DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251119004
引用格式: 伍志航, 罗敏婷, 邱启东, 等. 高效液相色谱法同时测定食品塑料包装产品中 10 种受限物质的迁移量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(8): 205–211.
WU ZH, LUO MT, QIU QD, *et al*. Simultaneous determination of migration levels of 10 kinds of restricted substances in food plastic packaging products by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(8): 205–211. (in Chinese with English abstract).

高效液相色谱法同时测定食品塑料包装产品中 10 种受限物质的迁移量

伍志航*, 罗敏婷, 邱启东, 周铭林
(广东产品质量监督检验研究院, 佛山 528300)

摘 要: 目的 建立高效液相色谱法同时测定食品塑料包装产品中包括双酚 A、双酚 S、双酚 F、邻苯二甲酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、偏苯三甲酸、己内酰胺、1,1'-磺酰基二(4-氯苯)、4,4'-联苯二酚在内的 10 种受限物质迁移量的方法。**方法** 依据迁移实验通则对食品塑料包装产品进行迁移实验, 获得食品模拟液, 食品模拟液在色谱柱 Welch Ultimate AQ-C_{18} (3.0 mm×100 mm, 3.5 μm)经 0.1%磷酸水溶液-甲醇的流动相梯度洗脱分离, 二极管阵列检测器定量, 外标法定量。**结果** 在包括 4%(体积分数)乙酸、10%(体积分数)乙醇、50%(体积分数)乙醇、95%(体积分数)乙醇的多种食品模拟物中, 10 种化合物在 0.10~10.00 mg/L 定量范围内线性关系良好(r^2>0.999), 检出限范围为 0.01~0.02 mg/L, 定量限为 0.05 mg/L, 低、中、高 3 个浓度加标水平下, 各类型食品模拟物的加标回收率为 87.8%~104.0%, 相对标准偏差(n=6)为 0.33%~7.58%。**结论** 该方法简便、高效、准确, 适用于食品塑料包装产品中 10 种受限物质的迁移量测定。

关键词: 高效液相色谱法; 食品塑料包装产品; 受限物质

Simultaneous determination of migration levels of 10 kinds of restricted substances in food plastic packaging products by high performance liquid chromatography

WU Zhi-Hang*, LUO Min-Ting, QIU Qi-Dong, ZHOU Ming-Lin
(*Guangdong Testing Institute of Product Quality Supervision*, *Foshan* 528300, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of migration levels of 10 kinds of restricted substances [including bisphenol A, bisphenol S, bisphenol F, phthalic acid, terephthalic acid, isophthalic acid, trimellitic acid, caprolactam, 1,1'-sulfonylbis(4-chlorobenzene) and 4,4'-biphenol] in food plastic packaging products by high performance liquid chromatography. **Methods** Following the general principles of migration tests, plastic packaging products were subjected to migration testing using food simulants, the food simulants were

收稿日期: 2025-11-19
基金项目: 广东省市场监督管理局科技项目(2024ZC01)
第一作者/*通信作者: 伍志航(1991—), 男, 工程师, 主要研究方向为食品、食品相关产品及化妆品安全检测。E-mail: 535500926@qq.com

separated by gradient elution with a mobile phase of 0.1% phosphoric acid aqueous solution-methanol on a Welch Ultimate AQ-C_{18} chromatographic column (3.0 mm×100 mm, 3.5 μm), detected by a diode array detector, and quantified by the external standard method. **Results** All 10 kinds of compounds exhibited good linear relationships in the concentration range of 0.10 to 10.00 mg/L (r^2>0.999) in various food simulants, including 4% (volume fraction) acetic acid, 10% (volume fraction) ethanol, 50% (volume fraction) ethanol and 95% (volume fraction) ethanol. The limits of detection were in the range of 0.01–0.02 mg/L and the limits of quantitation were 0.05 mg/L. At 3 spiked concentration levels (low, medium and high), the recoveries of the target analytes in different food simulants ranged from 87.8% to 104.0%, with relative standard deviations (n=6) ranging from 0.33% to 7.58%. **Conclusion** This method is simple, efficient and accurate and is suitable for the determination of migration levels of 10 kinds of restricted substances in food plastic packaging products.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography; food plastic packaging products; restricted substances

0 引 言

随着食品消费市场的持续发展，塑料材质凭借成本低廉、性能优良、形态多样等优势，在食品包装领域的应用日益广泛[1–3]。在全球积极推动生态环保与可持续发展的当下，从新鲜蔬果、即食零食到当下热销的各类预制菜，市面上绝大多数食品的包装与销售仍高度依赖塑料包装产品[4–7]。塑料产品通常以基础单体化合物为核心，加上一系列功能添加剂聚合而成[8–9]。其中，食品塑料包装中的双酚类化合物、苯二甲酸类化合物、己内酰胺等 10 种物质，作为聚合单体构建材料框架，或作为功能添加剂优化产品性能，在使用过程中可能通过迁移作用进入食品，给人体健康带来潜在风险。目前，市场上因食品包装质量问题引发的食品安全事件时有发生，相关领域的研究与讨论也备受关注[10–13]。

从健康风险角度来看，双酚 A、双酚 S、双酚 F、邻苯二甲酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、偏苯三甲酸、己内酰胺、1,1’-磺酰基二(4-氯苯)、4,4’-联苯二酚的危害性已得到科学证实：双酚 A、双酚 S、双酚 F 已明确为内分泌干扰物，可能导致生殖、心血管、内分泌等多系统毒性，且具有潜在致癌风险[14–16]；苯二甲酸类化合物对人体泌尿系统、呼吸系统存在一定毒性作用，甚至是脑卒中的潜在危险因素之一[17–18]；己内酰胺、偏苯三甲酸等物质则可能产生刺激性作用或造成器官损伤，长期低剂量摄入易累积风险，最终诱发健康问题[19]。因此，国内外均针对食品塑料包装的质量指标及相关风险物质制定了严格的规定，双酚 A 等 10 种化合物均为我国国家标准中明确限定的受限物质，也是食品相关产品监督抽查与风险监测的主要监控指标。

对于此类受限物质的检测，我国从 2015 年起陆续发布并完善了 GB 31604.1—2015《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则》及 GB 4806.1—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品通用安全要求》等系列标准，学界也报道了诸多相关方法[20–23]。然而，现有方法多聚焦单一或者某一类化合物的测定，虽能满足日常监督抽检需求，但在实际大规模风险筛查中效率偏低。此外，大多数标准的迁移实验条件依据统一通则设定进行，需要逐一单独测定，检测流程重复，时效低下。本研究旨在建立一种可同时测定食品塑料包装产品中 10 种常见受限物质迁移量的高效分析方法，包括双酚 A、双酚 S、双酚 F、邻苯二甲酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、偏苯三甲酸、己内酰胺、1,1’-磺酰基二(4-氯苯)及 4,4’-联苯二酚，为食品相关产品的日常监督及风险筛查提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 仪器、试剂与样品

1260 Infinity II 高效液相色谱仪(配二极管阵列检测器)(美国 Agilent 公司)；Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司)；MS105DU 半微量天平(精度 0.01 mg，瑞士梅特勒-托利多公司)；Welch Ultimate AQ-C_{18} (3.0 mm×100 mm, 3.5 μm)(上海月旭科技股份有限公司)。

甲醇(色谱纯，美国 Thermo Fisher Scientific 公司)；磷酸(分析纯，广州化学试剂厂)；间苯二甲酸(纯度 99.9%)、偏苯三甲酸(纯度 99.4%)、1,1’-磺酰基二(4-氯苯)(纯度 99.9%)、4,4’-联苯二酚(纯度 99.9%)、双酚 A(纯度 99.7%)、双酚 S(纯度 99.8%)、双酚 F(纯度 99.9%)标准物质、异丙醇(色谱纯)、乙醇、乙酸(分析纯)(上海安谱实验科技股份有限公司)；邻苯二甲酸(纯度 99.4%)、对苯二甲酸(纯度 99.9%)(北京振翔科技有限公司)；己内酰胺(纯度 99.3%)(广州佳途科技股份有限公司)。

本研究测定的 50 批次样品，含 25 批次可重复使用塑料餐饮具[涵盖聚碳酸酯(polycarbonate, PC)、聚丙烯(polypropylene, PP)、Tritan 材质]与 25 批次一次性塑料餐饮具[涵盖 PP、聚乙烯(polyethylene, PE)、聚对苯二甲酸乙二醇酯(polyethylene terephthalate, PET)材质]，所有样品均通过广东省内线下实体商场采购获取。

1.2　实验方法

1.2.1　标准储备液的配制

分别准确称取邻苯二甲酸、间苯二甲酸、对苯二甲酸及偏苯三甲酸的标准物质 25 mg 于同一 100 mL 容量瓶中, 用 90%异丙醇水溶液使其溶解并定容至刻度, 得到邻苯二甲酸等 4 种化合物, 质量浓度均为 250 mg/L 的标准储备液 1。分别准确称取其余 6 种化合物标准物质 100 mg 于同一 100 mL 容量瓶中, 用甲醇使其溶解并定容至刻度, 得到己内酰胺等 6 种化合物质量浓度均为 1000 mg/L 的标准储备液 2。

1.2.2　标准使用溶液及标准系列溶液的配制

分别准确吸取 4.00 mL 标准储备液 1 和 1.00 mL 标准储备液 2 于同一 10 mL 容量瓶中, 用甲醇稀释至刻度, 得到 10 种化合物质量浓度均为 100 mg/L 的标准使用液。

分别准确吸取不同体积的标准使用液分别置于 5 个 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 摇匀, 得到 6 个级别标准系列溶液, 质量浓度分别为 1、5、10、20、50 mg/L。

1.2.3　标准工作溶液的配制

准确吸取各级别标准系列溶液、标准使用液 1.00 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中, 加水稀释至刻度, 混匀。得到食品模拟物(蒸馏水)标准工作溶液, 质量浓度分别为 0.1、0.5、1.0、2.0、5.0、10 mg/L。采用相同方式, 分别用酸性、酒精类食品模拟物配制同样浓度系列的标准工作溶液。

1.2.4　食品模拟测试液的制备

按照 GB 31604.1—2023《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则》及 GB 5009.156—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则》要求, 根据样品预期使用方法设置迁移实验条件, 对待测样品进行迁移实验, 得到食品模拟测试液。4%乙酸、酒精类模拟试液过膜后直接上机测定, 测定时取未经与食品接触材料接触的食品模拟液同时进行空白测定。

1.3　色谱条件

色谱柱: Welch Ultimate AQ-C_{18} (3.0 mm×100 mm, 3.5 μm); 流动相: 甲醇-0.1%磷酸水溶液(梯度洗脱, 洗脱程序见表 1); 流速: 1.0 mL/min; 检测波长: 210、232、247 nm; 柱温: 30 ℃; 进样体积: 10 μL。

表 1　流动相梯度洗脱程序

Table 1　Gradient elution procedure of mobile phase

时间/min	0.1%磷酸水溶液/%	甲醇/%
0.00	15	85
5.00	15	85
15.00	60	40
20.00	60	40
20.10	15	85
25.00	15	85

1.4　数据处理

本研究采用 Agilent 1260 Infinity II设备及其配套工作站软件 Agilent OpenLab CDS(版本 2.7)完成实验数据的采集、处理, 色谱图经 OriginPro 2024(版本 10.1.0.178)生成。所有实验数据均为 2 次平行实验的平均值; 方法的回收率与精密度测试中, 设置 6 组平行实验, 回收率以 6 次实验结果的平均值表示, 精密度以 6 次实验结果的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)表示, 相关数据的计算通过 WPS Office 表格(版本 12.1.0.16417)完成。

2　结果与分析

2.1　化合物的特异性及检测波长的选择

采用二极管阵列检测器, 在 190~300 nm 范围, 对 5 mg/L 的混合标准溶液采集扫描, 得出各化合物的光谱图如图 1, 根据光谱图综合考虑设定检测波长为 210、232、247 nm。其中 210 nm 通道检测己内酰胺, 232 nm 通道检测偏苯三甲酸、邻苯二甲酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、双酚 S、双酚、双酚 A, 247 nm 通道检测 4,4’-联苯二酚、1,1’-磺酰基二(4-氯苯)。

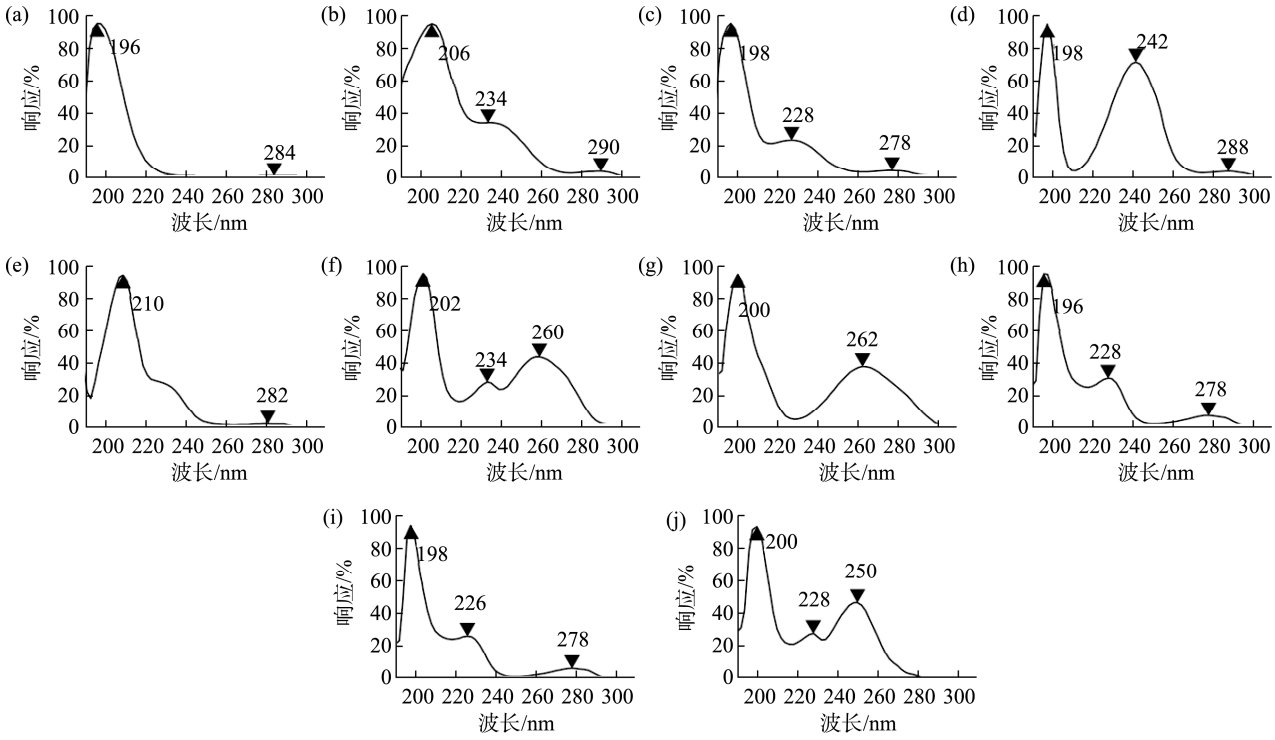
2.2　色谱柱的选择

针对本研究所测 10 种化合物, 其国家标准检测方法存在色谱柱选型差异: 偏苯三甲酸等 4 种苯多酸类化合物采用极性端基封尾的醚联苯基固定相色谱柱, 其余 6 种化合物的国家标准方法均选用常规 C_{18} 色谱柱。该醚联苯基固定相色谱柱可通过极性封端基团与醚联苯基骨架, 与苯多酸类化合物的羧基及苯环结构形成特定亲和力, 适配其分离需求。其余化合物中, 己内酰胺极性较强, 即便国家标准方法采用 250 mm C_{18} 色谱柱, 其保留效果仍欠佳; 而双酚 A、双酚 F、1,1’-磺酰基二(4-氯苯)极性较弱。鉴于 10 种目标物极性差异大, 为兼顾各化合物的分离度与分析效率, 参考文献[24–26]色谱柱的应用, 综合考量下, 本研究选用规格为 3.0 mm×100 mm、填料粒径 3.5 μm 的 AQ-C_{18} 色谱柱。经实验验证, 该色谱柱在柱压稳定性、目标物分离效果及分析耗时方面均表现理想, 可满足检测需求。

2.3　流动相的选择与优化

为实现 10 种目标化合物的高效分离与准确定量, 参考文献[27–30]方法, 本研究系统考察了多种流动相体系: 0.10 mol/L 乙酸钠缓冲溶液(磷酸调节 pH=4)、0.1%磷酸水溶液及水分别与甲醇乙腈配对测试。实验结果显示, 乙酸钠缓冲溶液-甲醇与 0.1%磷酸水溶液-甲醇两种体系均能使目标化合物实现良好分离, 且色谱峰型对称规整。但使用乙酸钠缓冲溶液作为流动相存在明显局限: (1)其截止波长较高, 会产生背景干扰, 导致各化合物检测灵敏度偏低; (2)在 232 nm 检测波长下, 基线随流动相梯度洗脱会出现显著漂移, 进一步降低检测准确性。相比之下, 0.1%磷酸水溶液不

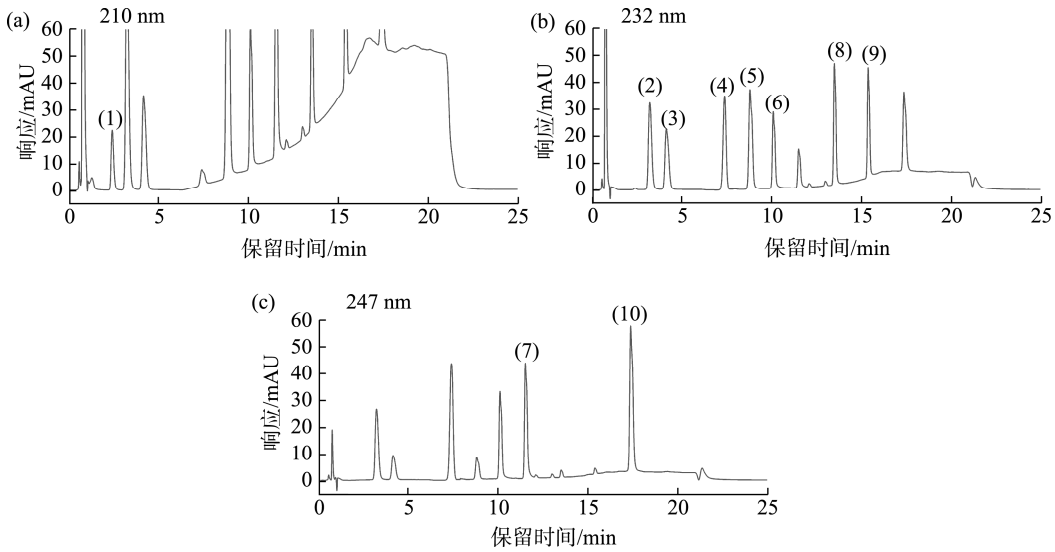
仅配制简便，还能兼顾目标物分离效果与检测灵敏度，无明显背景干扰，因此确定其与甲醇组成的体系为最终流动相。图 2 为 4%(体积分数)乙酸的标准溶液各个波长的色谱图，由图 2 可见，210 nm 色谱图中，乙酸溶剂峰在 1.5 min 内已经全部出峰，且基线在 6.0 min 后才出现轻微抬升，己内酰胺的色谱峰无任何干扰。同时，232 nm 及 247 nm 波长下，其余 9 种目标化合物均能实现有效分离，峰型与响应值均满足检测要求。



注: (a)己内酰胺; (b)偏苯三甲酸; (c)邻苯二甲酸; (d)对苯二甲酸; (e)间苯二甲酸; (f)双酚 S; (g) 4,4’-联苯二酚; (h)双酚 F; (i)双酚 A; (j) 1,1’-磺酰基二(4-氯苯)。

图 1 各化合物的光谱图

Fig.1 Spectra of each compound



注: (1)己内酰胺; (2)偏苯三甲酸; (3)邻苯二甲酸; (4)对苯二甲酸; (5)间苯二甲酸; (6)双酚 S; (7) 4,4’-联苯二酚; (8)双酚 F; (9)双酚 A; (10) 1,1’-磺酰基二(4-氯苯)。

图 2 4%(体积分数)乙酸标准溶液的各波长色谱图

Fig.2 Chromatograms of the 4% (volume fraction) acetic acid standard solution at various wavelengths

2.4　线性关系与检出限

按本研究方法测定, 对 4 种食品模拟物[4%(体积分数)乙酸、10%(体积分数)乙醇、50%(体积分数)乙醇、95%(体积分数)乙醇]中标准工作溶液进行测定, 得到各化合物定量范围(0.10~10.00 mg/L)内质量浓度与响应峰面积, 制作标准曲线并计算线性回归方程及相关系数, 相关信息见表 2。由表 2 可见, 本研究涉及的 10 种化合物在 4 种模拟物中标准工作曲线的线性方程决定系数 r^2 均不低于 0.9990, 表明各化合物浓度与响应值间线性关系优异。所有化合物的定量限为 0.05 mg/L; 检出限方面, 本研究 4,4'-联苯二酚与 1,1'-磺酰基二(4-氯苯)低至 0.01 mg/L, 其余 8 种化合物为 0.02 mg/L, 整体检出限处于较低水平, 证明检测方法灵敏度良好。食品相关产品中目标受限物质的日常迁移量通常较低, 但若长期摄入仍然存在健康风险, 本研究所建立的高灵敏度方法可满足基本检测需要。

2.5　回收率与精密度

取空白样品, 分别按预期使用方法加入 3 种食品模拟液[4%(体积分数)乙酸、10%(体积分数)乙醇、50%(体积分数)乙醇、95%(体积分数)乙醇], 再分别加入适量标准使用溶液, 使每种食品模拟液各有低、中、高 3 个加标水平, 每种模拟液每个加标水平平行制备 6 份, 按 70 ℃、2 h 进行迁移实验后上机测定, 求得各个化合物在各种模拟液中不同含量水平的平均回收率和 RSDs (n=6), 结果如表 3 所示。结果显示, 10 种化合物的平均加标回收率范围为 87.8%~104.0%,

表 2　各类型食品模拟物中标准工作溶液的线性关系、检出限与定量限

Table 2　Linear relationships, limits of detection and the limits of quantitation of standard working solutions in various types of food simulants

名称	线性方程与决定系数(r^2)				检出限/(mg/L)	定量限/(mg/L)
	4%(体积分数)乙酸	10%(体积分数)乙醇	50%(体积分数)乙醇	95%(体积分数)乙醇		
己内酰胺	Y=22.46X–0.3387 (r^2=0.9998)	Y=22.56X–0.3412 (r^2=0.9996)	Y=22.612X–0.3874 (r^2=0.9997)	Y=20.26X–0.8975 (r^2=0.9998)	0.02	0.05
偏苯三甲酸	Y=41.62X–0.2427 (r^2=0.9998)	Y=41.49X–0.1211 (r^2=0.9999)	Y=40.24X–0.4026 (r^2=0.9996)	Y=40.02X–0.3406 (r^2=0.9999)	0.02	0.05
邻苯二甲酸	Y=32.89X–0.4669 (r^2=0.9998)	Y=33.27X–0.3404 (r^2=0.9996)	Y=31.79X+0.4543 (r^2=0.9994)	Y=32.10X+0.9552 (r^2=0.999)	0.02	0.05
对苯二甲酸	Y=59.27X–1.2124 (r^2=0.9998)	Y=58.85X–0.9922 (r^2=0.9998)	Y=59.46X–2.1778 (r^2=0.9998)	Y=58.42X–2.3866 (r^2=0.9998)	0.02	0.05
间苯二甲酸	Y=48.76X–0.7280 (r^2=0.9999)	Y=48.43X–0.2203 (r^2=0.9998)	Y=49.14X–1.0872 (r^2=0.9998)	Y=48.30X–0.0643 (r^2=0.9999)	0.02	0.05
双酚 S	Y=29.91X–0.1035 (r^2=0.9999)	Y=29.80X+0.1028 (r^2=0.9998)	Y=30.62X–0.3622 (r^2=0.9994)	Y=30.16X+0.2406 (r^2=0.9998)	0.02	0.05
4,4'-联苯二酚	Y=44.93X–0.8101 (r^2=0.9999)	Y=44.91X–0.9326 (r^2=0.9998)	Y=45.83X–1.4413 (r^2=0.9995)	Y=44.91X+0.7564 (r^2=0.9999)	0.01	0.05
双酚 F	Y=40.60X–1.4587 (r^2=0.9998)	Y=40.67X–1.6888 (r^2=0.9997)	Y=40.76X–1.8752 (r^2=0.9995)	Y=39.82X–0.4141 (r^2=0.9999)	0.02	0.05
双酚 A	Y=34.05X–1.1167 (r^2=0.9998)	Y=34.02X–1.2614 (r^2=0.9998)	Y=34.23X–1.7218 (r^2=0.9994)	Y=33.61X–0.5907 (r^2=0.9999)	0.02	0.05
1,1'-磺酰基二(4-氯苯)	Y=65.96X–3.3691 (r^2=0.9998)	Y=65.86X–1.1604 (r^2=0.9998)	Y=66.23X–2.4535 (r^2=0.9997)	Y=64.75X–0.5234 (r^2=1.0000)	0.01	0.05

表 3　各化合物在不同模拟液中不同加标水平的平均回收率和 RSDs (%, n=6)

Table 3　Average recoveries and RSDs of each compound at different spiked concentration levels in different simulants (%, n=6)

名称	4%(体积分数)乙酸			10%(体积分数)乙醇			50%(体积分数)乙醇			95%(体积分数)乙醇		
	低水平 (0.1 mg/L)	中水平 (0.2 mg/L)	高水平 (1.0 mg/L)	低水平 (0.1 mg/L)	中水平 (0.2 mg/L)	高水平 (1.0 mg/L)	低水平 (0.1 mg/L)	中水平 (0.2 mg/L)	高水平 (1.0 mg/L)	低水平 (0.1 mg/L)	中水平 (0.2 mg/L)	高水平 (1.0 mg/L)
己内酰胺	94.7 (2.85)	93.4 (3.33)	90.5 (1.65)	98.7 (4.15)	89.3 (3.40)	99.1 (1.05)	94.7 (3.61)	89.9 (4.23)	98.2 (1.33)	90.2 (5.23)	90.5 (6.59)	97.4 (1.21)
偏苯三甲酸	92.9 (3.12)	90.1 (2.03)	90.1 (0.81)	88.1 (6.92)	91.2 (2.70)	98.9 (0.86)	89.0 (5.26)	94.0 (4.81)	99.4 (1.08)	89.7 (4.36)	96.4 (5.88)	100.0 (0.96)
邻苯二甲酸	91.6 (4.28)	94.1 (2.10)	89.5 (0.86)	101.0 (2.37)	96.4 (1.94)	98.5 (0.66)	97.9 (3.20)	99.7 (2.03)	96.5 (0.92)	94.5 (7.29)	102.8 (3.79)	100.7 (0.86)
对苯二甲酸	99.5 (3.23)	92.3 (1.88)	88.8 (0.79)	92.8 (4.84)	90.0 (3.44)	97.7 (0.43)	90.7 (2.71)	92.6 (3.91)	97.3 (2.02)	88.6 (5.05)	95.4 (2.60)	100.0 (0.77)
间苯二甲酸	95.8 (3.41)	89.5 (1.77)	88.9 (1.14)	88.5 (5.72)	89.9 (3.35)	97.4 (0.75)	93.9 (3.04)	96.5 (1.89)	92.6 (1.77)	99.0 (2.75)	102.7 (2.77)	101.7 (0.85)
双酚 S	90.9 (3.30)	87.8 (2.65)	88.6 (1.37)	90.0 (7.14)	88.2 (1.92)	95.7 (0.55)	90.8 (1.94)	96.1 (1.42)	98.1 (1.84)	92.2 (5.91)	104.0 (7.01)	100.7 (0.93)
4,4'-联苯二酚	92.9 (5.96)	91.4 (1.25)	88.7 (0.59)	99.1 (1.81)	92.6 (1.38)	97.2 (0.37)	95.3 (3.06)	97.7 (4.33)	97.2 (1.18)	96.4 (5.80)	102.7 (2.01)	101.7 (0.48)

表 3(续)

名称	4%(体积分数)乙酸			10%(体积分数)乙醇			50%(体积分数)乙醇			95%(体积分数)乙醇		
	低水平(0.1 mg/L)	中水平(0.2 mg/L)	高水平(1.0 mg/L)	低水平(0.1 mg/L)	中水平(0.2 mg/L)	高水平(1.0 mg/L)	低水平(0.1 mg/L)	中水平(0.2 mg/L)	高水平(1.0 mg/L)	低水平(0.1 mg/L)	中水平(0.2 mg/L)	高水平(1.0 mg/L)
双酚 F	99.8 (2.12)	91.4 (1.49)	88.1 (0.87)	102.0 (3.30)	93.0 (1.20)	96.8 (0.41)	97.5 (3.68)	95.7 (3.78)	99.6 (1.50)	93.5 (3.61)	98.4 (2.07)	102.0 (0.76)
双酚 A	96.7 (1.70)	89.7 (3.74)	88.1 (0.69)	90.1 (2.41)	89.1 (1.88)	95.1 (0.81)	92.5 (3.55)	92.8 (2.89)	93.9 (1.07)	93.2 (7.58)	97.0 (2.62)	99.3 (1.34)
1,1'-磺酰基二(4-氯苯)	96.8 (2.39)	92.2 (7.04)	90.9 (0.97)	94.2 (7.24)	98.6 (4.89)	97.7 (0.33)	95.1 (5.85)	101.0 (3.67)	99.0 (2.38)	96.5 (3.50)	103.4 (6.95)	101.0 (1.07)

注: 表中数字为平均回收率(RSDs)。

RSDs 范围(n=6)为 0.33%~7.58%。结果表明, 本研究建立的检测方法在 3 种食品模拟液的低、中、高 3 个加标水平下, 10 种目标化合物具有良好的准确度与精密度, 方法能满足相关分析要求。

2.6 实际样品测定

按本研究方法对包括可重复使用塑料餐饮具(涵盖 PC、PP、Tritan 材质)与一次性塑料餐饮具(涵盖 PP、PE、PET 材质)的 50 批次食品塑料包装产品开展 10 种受限物质的迁移量测定, 其中有两个样品第一次迁移实验检出双酚 A, 结果见表 4。其余 9 种化合物均未检出。阳性样品(XX PC 杯)10%(体积分数)乙醇食品模拟液色谱图如图 3 所示。

表 4 实际样品测定结果

Table 4 Determination results of actual sample

样品名称	检出化合物	模拟液类型	迁移条件	模拟液中的含量/(mg/L)
XX PC 杯	双酚 A (第一次)	10%(体积分数)乙醇	70 ℃, 2 h	0.51
xx 盘	双酚 A (第一次)	95%(体积分数)乙醇	70 ℃, 2 h	0.39

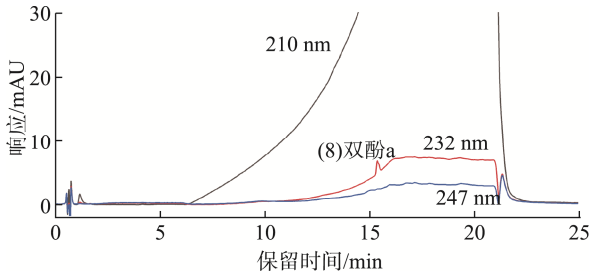


图 3 阳性样品(XX PC 杯)的食品模拟液[10%(体积分数)乙醇]测定色谱图

Fig.3 Chromatogram of 10% (volume fraction) ethanol food simulant for positive sample (XX PC cup)

3 结 论

本研究建立了高效液相色谱法同时测定食品塑料包装产品中包括邻苯二甲酸、对苯二甲酸、间苯二甲酸、偏苯三甲酸、己内酰胺、1,1'-磺酰基二(4-氯苯)、4,4'-联苯二酚、双酚 A、双酚 S、双酚 F 在内的 10 种受限物质迁移量的方法。方法学验证结果显示, 该方法对 10 种化合物的检测灵敏度高, 在一定的浓度范围内线性关系优异, 回收率及精密度均满足检测要求。相较于现行仅聚焦单一或某一类化合物测定的检测方法, 本方法可同时测定上述 10 种常见受限物质迁移量, 能有效弥补现有方法的局限性, 大幅提升日常监管尤其是大规模风险筛查任务的效率与准确度, 为食品相关产品日常监督及风险筛查提供可靠的技术支撑。

参考文献

[1] 杨欣, 隋玲, 候新彤, 等. 塑料食品包装中受限物质检测研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(14): 20–30.
YANG X, SUI L, HOU XT, *et al*. Research progress in the detection of restricted substances in plastic food packaging [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(14): 20–30.

[2] 曹丽芬, 董丹丹, 王斌, 等. 新业态食品行业蓬勃发展背景下“限塑令”施行存在的问题及对策建议[J]. 中国包装, 2025, 45(10): 13–17.
CAO LF, DONG DD, WANG B, *et al*. Problems and countermeasures in the implementation of the “plastic restriction order” under the background of the vigorous development of the new format food industry [J]. China Packaging, 2025, 45(10): 13–17.

[3] 付露莹, 王锐, 张有林. 食品包装材料研究进展[J]. 包装与食品机械, 2018, 36(1): 51–56.
FU LY, WANG R, ZHANG YL. Research progress of food packaging materials [J]. Packaging and Food Machinery, 2018, 36(1): 51–56.

[4] 李禾. 终结塑料污染, 中国在行动![N]. 科技日报, 2025-06-05(008).
LI H. Ending plastic pollution: China’s actions [N]. Science and Technology Daily, 2025-06-05(008).

[5] 童彤. 西班牙: 果蔬限塑令推行受阻[J]. 中国果业信息, 2023, 40(1): 42–43.
TONG T. Spain’s fruit and vegetable plastic ban implementation faces obstacles [J]. China Fruit & Vegetable Industry Information, 2023, 40(1): 42–43.

[6] 李国庆. 限塑令升级下塑料污染治理的思路[J]. 人民论坛, 2021(Z1): 78–80.
LI GQ. Thoughts on plastic pollution control under the upgraded plastic restriction policy [J]. People’s Tribune, 2021(Z1): 78–80.

[7] 曹丽芬, 董丹丹, 王斌, 等. 新业态食品行业蓬勃发展背景下“限塑令”施行存在的问题及对策建议[J]. 中国包装, 2025, 45(10): 13–17.
CAO LF, DONG DD, WANG B, *et al*. Problems and countermeasures of the “plastic restriction order” under the background of vigorous development of the new-format food industry [J]. China Packaging, 2025, 45(10): 13–17.

[8] 齐强. 食品塑料包装:你不知道的那些事儿[J]. 科学之友, 2025(4): 161–162.
QI Q. Food plastic packaging: Things you don’t know [J]. Friend of Science Amateurs, 2025(4): 161–162.

[9] 申海龙. 塑料的化学基础: 从聚合物到环境问题[J]. 科学之友, 2025(6): 134–135.
SHEN HL. Chemical basis of plastics: From polymers to environmental issues [J]. Friend of Science Amateurs, 2025(6): 134–135.

[10] 王欢, 杨静, 朱婷. 食品塑料包装导致的食品安全问题及对策分析[J]. 食品安全导刊, 2022(25): 31–33.
WANG H, YANG J, ZHU T. Food safety issues caused by food plastic packaging and countermeasure analysis [J]. Journal of Food Safety Guide, 2022(25): 31–33.

[11] 马敏. 食品包装材料对食品安全的影响及应对对策[J]. 现代食品, 2025(5): 143–145.
MA M. Influence of food packaging materials on food safety and corresponding countermeasures [J]. Modern Food, 2025(5): 143–145.

[12] 张丽媛, 韦存茜, 杨建平. 可降解塑料在食品相关产品方面的应用及质量安全要求[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(7): 2303–2308.
ZHANG LY, WEI CX, YANG JP. Application and quality safety requirements of degradable plastics in food-related products [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2020, 11(7): 2303–2308.

[13] 任梦梦, 徐丹, 张弛, 等. 食品包装材料中有害物质迁移的研究进展[J]. 食品科技, 2025, 50(9): 327–334.
REN MM, XU D, ZHANG C, *et al*. Research progress on migration of harmful substances in food packaging materials [J]. Food Science and Technology, 2025, 50(9): 327–334.

[14] .AHMAD I, KAUR M, TYAGI D, *et al*. Exploring novel insights into the molecular mechanisms underlying bisphenol A-induced toxicity: A persistent threat to human health [J]. Environmental Toxicology and Pharmacology, 2024, 108: 104467.

[15] 雷连曼, 孙姝, 陈晨, 等. 双酚 S 暴露致生殖系统损伤及其机制的研究进展[J]. 安徽医科大学学报, 2025, 60(1): 180–185.
LEI LM, SUN S, CHEN C, *et al*. Research progress on reproductive system damage caused by bisphenol S exposure and its mechanism [J]. Acta Universitatis Medicinalis Anhui, 2025, 60(1): 180–185.

[16] 石雨, 李景芝, 陈洪强, 等. 双酚 S 和双酚 F 对雄性生殖系统损伤信号通路的生物信息学分析及其实验验证[J]. 吉林大学学报(医学版), 2025, 51(2): 460–470.
SHI Y, LI JZ, CHEN HQ, *et al*. Bioinformatics analysis and experimental verification of signal pathways involved in male reproductive system damage induced by bisphenol S and bisphenol F [J]. Journal of Jilin University (Medical Edition), 2025, 51(2): 460–470.

[17] 陈延松, 李媛媛. 对苯二甲酸毒性研究进展[J]. 安徽教育学院学报, 2004(6): 74–77.
CHEN YS, LI YY. Research progress on toxicity of terephthalic acid [J]. Journal of Anhui Institute of Education, 2004(6): 74–77.

[18] 曾雅清, 戚妹, 王琴, 等. 邻苯二甲酸盐暴露与罹患脑卒中风险的相关性: 基于 NHANES 的横断面研究[J]. 卒中与神经疾病, 2025, 32(2): 190–196.
ZENG YQ, QI M, WANG Q, *et al*. Correlation between phthalate exposure and risk of stroke: A cross-sectional study based on NHANES [J]. Stroke and Nervous Diseases, 2025, 32(2): 190–196.

[19] 李志平, 吴雄杰, 赵康, 等. 食品塑料包装材料中常见有毒有害单体介绍[J]. 塑料包装, 2016, 26(5): 56–60, 24.
LI ZP, WU XJ, ZHAO K, *et al*. Introduction to common toxic and harmful monomers in food plastic packaging materials [J]. Plastic Packaging, 2016, 26(5): 56–60, 24.

[20] 诸葛海涛, 张阳, 闻诚, 等. LC-MS法测定食品接触用PET材料食品模拟物中间苯二甲酸和对苯二甲酸的迁移量[J]. 食品安全导刊, 2022(21): 91–93.
ZHUGE HT, ZHANG Y, WEN C, *et al*. Determination of migration amounts of isophthalic acid and terephthalic acid in food simulants of PET materials in contact with food by LC-MS [J]. Journal of Food Safety Guide, 2022(21): 91–93.

[21] 冯涛, 邬玲玲. 固相萃取-高效液相荧光法测定食品接触材料中双酚 A、双酚 F 和双酚 S 的迁移量[J]. 山西化工, 2024, 44(3): 40–43.
FENG T, WU LL. Determination of migration amounts of bisphenol A, bisphenol F and bisphenol S in food contact materials by solid phase extraction-high performance liquid chromatography with fluorescence detection [J]. Shanxi Chemical Industry, 2024, 44(3): 40–43.

[22] 赵镭, 李文慧, 李洁君, 等. HPLC 法测定 4,4’-联苯二酚和 4,4’-二氯二苯砜迁移量[J]. 食品工业, 2021, 42(4): 471–474.
ZHAO L, LI WH, LI JJ, *et al*. Determination of migration amounts of 4,4’-biphenol and 4,4’-dichlorodiphenyl sulfone by HPLC [J]. The Food Industry, 2021, 42(4): 471–474.

[23] 朱金红, 张欣涛. 食品接触用塑料包装材料构成及有害物质检测技术浅析[J]. 山东化工, 2024, 53(23): 147–149.
ZHU JH, ZHANG XT. Brief analysis on composition and detection technology of harmful substances in plastic packaging materials for food contact [J]. Shandong Chemical Industry, 2024, 53(23): 147–149.

[24] WEI M, CHEN X, YI L, *et al*. Detecting kinsenoside from Anoectochilus roxburghii by HPLC-ELSD with dual columns of NH2 and AQ-C_{18} [J]. Phytochemical Analysis, 2020, 31(6): 700–710.

[25] 陈鑫, 刘骞, 刘军, 等. LC-MS 测定南瓜、芦笋、水芹和番木瓜中吡唑醚菌酯残留量[J]. 湖北农业科学, 2019, 58(5): 92–95.
CHEN X, LIU Q, LIU J, *et al*. Determination of pyraclostrobin residues in pumpkin, asparagus, water celery and papaya by LC-MS [J]. Hubei Agricultural Sciences, 2019, 58(5): 92–95.

[26] 俞海伦, 韩玉良, 高建平, 等. 高效液相色谱法同时测定大鼠心肌组织中磷酸肌酸和 5 种磷酸腺苷的含量[J]. 应用技术学报, 2017, 17(1): 49–53.
YU HL, HAN YL, GAO JP, *et al*. Simultaneous determination of creatine phosphate and five adenosine phosphates in rat myocardial tissue by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Technology, 2017, 17(1): 49–53.

[27] 何媛媛, 李威, 潘祥华, 等. 高效液相色谱法测定食品模拟物中偏苯三甲酸酐的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(13): 3441–3447.
HE YY, LI W, PAN XH, *et al*. Determination of trimellitic anhydride content in food simulants by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2018, 9(13): 3441–3447.

[28] 望秀丽, 全王樺, 管理. 超高效液相色谱法测定食品接触材料制品中 1,1’-磺酰基二(4-氯苯)和 4,4’-联苯二酚的迁移量[J]. 理化检验-化学分册, 2023, 59(8): 911–916.
WANG XL, QUAN WS, GUAN L. Determination of migration amounts of 1,1’-sulfonylbis(4-chlorobenzene) and 4,4’-biphenol in food contact materials and products by ultra-high performance liquid chromatography [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2023, 59(8): 911–916.

[29] 肖湾, 马红青, 赵霞. 高效液相色谱法测定皮革中的双酚 A、双酚 F 和双酚 S[J]. 皮革与化工, 2024, 41(1): 15–17, 22.
XIAO W, MA HQ, ZHAO X. Determination of bisphenol A, bisphenol F and bisphenol S in leather by high performance liquid chromatography [J]. Leather and Chemicals, 2024, 41(1): 15–17, 22.

[30] 李颖, 尹光, 赵霞. 含有尼龙6涂层的药品包装材料中己内酰胺单体浸出量的测定[J]. 药品评价, 2024, 21(11): 1311–1315.
LI Y, YIN G, ZHAO X. Determination of caprolactam monomer leaching amount in pharmaceutical packaging materials with nylon 6 coating [J]. Drug Evaluation, 2024, 21(11): 1311–1315.

(责任编辑: 安香玉　韩晓红)