沃特世针对白酒中塑化剂分析解决方案

GB9685-2008 规定了食品容器、包装材料用添加剂的使用原则

序号	组分名称	特定迁移量或最大残留量(mg/kg)	其他规定
1	邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯（DEHP）	1.5（SML）	（1）均规定了在不同材料中的最大使用量 （2）在塑料中使用：仅用于接触非脂肪性食品的材料，不得用于接触婴幼儿食品用的材料
2	邻苯二甲酸二甲酯（DMP）		
3	邻苯二甲酸二异丁酯（DIBP）		
4	邻苯二甲酸二异壬酯（DINP）	9.0（SML）	
5	邻苯二甲酸辛酯（DIOP）		
6	邻苯二甲酸二丁酯（DBP）	0.3（SML）	

白酒产品中的塑化剂可能属于特定迁移，主要可能源于生产运输及包装等环节如塑料接酒桶、塑料输酒管、酒泵进出乳胶管、成品酒塑料瓶包装、成品酒塑料桶包装等。

我们常说的邻苯二甲酸盐是一类结构比较相似的化合物，在 2011 年 6 月，中国卫生部将 17 种邻苯二甲酸盐类物质列入《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(第六批)》，如下：

- 邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)
- 邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)
- 邻苯二甲酸二苯酯(DPP)
- 邻苯二甲酸二甲酯(DMP)
- 邻苯二甲酸二乙酯(DEP)
- 邻苯二甲酸二丁酯(DBP)
- 邻苯二甲酸二戊酯(DPP)
- 邻苯二甲酸二己酯(DHXP)
- 邻苯二甲酸二壬酯(DNP)
- 邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)
- 邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)
- 邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)
- 邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)
- 邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP)
- 邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)
- 邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)
- 邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)(BMPP)

本方法介绍了两种基于沃特世超高效液相色谱（UPLC®）技术分析 18 种（含台湾 FDA 要求）邻苯二甲酸盐的方法。方法一为采用沃特世超高效液相色谱质谱联用技术（UPLC/MS/MS），该方法具有分析速度快，灵敏度高的特点。适用于实验室拥有质谱系统并追求检测灵敏度的用户。方法二为采用沃特世超高效液相色谱系统和二极管阵列检测器（UPLC/PDA）分析方法，适用于暂时还不具有质谱系统的用户。

样品净化方法详见"沃特世——邻苯二甲酸酯类前处理解决方案"

沃特世科技(上海)有限公司
上海：上海市浦东新区张东路1387号41栋
北京：北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路15号院2号楼9层
成都：成都市新光华街7号航天科技大厦1803室
广州：广州市荔湾区中山七路50号西门口广场1707-08室
免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676 W www.waters.com
邮编: 201203 T +86 21 6156 2666 F +86 21 6879 4588
邮编: 100026 T +86 10 5209 3866 F +86 10 5293 2298
邮编: 610016 T +86 28 6554 5999 F +86 28 6554 5998
邮编: 510170 T +86 20 2829 6555 F +86 20 2829 6556

Waters
THE SCIENCE OF WHAT'S POSSIBLE.™

【方法一：UPLC/MS/MS 方法】

A. UPLC 条件

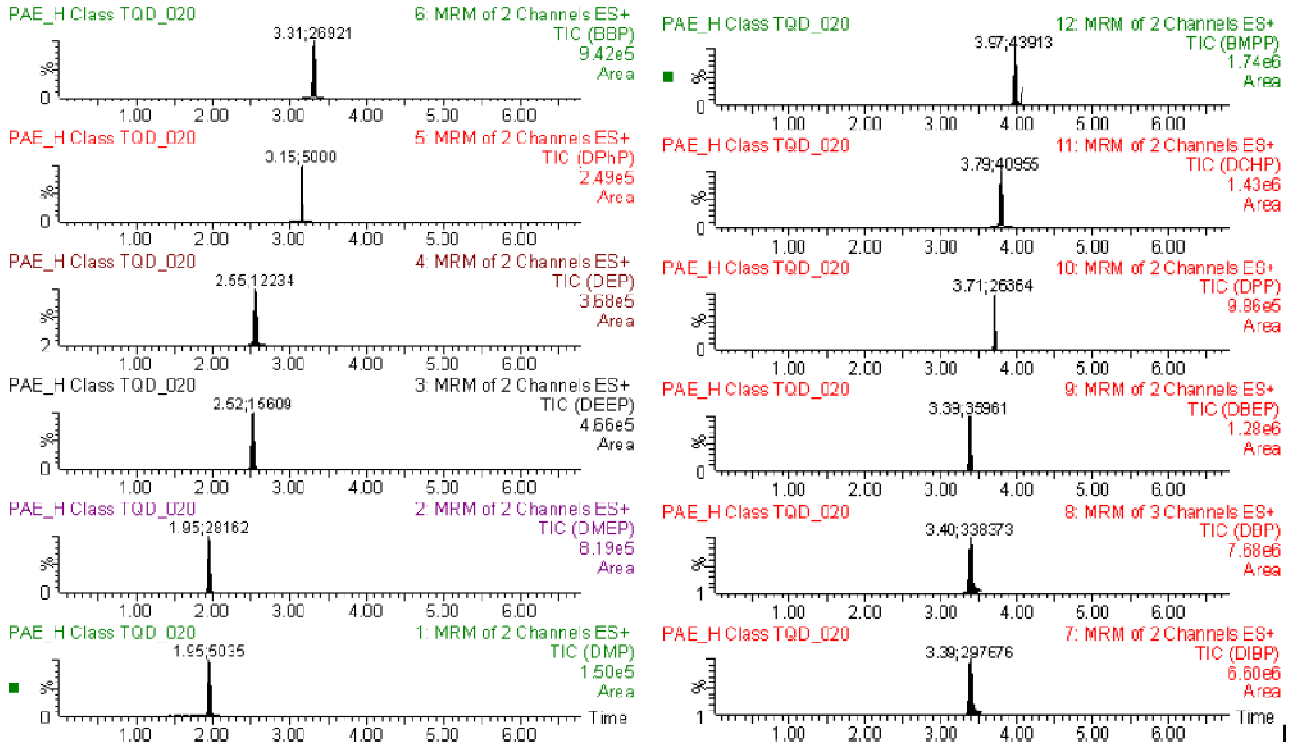
LC 系统： ACQUITY® UPLC H-Class 系统
色谱柱： ACQUITY UPLC HSS C18，1.7um，2.1X100mm
流动相 A： 0.1%FA 水溶液
流动相 B： 乙腈
流速： 0.4ml/min
梯度洗脱： 梯度表

时间 (分)	流速 (ml/min)	A (%)	B (%)	曲线
0.00	0.40	65	35	*
1.50	0.40	25	75	6
2.00	0.40	0	100	6
6.20	0.40	0	100	6
7.50	0.40	65	35	1

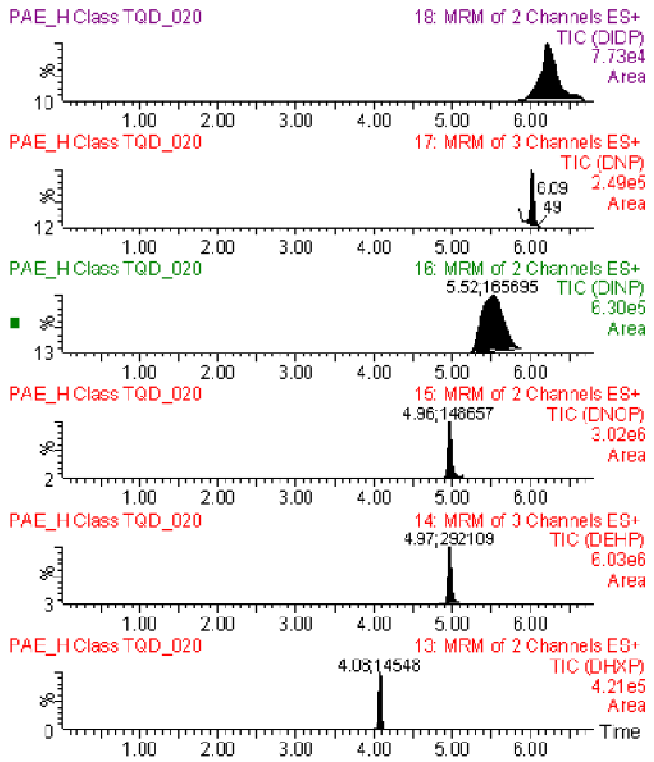
进样体积： 10uL
柱温： 35℃
样品温度： 10℃
强洗溶剂： ACN
弱洗溶剂： H2O :ACN= 95:5
运行时间： 7.5 分钟

B. MS 条件：

系统： ACQUITY UPLC TQD
离子化模式： ESI+
电离电压： 3.2KV
离子源温度： 120℃
脱溶剂气温度： 400℃
脱溶剂气流量： 650L/Hr



沃特世科技(上海)有限公司
上海：上海市浦东新区张东路1387号41栋
北京：北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路15号院2号楼9层
成都：成都市新光华街7号航天科技大厦1803室
广州：广州市荔湾区中山七路50号西门口广场1707-08室
免费售后服务热线: 800(400) 820 2676 www.waters.com
邮编: 201203 T +86 21 6156 2666 F +86 21 6879 4588
邮编: 100026 T +86 10 5209 3866 F +86 10 5293 2298
邮编: 610016 T +86 28 6554 5999 F +86 28 6554 5998
邮编: 510170 T +86 20 2829 6555 F +86 20 2829 6556



18 种邻苯二甲酸盐分析结果（浓度：10ppb）
（DMP、DMEP、DEEP、DEP、DPhP、DEHP、BBP、DIBP、DBP、DBEP、DPP、DCHP、BMPP、DHXP、DNOP、DINP、DNP、DIDP）

部分 MRM 通道：

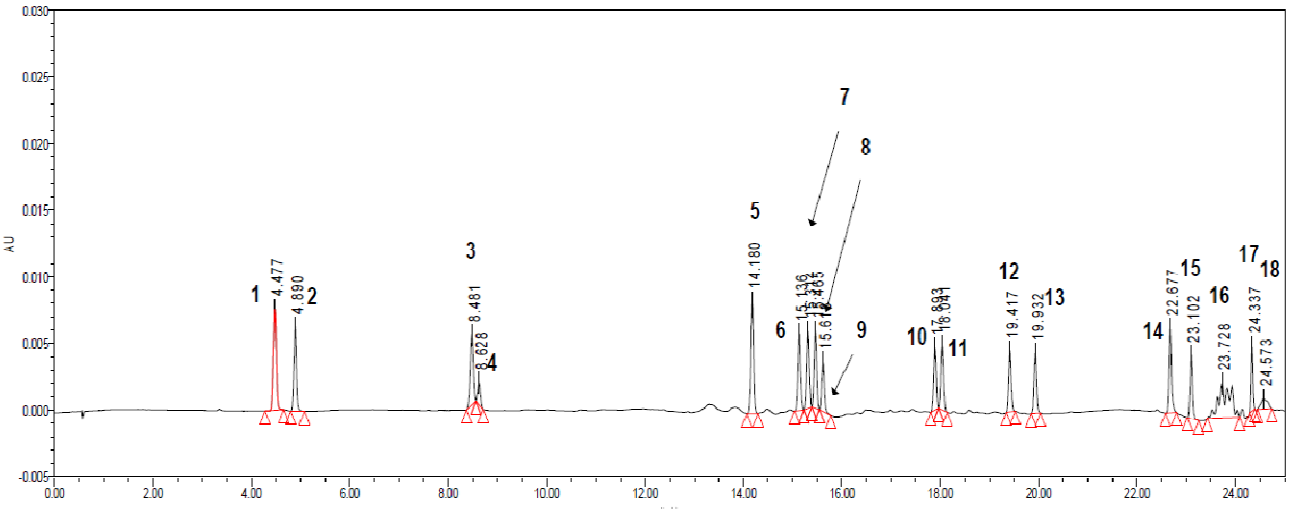
No.	Compound	Chan Reaction	Cone Volt.	CE
1	DMP	195.03>77.07 195.03>163.10	15 15	28 12
2	DMEP	283.16>59.12 283.16>207.11	18 18	14 8
3	DEEP	311.16>45.09 311.16>73.09	22 22	30 14
4	DEP	223.10>149.03 223.10>177.06	18 18	18 8
5	DPhP	319.16>77.05 319.16>225.11	20 20	30 12
……	……	……	……	……
18	DEHP	391.35>71.15 391.35>149.10 391.35>167.11	22 22 22	18 26 14

【方法二：UPLC/PDA 方法】

A. UPLC/PDA 条件

仪器系统： ACQUITY UPLC H-Class/PDA
色谱柱： ACQUITY UPLC HSS C18 (1.7um, 2.1×100mm)
波长： 225nm，
柱温： 45℃，
流速： 0.4mL/min
流动相： A-水，B-乙腈，进行梯度洗脱

18 种邻苯二甲酸盐色谱分析结果如下图所示



保留时间	中文名称	英文名称	峰序列
4.482	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	1
4.896	邻苯二甲酸二（2-甲氧基）乙酯	DMEP	2
8.483	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	3
8.622	邻苯二甲酸二（2-乙氧基）乙酯	DEEP	4
14.176	邻苯二甲酸二（2-丙基庚）酯	DPHP	5
15.137	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	6
15.311	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	7
15.464	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	8
15.616	邻苯二甲酸二-（3-丁氧基）乙酯	DBEP	9
17.894	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	10
18.013	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	11
19.416	邻苯二甲酸二（4-甲基-2 戊基）酯	DMPP	12
19.929	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	13
22.644	邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯	DEHP	14
23.103	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	15
23.727	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP	16
24.335	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	17
24.570	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP	18

关于 Waters ACQUITY UPLC H-Class

HPLC 的操作方法，UPLC 的卓越性能

如果您正在进行常规分析，或方法开发，或仅是喜欢四元泵系统多溶剂的灵活使用，而又渴望获得 UPLC 技术带来的快速、高灵敏度、高分离度的性能，那么沃特世公司 ACQUITY UPLC H-Class 系统是您目前唯一选择。ACQUITY UPLC H-Class 系统是一套经过优化的先进系统，具有四元溶剂混合的灵活性和简易性，并带有一个流通式进样器，可实现 UPLC 分离的先进性能——高分离度、灵敏度和高通量，同时还保持了 ACQUITY 系统所被公认的耐用性和可靠性。

选择 ACQUITY UPLC H-Class，您可以在面向未来的 LC 平台上继续运行现有的 HPLC 方法，并可实现向 UPLC 分离的无缝转换。当您一切准备就绪后，即可使用集成系统工具和可靠的色谱柱工具包进行方法转换和方法开发，以简化过度流程。

特色：

- **多溶剂混合：**QSM 可将四种溶剂按任何组合或比例混合。使用选配的内部溶剂选择阀，将可选溶剂扩展到多达九种，方法更加灵可活。
- **直接注射取样：**SM-FTN 的针流入路径采用专门的技术，在高压力下能够保证精确的进样针密封性，可实现高精度注射，具有极佳的样品的回针收流率。
- **下一代色谱柱温箱：**我们的新式 UPLC 色谱柱加热器和管理器已实现了标准化，具有易于操作、体积小的主动式溶剂预热加热器，使系统之间具有相同的效率。色谱柱预热器保证了稳定的热销能；色谱柱管理器提供了多区域的灵活性，温度范围为 4-90℃，并可叠加使用。
- **受控的滞留体积：**ACQUITY UPLC H-Class 的 SmartStart 技术可同时对梯度起始时间和各个欲注射步骤进行自动管理。通过将这些典型的连续过程叠加起来，能够最大程度地缩短循环时间。

关于 Waters ACQUITY UPLC TQD

沃特世 TQ 检测器是为一体化的 UPLC/MS/MS 定量分析而开发的仪器，达到串联四极杆 MS 的最佳选择性、稳定性、速度及准确性。为契合 UPLC 的超高性能，TQ 检测器以最快的速度采集数据。与 UPLC 系统一同使用，ACQUITY TQD 系统为用户所有定量分析提供领先的分析检测限分辨率及样品通量，应用范围包括：生物分析、ADME 筛选、食品安全、环境监测、临床学、法医学等。

- 特色：
- 自动化的系统检查，用户界面简单友好，使用方便，优化的 MS/MS 检测，满足最苛刻的定量分析需求
- 数据采集速度快，色谱峰面积测量方面的准确性、重现性好
- 可靠耐用的 ZSpray™大气压离子源，ESI、APCI、ESCi、APPI、ASAP 等各种离子源模式可选
- 工业级领先的多模式检测能力，一次运行时，可同时进行多模式的采集
- 自动化的仪器优化与定量方法开发工具，精巧的应用软件工具包，适合用户的特定分析要求。
- 快速的数据采集能力，(采用 T-Wave™碰撞池技术、多模式离子化技术、极性快速转换技术)

沃特世科技(上海)有限公司
上海：上海市浦东新区张东路1387号41栋
北京：北京市朝阳区铜牛国际大厦光华路15号院2号楼9层
成都：成都市新光华街7号航天科技大厦1803室
广州：广州市荔湾区中山七路50号西门口广场1707-08室
免费售后服务热线: 800 (400) 820 2676 W www.waters.com
邮编: 201203 T +86 21 6156 2666 F +86 21 6879 4588
邮编: 100026 T +86 10 5209 3866 F +86 10 5293 2298
邮编: 610016 T +86 28 6554 5999 F +86 28 6554 5998
邮编: 510170 T +86 20 2829 6555 F +86 20 2829 6556