁且不能放入口的玩具	<12 岁且能放入口的玩具	儿童护理品																					
邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)	0.1%	0.1%																					
邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	0.1%	0.1%																					
邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)	0.1%	0.1%																					
邻苯二甲酸二异壬 (DINP)	—	0.1%																					
邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)	—	0.1%																					
邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)	—	0.1%																					
CPSIA/HR4040 《消费品安全加强法》																							
	邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)	0.1%																					
	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	0.1%																					
	邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)	0.1%																					
	邻苯二甲酸二异壬 (DINP)	—																					
	邻苯二甲酸二异癸酯 (DIDP)	—																					
	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)	—																					
加大拿 CHPA	乙烯基玩具和儿童护理用品	<4 岁可入口的软性乙烯基玩具和儿童护理产品																					

	邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)	0.1%	——
	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	0.1%	——
	邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)	0.1%	——
	邻苯二甲酸二异壬 (DINP)	——	0.1%
	邻苯二甲酸二异癸 酯(DIDP)	——	0.1%
	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)	——	0.1%
	邻苯二甲酸二异辛 (DEHP)		
	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)		0.1%
	邻苯二甲酸丁苄酯 (BBP)		
中国玩具用油	邻苯二甲酸二异壬 (DINP)		
漆	邻苯二甲酸二异癸 酯(DIDP)		0.1%
	邻苯二甲酸二辛酯 (DNOP)		

邻苯二甲酸酯检测方法已非常成熟，国内外都发布了检测标准。一般是用有机溶剂萃取后使用气相色谱质谱联用仪(GC-MS)进行检测。

我国邻苯二甲酸酯主要检测标准

GB/T 21928-2008 食品塑料包装材料中邻苯二甲酸酯的测定

GB/T 21911-2008 食品中邻苯二甲酸酯的测定

GB/T 22048-2008 玩具及儿童用品 聚氯乙烯塑料中邻苯二甲酸酯增塑剂的测定

GB/T 20388-2006 纺织品 邻苯二甲酸酯的测定

化妆品中邻苯二甲酸类物质检测方法

三、迪马科技酒中 17 种塑化剂检测整体解决方案

近日，白酒行业爆出了“塑化剂超标”事件，引起了市场的广泛关注。已知白酒生产过程中自身发酵环节不产生塑化剂。白酒产品中的塑化剂主要源于塑料接酒桶、成品酒塑料桶包装等。塑化剂的危害不言而喻，2012 年 6 月 1 日，卫生部曾紧急发布通知，将 17 种塑化剂列入《第六批食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂名单》，并公布了检测方法。

迪马科技之前曾发布多种食品（食用油、方便面、方便面酱包、薯片、饮料、牛奶、可乐等）及药品（糖浆、片剂、颗粒）基质中塑化剂的解决方案，针对白酒塑化剂超标事件，迪马科技开发出酒类产品中塑化剂的解决方案，使用 ProElut PSA 玻璃固相萃取小柱净化，分别运用 GC-MS、HPLC 两种分析方法测定，满足更多用户检测塑化剂的需求，详细解决方案如下：

酒类产品中塑化剂的检测—GCMS法

1、适用范围

本方法适用于白酒、红酒等酒类样品中 17 种邻苯二甲酸酯类检测。

2、样品提取

准确量取 5 mL 样品置于具塞玻璃管中，加入 10 mL 正己烷：甲基叔丁基醚（1:1），充分涡旋混合 2 min，4000 r/min 转速下离心 2 min，取上清液，再用 10 mL 正己烷：甲基叔丁基醚（1:1）重复提取一次，合并两次上清液，于 40 °C 水浴中氮吹至近干，用正己烷定容至 2 mL，待净化。

3、SPE柱净化—— ProElut PSA玻璃固相萃取柱（Cat.#: 63206G）

- | | |
|-----------|--|
| (1) 活化： | 向 SPE 小柱中加入 1.0 g 无水硫酸钠，再依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液； |
| (2) 上样： | 加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内，收集流出液； |
| (3) 洗脱： | 依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4%丙酮-正己烷溶液，接收流出液，合并步骤(2)、(3)流出液； |
| (4) 重新溶解： | 40 °C 缓慢氮气流条件下吹至近干(约 0.5 mL)后挥干，用正己烷定容至 1 mL，供 GC-MS 检测。 |

4、色谱条件

4.1 GC-MS分析条件

色谱柱：DM-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm (Cat.#: 8221)

进样口温度：280 °C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，5 °C/min 升温至 300 °C，保持 20 min

载气：氦气，流速：1 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230 °C

接口温度：280 °C

溶剂延迟：5 min

5、添加回收结果

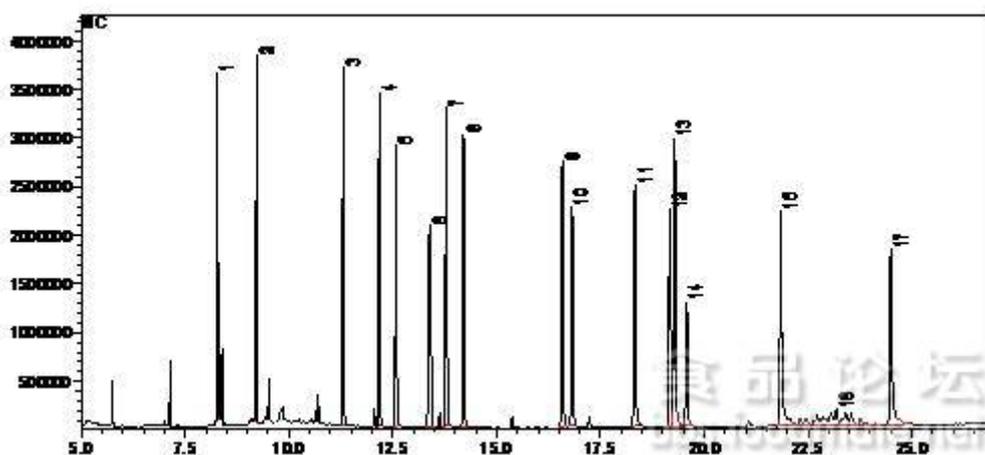
白酒中 17 种邻苯二甲酸酯类添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/L)	回收率 (%)
1	DMP	1.0	85.31
2	DEP	1.0	96.74
3	DIBP	1.0	95.32
4	DBP	1.0	82.41
5	DMEP	1.0	93.03
6	BMPP	1.0	106.24
7	DEEP	1.0	96.28
8	DPP	1.0	98.79
9	DHXP	1.0	100.86
10	BBP	1.0	101.56
11	DBEP	1.0	104.27
12	DCHP	1.0	97.01
13	DEHP	1.0	111.76
14	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	90.31
15	DNOP	1.0	106.58
16	DINP	1.0	98.09
17	DNP	1.0	99.78

红酒中 17 种邻苯二甲酸酯类添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/L)	回收率 (%)
1	DMP	1.0	85.34

2	DEP	1.0	91.43
3	DIBP	1.0	98.51
4	DBP	1.0	95.56
5	DMEP	1.0	96.92
6	BMPP	1.0	102.25
7	DEEP	1.0	104.55
8	DPP	1.0	98.61
9	DHXP	1.0	95.59
10	BBP	1.0	96.01
11	DBEP	1.0	99.75
12	DCHP	1.0	91.84
13	DEHP	1.0	95.61
14	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	92.43
15	DNOP	1.0	98.52
16	DINP	1.0	98.48
17	DNP	1.0	103.48



17 种邻苯二甲酸酯标准品 (5 mg/L) TIC图

酒类产品中塑化剂的检测—GCMS法相关产品信息

货号	名称	规格
样品前处理		
63206G	ProElut PSA 玻璃 SPE 柱	1 g / 6 mL 30/pk
65584	ProElut Na2SO4 无水硫酸钠	500g
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1, 3, 6 mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk

99011	真空/正压两用泵, 无油 抽滤瓶套装	1/pk
99013	(包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
37177	针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 μ m 100/pk
37180	针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 μ m 100/pk
色谱柱及保护柱		
8221	DM-5MS 毛细管色谱柱	30m x 0.25mm x 0.25 μ m
标准品		
12-SP-DC04Z	邻苯二甲酸酯混标 (17 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-16 组份以及 DINP	1mL, 1,000ug/mL 在正己烷中
12-SP-DC05Z	邻苯二甲酸酯混标 (17 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-16 组份以及 DINP	1mL, 1,000ug/mL 在乙腈中
12-PT8061-1JM	邻苯二甲酸酯混标 (16 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-13、15、16 组份	1mL, 1,000ug/mL 在异辛烷中
12-PT8061-1M	邻苯二甲酸酯混标 (16 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-13、15、16 组份	5mL, 1,000ug/mL 在异辛烷中
12- N-11770-1G 46595	邻苯二甲酸二甲酯 (DMP) [131-11-3]	1g 500mg
12- N-11704-1G 46594	邻苯二甲酸二乙酯 (DEP) [84-66-2]	1g 500mg
12- N-11728-5G 46588	邻苯二甲酸二异丁酯 (DIBP) [84-69-5]	5g 500mg
12- N-11589-1G 46597	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP) [84-74-2]	1g 500mg
12- N-11304-500MG 46589	邻苯二甲酸二(2-甲氧基乙基)酯 (DMEP) [117-82-8]	500mg 500mg
12- N-11309-10G 46600	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯 (BMPP) [146-50-9]	10g 500mg
12- N-11216-10G 46601	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯 (DEEP) [605-54-9]	10g 500mg
12- N-11620-500MG 46593	邻苯二甲酸二戊酯 (DPP) [131-18-0]	500mg 500mg
12- N-11596-5G	邻苯二甲酸二己酯 (DHXP) [84-75-3]	5g

46596		500mg
12- N-11360-5G	邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)	5g
46598	[85-68-7]	500mg
12- N-11305-5G	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)	5g
46590	[117-83-9]	500mg
12- N-11684-10G	邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)	10g
46602	[84-61-7]	500mg
12- N-11226-1G	邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯	1g
46592	(DEHP) [117-81-7]	500mg
12- N-11798-10G	邻苯二甲酸二苯酯[84-62-8]	10g
46591		500mg
12- N-11601-10G	邻苯二甲酸正二辛酯(DNOP)	10g
46603	[117-84-0]	500mg
12- N-11785-5G	邻苯二甲酸二壬酯(DNP) [84-76-4]	5g
46599		500mg
		1L
54-376663-1L	邻苯二甲酸二异壬酯(DINP) [28553-12-0]	ester content ≥99 % (mixture of C9 isomers), technical grade
HPLC 溶剂 √ 缓冲盐 √ 离子对试剂		
50101	乙腈 HPLC 级	4 L
50115	正己烷 HPLC 级	4 L
50123	甲基叔丁基醚 HPLC 级	4 L
通用色谱产品		
52401B	瓶架/蓝色	50 孔
52401A	瓶架/白色	50 孔
5323	样品瓶(棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
5325	样品瓶盖/含垫(已经组装)	100/pk
H87900	GC 进样针	5 μL

酒类产品中塑化剂的检测—HPLC法

1 适用范围

本方法适用于白酒、红酒等酒类样品中 17 种邻苯二甲酸酯类检测。

2 样品准备/提取

准确量取 5 mL 样品置于具塞玻璃管中，加入 10 mL 正己烷：甲基叔丁基醚（1:1），充分涡旋混合 2 min，4000 r/min 转速下离心 2 min，取上清液，再用 10 mL 正己烷：甲基叔丁基醚（1:1）重复提取一次，合并两次上清液，于 40 °C 水浴中氮吹至近干，用正己烷定容至 2 mL，待净化。

3 SPE 柱净化—— ProElut PSA 玻璃固相萃取柱 (Cat. #: 63206G)

- (1) 活化：向 SPE 小柱中加入 1.0 g 无水硫酸钠，再依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内，收集流出液；
- (3) 洗脱：依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4%丙酮-正己烷溶液，接收流出液，合并步骤 (2)、(3) 流出液；
- (4) 重新溶解：40 °C 缓慢氮气流条件下吹至近干 (约 0.5 mL) 后挥干，用乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 检测。

4 色谱条件

色谱柱：Diamonsil C18 (2)，250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat. #: 99603)

流速：1.0 mL/min

检测器：UV 224 nm

柱温：30 °C

进样量：20 μL

流动相：A: 水, B: 乙腈

梯度洗脱条件:

时间 (min)	0	5	15	40	55	60	75	90	91
A (%)	50	50	36	36	35.5	25	0	0	50
B (%)	50	50	64	64	64.5	75	100	100	50

5 添加回收结果

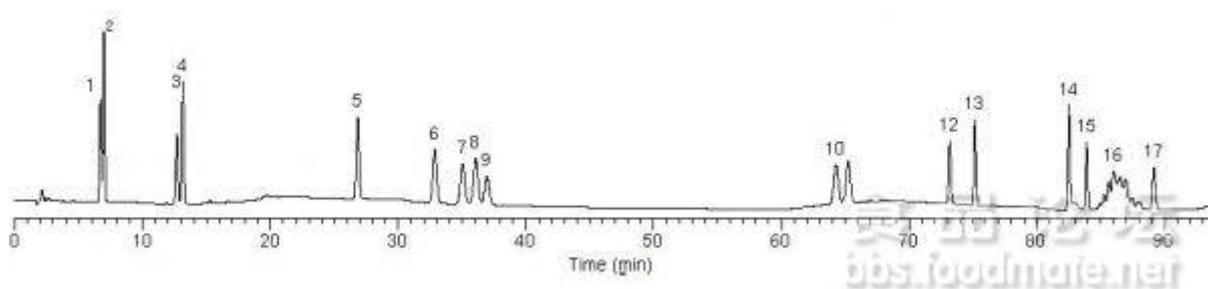
白酒中 17 种邻苯二甲酸酯类添加回收结果

NO	分析物	添加水平 (mg/L)	回收率 (%)
1	DMEP	1.0	86.54%
2	DMP	1.0	93.06%
3	DEEP	1.0	93.41%
4	DEP	1.0	79.93%
5	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	89.64%
6	BBP	1.0	101.35%
7	DIBP	1.0	106.18%

8	DBP	1.0	94.58%
9	DBEP	1.0	96.94%
10	DPP	1.0	98.34%
11	DCHP	1.0	99.93%
12	BMPP	1.0	98.73%
13	DHXP	1.0	100.00%
14	DEHP	1.0	85.69%
15	DNOP	1.0	93.45%
16	DINP	5.0	105.58%
17	DNP	1.0	99.85%

红酒中 17 种邻苯二甲酸酯类添加回收结果

NO	分析物	添加水平 (mg/L)	回收率 (%)
1	DMEP	1.0	86.92%
2	DMP	1.0	89.65%
3	DEEP	1.0	102.59%
4	DEP	1.0	93.59%
5	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	91.80%
6	BBP	1.0	106.63%
7	DIBP	1.0	102.85%
8	DBP	1.0	106.30%
9	DBEP	1.0	97.56%
10	DPP	1.0	96.37%
11	DCHP	1.0	97.04%
12	BMPP	1.0	95.06%
13	DHXP	1.0	96.38%
14	DEHP	1.0	97.96%
15	DNOP	1.0	107.03%
16	DINP	5.0	106.10%
17	DNP	1.0	106.44%



17 种邻苯二甲酸酯类标准品的液相色谱图

酒类产品中塑化剂的检测—HPLC法相关产品信息

货号	名称	规格
样品前处理		
63206G	ProElut PSA 玻璃 SPE 柱	1 g / 6 mL 30/pk
65584	ProElut Na2SO4 无水硫酸钠	500g
244358	12 管防交叉污染真空 SPE 萃取装置	12 位
4803	1, 3, 6 mL 柱管通用连接器	15/pk
4806	考克(控制流量)	15/pk
99011	真空/正压两用泵, 无油	1/pk
99013	抽滤瓶套装 (包括硅橡胶管 2 米, 2L 抽滤瓶及橡胶塞)	1/pk
37177	针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.22 μ m 100/pk
37180	针头式过滤器 Nylon	13 mm, 0.45 μ m 100/pk
色谱柱及保护柱		
反相高效液相色谱柱		
99603	Diamonsil C18(2)	250 \times 4.6 mm, 5 μ m 10 \times 4.0 mm 1/pk
6201	EasyGuard C18 保护柱	2 个柱芯+1 个柱套
标准品		
12-SP-DC04Z	邻苯二甲酸酯混标 (17 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-16 组份以及 DINP	1mL, 1,000ug/mL 在正己烷中
12-SP-DC05Z	邻苯二甲酸酯混标 (17 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-16 组份以及 DINP	1mL, 1,000ug/mL 在乙腈中
12-PT8061-1JM	邻苯二甲酸酯混标 (16 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-13、15、16 组份	1mL, 1,000ug/mL 在异辛烷中
12-PT8061-1M	邻苯二甲酸酯混标 (16 种组份), 包括 GB/T 21911-2008 中 1-13、15、16 组份	5mL, 1,000ug/mL 在异辛烷中
12- N-11770-1G 46595	邻苯二甲酸二甲酯(DMP)[131-11-3]	1g 500mg
12- N-11704-1G 46594	邻苯二甲酸二乙酯(DEP)[84-66-2]	1g 500mg

12- N-11728-5G 46588	邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)[84-69-5]	5g 500mg
12- N-11589-1G 46597	邻苯二甲酸二丁酯(DBP) [84-74-2]	1g 500mg
12- N-11304-500MG 46589	邻苯二甲酸二(2-甲氧基乙基)酯 (DMEP)[117-82-8]	500mg 500mg
12- N-11309-10G 46600	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯 (BMPP)[146-50-9]	10g 500mg
12- N-11216-10G 46601	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP) [605-54-9]	10g 500mg
12- N-11620-500MG 46593	邻苯二甲酸二戊酯(DPP)[131-18-0]	500mg 500mg
12- N-11596-5G 46596	邻苯二甲酸二己酯(DHXP)[84-75-3]	5g 500mg
12- N-11360-5G 46598	邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP) [85-68-7]	5g 500mg
12- N-11305-5G 46590	邻苯二甲酸二 (2-丁氧基)乙酯(DBEP) [117-83-9]	5g 500mg
12- N-11684-10G 46602	邻苯二甲酸二环己酯(DCHP) [84-61-7]	10g 500mg
12- N-11226-1G 46592	邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯(DEHP) [117-81-7]	1g 500mg
12- N-11798-10G 46591	邻苯二甲酸二苯酯[84-62-8]	10g 500mg
12- N-11601-10G 46603	邻苯二甲酸正二辛酯 (DNOP) [117-84-0]	10g 500mg
12- N-11785-5G 46599	邻苯二甲酸二壬酯(DNP)[84-76-4]	5g 500mg
54-376663-1L	邻苯二甲酸二异壬酯(DINP) [28553-12-0]	1L ester content $\geq 99\%$ (mixture of C9 isomers), technical grade

HPLC 溶剂 √ 缓冲盐 √ 离子对试剂

50101	乙腈 HPLC 级	4 L
50115	正己烷 HPLC 级	4 L
50123	甲基叔丁基醚 HPLC 级	4 L

通用色谱产品

52401B	瓶架/蓝色	50 孔
52401A	瓶架/白色	50 孔
5323	样品瓶 (棕色/螺纹)	2 mL, 100/pk
5325	样品瓶盖/含垫 (已经组装)	100/pk
H80465	HPLC 进样针	25 μ L

昨天和大家分享了酒类产品中塑化剂检测的解决方案，感兴趣的版友可以申请试用装，按照我们的条件进行一下检测。试用装的申请表已在首页贴出，大家下载填写完整后可以发到我们的邮箱，我们会按照您提供的地址给您寄出。试用装为 5 只固相萃取柱。

今天我们分享一下我们用这款固相萃取柱做的食品中的塑化剂的检测：这可能会得到大家更多地关注，毕竟“民以食为天，食以安为先”。

四、迪马科技多种食品基质中塑化剂检测解决方案

牛奶中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用牛奶中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

称取 2 g 牛奶样品于玻璃离心管中，分别加入 2 mL 甲醇、10 mL 正己烷：甲基叔丁基醚 ($V:V = 1:1$) 后，充分混合 2 min，在 4000 r/min 转速下离心 2 min，吸取上清液，再用 10 mL 正己烷：甲基叔丁基醚 ($V:V = 1:1$) 重复提取一次，合并两次上清液，40 $^{\circ}$ C 下氮气吹至近干，用正己烷定容至 2 mL，待净化。

3 SPE 柱净化——ProElut PSA 玻璃萃取柱 (货号：63206G)

- (1) 活化：依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；（含水样品，活化前向小柱中加入 1 g 无水硫酸钠）
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内；
- (3) 洗脱：依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液，收集流出液，在 40 $^{\circ}$ C 的温度，缓慢氮气流条件下吹至近干（约 0.5 mL）后挥干，乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 或 GC-MS 检测。（如含有少量油滴，离心后取清液进行检测）

4 GC-MS 分析条件

色谱柱：DM-5MS, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m

进样口温度：280 $^{\circ}$ C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，再以 5 °C/min 升温至 300 °C，保持 20 min

载气：氦气，流速：1 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μ L

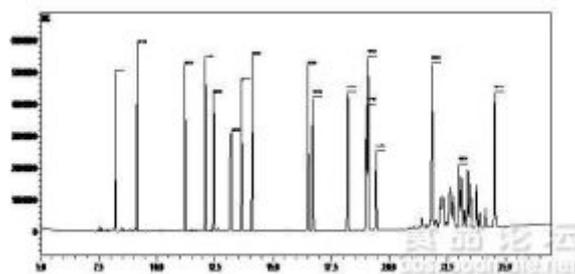
离子源温度：230 °C

接口温度：280 °C

溶剂延迟：5 min

5 添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	0.25	88.26
2	DEP	0.25	93.69
3	DIBP	0.25	95.81
4	DBP	0.25	98.80
5	DMEP	0.25	85.49
6	BMPP	0.25	94.37
7	DEEP	0.25	92.05
8	DPP	0.25	90.75
9	DHXP	0.25	82.77
10	BBP	0.25	90.87
11	DBEP	0.25	91.91
12	DCHP	0.25	93.61
13	DEHP	0.25	87.32
14	邻苯二甲酸二苯酯	0.25	78.07
15	DNOP	0.25	82.12
16	DINP	1.25	76.72
17	DNP	0.25	84.91



17 种邻苯二甲酸酯标准品 TIC 图

表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间 (min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	8.201	163	77、76
2	DEP	9.147	149	177、65
3	DIBP	11.205	149	57、41
4	DBP	12.082	149	41、150
5	DMEP	12.449	59	58、45
6	BMPP	13.160	149	85、43
7	DEEP	13.642	45	72、73
8	DPP	14.101	149	43、41
9	DHXP	16.493	149	43、41
10	BBP	16.707	149	91、206
11	DBEP	18.219	57	56、45
12	DCHP	19.017	149	55、67
13	DEHP	19.087	57	149、71
14	邻苯二甲酸二苯酯	19.433	225	77、76
15	DNOP	21.842	149	43、57
16	DINP	23.377	149	71、43
17	DNP	24.537	149	43、41

食用油中 23 种邻苯二甲酸酯的测定-GC/MS 法

1 适用范围

本方法适用于食用油等含油脂液体样品中邻苯二甲酸酯检测。

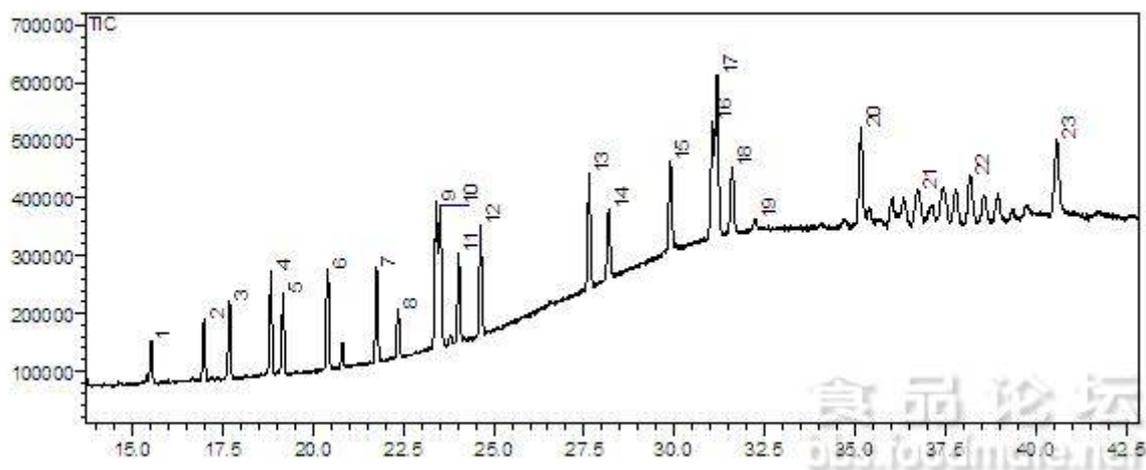
2 样品准备/提取

2.1 称取样品 1.0 g 于玻璃离心管中，加入 2 mL 正己烷和 10 mL 乙腈，涡旋 2 min、以不低于 4000 r/min 的转速离心 2 min，分层，取出下层清液；

2.2 向残留溶剂中加入 10 mL 乙腈，涡旋 2 min、以不低于 4000 r/min 的转速离心 2 min，分层，取出下层清液，合并两次提取液，40 °C 下氮气吹至近干，加入 2 mL 正己烷，振荡混匀，待净化。

3 SPE 柱净化——ProElut PSA 玻璃固相萃取柱（货号：63206G）

- (1) 活化：依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；（含水样品，活化前向小柱中加入 1 g 无水硫酸钠）
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内；
依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液，收集流出液，在 40 °C 的温度，缓慢氮气流条件下吹至近干（约 0.5 mL）后挥干，乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 或 GC-MS 检测。（如含有少量油滴，离心后取清液进行检测）
- (3) 洗脱：



食用油-23 种塑化剂

4 GC-MS 分析条件

色谱柱：DM-5MS 60 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280 °C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，再以 5 °C/min 升温至 300 °C，保持 30 min

载气：氦气，流速：0.5 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量: 1 μ L

离子源温度: 230 $^{\circ}$ C

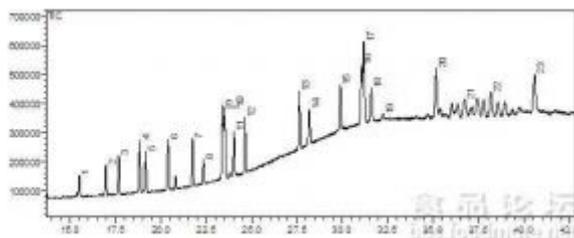
接口温度: 280 $^{\circ}$ C

溶剂延迟: 10 min

电子轰击电离源 (EI): 选择离子监测模式 (SIM), 分组监测见表 1

表 1 选择离子监测组表

通道	起始时间	结束时间	选择离子 (m/z)
1	15.02	16.25	163, 77, 76
2	16.25	18.25	149, 177, 65, 43, 150
3	18.25	19.78	41, 149, 39, 43
4	19.78	21.07	149, 57, 41
5	21.07	22.86	149, 41, 150, 59, 58, 45
6	22.86	26.14	149, 71, 43, 85, 73, 72, 45, 150
7	26.14	29.06	149, 43, 41, 91, 206,
8	29.06	30.5	57, 56, 45
9	30.5	33.71	149, 57, 41, 167, 55, 225, 77, 76
10	33.71	35.96	149, 43, 57
11	35.96	37.47	149, 71, 57
12	37.47	39.4	149, 71, 57
13	39.4	43	149, 43, 41



23 种邻苯二甲酸酯标准品 TIC 图

表 2 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间 (min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	15.516	163	77, 76

2	DEP	16.974	149	177 , 65
3	DIPrP	17.673	149	43 , 150
4	DAP	18.82	41	149 , 39
5	DPrP	19.158	149	43 , 41
6	DIBP	20.393	149	57 , 41
7	DBP	21.748	149	41 , 150
8	DMEP	22.335	59	58 , 45
9	DIPP	23.384	149	71 , 43
10	BMPP	23.484	85	43 , 149
11	DEEP	24.015	73	72 , 45
12	DPP	24.618	149	43 , 150
13	DHXP	27.67	14	43 , 41
14	BBP	28.213	149	91 , 206
15	DBEP	29.91	57	56 , 45
16	DHP	31.081	149	57 , 41
17	DEHP	31.201	149	57 , 167
18	DCHP	31.617	149	167 , 55
19	DPhP	32.244	225	77 , 76
20	DNOP	35.174	149	43 , 57
21	DINP	36.713	149	71 , 57
22	DIDP	38.194	149	71 , 57
23	DNP	40.584	149	43 , 41

5 添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)	
			添加 1	添加 2
1	DMP	0.1	80.30	78.72
2	DEP	0.1	90.92	85.44
3	DIPrP	0.1	114.67	94.39
4	DAP	0.1	102.29	87.80
5	DPrP	0.1	100.58	90.19
6	DIBP	0.1	92.78	101.00
7	DBP	0.1	116.84	133.67
8	DMEP	0.1	67.84	70.66
9	DIPP	0.1	87.82	92.38
10	BMPP	0.1	94.41	83.63

11	DEEP	0.1	87.91	84.93
12	DPP	0.1	100.28	104.37
13	DHXP	0.1	85.37	86.95
14	BBP	0.1	106.58	110.78
15	DBEP	0.1	69.57	69.10
16	DHP	0.1	71.54	68.73
17	DEHP	0.1	116.84	109.33
18	DCHP	0.1	93.87	96.66
19	DPhP	0.1	109.73	84.23
20	DNOP	0.1	70.00	73.36
21	DINP	0.1	91.13	85.28
22	DIDP	0.1	68.88	71.58
23	DNP	0.1	89.99	86.87

食用油中邻苯二甲酸酯的测定-HPLC 方法

1 适用范围

本方法适用于食用油等含油脂液体样品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

称取样品 0.2 g 于玻璃离心管中，加入 5 mL 乙腈，涡旋 2 min，超声 2 min，以不低于 4000 r/min 的转速离心 2 min，将上清液转移至洁净的试管中，40 °C 下氮气吹至近干，加入 2 mL 正己烷，振荡混匀，待净化。

3 SPE 柱净化——ProElut PSA 玻璃固相萃取柱（货号：63206G）

- (1) 活化：依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；（含水样品，活化前向小柱中加入 1 g 无水硫酸钠）
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内；
- (3) 洗脱：依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液，收集流出液，在 40 °C 的温度，缓慢氮气流条件下吹至近干（约 0.5 mL）后挥干，乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 或 GC-MS 检测。（如含有少量油滴，离心后取清液进行检测）

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱：DM-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280 °C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，再以 5 °C/min 升温至 300 °C，保持 20 min

载气：氦气，流速：1 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230 °C

接口温度：280 °C

溶剂延迟：5 min

4.2 HPLC 分析条件

色谱柱：Diamonsil C18 (2) , 250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat.#99603)

流速：1.0 mL/min

检测器：* UV 224m

柱温：30 °C

进样量：20 μL

流动相：乙腈、水，梯度洗脱

梯度洗脱条件：

时间 (min)	0	10	15	35	36	40
乙腈 (%)	50	90	100	100	50	50

*本方法中，目标化合物是由 HPLC 测定，当使用者采用其它方式进行检测时，同样可以采用本方法进行样品前处理。

5 添加回收结果

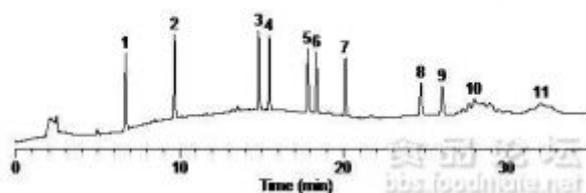
食用油中 17 种邻苯二甲酸酯的 GC-MS 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1.0	88.13

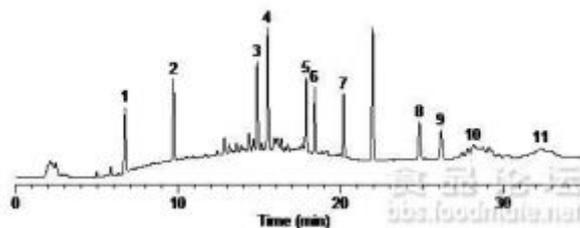
2	DEP	1.0	93.60
3	DIBP	1.0	94.09
4	DBP	1.0	93.53
5	DMEP	1.0	88.04
6	BMPP	1.0	87.62
7	DEEP	1.0	107.62
8	DPP	1.0	101.75
9	DHXP	1.0	100.39
10	BBP	1.0	107.54
11	DBEP	1.0	94.34
12	DCHP	1.0	103.93
13	DEHP	1.0	95.03
14	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	106.85
15	DNOP	1.0	88.50
16	DINP	5.0	90.73
17	DNP	1.0	87.05

食用油中 11 种邻苯二甲酸酯的 HPLC 检测添加回收结果

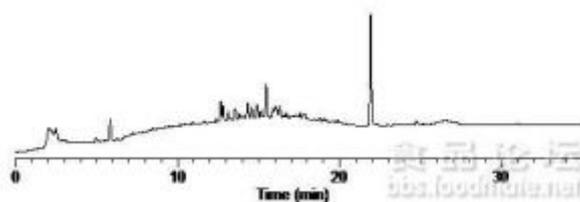
NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	10	85.95
2	DEP	10	87.51
3	DBP	10	94.41
4	DPP	10	95.74
5	DHP	10	99.58
6	BBP	10	99.89
7	DCHP	10	98.43
8	DEHP	10	92.48
9	DNOP	10	92.78
10	DINP	50	87.83
11	DIDP	50	85.41



11 种邻苯二甲酸酯标准品 HPLC 色谱图



食用油（加标）HPLC 色谱图



食用油（空白）HPLC 色谱图

薯片中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用于薯片等含油脂固体样品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

称取均质样品 0.5 g 于玻璃离心管中，加入 10 mL 正己烷，涡旋混合 2 min，以不低于 4000 r/min 的转速离心 2 min，吸取上清液，残渣以 10 mL 正己烷重复提取一次，合并两次上清液，40 °C 下氮气吹至近干，加入 2 mL 正己烷，振荡混匀，待净化。

3 SPE 柱净化——ProElut PSA 玻璃固相萃取柱（货号：63206G）

- (1) 活化：依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；（含水样品，活化前向小柱中加入 1 g 无水硫酸钠）
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内；
- (3) 洗脱：依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液，收集流出液，在 40 °C 的温度，缓慢氮气流条件下吹至近干（约 0.5 mL）后挥干，乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 或 GC-MS 检测。（如含有少量油滴，离心后取清液进行检测）

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱：DM-5MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

进样口温度：280 °C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，再以 5 °C/min 升温至 300 °C，保持 20 min

载气：氦气，流速：1 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230 °C

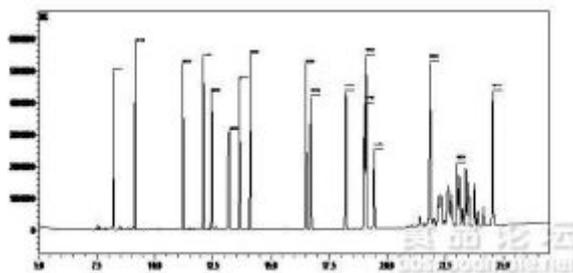
接口温度：280 °C

溶剂延迟：5 min

5 添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1.0	97.28
2	DEP	1.0	102.72
3	DIBP	1.0	103.05
4	DBP	1.0	99.32
5	DMEP	1.0	103.43
6	BMPP	1.0	91.88
7	DEEP	1.0	99.32
8	DPP	1.0	87.12
9	DHXP	1.0	80.29
10	BBP	1.0	92.97
11	DBEP	1.0	96.16
12	DCHP	1.0	86.07
13	DEHP	1.0	86.87
14	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	81.74

15	DNOP	1.0	70.24
16	DINP	5.0	63.01
17	DNP	1.0	61.16



17 种邻苯二甲酸酯标准品 TIC 图

表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间 (min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	8.201	163	77、76
2	DEP	9.147	149	177、65
3	DIBP	11.205	149	57、41
4	DBP	12.082	149	41、150
5	DMEP	12.449	59	58、45
6	BMPP	13.160	149	85、43
7	DEEP	13.642	45	72、73
8	DPP	14.101	149	43、41
9	DHXP	16.493	149	43、41
10	BBP	16.707	149	91、206
11	DBEP	18.219	57	56、45
12	DCHP	19.017	149	55、67
13	DEHP	19.087	57	149、71
14	邻苯二甲酸二苯酯	19.433	225	77、76
15	DNOP	21.842	149	43、57
16	DINP	23.377	149	71、43
17	DNP	24.537	149	43、41

方便面中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用于方便面等含油脂固体样品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

称取均质样品 0.5 g 于玻璃离心管中，加入 10 mL 正己烷，涡旋混合 2 min，以不低于 4000 r/min 的转速离心 2 min，吸取上清液，残渣以 10 mL 正己烷重复提取一次，合并两次上清液，40 °C 下氮气吹至近干，加入 2 mL 正己烷，振荡混匀，待净化。

3 SPE 柱净化——ProElut PSA 玻璃固相萃取柱（货号：63206G）

- (1) 活化：依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；（含水样品，活化前向小柱中加入 1 g 无水硫酸钠）
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内；
- (3) 洗脱：依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液，收集流出液，在 40 °C 的温度，缓慢氮气流条件下吹至近干（约 0.5 mL）后挥干，乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 或 GC-MS 检测。（如含有少量油滴，离心后取清液进行检测）

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱：DM-5MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

进样口温度：280 °C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，再以 5 °C/min 升温至 300 °C，保持 20 min

载气：氦气，流速：1 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230 °C

接口温度：280 °C

溶剂延迟：5 min

4.2 HPLC 分析条件

色谱柱：Diamonsil C18 (2) , 250 mm×4.6 mm, 5 μm (Cat.#99603)

流速：1.0 mL/min

检测器：* UV 224m

柱温: 30 °C
 进样量: 20 μL
 流动相: 乙腈、水, 梯度洗脱

梯度洗脱条件:

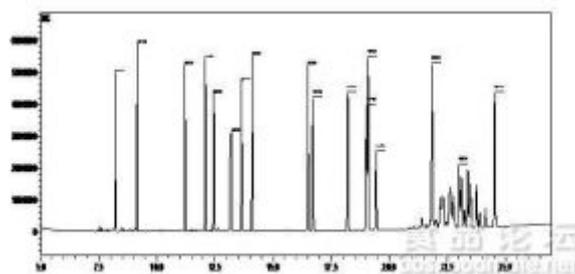
时间 (min)	0	10	15	35	36	40
乙腈 (%)	50	90	100	100	50	50

*本方法中, 目标化合物是由 HPLC 测定, 当使用者采用其它方式进行检测时, 同样可以采用本方法进行样品前处理。

5 添加回收结果

方便面中 17 种邻苯二甲酸酯的 GC-MS 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1.0	84.86
2	DEP	1.0	89.36
3	DIBP	1.0	96.32
4	DBP	1.0	96.99
5	DMEP	1.0	98.40
6	BMPP	1.0	93.80
7	DEEP	1.0	90.27
8	DPP	1.0	91.87
9	DHXP	1.0	90.31
10	BBP	1.0	96.44
11	DBEP	1.0	90.47
12	DCHP	1.0	95.68
13	DEHP	1.0	86.99
14	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	81.82
15	DNOP	1.0	78.73
16	DINP	5.0	80.76
17	DNP	1.0	79.68



17 种邻苯二甲酸酯标准品 TIC 图

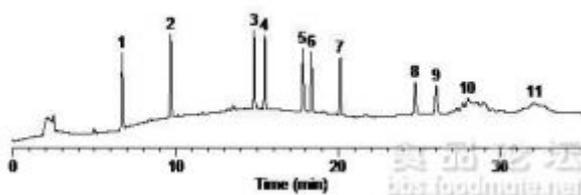
表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间 (min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	8.201	163	77、76
2	DEP	9.147	149	177、65
3	DIBP	11.205	149	57、41
4	DBP	12.082	149	41、150
5	DMEP	12.449	59	58、45
6	BMPP	13.160	149	85、43
7	DEEP	13.642	45	72、73
8	DPP	14.101	149	43、41
9	DHXP	16.493	149	43、41
10	BBP	16.707	149	91、206
11	DBEP	18.219	57	56、45
12	DCHP	19.017	149	55、67
13	DEHP	19.087	57	149、71
14	邻苯二甲酸二苯 酯	19.433	225	77、76
15	DNOP	21.842	149	43、57
16	DINP	23.377	149	71、43
17	DNP	24.537	149	43、41

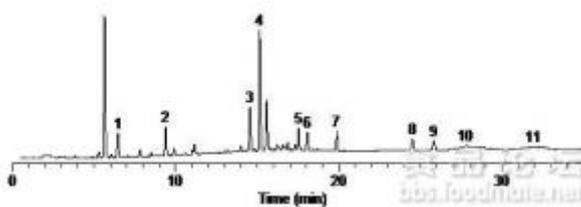
可乐中 11 种邻苯二甲酸酯的 HPLC 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1	85.59
2	DEP	1	89.20
3	DBP	1	84.49
4	DPP	1	124.25

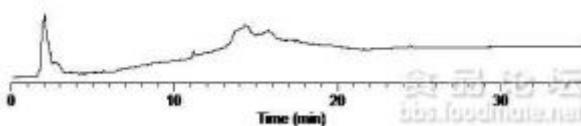
5	DHP	1	93.75
6	BBP	1	94.97
7	DCHP	1	89.31
8	DEHP	1	86.64
9	DNOP	1	89.93
10	DINP	5	90.52
11	DIDP	5	93.02



11 种邻苯二甲酸酯标准品 HPLC 色谱图



可乐（加标）HPLC 色谱图



可乐（空白）HPLC 色谱图

方便面酱包中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用于方便面酱包等含油脂半固体样品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

称取样品 0.2 g 于玻璃离心管中, 加入 5 mL 乙腈, 涡旋 2 min, 超声 2 min, 以不低于 4000 r/min 的转速离心 2 min, 将上清液转移至洁净的试管中, 40 °C 下氮气吹至近干, 加入 2 mL 正己烷, 振荡混匀, 待净化。

3 SPE 柱净化——ProElut PSA 玻璃固相萃取柱 (货号: 63206G)

- (1) 活化: 依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷, 弃去流出液; (含水样品, 活化前向小柱中加入 1 g 无水硫酸钠)
- (2) 上样: 加入待净化液, 流速控制在 1 mL/min 内;
依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液, 收集流出液, 在 40 °C 的温度, 缓慢氮气流条件下吹至近干 (约 0.5 mL) 后挥干, 乙腈定容至 1 mL, 供 HPLC 或 GC-MS 检测。(如含有少量油滴, 离心后取清液进行检测)
- (3) 洗脱:

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱: DM-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度: 280 °C

升温程序: 初始温度 60 °C, 保持 1 min, 以 20 °C/min 升温至 220 °C, 保持 1 min, 再以 5 °C/min 升温至 300 °C, 保持 20 min

载气: 氮气, 流速: 1 mL/min

进样方式: 不分流进样

进样量: 1 μL

离子源温度: 230 °C

接口温度: 280 °C

溶剂延迟: 5 min

4.2 HPLC 分析条件

色谱柱: Diamonsil C18 (2), 250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat. #99603)

流速: 1.0 mL/min

检测器: * UV 224m

柱温: 30 °C

进样量: 20 μL

流动相： 乙腈、水，梯度洗脱

梯度洗脱条件：

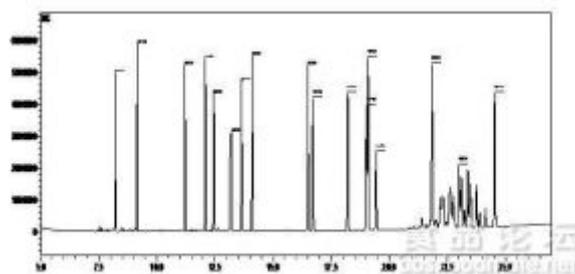
时间 (min)	0	10	15	35	36	40
乙腈 (%)	50	90	100	100	50	50

*本方法中，目标化合物是由 HPLC 测定，当使用者采用其它方式进行检测时，同样可以采用本方法进行样品前处理。

5 添加回收结果

方便面酱包中 17 种邻苯二甲酸酯的 GC-MS 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1.0	96.62
2	DEP	1.0	101.70
3	DIBP	1.0	95.16
4	DBP	1.0	91.73
5	DMEP	1.0	90.76
6	BMPP	1.0	90.14
7	DEEP	1.0	91.00
8	DPP	1.0	105.84
9	DHXP	1.0	104.79
10	BBP	1.0	108.05
11	DBEP	1.0	99.45
12	DCHP	1.0	107.94
13	DEHP	1.0	120.91
14	邻苯二甲酸二苯酯	1.0	99.94
15	DNOP	1.0	97.05
16	DINP	5.0	94.32
17	DNP	1.0	94.07



17 种邻苯二甲酸酯标准品 TIC 图

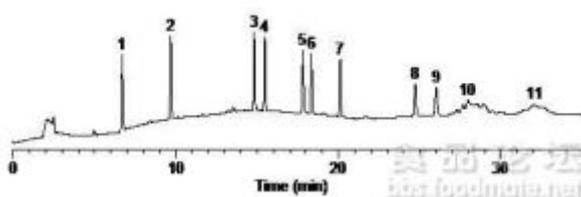
表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间 (min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	8.201	163	77、76
2	DEP	9.147	149	177、65
3	DIBP	11.205	149	57、41
4	DBP	12.082	149	41、15
5	DMEP	12.449	59	58、45
6	BMPP	13.160	149	85、43
7	DEEP	13.642	45	72、73
8	DPP	14.101	149	43、41
9	DHXP	16.493	149	43、41
10	BBP	16.707	149	91、206
11	DBEP	18.219	57	56、45
12	DCHP	19.017	149	55、67
13	DEHP	19.087	57	149、71
14	邻苯二甲酸二苯酯	19.433	225	77、76
15	DNOP	21.842	149	43、57
16	DINP	23.377	149	71、43
17	DNP	24.537	149	43、41

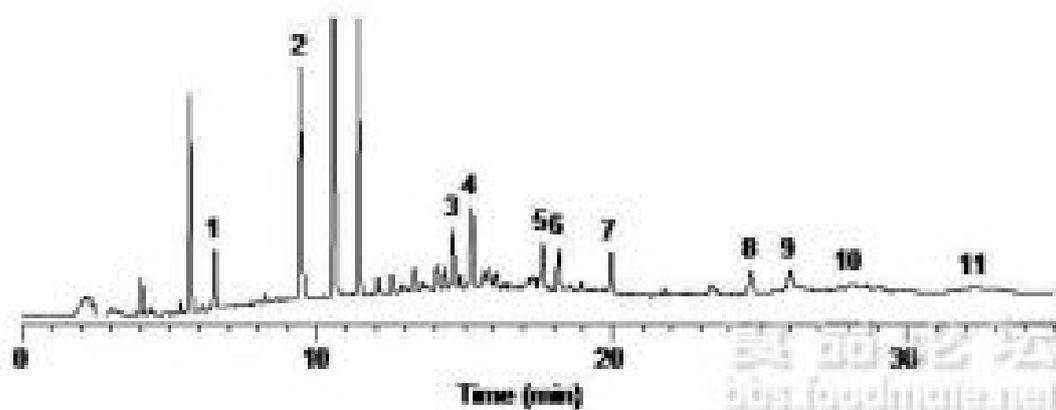
方便面酱包中 11 种邻苯二甲酸酯的 HPLC 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	10	86.52
2	DEP	10	87.33

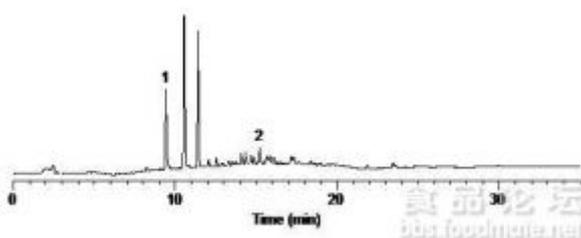
3	DBP	10	90.57
4	DPP	10	86.87
5	DHP	10	93.46
6	BBP	10	96.38
7	DCHP	10	87.46
8	DEHP	10	95.51
9	DNOP	10	85.63
10	DINP	50	91.99
11	DIDP	50	85.21



11 种邻苯二甲酸酯标准品 HPLC 色谱图



方便面酱包（加标）HPLC 色谱图



方便面酱包（空白）HPLC 色谱图

今天的内容是药品中塑化剂的检测，可能我们有些版友不涉及这方面的检测项目，但可能有部分版友也关注这方面的信息，和大家分享一下：

五、迪马科技多种药品基质中塑化剂检测解决方案

片剂、颗粒药品中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用于片剂、颗粒药品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

准确称取 1.0 g 样品置于具塞玻璃管中，加入 5 mL 正己烷，充分涡旋混合 2 min，4000 r/min 转速下离心 2 min，取上清液，再用 5 mL 正己烷重复提取一次，合并两次上清液，于 40 °C 水浴中氮吹至近干，用正己烷定至 2 mL，待净化。

3 SPE 柱净化—— ProElut PSA 玻璃固相萃取柱 Cat. #63206G

- (1) 活化：向 SPE 小柱中加入 1.0 g 无水硫酸钠，再依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷，弃去流出液；
- (2) 上样：加入待净化液，流速控制在 1 mL/min 内；
- (4) 洗脱：依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4% 丙酮-正己烷溶液，接收流出液，在 40 °C 温度下，缓慢氮气流条件下吹至近干(约 0.5 mL)后挥干，用乙腈定容至 1 mL，供 HPLC 或 GC-MS 检测。

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱：DM-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度：280 °C

升温程序：初始温度 60 °C，保持 1 min，以 20 °C/min 升温至 220 °C，保持 1 min，再以 5 °C/min 升温至 300 °C，保持 10 min

载气：氦气，流速：1 mL/min

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子源温度：230 °C

接口温度：280 °C

溶剂延迟：5 min

4.2 HPLC 分析条件

色谱柱： Diamonsil C18 (2) , 250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat.#99603)

流 速： 1.0 mL/min

检测器：* UV 224m

柱 温： 30 °C

进样量： 20 μL

流动相： 乙腈、水，梯度洗脱

梯度洗脱条件：

时间 (min)	0	10	15	35	36	40
乙腈 (%)	50	90	100	100	50	50

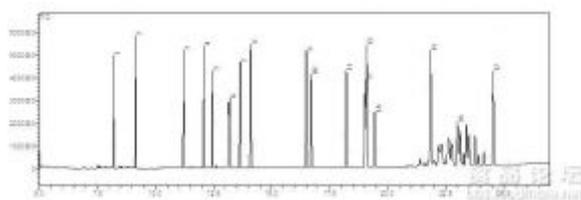
*本方法中，目标化合物是由 HPLC 测定，当使用者采用其它方式进行检测时，同样可以采用本方法进行样品前处理。

5 添加回收结果

干混悬剂（颗粒）中 17 种邻苯二甲酸酯的 GC-MS 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率
			(%)
1	DMP	1	78.41
2	DEP	1	82.36
3	DIBP	1	91.80
4	DBP	1	93.35
5	DMEP	1	92.66
6	BMPP	1	97.35
7	DEEP	1	97.69
8	DPP	1	96.51
9	DHXP	1	95.12
10	BBP	1	95.19
11	DBEP	1	82.93
12	DCHP	1	93.45
13	DEHP	1	96.40

14	邻苯二甲酸二苯酯	1	66.77
15	DNOP	1	96.15
16	DINP	5	90.73
17	DNP	5	96.69



17 种邻苯二甲酸酯标准品 (10 mg/kg) TIC 图

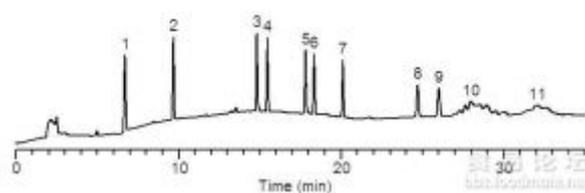
表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间(min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	8.201	163	77、76
2	DEP	9.147	149	177、65
3	DIBP	11.205	149	57、41
4	DBP	12.082	149	41、150
5	DMEP	12.449	59	58、45
6	BMPP	13.160	149	85、43
7	DEEP	13.642	45	72、73
8	DPP	14.101	149	43、41
9	DHXP	16.493	149	43、41
10	BBP	16.707	149	91、206
11	DBEP	18.219	57	56、45
12	DCHP	19.017	149	55、67
13	DEHP	19.087	57	149、71
14	邻苯二甲酸二苯酯	19.433	225	77、76
15	DNOP	21.842	149	43、57
16	DINP	23.377	149	71、43
17	DNP	24.537	149	43、41

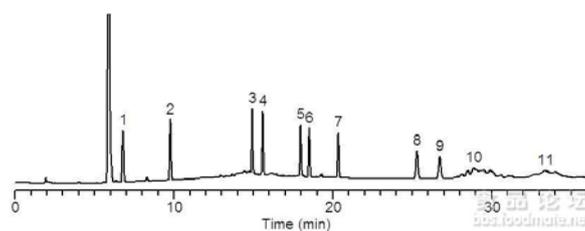
干混悬剂（颗粒）中 11 种邻苯二甲酸酯的 HPLC 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	2	80.67

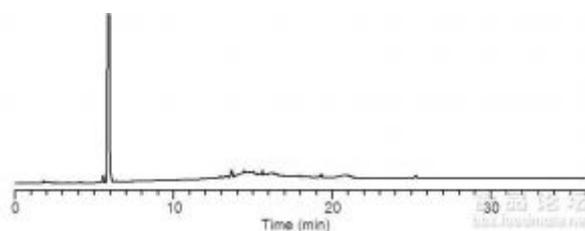
2	DEP	2	84.59
3	DBP	2	92.24
4	DPP	2	93.67
5	DHP	2	91.91
6	BBP	2	91.41
7	DCHP	2	93.32
8	DEHP	2	98.13
9	DNOP	2	87.58
10	DINP	10	88.77
11	DIDP	10	86.03



11 种邻苯二甲酸酯标准品 HPLC 色谱图



干混悬剂样品加标色谱图



干混悬剂样品空白色谱图

糖浆药品中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用于糖浆类药品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

准确量取 2 mL 样品置于具塞玻璃管中,加入 1 mL 乙腈,混匀,再加入 10 mL 正己烷,充分振荡 2 min,4000 r/min 转速下离心 2 min,取上清液,再用 10 mL 正己烷重复提取一次,合并两次上清液,于 40 °C 水浴中氮吹至近干,用正己烷定至 2 mL,待净化。

3 SPE 柱净化—— ProElut PSA 玻璃固相萃取柱 Cat. #63206G

- (1) 活化: 向 SPE 小柱中加入 1.0 g 无水硫酸钠,再依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷,弃去流出液;
- (2) 上样: 加入待净化液,流速控制在 1 mL/min 内;
依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4%丙酮-正己烷溶液,接收流出液,在 40 °C
- (4) 洗脱: 温度下,缓慢氮气流条件下吹至近干(约 0.5mL)后挥干,用乙腈定容至 1 mL,供 HPLC 或 GC-MS 检测。

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱: DM-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度: 280 °C

升温程序: 初始温度 60 °C,保持 1 min,以 20 °C/min 升温至 220 °C,保持 1 min,再以 5 °C/min 升温至 300 °C,保持 10 min

载气: 氦气,流速: 1 mL/min

进样方式: 不分流进样

进样量: 1 μL

离子源温度: 230 °C

接口温度: 280 °C

溶剂延迟: 5 min

4.2 HPLC 分析条件

色谱柱: Diamonsil C18 (2), 250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat.#99603)

流速: 1.0 mL/min

检测器: * UV 224m

柱温: 30 °C
 进样量: 20 μL
 流动相: 乙腈、水, 梯度洗脱

梯度洗脱条件:

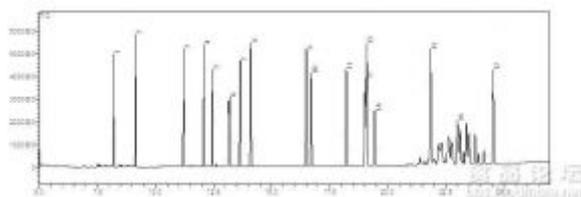
时间 (min)	0	10	15	35	36	40
乙腈 (%)	50	90	100	100	50	50

本方法中, 目标化合物是由 HPLC 测定, 当使用者采用其它方式进行检测时, 同样可以采用本方法进行样品前处理。

5 添加回收结果

糖浆中 17 种邻苯二甲酸酯的 GC-MS 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率
			(%)
1	DMP	1	91.86
2	DEP	1	95.53
3	DIBP	1	84.71
4	DBP	1	88.69
5	DMEP	1	85.35
6	BMPP	1	92.02
7	DEEP	1	95.55
8	DPP	1	91.61
9	DHXP	1	93.01
10	BBP	1	92.58
11	DBEP	1	103.76
12	DCHP	1	103.31
13	DEHP	1	95.96
14	邻苯二甲酸二苯酯	1	84.32
15	DNOP	1	99.64
16	DINP	5	97.47
17	DNP	5	102.75



17 种邻苯二甲酸酯标准品 (10 mg/kg) TIC 图

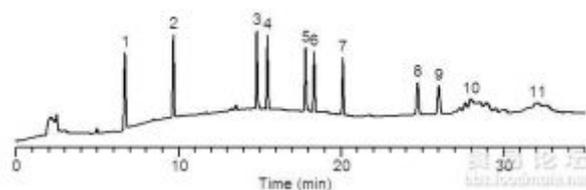
表 1 各组分名称、保留时间及特征离子一览表

NO.	化合物名称	保留时间(min)	目标离子 (m/z)	参考离子 (m/z)
1	DMP	8.201	163	77、76
2	DEP	9.147	149	177、65
3	DIBP	11.205	149	57、41
4	DBP	12.082	149	41、150
5	DMEP	12.449	59	58、45
6	BMPP	13.160	149	85、43
7	DEEP	13.642	45	72、73
8	DPP	14.101	149	43、41
9	DHXP	16.493	149	43、41
10	BBP	16.707	149	91、206
11	DBEP	18.219	57	56、45
12	DCHP	19.017	149	55、67
13	DEHP	19.087	57	149、71
14	邻苯二甲酸二 苯酯	19.433	225	77、76
15	DNOP	21.842	149	43、57
16	DINP	23.377	149	71、43
17	DNP	24.537	149	43、41

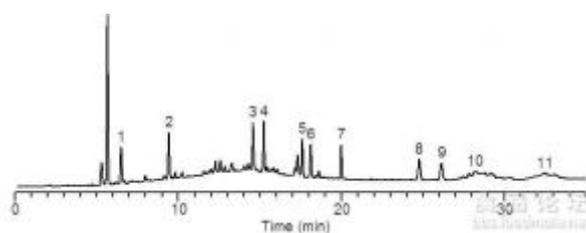
糖浆中 11 种邻苯二甲酸酯的 HPLC 检测添加回收结果

NO.	化合物名称	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1	82.50
2	DEP	1	90.00
3	DBP	1	77.59
4	DPP	1	92.58
5	DHP	1	104.33
6	BBP	1	98.36

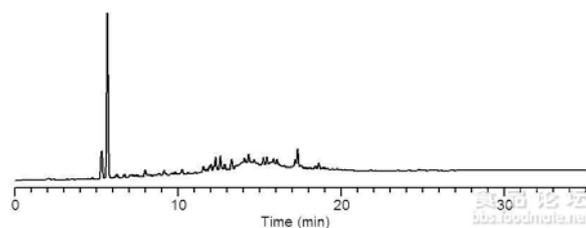
7	DCHP	1	104.33
8	DEHP	1	106.49
9	DNOP	1	105.98
10	DINP	5	103.02
11	DIDP	5	82.50



11 种邻苯二甲酸酯标准品 HPLC 色谱图



糖浆样品加标色谱图



糖浆样品空白色谱图

注射液药品中邻苯二甲酸酯的测定

1 适用范围

本方法适用于注射液类药品中邻苯二甲酸酯检测。

2 样品准备/提取

准确量取 5 mL 样品置于具塞玻璃管中, 加入 10 mL 正己烷: 甲基叔丁基醚 (1:1), 充分涡旋混合 2 min, 4000 r/min 转速下离心 2 min, 取上清液, 再用 10 mL 正己烷: 甲基叔丁基醚

(1:1) 重复提取一次, 合并两次上清液, 于 40 °C 水浴中氮吹至近干, 用正己烷定至 2 mL, 待净化。

3 SPE 柱净化—— ProElut PSA 玻璃固相萃取柱 Cat. #63206G

- (1) 活化: 向 SPE 小柱中加入 1.0 g 无水硫酸钠, 再依次加入 5 mL 丙酮、5 mL 正己烷, 弃去流出液;
- (2) 上样: 加入待净化液, 流速控制在 1 mL/min 内;
依次加入 5 mL 正己烷、5 mL 4%丙酮-正己烷溶液, 接收流出液, 在 40 °C
- (4) 洗脱: 温度下, 缓慢氮气流条件下吹至近干(约 0.5mL)后挥干, 用乙腈定容至 1 mL, 供 HPLC 或 GC-MS 检测。

4 色谱条件

4.1 GC-MS 分析条件

色谱柱: DM-5MS, 30 m × 0.25 mm × 0.25 μm

进样口温度: 280 °C

升温程序: 初始温度 60 °C, 保持 1 min, 以 20 °C/min 升温至 220 °C, 保持 1 min, 再以 5 °C/min 升温至 300 °C, 保持 10 min

载气: 氦气, 流速: 1 mL/min

进样方式: 不分流进样

进样量: 1 μL

离子源温度: 230 °C

接口温度: 280 °C

溶剂延迟: 5 min

4.2 HPLC 分析条件

色谱柱: Diamonsil C18 (2), 250 mm × 4.6 mm, 5 μm (Cat. #99603)

流速: 1.0 mL/min

检测器: * UV 224m

柱温: 30 °C

进样量: 20 μL

流动相: 乙腈、水, 梯度洗脱

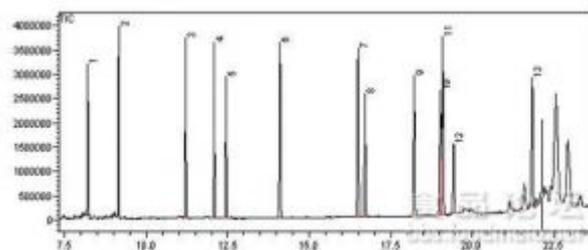
梯度洗脱条件:

时间 (min)	0	10	15	35	36	40
乙腈 (%)	50	90	100	100	50	50

*本方法中, 目标化合物是由 HPLC 测定, 当使用者采用其它方式进行检测时, 同样可以采用本方法进行样品前处理。

5 添加回收结果

NO	分析物	添加水平 (mg/kg)	回收率 (%)
1	DMP	1	71.54
2	DEP	1	73.61
3	DIBP	1	94.69
4	DBP	1	98.78
5	DMEP	1	92.74
6	DPP	1	103.92
7	DHXP	1	106.63
8	BBP	1	104.89
9	DBEP	1	105.42
10	DCHP	1	106.45
11	DEHP	1	105.45
12	邻苯二甲酸二苯酯	1	100.34
13	DNOP	1	106.62



13 种邻苯二甲酸酯标准品 (5 mg/kg) TIC 图

在线问答

Q: 我们每天喝的塑料瓶的饮料里面含多少呀, 谁有文献测试结果

A: 塑化剂都是脂溶的, 饮料中迁移溶出的少吧

Q: 目前我们国家对于塑化剂的各项限量标准规定是多少啊?

A: 卫办监督函(2011)551号

工业和信息化部、商务部、工商总局、质检总局办公厅, 食品药品监督管理局办公室, 食品安全办综合司:

邻苯二甲酸酯类物质是可用于食品包装材料的增塑剂, 不是食品原料, 也不是食品添加剂, 严禁在食品、食品添加剂中人为添加。食品容器、食品包装材料中使用邻苯二甲酸酯类物质, 应当严格执行《食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准》(GB9685-2008)规定的品种、范围和特定迁移量或残留量, 不得接触油脂类食品和婴幼儿食品, 食品、食品添加剂中的邻苯二甲酸二(α-乙基己酯)(DE-HP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)和邻苯二甲酸二正丁酯(DBP)最大残留量分别为 1.5mg/kg、9.0mg/kg 和 0.3mg/kg。

卫生部办公厅

二〇一一年六月十三日

来源: <http://www.moh.gov.cn/publicfiles/business/htmlfiles/mohwsjdj/s3594/201211/56318.htm>

Q: 非常感谢, 这个文儿我也见过, 但只有三种, 现在检测一般都 26 项, 有的甚至更多, 不知道那些项目的依据是据何而来

A: 现在的国标 21911 中只规定了 16 种。

Q: 是不是也要区分产品的状态呢, 比如水溶性的、油脂类的、固态的等等, 不同的形态下含有的数量是否有所不同, 对应的国标也不止一个呢? 谢谢

A: 不区分 指示不同的产品前处理过程不一样 含油的就比较麻烦些了, 要用一个 gpc 的净化柱子, 据说很费时间。

Q: 市场上塑料瓶装很多食用油, 塑化剂能检出吗?

A: 个人觉得也不大可能, 即使塑料老化 也不一定溶出塑化剂

Q: Dikma 老师好! 请问, 17 种塑化剂检测的结果, 表明哪类产品当中所含量最高? 谢谢!

A: 我们实验室目前做了食用油, 方便面, 牛奶, 果汁, 药品, 白酒, 红酒等多种基质的塑化剂检测, 从实验结果看还都是可以的, 但我们不可能将市面上所有的产品都检一遍, 也只能是买到什么就检测什么, 所以不好说哪类产品的含量最高, 因为这不是一个普遍的结果。

Q: 老师有没有针对此次酒鬼酒事件对其他食品进行抽样检测呢? 比如食用油的塑料瓶是否含有塑化剂?

A: 食用油我们有做过, 后面会介绍到, 敬请耐心等待

Q: 听过官方人士说大陆的塑化剂比台湾严重的多, 涉及的范围更广! 我们喝的水、吃的食

用油是不是都含有塑化剂呀！

A: 只要和塑料相关的都是含有的，多少会有点迁移出来。我们能做的只能是尽量减少食品和塑料制品的接触时间。如果涉及到温度较高的情况下，尽量改用其他材质的制品。

Q: 老师：能不能检测环境中这些物质的含量呀？

A: 这个难度太大了吧，环境中成分太复杂，说不定还有很多我们未知的东西存在哦

Q: 陈老师，您好！我是 85--95 年期间从事白酒工艺管理、研发、勾兑、调味的，期间考聘为省级白酒评委。我知道几个香型标准白酒的主体香均为高级酯类，如：己酸乙酯、乙酸乙酯、乳酸乙酯、庚酸乙酯等。之后离开白酒界，那会真不知道酒中会有塑化剂这个东西，不知道从何时起在原酒的快速陈化工艺中用到塑化剂。我认为这就是科学技术在业界的反作用。塑化剂类共有 17 中单体酯类，你们的检测方法一般的小酒厂能配备的起吗？

A: 我们的方法主要是 HPLC 和 GC-MS 两种，只要您的实验室有这两种设备中的一种就可以来检测，前处理是使用的固相萃取柱，不需要大型设备的，成本也不高。

Q: 我想了解的是在原酒的陈化过程中，那些塑化剂类的相关酯在陈化过程中怎样改变原酒的酯类平衡？

A1: 这个干扰貌似很大啊，所以多次测得的结果会差异很大。

A2: 白酒的成分比较复杂，目前能检测出来的也就一两百种，许多微量变化还无法搞清楚。

Q: 很想了解塑化剂在塑料制品中添加量有多少

A: 这个在 9685 里面有规定的。

Q: 要说白酒生产过程中因使用塑料容器具、管路等，我个人认为这些真有些牵强，除了酒用香精一般都盛装在塑料容器中、其余长时间存放白酒的容器大部分为陶器和不锈钢。

A: 是的，所以说白酒中的塑化剂超标应该是人为加进去的，如果是融进去的不可能超那么多的。

Q: 我想提个问题，那种可用于微波炉加热的饭盒，长期使用，迁移到食物中的量是不是比较可观啊？

A: 也看具体的材质了，一般都是硅胶制品比较耐热。建议用陶瓷的吧

Q: 我们是中央厨房，生产配送快餐，生产出来的产品，内包材，全部用的塑料制品，高压平口袋、塑杯……，各餐厅外送使用的打包杯、打包碗也是塑料制品，对于这些塑料制品，我们在收货的时候，是否需要关注其塑化剂含量呢？这方面的标准，应该参考哪个？

A: 可以使用 GB/T21928 这个标准来检测包材中的；使用 21911 来检测食品中的，也可以使用 SN/T2037 来检测迁移量。

Q: 请教个问题，我以前的东家，自制塑料瓶胚，制作过程中，到是没有问题，但是，原料：塑料米中（中石化的），是否会含有塑化剂呢？

A: 这个要检测后才能得知，毕竟原料也是由石油提炼获得的。

Q: 问题是有些回收的瓶子，含有塑化剂的可能性比纯原料材质的高，我们技术上怎么处理呢

A: 你说的是那些回收的塑料瓶吗？就是所谓的回料了，做出的材质会偏硬，里面可不光还有塑化剂了。脸盆，垃圾袋等比较常见。

Q: 现在塑化剂国标是 GC-MS，文献方法中也有液相，不知道陈老师是要介绍那种？

A: GC-MS 和 HPLC 方法我们都开发了，方便用户有更多选择

Q: 迪马的方法是快速的检测方法还是要通过仪器来实现呐？

A: 通过仪器来实现的，有 HPLC 和 GC-MS 两种方法

Q: Dikma 老师好！目前以你们检测的几种食品，和白酒相比，哪一类比白酒高啊？方便透露一下吗？

A: 方便面去年出过事情 很多大的方便面企业都已经具备这个检测能力 基本上是批批检测。

Q: 请问老师，GC-MS 和 HPLC，哪种方法比较精确？是不是看基质的？

A: 都可以，主要看您实验室具备上述那种分析手段，HPLC 方法主要是为没有 GCMS 的用户开发的

Q: 老师，专家说塑化剂比较难测，不知道那么做下来感觉怎么样？

A: 我们实验室做下来觉得还是很好做的，同时我们也把这些检测方法推广给出入境，质检机构，他们用下来也觉得很好的

Q: 老师，网上有说这个检测方法的结果重现性很差，不可给大家解读下这些知识？谢谢！

A: 重现性是一个检测方法是否可行的重要指标，在开发方法时我们也会考察重现性的数值。这个实验过程中，只要大家按照方法的步骤进行操作，不会有重现性差的问题出现。之前也接到过用户致电反映回收率结果不理想，重现性差等问题，经过技术部电话沟通基本上都是用户没有按照方法的步骤进行操作所致

Q: 含油的前处理设备要稍微贵点吧！

A: 含油脂与不含油脂的前处理步骤差异不是很大，主要是所使用的溶剂等会有不同

Q: 有日本的关于邻苯二甲酸酯的限量标准吗？

A: 1) 所有合成数值玩具：禁用 DEHP

2) 适用于 6 岁或以下儿童的，与儿童嘴部直接接触的所有合成数值玩具：禁用 DEHP, DINP

Q: 真的由权威部门说明各塑料制品的塑化剂含量，以及对人体的伤害程度，否则，容易造成人们对塑料制品的恐慌

A1: 摄入是不可避免的，我们能做的只是尽量降低摄入的量，降低风险。没有绝对的安全，只有相对的安全。

A2: 现在正规的白酒企业都是使用不锈钢管道了。

Q: 提问陈老师，看到有的白酒塑化剂前处理方法就是把白酒蒸干，再加正己烷定容，离心取上清液进样，这种方法是否可行？

A: 当然可行，您从回收率也可以看到

Q: 塑化剂不属于添加剂, 出具检验报告时我们应该按照什么标准来评定整批产品? 是按卫生部颁布的非法添加剂公告吗?

A1: 现阶段判定只能卫生部那个临时限量公告

A2: 应该是食品中的塑化剂标准吧?

Q: 一、样品前处理方法(制作样本)

以饮料为例, 使用固相萃取方法处理样品如下:

- 1、固相萃取柱: HyperSep C8(3ml/200mg);
- 2、活化: 5mL 二氯甲烷, 5mL 甲醇, 5mL 纯净水;
- 3、上样: 20mL 饮料样品, 减压过柱, 流速<5ml/min;上样后, 抽干 SPE 柱 5min;
- 4、清洗: 3mL 5%甲醇水溶液;
- 5、洗脱: 1mL 丙酮:乙酸乙酯(3:1)洗脱, 浓缩后进样, 反相色谱则需将洗脱液吹干后, 使用甲醇重新定容后进样。

二、HPLC&GC 方法

HPLC 方法(反相)

1、高效液相色谱仪, 配自动进样器或手动进样器, 多波长检测器(检测波长为 225nm)或 DAD 检测器(200~400nm 全波长检测)。

2、色谱柱: Hypersil BDS C18 色谱柱(250mm×4.6mm, 粒径 5μm, 孔径 130A, 碳载量 11%)

- a. 柱温: 35℃
 - b. 流动相: 水(A)-甲醇(B)
 - c. 梯度: 15%A(0~8min)∇ 0%A(8~10min) ∇ 0%A(10~20min)
 - d. 流速: 1ml/min
 - e. 进样量: 20μL
- 3、色谱图如下:

有没有人用这个方法, 我也是在网上看到的, 很多地方都写这个方法, 我按方法中的要求新换的色谱柱, 可是梯度洗脱时总是有个大峰, 怎么也洗不掉, 请老师们帮我解决, 谢谢

A: 这个方法与我们的方法在前处理塑化剂的提取上有差异, 现在不确定您说的梯度洗脱时出现的大峰是来自于前处理的残留还是其他方面, 需要排查

追问: 老师好, 看到实验数据, GC-MS 第一项的回收率都不是很高, 是不是干扰很多?

A: 因为是同时提取 17 种塑化剂, 所以可能会有一两个塑化剂的回收率结果偏低, 这对于固相萃取净化多种样品来说是正常的

Q: 老师, 你好!塑化剂不属于添加剂, 出具检验报告时我们应该按照什么标准来评定整批产品? 是按卫生部颁布的非法添加剂公告吗?

A: 应该是的, 归类为非法添加物

Q: 我想知道为什么要添加塑化剂呢?

A: 塑胶添加塑化剂依据使用的功能、环境不同, 制造成拥有各种韧性的软硬度、光泽的成品, 其中愈软的塑胶成品所需添加的塑化剂愈多。一般常使用的保鲜膜, 一种是无添加剂的 PE(聚乙烯)材料, 但其黏性较差; 另一种广被使用的是 PVC(聚氯乙烯)保鲜膜, 有大量的塑化剂, 以让 PVC 材质变得柔软且增加黏度, 非常适合生鲜食品的包装。

追问: 不是说主要是因为塑化剂可以增加白酒的年份感吗? 是真的吗?

A: 白酒中的塑化剂是你说的这个作用来着。

Q: 我想知道的是, 现在国家出台的政策里, 有那些食品是必须要求做塑化剂检测的, 出厂报告中哪些是必须的? 塑化剂常常存在于哪些行业? 这次塑化剂风波以后, 会不会出台新的政策, 强制要求产品出厂必须做塑化剂检测。

A: 你看现在食品出厂有强制要求必须检测三聚氰胺了吗? 这个是不大可能作为出厂检测指标的。

Q: 这种情况下只能等待官方的说法了。没有超标的话那是最好的了

A1: 即使没有超标, 现在已经这么大的风浪, 也不好平息啊!

关键是现在谁能站出来说, 没有超标??

关键是不超标, 有塑化剂, 人们也是人心惶惶的。

现在的媒体, 断章取义, 故意吸引人眼球, 也多多少少迷惑广大人民的思维

A2: 其实超不超标都不是主要的, 只要检测出含有, 然后媒体以鼓动, 民众的情绪马上就会被点燃, 这点是屡试不爽的

A3: 这次有种说法说是有人为了利益故意做空白酒

反正现在面对的问题没有改变, 如何才能提高食品的安全才是我们所关心的

A4: 媒体是一方面, 国家权威人士没有站出来说明“塑化剂事件”的具体原因是另一方面, 致使塑化剂事件越来越大。范围也越来越广。

Q: 这次有种说法说是有人为了利益故意做空白酒, 反正现在面对的问题没有改变, 如何才能提高食品的安全才是我们所关心的。

A1: 自从融资融券出台之后, 此类问题就时不时的在发生, 监管部门一直没有任何的反应!

A2: 也有可能哦, 毕竟白酒的利润太大, 现在进入白酒行业的越来越多, 如: 中粮、联想这样的大企业, 也有小型投资公司。有人想从中做空也不是不可能的。

A3: 那个层面的问题, 我们只能被告知, 就如同转基因食品在国内横行, 你究竟知道哪些是, 哪些不是呢。

Q: 请问老师: 到目前为止, 酒类产品中所含塑化剂其指标为最高的是哪个? 谢谢!

A: 这个问题, 网上没有吗? 好像是 DBP 啊!

Q: 人体伤害

邻苯二甲酸酯类塑化剂被归类为疑似环境荷尔蒙, 其生物毒性主要属雌激素与抗雄激素活性, 会造成内分泌失调, 阻害生物体生殖机能, 包括生殖率降低、流产、天生缺陷、异常的精子数、睾丸损害, 还会引发恶性肿瘤、造成畸形儿。

塑化剂 DEHP 的作用类似于人工荷尔蒙, 会危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 对幼儿带来的潜在危害会更大。

幼儿使用后果

1、可能会造成小孩性别错乱, 包括生殖器变短小 ([6]男婴生殖器官至肛门之间的距离缩短)、性征不明显。

2、目前虽无法证实对人类是否致癌, 但对动物会产生致癌反应。

3、邻苯二甲酸酯可能影响胎儿和婴幼儿体内荷尔蒙分泌, 引发激素失调, 有可能导致儿童性早熟。

避免危害方法

1. 人体暴露在塑化剂下最多的情况是经由食物的摄取进入人体，我们可以修正生活习惯降低塑化剂的吸收，譬如在选择食品容器时，应当避免使用塑料材质，改以高质量的不锈钢、玻璃、陶瓷器为主。

2. 尽量避免食物与塑料容器的长时间接触或浸泡，降低塑化剂溶出的机会。

3. 保存食品经常会使用到的保鲜膜，宜选择完全不添加塑化剂的 PE、PVDC 材质，并避免高温加热。

4. 必需加热有保鲜膜之食材时，则可在保鲜膜上戳数个小洞，让气体可以释出，在包覆时也要避免直接接触到食物。

A: 保存食品经常会使用到的保鲜膜，宜选择完全不添加塑化剂的 PE、PVDC 材质，并避免高温加热。这意思是 pe pvdc 材质的保鲜膜是 完全没添加塑化剂吗？

Q: 不仅检测，而且原料乳和产品都要检验，俺就想不明白，难道乳品生产过程会产生三聚氰胺啊

A1: 码今年以来乳制品出现的质量问题都跟三聚氰胺无关了啊，说明对这个的监控还是有效的。

A2: 三聚氰胺的源头在原料乳，添加后可以提高蛋白质含量从而卖到更好的价钱。

A3: 所以生鲜乳的标准降低了对蛋白质的要求，我觉得是正确的，虽然很多人不认同。

A4: 不知道这次塑化剂的最后，会出台什么政策措施

追问：成本与结果相比差太多啦 啊

A: 虽然我不喝牛奶，但是我觉得现在乳制品的质量还是可以的，只是消费者的创伤恢复还需要时间，信心总是很难建立的。

Q: 是不是塑料在高温加热的情况下就产生塑化剂的成分啊？

A: 不是产生，是塑料中本来就含有，只是在高温下更容易释放出来或者说是迁移出来。

结束语

感谢迪马科技的 Dikma 老师为我们讲解迪马科技对酒类产品中 17 种塑化剂的检测，谢谢大家参与，如果大家有什么问题还可以继续在论坛发起讨论。
谢谢大家，谢谢 Dikma 老师，本堂课结束，本帖关闭。