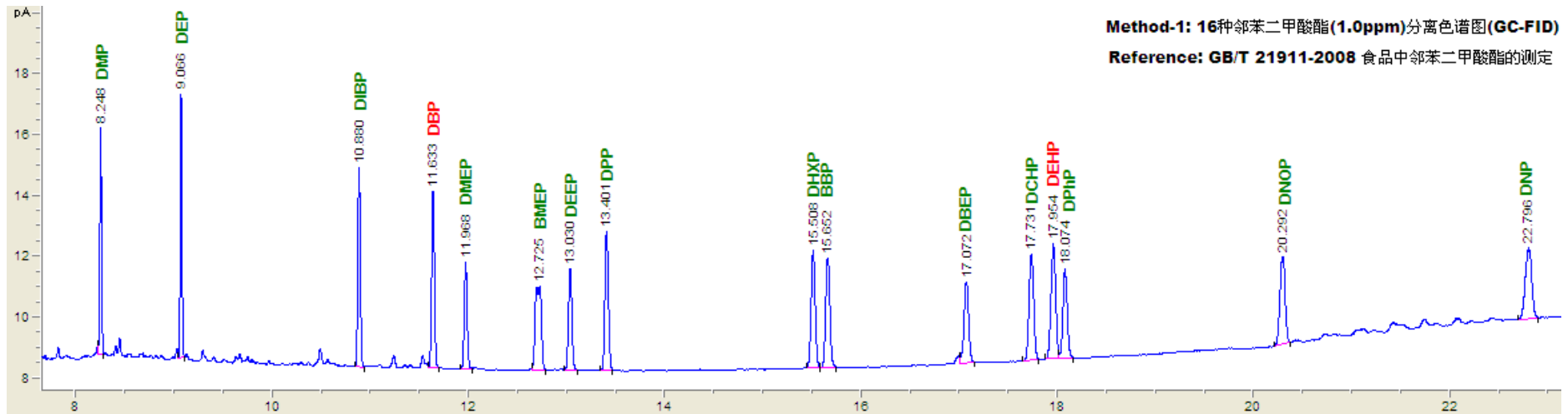


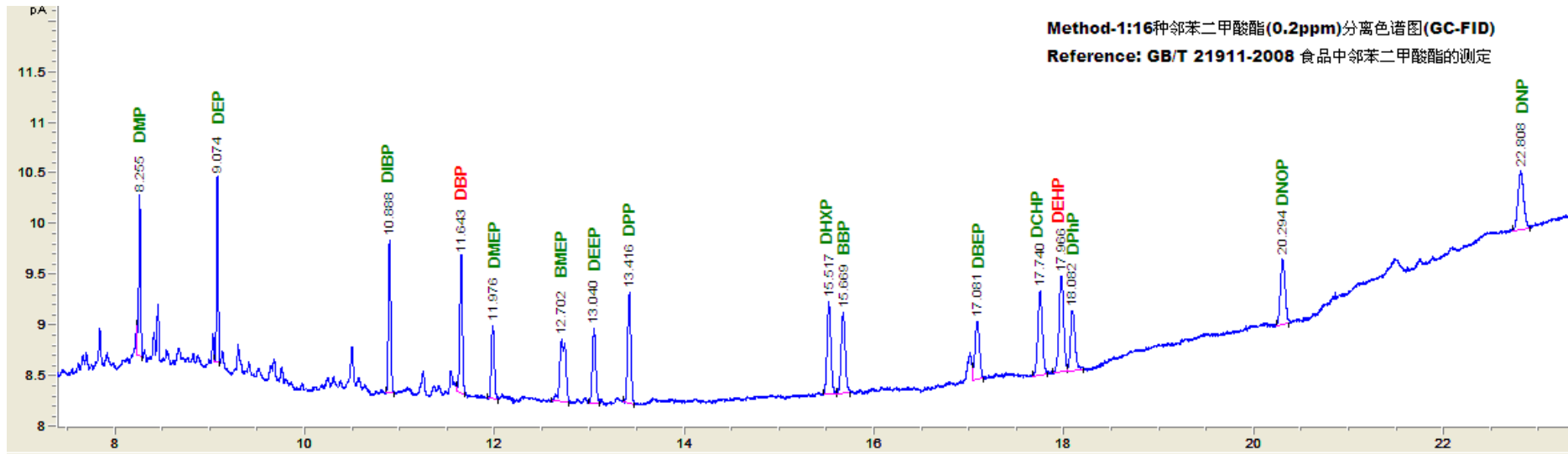
GC-FID 测定白酒中 16 种邻苯二甲酸酯类化合物

1. Method-1

1.1 16 种邻苯二甲酸酯（1.0ppm）分离色谱图



1.2 16 种邻苯二甲酸酯（0.2ppm）分离色谱图



1.3 Method-1 测试结果

Table 1 GC-FID 测定 16 种邻苯二甲酸酯类化合物精密度试验

Reference: GB/T 21911-2008 食品中邻苯二甲酸酯的测定

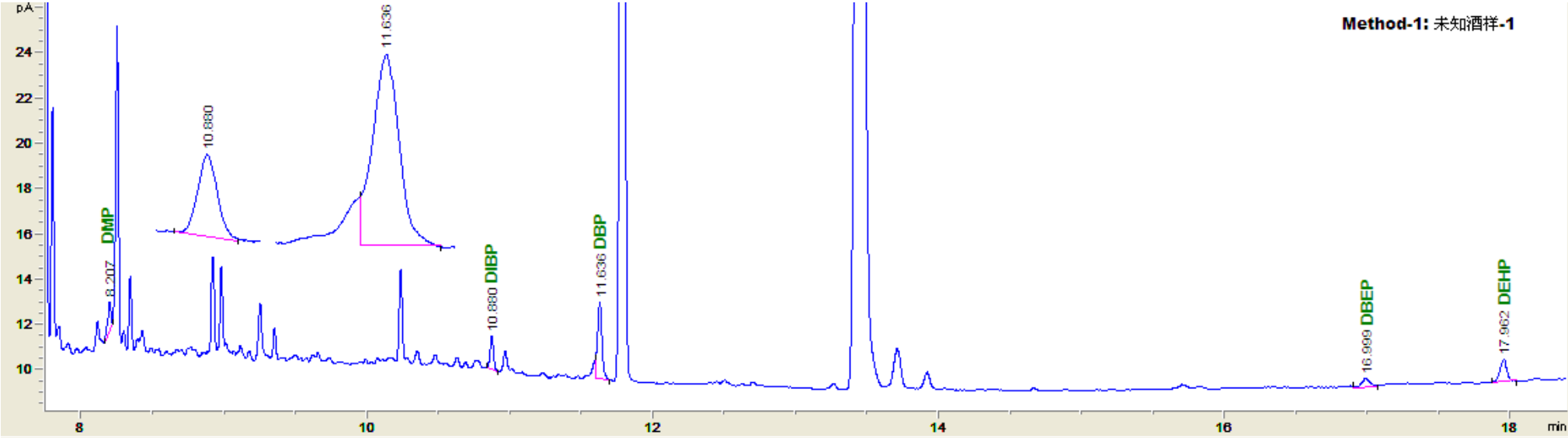
No.	Compound	t _R /min	A						RSD%
			1	2	3	4	5	6	
1	DMP	8.253	47.40	47.68	47.84	48.20	48.24	47.89	0.663
2	DEP	9.073	52.91	53.21	53.33	53.67	53.88	53.74	0.690
3	DIBP	10.891	61.03	62.04	61.58	62.22	62.54	61.97	0.854
4	DBP	11.646	59.84	60.64	60.23	60.39	61.16	60.68	0.742
5	DMEP	11.977	39.00	39.11	38.91	39.55	39.20	38.88	0.633
6	BMEP	12.735	63.10	64.08	63.78	64.30	64.92	64.16	0.939
7	DEEP	13.045	43.57	43.74	43.35	43.90	43.82	43.92	0.503
8	DPP	13.421	60.52	61.19	60.65	60.96	61.99	61.39	0.878
9	DHXP	15.526	60.28	60.61	60.35	60.78	61.21	61.25	0.684
10	BBP	15.672	59.18	59.55	59.14	59.98	59.71	60.30	0.759
11	DBEP	17.087	50.15	50.10	49.05	49.78	49.26	50.18	0.984
12	DCHP	17.758	62.77	62.82	62.78	63.99	63.67	64.00	0.967
13	DEHP	17.974	65.72	65.67	65.31	65.66	65.89	66.31	0.500
14	DPhP	18.096	53.85	53.97	53.73	54.44	54.14	54.71	0.689
15	DNOP	20.316	60.01	59.93	59.47	60.52	60.58	61.13	0.973
16	DNP	22.817	73.71	73.03	72.79	73.55	73.95	74.68	0.918

Table 2 GC-FID 测定 16 种邻苯二甲酸酯类化合物标准曲线

Reference: GB/T 21911-2008 食品中邻苯二甲酸酯的测定

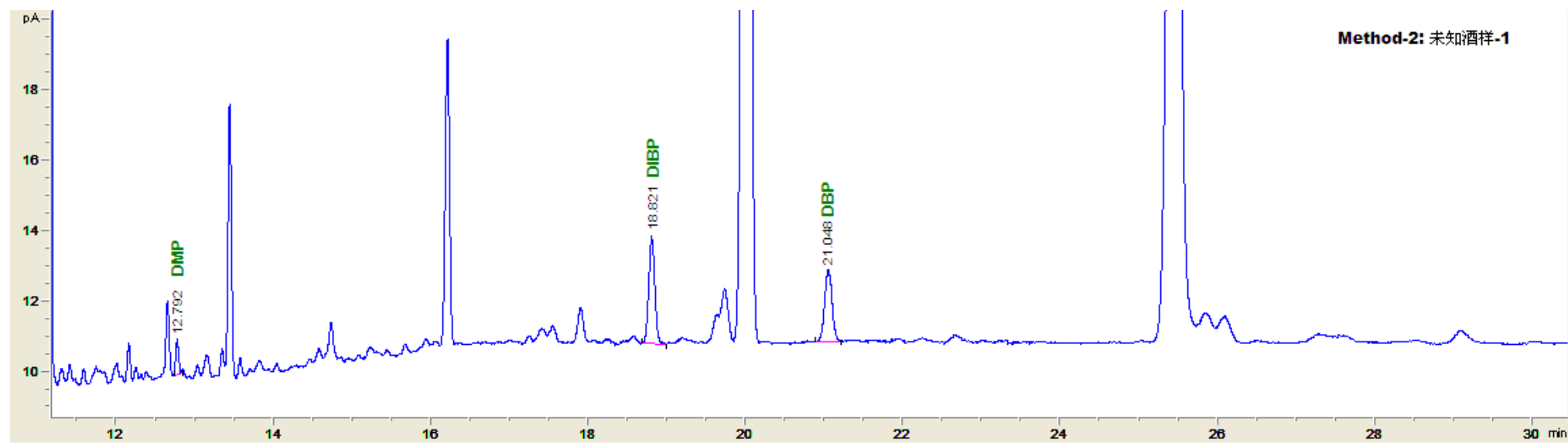
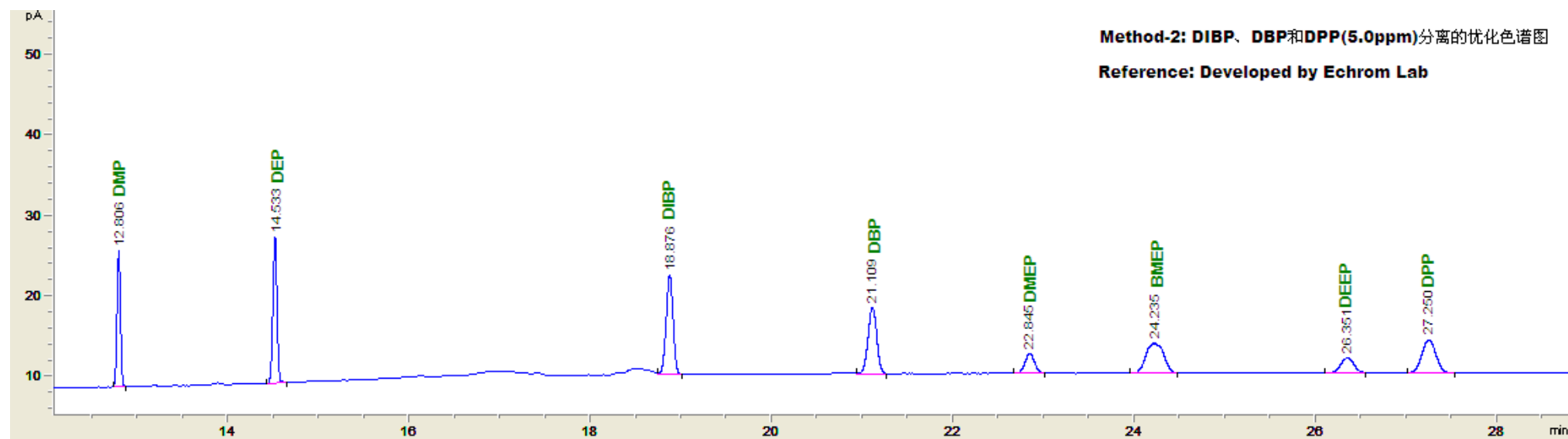
Compound	t _R /min	A(n=3)					Curve	r
		0.2ppm	0.5ppm	1.0ppm	2.5ppm	10.0ppm		
DMP	8.257	1.99	4.51	9.00	22.52	94.58	y=9.480x-0.410	0.9999
DEP	9.074	2.26	5.12	10.22	25.36	104.70	y=10.478x-0.226	0.9999
DIBP	10.886	2.61	5.95	11.79	29.15	118.17	y=11.810x-0.010	0.9999
DBP	11.640	2.79	5.97	11.59	28.40	113.64	y=11.328x+0.300	0.9999
DMEP	11.972	1.48	3.51	7.12	17.58	69.01	y=6.887x+0.179	0.9999
BMEP	12.695	2.51	6.05	12.04	29.74	114.80	y=11.441x+0.530	0.9999
DEEP	13.042	1.64	3.91	7.96	19.91	76.26	y=7.604x+0.344	0.9997
DPP	13.407	2.63	5.69	11.40	28.27	106.32	y=10.569x+0.855	0.9999
DHXP	15.514	2.38	5.54	11.13	27.69	100.55	y=9.989x+0.750	0.9999
BBP	15.668	2.31	5.37	10.67	26.74	97.14	y=9.644x+1.055	0.9997
DBEP	17.074	1.77	4.26	8.68	21.47	77.27	y=7.667x+0.920	0.9996
DCHP	17.744	2.50	5.71	11.58	28.53	101.62	y=10.065x+1.410	0.9996
DEHP	17.959	2.76	6.37	12.31	29.54	104.81	y=10.348x+1.771	0.9996
DPhP	18.084	1.87	4.29	8.93	23.11	86.46	y=8.627x+0.432	0.9998
DNOP	20.305	2.24	5.13	10.56	26.18	93.99	y=9.324x+1.144	0.9996
DNP	22.804	2.31	5.24	10.48	25.83	94.05	y=9.329x+1.084	0.9998

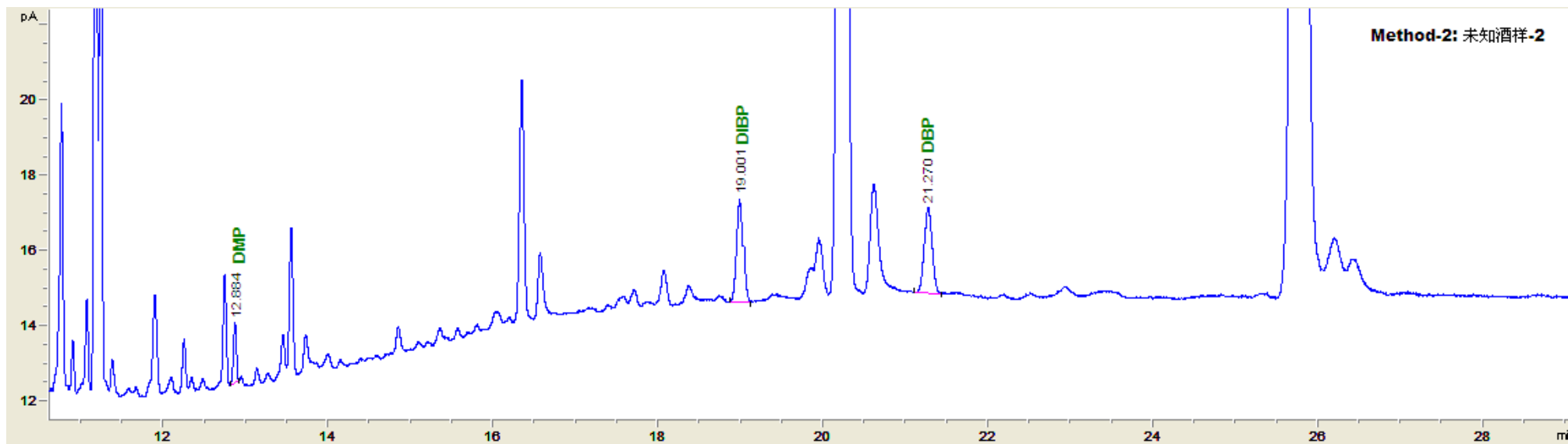
1.4 Method-1 未知酒样测试结果



2. 2 Method-2

2.1 DMP、DIBP、DBP 和 DPP 分离条件改进





3. 总结

- (1) 基于 GB/T 21911-2008《食品中邻苯二甲酸酯的测定》，采用 Echrom A90 气相色谱仪主机，配置 FID 氢火焰离子化检测器，开发了白酒中邻苯二甲酸酯的含量测定的分析方法 (Method-1)。该方法能够完全分离 16 种邻苯二甲酸酯化合物 (各化合物之间分离度 ≥ 1.5)，仪器的检出限为 0.05ppm(mg/L)，定量限 0.2ppm(mg/L)，能够满足 GB/T 21911-2008 检测要求(见图谱 1.1、1.2 和 1.4)。
- (2) 由于白酒组分的复杂性，实际酒样测试发现，DMP、DIBP 和 DBP 等从酒体中的完全分离存在一定干扰，这种干扰容易造成最终测试结果偏大，造成假阳性。然而，根据中华人民共和国卫生部卫办监督函[2011]551 号文件，DBP 含量的控制是对于白酒质量的评估必要且关键，因此 DBP 含量的准确测量非常至关重要。在此背景下，开发了 Method-2，该方法测试结果是对 Method-1 测试结果的纠正和补充。(见图谱 2.1)。