

沃特世针对白酒中塑化剂分析解决方案

目前，众多白酒被曝出塑化剂严重超标，中国酒业协会即声明白酒产品中基本上都含有塑化剂成分，中国白酒标准正在研究白酒产品塑化剂含量标准限定，并要求卫生部门进行白酒塑化剂残留量安全风险评估。

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。

沃特世针对目前酒类中塑化剂的检测也有专业的解决方案，并将于 2012 年 12 月 4 日 10:00 举办网络讲座“[沃特世针对白酒中塑化剂分析解决方案](#)”。您只要有一台接入网络的电脑就可以免费参与讲座，[点击此处进行免费注册](#)。

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	邻苯二甲酸二异辛酯 (DIOP)		
6	邻苯二甲酸二丁酯 (DBP)	0.3 (SML)	

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)》名单，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)酯(BMPP)

本方法介绍了两种基于沃特世超高效液相色谱技术（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 ‘[沃特世邻苯二甲酸酯类前处理解决方案](#)’可到沃特世官方网站下载：

www.waters.com

【方法一：UPLC/MS/MS方法】

实验条件A. UPLC条件

LC系统：ACQUITY[®] UPLC H-Class

色谱柱：ACQUITY UPLC HSS C₁₈, 1.7 μ m, 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+

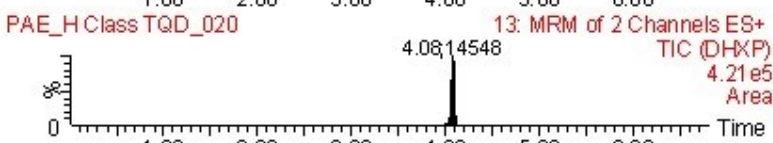
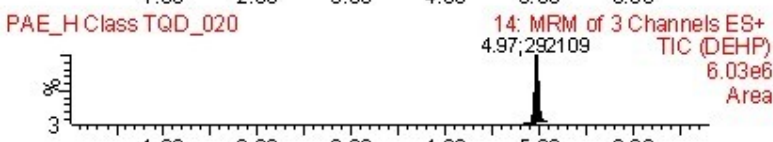
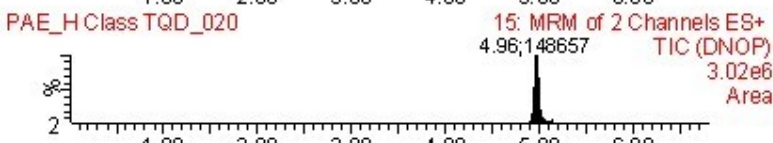
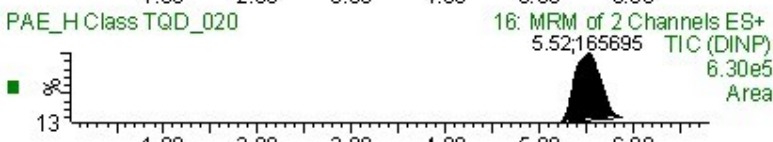
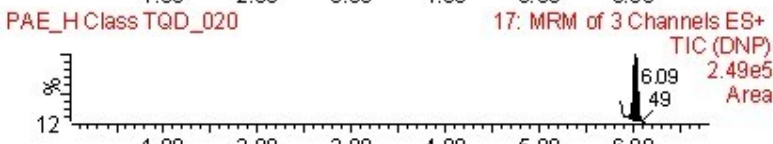
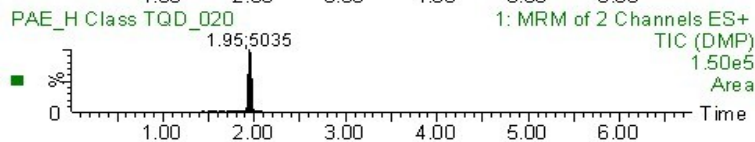
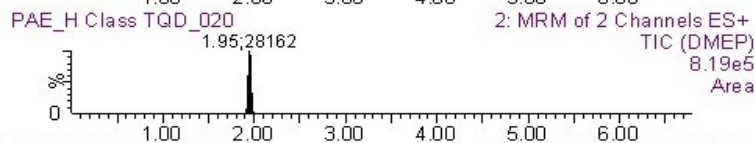
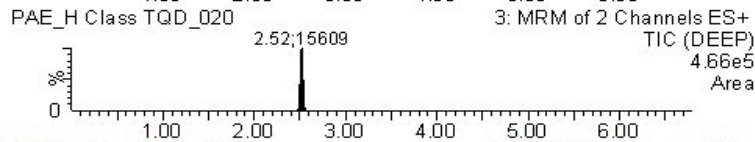
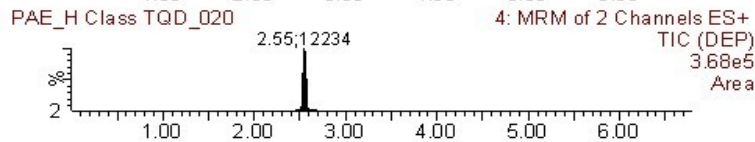
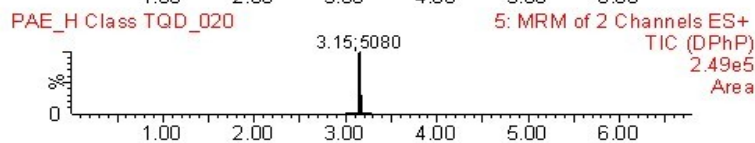
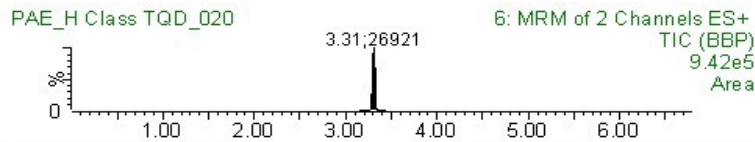
电离电压：3.2KV

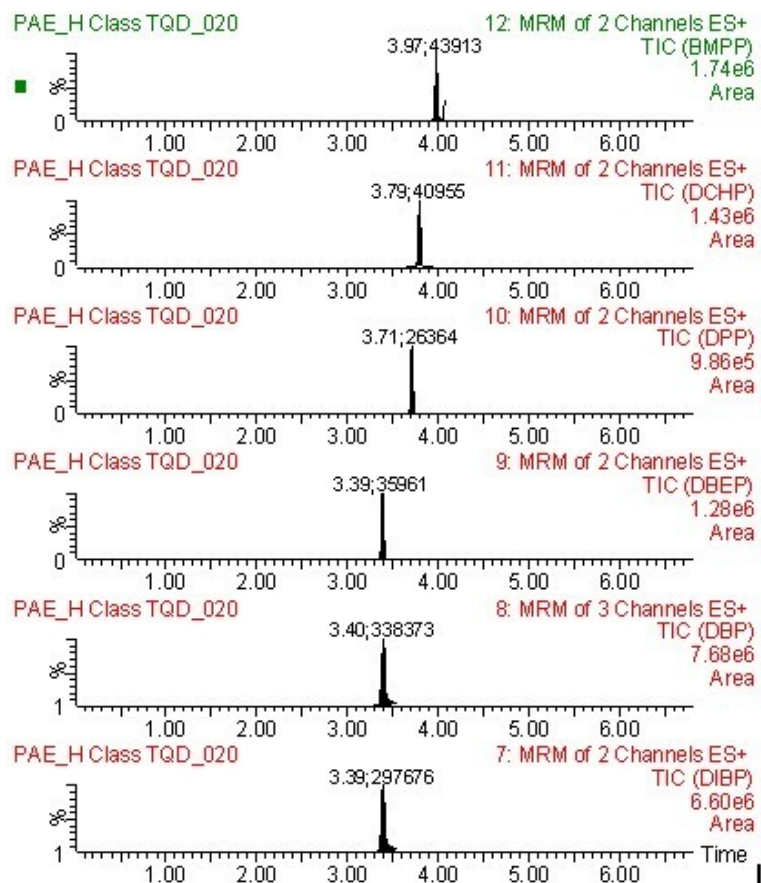
离子源温度：120℃

脱溶剂气温度：400℃

脱溶剂气流量：650L/Hr







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	15	28
		195.03 > 163.10	15	12
2	DMEP	283.16 > 59.12	18	14
		283.16 > 207.11	18	8
3	DEEP	311.16 > 45.09	22	30
		311.16 > 73.09	22	14
4	DEP	223.10 > 149.03	18	18
		223.10 > 177.06	18	8
5	DPhP	319.16 > 77.06	20	30
		319.16 > 225.11	20	12
.....
18	DEHP	391.35 > 71.15	22	18
		391.35 > 149.10	22	26
		391.35 > 167.11	22	14

【方法二：UPLC/PDA方法】



A. UPLC/PDA条件

仪器系统: Waters UPLC H-Class/PDA

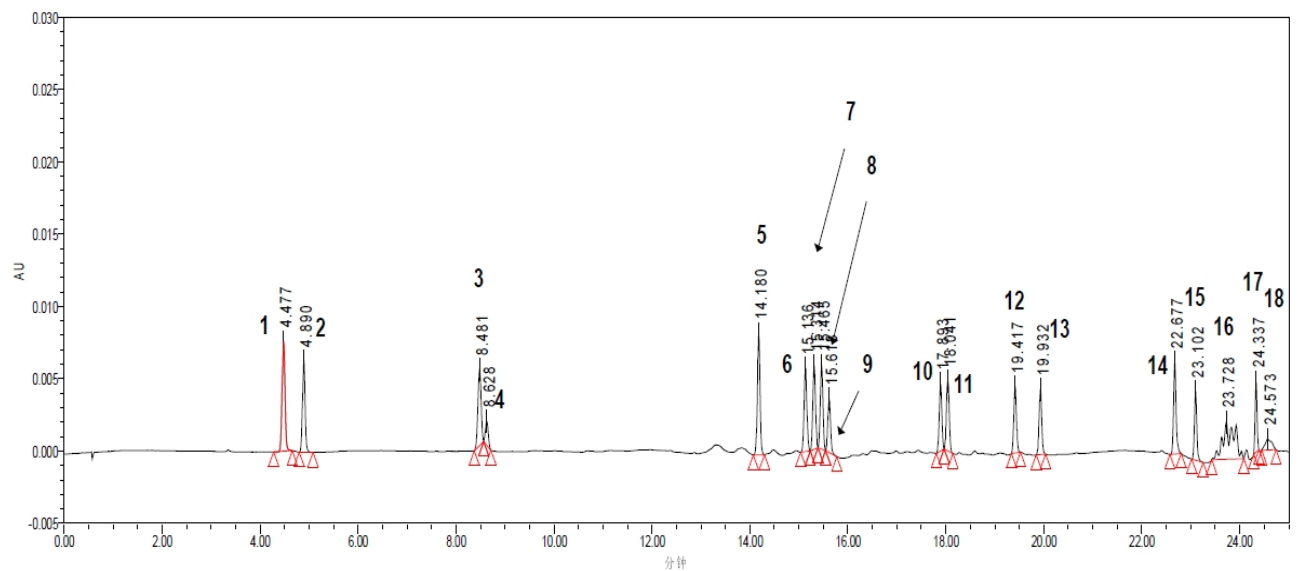
色谱柱: ACQUITY UPLC HSS C₁₈ (1.7 μ m, 2.1 \times 100mm)

波长: 225nm,

柱温: 45 $^{\circ}$ C,

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 (min)	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	邻苯二甲酸丁基苯基酯	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系统是您目前唯一的选择。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，以简化过渡流程。

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，具有极佳的样品回收率。

下一代色谱柱温箱：我们的新式UPLC色谱柱加热器和管热管理器已实现了标准化，具有易于操作、体积小的主动式预加热器，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效能；色谱柱管理器提供了多区域的灵活性，温度范围为4至90°C，并可叠加使用。

受控的滞留体积：ACQUITY UPLC H-Class的SmartStart技术（专利待批）可同时对梯度起始时间和各个预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、稳定性、速度及准确性。为契合UltraPerformance LC® (UPLC)的超高性能，TQ检测器以最快的速度采集数据。与ACQUITY UPLC系统一同使用，ACQUITY TQD系统为用户所有的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）

联系方式:

叶晓晨

沃特世科技（上海）有限公司市场服务部

xiao_chen_je@waters.com

周瑞琳(Grace Chow)

泰信策略(PMC)

020-83569288

13602845427

grace.chow@pmc.com.cn