

QuEChERS-气相色谱-质谱法同时测定含油脂食品 中 16 种邻苯二甲酸酯

傅 群, 黄 强, 王尚军, 余建兵*

(吉安市食品药品检验检测中心, 吉安 343000)

摘 要: **目的** 建立 QuEChERS-气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)同时检测含油脂食品中 16 种邻苯二甲酸酯(phthalic acid esters, PAEs)残留量的分析方法。**方法** 样品用正己烷饱和的乙腈涡旋提取, 通过 QuEChERS 方法净化。样品在 2500 r/min 下涡旋 2 min, 4000 r/min 离心 3 min 后, 吸取乙腈层至已添加 25 mg 石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)和 100 mg 乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)的净化管中进行净化。采用 GC-MS 检测, 外标法定量。**结果** 16 种 PAEs 在 0.02~2.00 mg/L 范围内线性关系良好, 相关系数大于 0.9991。方法的检出限和定量限分别为 0.10~0.30 和 0.33~1.00 mg/kg。在 0.2、0.5 和 2.0 mg/kg 3 个加标水平下的平均回收率为 80.2%~97.3%, 相对标准偏差不超过 7.33% ($n=6$)。对 40 份市售不同种类的含油脂食品进行检测, 总体阳性检出率为 17.5%。**结论** 本方法简便、高效且准确可靠, 适用于不同种类含油脂食品中 16 种 PAEs 的检测。

关键词: 邻苯二甲酸酯; 含油脂食品; QuEChERS; 气相色谱-质谱法

Simultaneous determination of 16 kinds of phthalic acid esters in fatty food by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry

FU Qun, HUANG Qiang, WANG Shang-Jun, YU Jian-Bing*

(Ji'an Food and Drug Inspection and Testing Center, Ji'an 343000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of 16 kinds of phthalic acid esters (PAEs) in fatty food by QuEChERS-gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Methods** Samples were extracted with acetonitrile saturated by n-hexane and purified by QuEChERS method. After the samples were whirled at 2500 r/min for 2 min and centrifuged at 4000 r/min for 3 min, the acetonitrile layer was sucked into the purification tube added with 25 mg graphitized carbon black (GCB) and 100 mg primary secondary amine (PSA) for purification. It was detected by GC-MS and quantified by external standard method. **Results** The 16 kinds of PAEs had good linear correlations in the concentration range of 0.02~2.00 mg/L with correlation coefficients more than 0.9991. The limits of detection and limits of quantitation were 0.10~0.30 and 0.33~1.00 mg/kg respectively. At 3 spiked levels of 0.2, 0.5 and 2.0 mg/kg the average recoveries were 80.2%~97.3%, with the relative standard deviations no more than 7.33% ($n=6$). Among 40 commercially available fatty foods, the overall positive detection

基金项目: 吉安市指导性科技计划项目(2021-8-医疗卫生-3)

Fund: Supported by the Instructive Science and Technology Project of Ji'an (2021-8-Medical and Health-3)

*通信作者: 余建兵, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全研究。E-mail: 1127100249@qq.com

*Corresponding author: YU Jian-Bing, Senior Engineer, Ji'an Food and Drug Inspection and Testing Center, No.18, Shiyang Road, Jizhou District, Ji'an 343000, China. E-mail: 1127100249@qq.com

rate was 17.5%. **Conclusion** This method is simple, efficient, accurate and reliable, which is suitable for the determination of 16 kinds of PAEs in various fatty food.

KEY WORDS: phthalic acid esters; fatty food; QuEChERS; gas chromatography-mass spectrometry

0 引言

邻苯二甲酸酯(phthalic acid esters, PAEs), 简称为塑化剂, 能增加塑料聚合物的柔韧性和延展性^[1-2], 因此被大量添加在塑料中以改善塑料特性。由于 PAEs 与塑料基质之间没有形成共价键, 当接触到油脂、醇类等物质时极易溶出, 从而扩散到环境或食品中。研究表明, PAEs 具有多种潜在毒性, 包括生殖毒性、肝脏毒性以及致癌、致畸和致突变作用等^[3-5]。同时研究人员发现高 PAEs 暴露的男童青春期延迟发病风险明显增加^[6]; PAEs 可增加人群胰岛素抵抗、肥胖和糖尿病的风险^[7-9], 此外子宫内异位症和某些女性生殖器官肿瘤的发生也与 PAEs 暴露相关^[10-12]。由于 PAEs 具有亲脂性^[13-14], 含油脂食品易受到塑料贮存容器和塑料包装容器中 PAEs 的污染, 这些污染会给人们健康造成极高的风险。因此加强对各类含油脂食品中 PAEs 的监测刻不容缓。

目前, 有关食品中 PAEs 检测方法的研究工作, 主要是针对白酒、饮料、食用油等^[15-17]。而针对其他不同种类的含油脂食品中 PAEs 检测方法的相关文献报道并不多见。本研究拟建立 QuEChERS-气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)同时检测不同种类含油脂食品中 16 种 PAEs 的方法, 并对前处理方法中涡旋时间、涡旋速率、净化剂品种和用量进行优化, 以期对含油脂食品中 PAEs 的监测提供简单、高效、可靠的方法依据。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器与试剂

Agilent 7890A/5975C 气相色谱质谱联用仪(美国 Agilent Technologies 公司); TG16-WS 台式离心机(湖南湘仪实验室仪器开发有限公司); SDC-3000 多管涡旋混匀仪(深圳逗点生物技术有限公司); Quintix224-1CN 电子天平(德国赛多利斯公司)。

16 种邻苯二甲酸酯混合标准溶液: 邻苯二甲酸二甲酯(dimethyl phthalate, DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(diethyl phthalate, DEP)、邻苯二甲酸二异丁酯(diisobutyl phthalate, DIBP)、邻苯二甲酸二正丁酯(dibutyl phthalate, DBP)、邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯[bis(methylglycol) phthalate, DMEP]、邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯[bis(4-methyl-2-pentyl) phthalate, BMPP]、邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯[bis(2-ethoxyethyl) phthalate, DEEP]、邻苯二甲

酸二戊酯(di-N-pentyl phthalate, DPP)、邻苯二甲酸二己酯(dihexyl phthalate, DHXP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(benzyl butyl phthalate, BBP)、邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯[bis(2-butoxyethyl) phthalate, DBEP]、邻苯二甲酸二环己酯(dicyclohexyl phthalate, DCHP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯[is(2-ethylhexyl)phthalate, di(2-ethylhexyl)phthalate, DEHP]、邻苯二甲酸二正辛酯(di-n-octyl-phthalate, DNOP)、邻苯二甲酸二壬酯(dinonyl phthalate, DNP)、邻苯二甲酸二苯酯(diphenyl phthalate, DPHP)(质量浓度为 1000 mg/L, 坛墨质检-标准物质中心)。

乙腈(色谱纯, 西班牙 SCHARLAB S. L.公司); 正己烷(色谱纯, 美国 Tedia 公司); PAEs 检测玻璃萃取管(多油基质 B 套净化管, 上海安谱实验科技股份有限公司); 乙二胺-N-丙基硅烷(primary secondary amine, PSA)、石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)、C₁₈(逗点生物技术有限公司)。

40 份含油脂食品全部购于超市。

1.2 标准溶液的配制

准确移取 16 种邻苯二甲酸酯混合标准溶液(质量浓度为 1000 mg/L) 1.0 mL, 用正己烷定容至 100 mL, 制备成 10 mg/L 的标准中间液, 于-18 °C 下储存。将标准储备液分别用正己烷稀释至浓度为 0.02、0.05、0.10、0.40、1.00 和 2.00 mg/L 的标准系列工作液, 置于 4 °C 冰箱内避光保存, 待测。

1.3 样品前处理

称取 1.0 g(精确至 0.0001 g)样品, 加入 2 mL 乙腈饱和的正己烷, 2500 r/min 涡旋 2 min, 再加入 4 mL 正己烷饱和的乙腈提取, 2500 r/min 涡旋 2 min, 4000 r/min 离心 3 min, 吸取乙腈层至已添加 25 mg GCB 和 100 mg PSA 的净化管中。残渣用 4 mL 正己烷饱和的乙腈重复提取一次, 合并乙腈层至净化管中。将净化管 2500 r/min 涡旋 2 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 供 GC-MS 分析。

1.4 色谱/质谱条件

1.4.1 色谱条件

色谱柱为 HP-5MS (30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 进样口温度为 260 °C; 进样量为 1.0 μL, 不分流进样; 进样体积: 1.0 μL; 载气: 高纯氦气, 恒流模式, 流量为 1.2 mL/min; 升温程序: 60 °C 保持 1 min, 以 20 °C/min 升到 220 °C 保持 1 min, 再以 5 °C/min 升到 250 °C 保持 1 min, 以 20 °C/min 升到 290 °C 保持 7.5 min。

1.4.2 质谱条件

离子源: 电子电离源(electron ionization, EI); 电子轰

击源: 能量 70 eV; 离子源温度为 230 °C; MS 四极杆温度为 150 °C; 溶剂延迟 8.0 min; 扫描方式为选择离子扫描模式(selective ion monitoring, SIM), 主要质谱参数见表 1。

表 1 16 种邻苯二甲酯类化合物的保留时间和选择离子参数
Table 1 Retention times and SIM parameters of 16 kinds of PAEs

PAEs	保留时间/min	定量离子(m/z)	定性离子(m/z)
DMP	8.331	163	163, 77, 194, 133
DEP	9.016	149	149, 177, 105, 222
DIBP	10.497	149	149, 223, 104, 167
DBP	11.444	149	149, 223, 205, 104
BMPP	11.935	149	59, 149, 104, 176
DMEP	12.741	149	149, 167, 85, 251
DPP	13.209	149	149, 237, 219, 104
DEEP	13.666	149	72, 149, 104, 193
DHXP	15.277	149	149, 251, 104, 233
BBP	17.140	149	149, 91, 206, 104
DEHP	17.326	149	149, 167, 279, 113
DBEP	17.751	149	149, 101, 85, 193
DCHP	18.828	149	149, 167, 249, 104
DNOP	19.242	225	149, 279, 104, 261
DPhP	19.929	149	225, 77, 104, 153
DNP	20.768	149	149, 293, 167, 275

2 结果与分析

2.1 提取方式的选择

因为正己烷是最常用的去油脂溶剂, 且脂肪在乙腈中的溶解度较弱, 而本研究的样品均为富含油脂的食品, 所以直接参照所购买的 PAEs 检测玻璃萃取管配套的使用说明书, 使用乙腈饱和的正己烷溶解试样, 再加入正己烷饱和的乙腈提取 PAEs, 共提取 2 次。这样可在很大程度上减少油脂的干扰, 在提取目标物的同时达到一定的净化效果。

2.2 涡旋速率和时间的优化

为了尽可能地提高检测效率, 本研究考察了不同涡旋速率和涡旋时间对加标回收率的影响。在涡旋速率为 2000 r/min 下研究了不同的涡旋时间(1、2、3、4 min)的回收率。如图 1 所示, 在 1~4 min 时间内, 随着涡旋时间的增加, 回收率也有所提高, 并在 2 min 后趋于稳定。当涡旋时间为 2 min 时, 16 中 PAEs 的回收率在 90.1%~100.6%。因此确定涡旋时间为 2 min。

同时, 本研究对涡旋速率进行了优化, 比较了当涡旋速率为 2000、2500、2800 r/min 时对回收率的影响, 结果如图 2 所示。当涡旋速率增加至 2500 r/min 时, 回收率略有提高, 为 92.0%~101.4%, 但当增加至 2800 r/min 时, 回收率为 92.2%~100.9%, 并无明显差异($P>0.05$)。因此本研究将涡旋速率定为 2500 r/min。

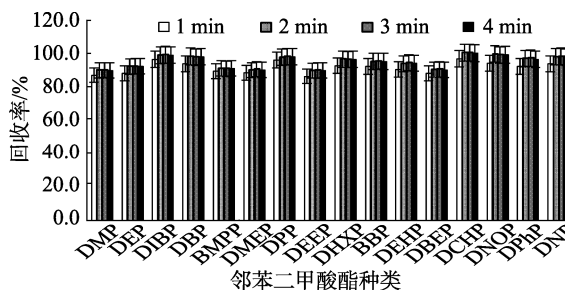


图 1 涡旋时间对 16 种 PAEs 回收率的影响($n=3$)

Fig.1 Effects of vortex time on the recoveries of 16 kinds of PAEs ($n=3$)

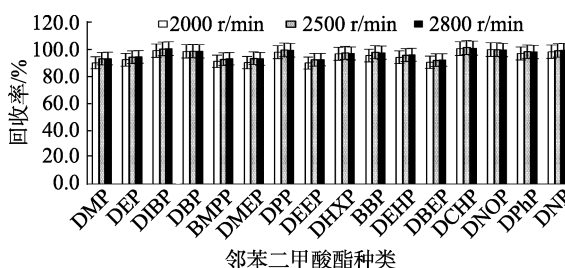


图 2 涡旋速率对 16 种 PAEs 回收率的影响($n=3$)

Fig.2 Effects of vortex rates on the recoveries of 16 kinds of PAEs ($n=3$)

2.3 样品净化

PSA 能够除去样品基质中的脂肪酸和有机酸等^[18-19], C_{18} 可以吸附样品中的脂类物质^[20]; GCB 主要用于去除样品中的色素和非极性干扰物^[21]。本研究分别考察在净化管中添加 15、25、50 mg 的 C_{18} 和 25、50、80 mg 的 GCB 以及 50、100、150 mg 的 PSA 对 16 种 PAEs 回收率的影响, 结果分别如图 3~5 所示。

通过实验发现 C_{18} 、GCB 和 PSA 对 PAEs 均有一定程度的吸附。其中 C_{18} 吸附能力最强, 添加量为 15 mg 时, 16 种 PAEs 的回收率在 65.7%~82.0%; GCB 少量吸附, 当添加量在 25 mg 时, 回收率在 81.7%~92.7%; 而 PSA 略有吸附, 添加 50 mg PSA 时, 回收率在 92.1%~99.1%。由于添加 C_{18} 净化后的回收率显著下降($P<0.05$), 所以本研究将添加物定为 GCB 和 PSA。同时本研究进行不同添加量的组合并考察其回收率, 结果见图 6。当在净化管中添加 25 mg GCB 和 100 mg PSA 时, 回收率最高, 为 80.5%~91.3%, 且净化效果较好。

2.4 方法学验证

2.4.1 线性关系

将邻苯二甲酸酯溶液标准物质按比例稀释成系列浓度的混合标准工作液, 质量浓度在 0.02~2.00 mg/L 之间。在选定的色谱条件和质谱条件下测定, 以目标物质量浓度(mg/L)为横坐标(X), 以目标物峰面积为纵坐标(Y), 建立线性关系。线性回归方程、线性关系、相关系数(r^2)结果见表 2, 质谱图见图 7。方程线性相关系数均在 0.9991 以上, 表明此方法在该浓度范围内线性良好。以 3 倍信噪比计算检出限, 10 倍信噪比计算定量限,

结果见表 2。方法的检出限在 0.10~0.30 mg/kg 之间, 定量限在 0.33~1.00 mg/kg 之间, 方法灵敏度高。

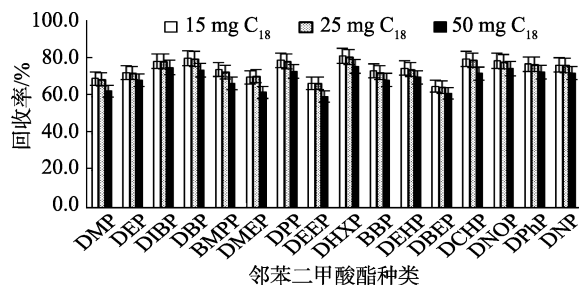


图 3 C₁₈用量对 16 种 PAEs 回收率的影响(n=3)

Fig.3 Effects of C₁₈ dosage on the recoveries of 16 kinds of PAEs (n=3)

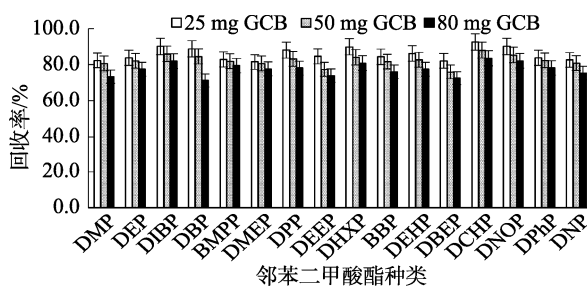


图 4 GCB 用量对 16 种 PAEs 回收率的影响(n=3)

Fig.4 Effects of GCB dosage on the recoveries of 16 kinds of PAEs (n=3)

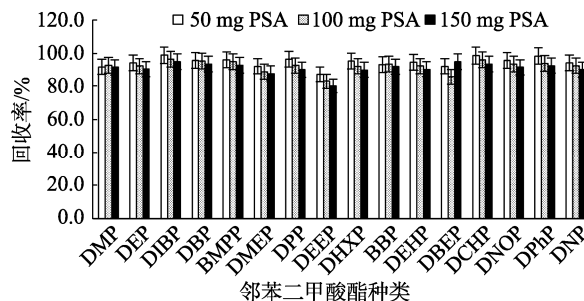


图 5 PSA 用量对 16 种 PAEs 回收率的影响(n=3)

Fig.5 Effects of PSA dosage on the recoveries of 16 kinds of PAEs (n=3)

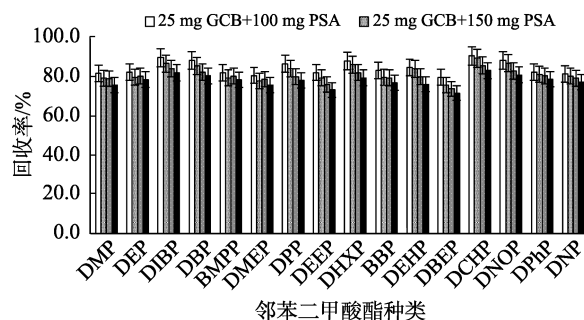


图 6 GCB 和 PSA 用量对 16 种 PAEs 回收率的影响(n=3)

Fig.6 Effects of GCB and PSA dosages on the recoveries of 16 kinds of PAEs (n=3)

表 2 16 种 PAEs 的线性范围、线性回归方程、相关系数、方法检出限和定量限

Table 2 Linearity ranges, linear equations, correlation coefficients, limits of detection and limits of quantitation of 16 kinds of PAEs

PAEs	线性范围/(mg/L)	线性回归方程	相关系数	方法检出限/(mg/kg)	方法定量限/(mg/kg)
DMP	0.02~2.00	$Y=357800X-3178$	0.99948	0.20	0.66
DEP	0.02~2.00	$Y=446700X-4136$	0.99960	0.20	0.66
DIBP	0.02~2.00	$Y=634200X-3386$	0.99988	0.10	0.33
DBP	0.02~2.00	$Y=706300X+6342$	0.99954	0.10	0.33
BMPP	0.02~2.00	$Y=166300X+3641$	0.99919	0.20	0.66
DMEP	0.02~2.00	$Y=49740X-1186$	0.99962	0.30	1.00
DPP	0.02~2.00	$Y=736800X-1179$	0.99965	0.10	0.33
DEEP	0.02~2.00	$Y=82660X-1615$	0.99934	0.30	1.00
DHXP	0.02~2.00	$Y=714400X-9830$	0.99981	0.10	0.33
BBP	0.02~2.00	$Y=280100X-5332$	0.99948	0.20	0.66
DEHP	0.02~2.00	$Y=401700X-3039$	0.99996	0.20	0.66
DBEP	0.02~2.00	$Y=124100X-1488$	0.99972	0.30	1.00
DCHP	0.02~2.00	$Y=568900X-4339$	0.99994	0.10	0.33
DNOP	0.02~2.00	$Y=695700X-5325$	0.99993	0.10	0.33
DPhP	0.02~2.00	$Y=426500X-6067$	0.99981	0.20	0.66
DNP	0.02~2.00	$Y=614900X-5885$	0.99970	0.10	0.33

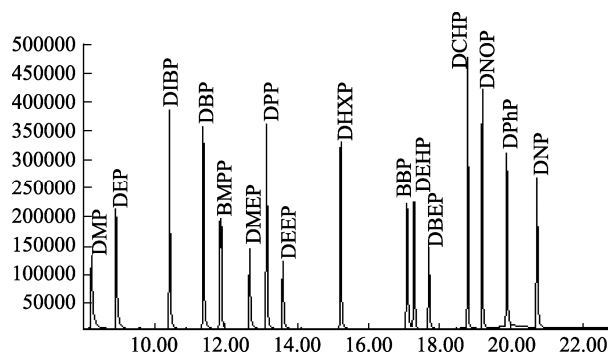


图 7 16 种 PAEs 的选择离子色谱图

Fig.7 Selected ion detection chromatogram of 16 kinds of PAEs

2.4.2 精密度和回收率

以橄榄菜空白样品为试样,向试样中分别添加浓度为 0.2、0.5 和 2.0 mg/kg 的标准品,按照 1.3 的步骤,每个加标浓度水平测定 6 次。数据显示 16 种加标化合物的回收率为 80.2%~97.3%,相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)不超过 7.33%。结果表明该方法具有良好的准确度和精密度,符合分析要求。结果见表 3

2.5 实际样品测定

对火腿肠、酱腌菜、调味酱、方便面调味油包、豆制品、

肉制品等 40 份样品进行测定,结果见表 4。分析发现,除 DBP 外,其余 15 种 PAEs 均未检出,其中 7 个样品检出 DBP, DBP 的检出率为 17.5%,含量在 0.151~0.457 mg/kg 之间。且 1 个样品 DBP 含量为 0.457 mg/kg,超过了《卫生部办公厅关于通报食品及食品添加剂中邻苯二甲酸酯类物质最大残留量的函》[2011]551 号规定的 ≤ 0.3 mg/kg 限量值要求。

3 结论

本研究建立了 QuEChERS-气相色谱-质谱法同时检测不同种类含油脂食品中 16 种 PAEs 残留量的分析方法。与 GB 5009.271—2016《食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定》相比,本方法采用涡旋提取和 QuEChERS 法进行前处理,缩短了提取时间,省去了过柱、氮吹等一系列净化步骤,用净化管直接净化,简便、高效,且结果准确可靠,适用于不同种类含油脂食品中 PAEs 的快速检测,对加强含油脂食品中 PAEs 含量的监测具有重要的现实意义。根据实际样品的检测结果可以看出含油脂食品存在被 PAEs 污染的风险,如前所述,PAEs 具有亲脂性,这可能是食品在生产以及储存过程中接触了塑料制品,而本实验所用样品都是用各类塑料制品包装,进一步增加了污染的风险。因此建议市场监管部门加大对食品塑料包装制品以及含油脂食品中 PAEs 的监测力度。

表 3 16 种 PAEs 的平均回收率和相对标准偏差($n=6$)
Table 3 Spiked recoveries and RSDs of 16 kinds of PAEs ($n=6$)

PAEs	加标 0.2 mg/kg		加标 0.5 mg/kg		加标 2.0 mg/kg	
	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
DMP	—	—	84.1	3.27	86.6	2.15
DEP	—	—	83.7	3.11	86.1	3.96
DIBP	87.3	3.97	94.1	4.68	97.3	2.47
DBP	88.7	4.87	92.5	2.63	96.2	3.33
BMPP	—	—	83.2	3.50	86.4	2.67
DMEP	—	—	81.6	4.64	83.3	3.80
DPP	86.4	3.42	86.8	2.71	92.7	3.24
DEEP	—	—	80.6	5.32	83.0	4.91
DHXP	86.6	5.34	89.7	3.85	94.5	3.08
BBP	—	—	84.3	3.90	85.9	2.66
DEHP	—	—	86.4	5.18	88.9	4.97
DBEP	—	—	80.2	7.09	82.0	5.18
DCHP	82.2	2.51	89.5	4.33	94.1	2.38
DNOP	81.9	7.33	90.3	4.57	92.4	4.09
DPhP	—	—	84.0	3.26	83.6	4.26
DNP	82.8	2.53	82.1	2.98	84.1	3.70

注:—表示加标浓度低于方法检出限。

表 4 40 份含油脂食品中 16 种 PAEs 的检测结果
Table 4 Determination results of 16 kinds of PAEs in 40 fatty food samples

样品种类	数量/个	DBP 含量/(mg/kg)
火腿肠	2	未检出
酱腌菜	8	未检出~0.457
调味酱	10	未检出
方便面调味油包	13	未检出
豆制品	5	未检出~0.151
肉制品	2	未检出~0.153

参考文献

- [1] VENTRICE P, VENTRICE D, RUSSO E, *et al.* Phthalates: European regulation, chemistry, pharmacokinetic and related toxicity [J]. *Environ Toxicol Pharm*, 2013, 36(1): 88–96.
- [2] KARAČONJI IB, JURICA SA, LASIĆ D, *et al.* Facts about phthalate toxicity in humans and their occurrence in alcoholic beverages [J]. *Arh Hig Rada Toksikol*, 2017, 68(2): 81–92.
- [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(S1): 15–18.
- JIN QM, SUN ZR. Reproductive and development toxicities of phthalate esters [J]. *J Tianjin Med Univ*, 2004, 10(S1): 15–18.
- [4] BENJAMIN S, MASAI E, KAMIMURA N, *et al.* Phthalates impact human health: Epidemiological evidences and plausible mechanism of action [J]. *J Hazard Mater*, 2017, 40: 360–383.
- [5] GIULIVO M, ALDAML D, CAPRI E, *et al.* Human exposure to endocrine disrupting compounds: their role in reproductive systems, metabolic syndrome and breast cancer. A review [J]. *Environ Res*, 2016, 151: 251–264.
- [6] XIE C, ZHAO Y, GAO L, *et al.* Elevated phthalates' exposure in children with constitutional delay of growth and puberty [J]. *Mol Cell Endocrinol*, 2015, 407: 67–73.
- [7] BUSER MC, MURRAY HE, SCINICARIELL F. Age and sex differences in childhood and adulthood obesity association with phthalates: Analyses of NHANES 2007–2010 [J]. *Int J Hyg Environ Heal*, 2014, 217(6): 687–694.
- [8] ZHANG Y, MENG X, CHEN L, *et al.* Age and sex-specific relationships between phthalate exposures and obesity in Chinese children at puberty [J]. *PLoS One*, 2014, 9(8): e104852.
- [9] TRASANDE L, SPANIER AJ, SATHYANARAYANA S, *et al.* Urinary phthalates and increased insulin resistance in adolescents [J]. *Pediatrics*, 2013, 132(3): E646–E655.
- [10] KIM SH, CHUN S, JANG JY, *et al.* Increased plasma levels of phthalate esters in women with advanced-stage endometriosis: A prospective case-control study [J]. *Fertil Steril*, 2011, 95(1): 357–359.
- [11] 衣欢, 林丹玫, 郑祥钦, 等. 邻苯二甲酸酯暴露与子宫内异位症疼痛关系的研究[J]. *福建医药杂志*, 2019, 41(3): 5–8.
- YI H, LIN DM, ZHENG XQ, *et al.* Study of association between exposure to phthalates and endometriosis-related pain [J]. *J Fujian Med*, 2019, 41(3): 5–8.
- [12] BROPHY JT, KEITHM M, WATTERSON A, *et al.* Breast cancer risk in relation to occupations with exposure to carcinogens and endocrine disruptors: A Canadian case control study [J]. *Environ Health*, 2012, 11(7): 87.
- [13] SHI L K, ZHANG MM, LIU YL. Concentration and survey of phthalic acid esters in edible vegetable oils and oilseeds by gas chromatography-mass spectrometry in China [J]. *Food Control*, 2016, 68: 118–123.
- [14] GAO XL. Phthalate esters in foods: Sources, occurrence, and analytical methods [J]. *Compr Rev Food Sci Food*, 2010, 9(1): 21–43.
- [15] 余建华, 梁焯琼. 气相色谱-质谱法测定白酒中塑化剂残留前处理方法的优化[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(4): 1247–1254.
- YU JH, LIANG CQ. Optimization of pretreatment method for determination of plasticizer residues in Chinese liquor by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(4): 1247–1254.
- [16] 郭爱静, 赵伟, 杨立学. QuEChERS-GC-MS/MS 法测定碳酸饮料中 17 种邻苯二甲酸酯[J]. *食品工业*, 2019, 40(4): 276–279.
- GUO AIJ, ZHAO W, YANG LX. GC-MS/MS determination of 17 phthalates in carbonate beverages by QuEChERS [J]. *Food Ind*, 2019, 40(4): 276–279.
- [17] 马蒙蒙, 王宗义, 贾明宏, 等. 超低温冷冻除脂-气相色谱串联质谱法检测食用植物油中 21 种邻苯二甲酸酯[J]. *食品工业科技*, 2018, 39(12): 271–274.
- MA MM, WANG ZY, JIA MH, *et al.* Determination of 21 phthalic acid esters in edible vegetable oils by gas chromatography-tandem mass spectrometry with removing fat through ultra low temperature freezing [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2018, 39(12): 271–274.
- [18] ANASTASSIADES M, LEHOTAY SJ, STAJNBAHER D, *et al.* Fast and easy multiresidue method employing acetonitrile extraction/partitioning and “dispersive solid-phase extraction” for the determination of pesticide residues in produce [J]. *J AOAC Int*, 2003, 86(2): 412–431.
- [19] MOLINARUIZ JM, CIESLIK E, WALKOWSKA I. Optimization of the QuEChERS method for determination of pesticide residues in chicken liver samples by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Food Anal Methods*, 2015, 8(4): 898–906.
- [20] 李旭, 吴维吉, 刘佳, 等. 气相色谱串联质谱法测定植物油中的邻苯二甲酸酯[J]. *食品工业*, 2018, 39(2): 301–305.
- LI X, WU WJ, LIU J, *et al.* Determination of phthalic acid esters in vegetable oil by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Ind*, 2018, 39(2): 301–305.
- [21] 严煌倩, 李勇, 翟丽菲, 等. 气相色谱-质谱法结合 QuEChERS 法快速检测青椒中 15 种邻苯二甲酸酯[J]. *江苏农业学报*, 2018, 34(2): 459–465.
- YAN HQ, LI Y, ZHAI LF, *et al.* Determination of 15 phthalate acid esters in pepper by gas chromatography-mass spectrometry with QuEChERS method [J]. *J Jiangsu Agric Sci*, 2018, 34(2): 459–465.

(责任编辑: 李磅礴 郑 丽)

作者简介



傅 群, 硕士, 工程师, 主要研究方向为气相色谱-质谱相关的食品检测项目。
E-mail: 31630107@qq.com



余建兵, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全研究。
E-mail: 1127100249@qq.com