

# 气相色谱 - 质谱法测定半固态复合调味料中塑化剂

雷亭亭\*

(北京东方纵横产品检测有限公司, 北京 10010)

**摘要: 目的** 建立气相色谱-质谱法 (Gas Chromatography Mass Spectrometry, GC-MS/MS) 测定半固态食品中 6 种邻苯二甲酸酯 [邻苯二甲酸二异丁酯 (DIBP)、邻苯二甲酸二正丁酯 (DBP)、邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯 (DBEP)、邻苯二甲酸二环己酯 (DCHP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯 (DEHP) 和邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP)] 的分析方法。**方法** 通过对色谱与质谱条件优化、前处理提取方式的比对和净化柱的选择, 样品用有机溶剂液液萃取, 取上清液经乙二胺-N-丙基硅烷/硅胶 (PSA/Silica) 复合填料玻璃材质固相萃取柱净化, 利用毛细色谱柱 TG-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm) 分离分析。先用质谱仪全扫描 (SCAN) 模式选择最佳条件, 后用特征选择离子监测扫描模式 (Selected Ion Monitor, SIM) 检测, 以保留时间和定性离子碎片丰度比定性, 外标法定量分析。**结果** 在 26.5 min 内完成分离分析。线性范围: DINP 在浓度 0.2~5.0 μg/mL 范围内线性关系良好,  $r>0.9995$ ; 其他 5 种均在 0.02~0.50 μg/mL 范围内线性关系良好,  $r$  均  $>0.9995$ 。定量限: DINP 为 9.0 mg/kg, DBP 为 0.3 mg/kg, 其它均为 0.5 mg/kg; 分别向市售两家蘸料和底料中添加三水平标液: DINP 为 20、40 和 60 mg/kg, 其它均为 4、6 和 8 mg/kg, 回收率均为 89.1%~101%; RSD% 均小于 3.8%。**结论** 该方法前处理简单, 选择性好, 灵敏度和准确度, 可普遍用于半固态复合调味料中塑化剂的测定。**关键词:** 邻苯二甲酸酯; 塑化剂; 气相色谱-质谱法

## Gas chromatography-mass spectrometry method for determining phthalate esters (PAEs) in semisolid complex condiment

LEI Ting-Ting\*

(Beijing East Allreach Product Test Co., Ltd., Beijing 10010, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination of six phthalates [diisobutyl phthalate (DIBP), di-n-butyl phthalate (DBP), di(2-butoxy)ethyl phthalate (DBEP), dicyclohexyl phthalate (DCHP), di(2-ethyl)hexyl phthalate (DEHP) and diisononyl phthalate (DINP)] in semi-solid food by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS/MS). **Methods** The optimization of chromatography and mass spectrometry conditions, the comparison of pretreatment extraction methods, and the selection of purification columns were carried out. The samples were extracted with an organic solvent, and the supernatant was purified by a solid phase extraction column made of ethylenediamine-N-propylsilane/silica gel (PSA/Silica) composite packing glass, and separated by a capillary column TG-5MS (30 m × 0.25 mm × 0.25 μm). The optimal conditions were selected by mass spectrometry full scan (SCAN) mode, and then by feature selective ion monitoring scan mode (SIM) detection, the retention time and qualitative ion fragment abundance ratio were qualitatively analyzed, and the external standard method was used for quantitative analysis. **Results** The separation was completed within 26.5 min. Linear range: DINP had a good linear relationship in the concentration range of 0.2~5.0 μg/mL, with  $r>0.9995$ , and the other

\* 通信作者: 雷亭亭, 中级工程师, 食品总监助理, 研究方向为食品检测。E-mail: tingting369452@126.com

\*Corresponding author: LEI Ting-Ting, Engineer, Assistant Food Director, Beijing East Allreach Product Test Co., Ltd., Beijing 10010, China. E-mail: tingting369452@126.com

five species had a good linear relationship in the range of 0.02~0.50  $\mu\text{g/mL}$ , with  $> r_{0.9995}$ . The limit of quantification was 9.0 mg/kg, DINP was 0.3 mg/kg, and the others were 0.5 mg/kg, and the three-level standard solution was added to the two dipping materials and bottom materials, respectively: DINP was 20, 40 and 60 mg/kg, and the others were 4, 6 and 8 mg/kg, and the recovery rates were 89.1%~101%. The RSD % was less than 3.8%. **Conclusion** This method has simple pretreatment, good selectivity, sensitivity and accuracy, and can be widely used for the determination of plasticizers in semi-solid composite seasonings.

**KEY WORDS:** phthalic acid esters; PAEs; gas chromatography mass spectrometry

## 0 引言

塑化剂是一种增加柔软性的添加剂。主要包括：邻苯二甲酸二甲酯 (DMP) 等，能显著削弱分子间范德华力，提高食品的稠性。但对人体有害，人体食用了含塑化剂的食物后，可能出现内分泌失调、免疫力下降等症状，长时间接触和食用，可能污染人类基因、造成基因中毒、通过基因遗传给我们子孙后代<sup>[1-7]</sup>。随着国家对塑化剂的严格控制和查处，虽得到明显遏制，但随机收集的市场上不同食品塑化剂检测结果表明：在蜂蜜、饮料类、食用油中，其检出率分别为 6%、2.9%、1%<sup>[8]</sup>。这些产品多为粘稠状且为塑料包装，因此，对塑料包装的粘稠食品比如火锅蘸料底料中塑化剂研究分析，对人类饮食与健康有重要的意义。

报道过塑化剂的测试方法有分光光度法、荧光光度法、液相、气相、气质、液质等，目前气质法是食品塑化剂检测中采用最多的方法<sup>[9-11]</sup>。对于样品主要采用液液萃取，净化手段是固相萃取柱净化<sup>[12-13]</sup>。2008 年《食品中邻苯二甲酸酯类增塑剂含量的测定》中指出气质法能胜任食品中 PAEs 类物质检测需要<sup>[14]</sup>。陈美凤、孙章华在测果汁中 16 种邻苯二甲酸酯类含量中，采用正己烷萃取、用 GC-MS 法分离测定<sup>[15]</sup>。吴慧勤等在不同类别食品中塑化剂测定中，选择气质测定<sup>[16]</sup>。这些研究主要是对火腿、酒、果汁饮料为对象，但对复合调味料中塑化剂的研究较少。

不同种类调味料成分不同，基质复杂，萃取效率和净化效率也不同，本研究使用正己烷-乙腈有机溶剂萃取，PSA/Silica 玻璃材质固相萃取柱净化等前处理方法，建立了快捷、准确检测塑化剂的气相色谱-质谱联用方法。方法耗时少、经济实惠、准确可靠，6 种塑化剂的分析灵敏度令人满意。

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器、试剂及标液

仪器：气相色谱质谱仪 (GCMS-QP2020, 日本岛津)，高效冷冻离心机 (德国 Hettich)，氮吹仪 (USD14.05.12GC248, 北京优晟联合)，色谱柱 (TG-5ms, Thermo)，PSA/Silica 复合填料玻璃柱 (Bio-Rad 北京恩加壹)，SPE-16FG 固相萃取仪 (深圳市三莉)，电子天平 (德国 Sartorius)，电热恒温振荡水槽 (上海森信)。

试剂：正己烷、二氯甲烷、丙酮、乙腈 (色谱纯，美国 Fisher 公司)；氮气、氦气 (99.999%，北京城信顺兴)。

标液：DINP (99.9%，英国政府化学家实验室 LGC)，其他 5 种为混标 (浓度均为 1000  $\mu\text{g/mL}$ ，Ozsismart Solutions)。

### 1.2 试验方法

#### 1.2.1 标准使用液配制

10.0  $\mu\text{g/mL}$  混标配制：精密量取 1000  $\mu\text{g/mL}$  的混标 1 mL 至 100 mL 容量瓶中，用正己烷稀释并定容。

混标标准曲线上系列浓度配制：准确量取 10.0  $\mu\text{g/mL}$  混合中间液，用正己烷逐级稀释，配制为 0.02  $\mu\text{g/mL}$ 、0.05  $\mu\text{g/mL}$ 、0.1  $\mu\text{g/mL}$ 、0.20  $\mu\text{g/mL}$ 、0.50  $\mu\text{g/mL}$  的系列浓度溶液。

100  $\mu\text{g/mL}$  DINP 中间液配制：精密称取 10.05 mg 用正己烷稀释定容至 10.00 mL，即得 1004  $\mu\text{g/mL}$ ，再精密量取 1004  $\mu\text{g/mL}$  标液 1.00 mL，用正己烷稀释定容至 10.00 mL，即得 100  $\mu\text{g/mL}$  DINP 中间液。

DINP 标准系列工作液：准确量取其 100.0  $\mu\text{g/mL}$  中间液，用正己烷逐级稀释，配制为 0.2  $\mu\text{g/mL}$ 、0.5  $\mu\text{g/mL}$ 、2.0  $\mu\text{g/mL}$ 、5.0  $\mu\text{g/mL}$ 、10.0  $\mu\text{g/mL}$  的系列浓度溶液。

#### 1.2.2 样品制备

半固态和固态样品：分别取约 200 g 样品经粉碎后放置磨口玻璃瓶内待用。

#### 1.2.3 样品前处理

准确称取 0.5 g (精确至 0.0001 g) 于 10 mL 具塞磨口离心管中，加入 1 mL 正己烷，涡旋 2 min，再加入 5 mL 乙腈，涡旋 1 min，震荡加速 20 min，4000 r/min 离心 5 min，收集上清液。加入 5 mL 乙腈重复提取 1 次，合并上清液。40°C 氮气吹干，加入 6 mL 乙腈，涡旋混匀，待净化。

经 PSA/Silica 复合填料玻璃柱净化：依次加入 5 mL 二氯甲烷、5 mL 乙腈活化，弃去流出液；将待净化液加入小柱，收集流出液；再加入 5 mL 乙腈，收集流出液，合并两次流出液，加入 1 mL 丙酮，40°C 氮吹至近干，正己烷准确定容至 2 mL，涡旋混匀，供 GC-MS 分析。

同时做空白试验：除不加试样外，均按测定步骤进行。

实验所用器皿及整个过程应避免塑料制品，所用玻璃器皿洗净后，用重蒸水淋洗 3 次，丙酮浸泡 1 h，在 200°C 下烘烤 2 h，冷却至室温备用。

1.2.4 气相色谱 - 串联质谱条件

(1) 气相色谱条件

色谱柱 TG-5ms: 30 m×0.25 mm×0.25 μm; 柱箱温度: 60°C; 进样口温度: 260°C; 进样体积: 1 μL; 载气: 氮气; 压力: 57.5 kPa; 柱流量: 1.00 mL/min; 进样方式: 不分流; 升温程序见气相条件优化结果表 1。

(2) 质谱条件

离子源: 电离源: EI; 电离能量: 70 eV; 离子源温度: 230°C; 接口温度: 280°C; 激活电压: 1.0 V; 溶剂延迟: 3 min; 四极杆温度: 150°C。

2 结果与分析

2.1 仪器条件优化

2.1.1 气相条件优化

组成复杂的样品, 按国家标准 [17] 中色谱条件难以分离, 易有干扰, 导致假阳性。为此优化色谱条件: 降低柱前压和程序升温速率, 从而提高分离效率, 连续取 1 μL 的 1 μg/mL 标液进样。优化后程序为表 1; 优化前后比较见图 1。

表 1 改进后升温程序

Table 1 Improved heating procedure

速率 (°C/min)	温度 (°C)	保留时间 (min)
0.0	60.0	1.00
20.0	220.0	1.00
5.0	250.0	1.00
6.0	280.0	4.00

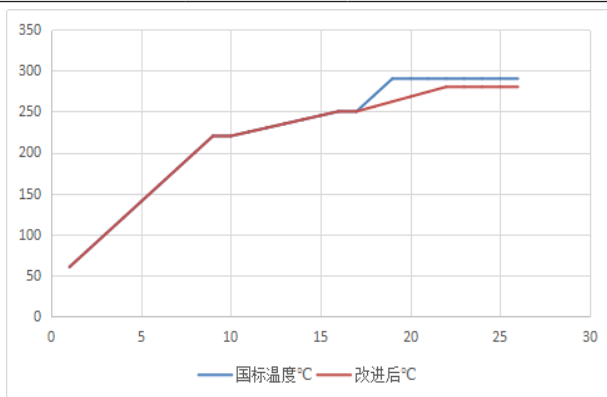


图 1 改进前后比较

Fig.1 Comparison before and after improvement

2.1.2 气质条件优化

通过质谱机理断裂 [18], 在选好的气相条件下将 1 μg/mL 标液自动连续进样, 用 SCAN 模式全扫, 采用提取离子进一步验证, 以获得最佳的定性、定量离子; 在 SIM 模式为正离子下进行选择离子扫描, 获得最佳质谱条件。6 种塑化剂质谱离子丰度比见表 2 和图 2。

表 2 塑化剂的定性离子对、定量离子对

Table 2 Qualitative and quantitative ion pairs of plasticizers

组分	定量离子	定性离子	定性离子	定性离子	定量 / 定性离子丰度比
DIBP	149	223	104	167	(100) (7) (5) (4)
DBP	149	223	205	104	(100) (3) (3) (2)
DBEP	149	101	85	193	(100) (80) (88) (35)
DCHP	149	167	249	104	(100) (37) (6) (3)
DEHP	149	167	113	279	(100) (44) (15) (12)
DINP	149	293	167	127	(100) (21) (12) (15)

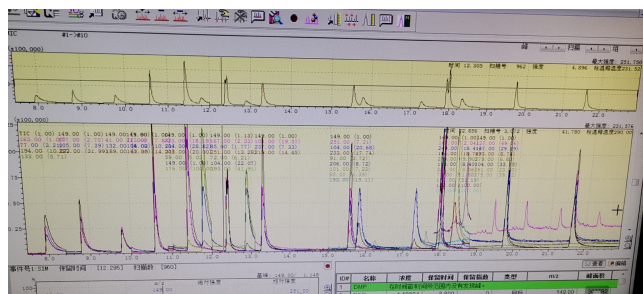


图 2 质谱方法改进后的 SIM 图

Fig.2 SIM plot of the improved mass spectrometry method

最佳质谱条件为: 电离能量: 70 eV; 离子源温度: 230°C; 接口温度: 280°C; 激活电压: 1.0 V; 溶剂延迟: 3 min; 四极杆温度: 150°C。

2.2 前处理条件优化

2.2.1 提取条件优化

为了提高提取效率, 本研究比较了振荡和超声两种提取方式, 结果无明显差异, 本研究采用简单的振荡加速提取。

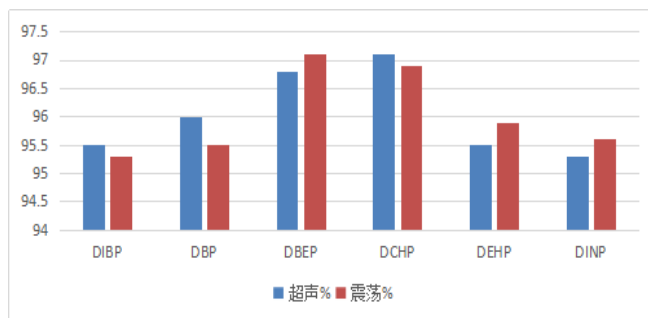


图 3 火锅底料中振荡提取与超声比较 (DINP 40.0 mg/kg, 其他 8.0 mg/kg)

Fig.3 Comparison of oscillation extraction and ultrasound in hot pot base (DINP 40.0 mg/kg, others 8.0 mg/kg)

2.2.2 固相萃取柱选择

由于气质对样品的纯度要求高, 杂质峰会干扰目标物的定性定量, 需通过固相萃取柱净化后上机。考察了佛罗里硅土玻璃层析柱 [19]、沃特世 Oasis MAX 固相萃取柱 [20] 和 PSA/Silica 复合填料玻璃柱。回收率比较见表 3。

表3 添加水平 DINP 40.0 mg/kg, 其他为 8.0 mg/kg 不同净化柱提取率对比

Table 3 Comparison of extraction rates of different purification columns with addition level of DINP 40.0 mg/kg and others 8.0 mg/kg

名称	PSA/Silica (1000 mg/6 mL)	Oasis MAX (3 cc 60 mg 30 μm)	弗罗里硅土 玻璃层析柱
DIBP	96.1	96.2	71.6
DBP	96.3	96.3	70.8
DBEP	95.2	84.1	55.9
DCHP	96.1	87.2	95.3
DEHP	95.7	86.6	64.3
DINP	96.7	83.1	61.7

结果: PSA/Silica 提取率最好。

### 2.3 方法的线性范围及检出限

在选定气质条件下, 取 1 μL, 用正己烷溶液配制好的 0.02、0.05、0.1、0.20、0.50 μg/mL 系列浓度溶液 (DINP 系列浓度溶液为 0.2、0.5、2.0、5.0、10.0 μg/mL), 以峰面积为纵坐标, 含量为横坐标, 绘制标准曲线, 所得标曲见表 4。结果表明: 在 0.02~0.50 μg/mL (DINP 为 0.2~5.0) 之间线性良好。向火锅底料中加标, 当各个邻苯二甲酸酯的响应值为仪器三倍噪声时,

加标含量定义为方法检出限, 该方法定量限 DINP: 9.0 mg/kg、DBP: 0.3 mg/kg、其它均为 0.5 mg/kg (S/N=3)。

表4 分析方法的线性范围、相关系数以及检出限

Table 4 Linear range, correlation coefficient and detection limit of the analysis method

化合物 Compound	方程 Linear Equations	相关系数	定量限
		Correlation Coefficients (r)	Limit of Detections (mg/kg)
DIBP	y=422399.287350x-792.48	0.9996	0.5
DBP	y=870565.404293x+4665.6	0.9999	0.3
DBEP	y=70059.63527x+337.82	0.9994	0.5
DCHP	y=253742.951483x-1367.87	0.9994	0.5
DEHP	y=41222.096319x+2955.75	0.9996	0.5
DINP	y=449987.051411x+477.85	0.9999	9.0

### 2.4 回收率及精密度实验

分别市售火锅底料和蘸料样品中添加三水平标液: DINP 浓度 20、40 和 60 mg/kg, 其它 5 种均为 4、6 和 8 mg/kg。采用优化好条件对样品进行前处理和测定, 每个浓度点平行测定 3 次, 结果见表 5。

表5 分析方法回收率和相对标准偏差

Table 5 Analysis method recovery rate and relative standard deviation

化合物 Compound	添加水平 Spiking levels (mg/kg)	蘸料-1			蘸料-2			底料-1			底料-2		
		检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%	检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%	检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%	检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%
		Founds	Recovery	n=3	Founds	Recovery	n=3	Founds	Recovery	n=3	Founds	Recovery	n=3
DIBP	4	4.01	95.6		3.89	97.3		3.82	95.5		3.81	95.2	
		3.88	97.0	1.9	3.81	95.3	1.3	3.96	99.0	2.4	3.95	98.8	1.8
		3.86	96.5		3.79	95.0		4.01	100		3.86	96.5	
	6	6.03	100		6.01	100		5.83	97.2		5.7	95.0	
		5.98	99.7	3.1	5.96	99.3	2.7	5.71	95.2	1.8	5.71	95.2	2.1
		5.67	94.5		5.70	95.0		5.92	98.7		5.93	98.8	
		7.73	96.6		7.72	96.5		7.70	96.2		7.69	96.1	
		8	7.50	93.3	3.3	7.83	97.9	1.8	7.89	98.6	1.2	7.85	98.1
DBP	4	8.00	100		8.00	100		7.77	97.1		7.79	97.4	
		4.00	100		3.86	96.5		3.84	96.0		3.88	97.0	
		3.78	94.5	3.8	3.95	98.8	1.3	3.88	97.0	2.1	3.96	99.0	1.5
	6	3.71	92.8		3.87	96.8		4.01	100		4.00	100	
		5.81	96.8		6.05	101		5.99	99.8		5.89	98.2	
		5.93	98.8	2.8	6.01	100	1.4	5.97	99.5	0.3	5.78	96.3	1.3
		5.60	93.3		5.89	98.2		5.95	99.2		5.92	98.7	
		7.69	96.1		7.67	95.9		7.66	95.8		7.69	96.2	
8	7.21	90.1	3.1	7.82	97.8	1.4	7.81	97.6	1	7.89	98.6	1.2	
	7.32	91.5		7.61	95.1		7.67	95.9		7.77	97.1		

化合物 Compound	添加水平 Spiking levels (mg/kg)	蘸料 -1			蘸料 -2			底料 -1			底料 -2		
		检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%	检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%	检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%	检测值 mg/kg	回收率 %	RSD%
		Founds	Recovery	n=3	Founds	Recovery	n=3	Founds	Recovery	n=3	Founds	Recovery	n=3
DBEP	4	4.01	100		3.83	95.7		3.82	95.5		4.01	101	
		3.88	97.0	1.9	3.91	97.8	1.1	3.96	99.0	2.4	3.85	96.3	2.6
		3.86	96.5		3.86	96.5		4.01	100		3.88	96.8	
	6	6.03	100		6.05	101		5.89	98.2		5.76	96.2	
		5.98	99.7	3.1	6.01	100	1.4	5.78	96.3	1.3	5.87	97.8	1.6
		5.67	94.5		5.89	98.2		5.92	98.7		5.67	94.5	
		7.43	92.9		7.67	95.9		7.70	96.2		7.68	96.0	
		7.12	89.0	2.7	7.82	97.8	1.4	7.89	98.6	1.2	7.55	94.4	1.9
7.53	94.1		7.61	95.1		7.76	97.1		7.85	98.1			
DCHP	4	4.01	100.0		3.83	95.7		3.82	95.5		3.83	95.8	
		3.88	97.0	1.9	3.91	97.8	1.1	3.96	99.0	2.4	3.76	94.0	2.0
		3.86	96.5		3.86	96.5		4.01	100		3.82	95.5	
	6	6.03	100		6.05	101		5.89	98.2		5.88	98.0	
		5.98	99.7	3.1	6.01	100	1.4	5.78	96.3	1.3	5.93	98.8	2.5
		5.67	94.5		5.89	98.2		5.92	98.7		5.65	94.2	
		7.70	96.2		7.67	95.9		7.70	96.2		7.68	96.0	
		7.12	89.0	3.1	7.82	97.8	1.4	7.89	98.6	1.2	7.51	93.9	2.3
8.00	100		7.61	95.1		7.76	97.1		7.32	91.5			
DEHP	4	4.01	100.0		3.83	95.7		3.82	95.5		3.88	97.0	
		3.88	97.0	1.9	3.91	97.8	1.1	3.96	99.0	2.4	3.76	94.0	1.8
		3.86	96.5		3.86	96.5		4.01	100		3.89	97.2	
	6	6.03	100		6.05	101		5.89	98.2		5.88	98.0	
		5.98	99.7	3.1	6.01	100	1.4	5.78	96.3	1.3	5.93	98.8	2.3
		5.67	94.5		5.89	98.2		5.92	98.7		5.67	94.5	
		7.71	96.2		7.67	95.9		7.70	96.2		7.70	96.2	
		7.12	89.0	3.1	7.82	97.8	1.4	7.89	98.6	1.2	7.51	93.9	2.4
8.00	100		7.61	95.1		7.76	97.1		7.33	91.5			
DINP	20	19.5	97.5		19.1	97.5		19.5	97.5		19.4	97.0	
		19.4	97.0	0.50	19.8	97.0	2.8	19.4	97.0	0.5	19.1	95.5	0.76
		19.3	96.5		18.5	92.5		19.3	96.5		19.3	96.5	
	40	39.2	98.0		39.1	98.1		37.5	93.8		38.9	97.2	
		39.1	97.8	0.99	37.9	94.8	3.0	38.5	96.3	2.0	38.1	95.2	2.6
		38.5	96.2		36.8	92.0		39.1	97.8		36.8	92.0	
		58.9	98.2		57.2	95.3		57.60	96		56.80	94.7	
		57.6	96.0	1.1	59.1	98.5	2.4	57.1	95.2	1.0	55.7	92.8	2.5
58.4	97.3		60.00	100		58.30	97.2		58.60	97.7			

回收率: 89.0%~101%; 精密性: 0.50%~3.8%, 此法精密性好, 稳定性较高。

## 2.5 实际样品检测

随机从北京通州区永辉超市购买了3批火锅底料与火锅蘸料, 利用本方法检测, 均未检出。其中一张图见图4。

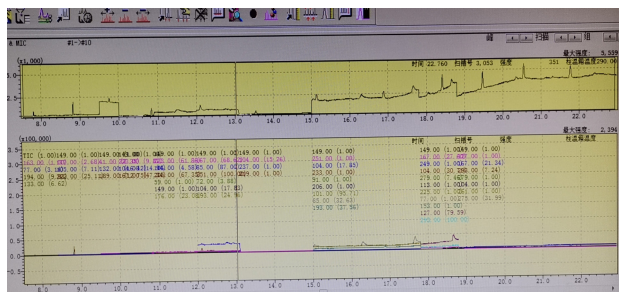


图4 市场样品检测谱图

Fig.4 Detection spectrum of market samples

## 3 结论

本文建立了气相色谱-质谱法测定半固态复合调味料中塑化剂的方法, 并对气相程序、质谱参数、样品提取和净化等条件进行了优化。该方法具有快捷简便、经济实惠, 且灵敏度、精密性及准确性高等特点, 可普遍用于实际半固态复合调味料中塑化剂的测定。

## 参考文献

- [1] 伊雯. 塑化剂, 白酒里的鬼 [J]. 食品与生活, 2012, 12(19): 3.
- [2] VAN WEZEL AP, VAN VLAARDINGEN P, POSTHUMUS R, *et al.* Environmental risk limits for two phthalates, with special emphasis on endocrine disruptive properties [J]. *Ecotox. Environ. Safe.*, 2000, 46(03): 3205-3214.
- [3] 靳秋梅, 孙增荣. 邻苯二甲酸酯类化合物的生殖发育毒性 [J]. 天津医科大学学报, 2004, 10(增刊): 15-18.
- [4] DEES JH, GZAOULI M, PAPAPOULOS V. Effect of monoethyl-hexyl phthalate on MA-10 leydig tumor cells [J]. *Reprod Toxicol*, 2001, 15(02): 171-187.
- [5] 孙海燕. 3种脂溶性溶剂对PVC膜中邻苯二甲酸酯类增塑剂溶出量的测定 [J]. 科技信息, 2010, (33): 15-16.
- [6] 柴丽月, 辛志宏, 蔡晶, 等. 食品中邻苯二甲酸酯类增塑剂含量测定 [J]. 食品科学, 2008, 29(17): 362-365.

- [7] 曹国庆. 白酒中塑化剂的危害与检测方法概述 [J]. 工业技术, 2012, (36): 74-75.
- [8] 谭胜军. 不同类别食品中21种邻苯二甲酸酯的气相色谱-质谱测定及其分布情况研究 [J]. 食品安全导刊, 2015, (3X): 105-105.
- [9] 颜文红, 叶常明. 分光光度法同时测定水中邻苯二甲酸和邻苯二甲酸二甲酯 [J]. 环境化学, 1995, 14(02): 145-150.
- [10] 李满秀, 王华燕. 荧光法测定环境样品中的邻苯二甲酸酯 [J]. 分析化学, 2005, 33(09): 1315-1317.
- [11] 张军伟. 食品中塑化剂分析方法研究综述 [J]. 中国科技信息, 2014, (08), 77-78.
- [12] Gómez-HENS A, AGUILAR-CABALLOS MP. Social and Economic Interest in the Control of Phthalic Acid Esters [J]. *Trends Anal. Chem.*, 2003, 22(11): 847-857.
- [13] 郭爱静, 赵伟, 王可, 等. 同位素稀释内标-气相色谱-质谱法测定植物油中16种邻苯二甲酸酯的含量 [J]. 理化检验: 化学分册, 2017, 53(07): 855.
- [14] 杨荣静, 卫碧文, 高欢, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测食品接触材料中17种邻苯二甲酸酯类增塑剂 [J]. 环境化学, 2012, 31(06), 925-929.
- [15] 陈美凤, 孙章华. 果汁中邻苯二甲酸酯类增塑剂的测定 [J]. 广州化工, 2012, 40(21), 98-100.
- [16] 吴惠勤, 朱志鑫, 黄晓兰, 等. 不同类别食品中21种邻苯二甲酸酯气相色谱质谱测定及其分布情况研究 II [J]. 分析测试学报, 2011, 30(10): 1079-1087.
- [17] GB 5009.271-2016 食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定 [S]. 国家食品药品监督管理总局, 国家卫生和计划生育委员会, 2016.
- [18] 黄海智, 叶兴乾, 盛华栋, 等. 食品中邻苯二甲酸酯的前处理及检测技术研究进展 [J]. 分析试验室, 2019, 38 (01): 119-124.
- [19] 胡银川, 李明远, 谢辉, 等. 塑化桶装食用油中邻苯二甲酸酯固相萃取方法研究 [J]. 食品工业科技, 2011, 32(03): 404-406.
- [20] 祖广权, 翟明翠, 苏立强, 等. 亲水性邻苯二甲酸二丁酯分子印迹聚合物的研制及应用 [J]. 分析试验室, 2017, 36(06): 681.

## 作者简介

雷亭亭, 中级工程师, 食品总监助理, 研究方向为食品检测。