

第十一章：食品中邻苯二甲酸酯类化合物检测

1 前言

邻苯二甲酸酯类化合物作为增塑剂被广泛应用于塑料制品生产中，大多数食品采用塑料制品进行包装，由于存在一定的迁移风险，因此针对这类物质的检测对于保障食品安全十分必要。本文参考食品安全国家标准 GB 5009.271-2016 食品中邻苯二甲酸酯的测定，采用 GC/MS 外标法，对标样和样品进行测定。

2 仪器和设备

2.1 气相色谱质谱联用仪(GC1290/MS8100, 舜宇恒平仪器)，具有毛细管分流/不分流进样口（全EPC），具有恒流和恒压功能，柱温箱20阶程序升温，EI源。

2.2 色谱柱：DB-5MS（30m*0.25mm*0.25um）

2.3 162位反控自动进样器（瑞士CTC）

2.4 电子分析天平（AE224, 舜宇恒平仪器）

2.5 氦气（纯度99.999%）

2.6 16种邻苯二甲酸酯类混标样品

邻苯二甲酸二甲酯（DMP），邻苯二甲酸二乙酯（DEP），邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP），邻苯二甲酸二丁酯（DBP），邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯（DMEP），邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯（BMPP），邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯（DEEP），邻苯二甲酸二戊酯（DPP），邻苯二甲酸二己酯（DHXP），邻苯二甲酸丁苄酯（BBP），邻苯二甲酸二(2-丁氧基乙基)酯（DBEP），邻苯二甲酸二环己酯（DCHP），邻苯二甲酸二(2-乙基己)酯（DEHP），邻苯二甲酸二苯酯（DPPH），邻苯二甲酸二正辛酯（DNOP），邻苯二甲酸二壬酯（DNP）。

3 实验条件

3.1 进样口温度：250℃

3.2 程序升温：初始温度60℃，保持1min；以20℃/min升温至220℃，保持1min；再以5℃/min升温至280℃，保持3min。

3.3 进样方式：不分流进样

3.4 进样量：1μl

3.5 离子源温度：230℃

3.6 传输线温度：280℃

3.7 扫描方式：选择离子扫描，监测离子参考GB 5009.271-2016附录B

3.8 溶剂延迟：7min

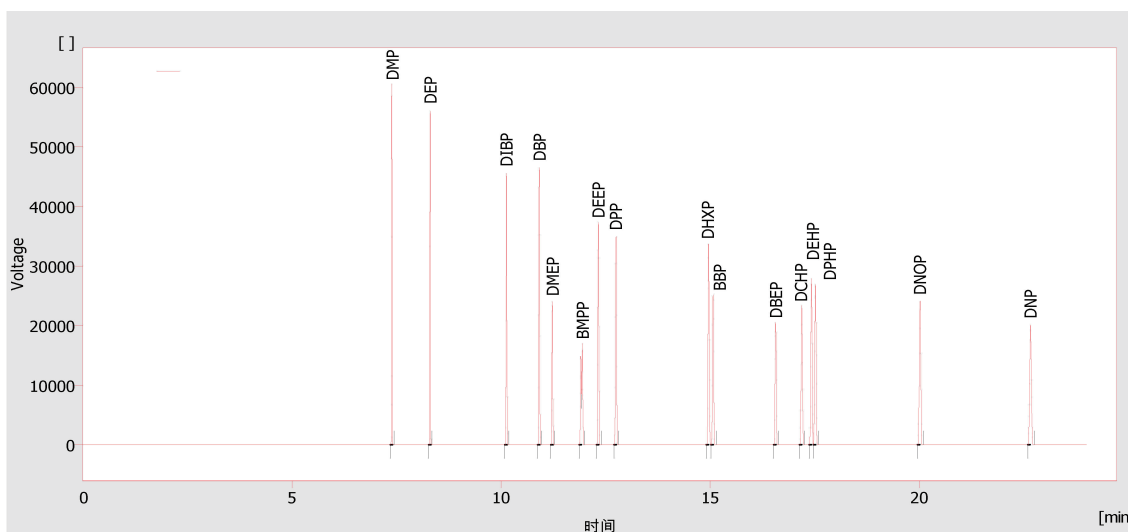


图 1 邻苯二甲酸酯类混标样品图谱

4 实验步骤

4.1 精密度实验

配制4 $\mu\text{g/ml}$ 标准溶液，连续5次进样，计算保留时间和定量离子峰面积的平均值及RSD，结果如下表1所示。

表 1 精密度测试数据

组分	保留时间 avg	峰面积 avg	保留时间 RSD	峰面积 RSD
DMP	7.421	27870.85	0.214%	6.537%
DEP	8.338	26382.08	0.190%	7.411%
DIBP	10.170	38669.87	0.193%	5.915%
DBP	10.955	43280.23	0.195%	6.311%
DMEP	11.270	18199.52	0.193%	6.137%
BMPP	11.988	10951.35	0.177%	2.671%
DEEP	12.372	9939.03	0.204%	8.329%
DPP	12.799	43503.64	0.188%	7.321%
DHXP	15.013	44634.93	0.172%	8.209%
BBP	15.120	15958.58	0.157%	7.516%
DBEP	16.616	4674.47	0.149%	7.264%
DCHP	17.240	28396.37	0.135%	4.549%
DEHP	17.471	24679.85	0.134%	5.427%
DPhP	17.568	31176.14	0.125%	4.756%
DNOP	20.066	37282.95	0.127%	8.241%
DNP	22.709	27577.13	0.100%	2.349%

4.2 标准曲线

参考标准GB 5009.271-2016，配制标准溶液浓度为0.02、0.05、0.1、0.2、0.5、1 μg/ml，测定相应的峰面积，以质量浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，结果如表2。

表 2 邻苯二甲酸酯类混标样品曲线方程

组分名称	线性方程	RSD%
DMP	$y=288633.1*x-114.8$	R=0.99968
DEP	$y=260568.3*x+271.9$	R=0.99996
DIBP	$y=329688.4*x+5466.3$	R=0.99976
DBP	$y=362376*x+974$	R=0.99952
DMEP	$y=158378.3*x-21253$	R=0.99879
BMPP	$y=80389.1*x-1019.3$	R=0.99980
DEEP	$y=99126.8*x-716.3$	R=0.99901
DPP	$y=315300.1*x-4931.1$	R=0.99971
DHXP	$y=281219.5*x-2147.9$	R=0.99854
BBP	$y=120217.5*x-1790.9$	R=0.99865
DBEP	$y=40574.2*x-1640.6$	R=0.99791
DCHP	$y=226334.7*x-3225.9$	R=0.99909
DEHP	$y=182113*x-3456$	R=0.99930
DPhP	$y=277335.5*x-5961.1$	R=0.99844
DNOP	$y=193440.3*x-2800.8$	R=0.99788
DNP	$y=187294.1*x-3953.4$	R=0.99957

4.3 实际样品测试

如图2所示，某饮料样品，按GB 5009.271-2016试样制备方法处理，检出DIBP、DBP，均低于标准曲线最低浓度点。

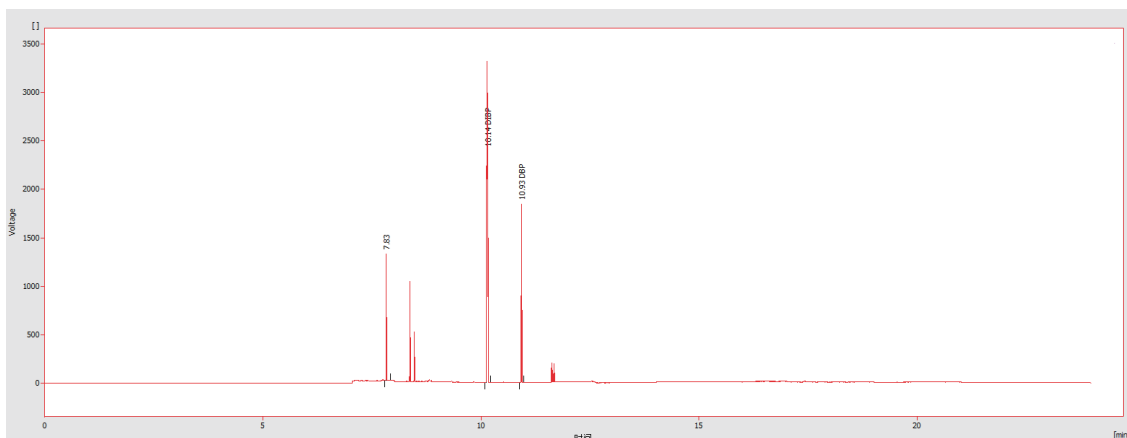


图 2 某饮料样品检测图谱

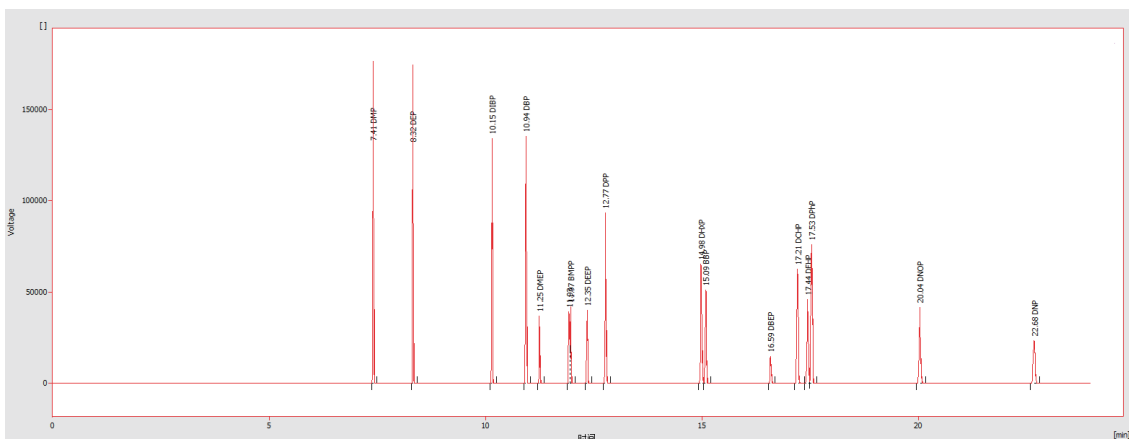


图 3 加标样品（加标浓度 0.5ug/ml）

5 实验结果

采用GC1290/MS8100气质联用仪可对食品中邻苯二甲酸酯类化合物进行测定，检测范围和重复性均满足GB 5009.271-2016的要求。