



中华人民共和国国家标准

GB 31604.30—2025

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯类 化合物的测定和迁移量的测定

2025-03-16 发布

2025-09-16 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 31604.30—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯的测定和迁移量的测定》。

本标准与 GB 31604.30—2016 相比,主要变化如下:

- 增加了邻苯二甲酸二异癸酯的测定方法和迁移量的测定方法;
- 更改了检出限和定量限的相关表述;
- 第一篇,更改了试液制备方法;
- 第二篇,更改了迁移量测定中含乙醇食品模拟物(体积分数 $\geq 50\%$)浸泡液前处理方法;
- 第二篇,增加了含油脂食品模拟物邻苯二甲酸酯类化合物迁移量测定方法;
- 第二篇,更改了计算公式。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 邻苯二甲酸酯类化合物的测定和迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二烯丙酯(DAP)、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-甲氧基)乙酯(DMEP)、邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(BMPP)、邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)、邻苯二甲酸二戊酯(DPP)、邻苯二甲酸二己酯(DHXP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、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)、邻苯二甲酸二苯酯(DPhP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二壬酯(DNP)、邻苯二甲酸二异壬酯(DINP-1)及邻苯二甲酸二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)(DINP-2)和邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP-1)及邻苯二甲酸二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)(DIDP-2)等 19 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定和迁移量的测定方法。

第一篇邻苯二甲酸酯类化合物的测定适用于塑料、橡胶、涂料涂层、黏合剂等食品接触材料及制品中 19 种邻苯二甲酸酯类化合物的测定。第二篇邻苯二甲酸酯类化合物迁移量的测定适用于食品接触材料及制品中 19 种邻苯二甲酸酯类化合物迁移量的测定。

第一篇 邻苯二甲酸酯类化合物的测定

2 原理

食品接触材料及制品中邻苯二甲酸酯类化合物用四氢呋喃作溶剂,超声提取。可溶的试样,用正己烷沉淀聚合物等物质,提取液经离心分离、浓缩和定容后供气相色谱-质谱测定;不溶的试样,用四氢呋喃重复提取,提取液经浓缩和定容后供气相色谱-质谱测定。保留时间和特征离子定性,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂为色谱纯试剂,或经空白试验分析未检出待测邻苯二甲酸酯类化合物的分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。试验过程中应避免使用塑料材质器具,或使用经空白试验分析未检出待测邻苯二甲酸酯类化合物的塑料材质器具。

3.1 试剂

3.1.1 正己烷(C_6H_{14})。

3.1.2 四氢呋喃(C_4H_8O)。

3.2 标准品

19 种邻苯二甲酸酯类化合物标准品(见附录 A):纯度 $\geq 95\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 19种邻苯二甲酸酯类化合物单一标准储备液(5 000 mg/L):分别准确称取19种邻苯二甲酸酯类化合物标准品(按照表A.1中注a选择DINP-1或DINP-2、DIDP-1或DIDP-2标准品)各50 mg,实际称取质量按纯度折算,精确至0.1 mg,用正己烷溶解并准确定容至10 mL,混匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于-20℃冰箱中避光保存,有效期为6个月。

3.3.2 19种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准中间液A:准确移取DINP-1或DINP-2标准储备液(5 000 mg/L)10 mL、DIDP-1或DIDP-2标准储备液(5 000 mg/L)10 mL、DNOP标准储备液(5 000 mg/L)1 mL、DNP标准储备液(5 000 mg/L)1 mL和其他邻苯二甲酸酯类化合物标准储备液(5 000 mg/L)各0.5 mL至100 mL容量瓶中,加入正己烷定容至100 mL,混匀。其中DINP-1或DINP-2质量浓度为500 mg/L,DIDP-1或DIDP-2质量浓度为500 mg/L,DNOP质量浓度为50 mg/L,DNP质量浓度为50 mg/L,其他邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度为25 mg/L。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于-20℃冰箱中避光保存,有效期为6个月。

3.3.3 邻苯二甲酸酯类化合物系列混合标准工作液:于5个50 mL容量瓶中,分别准确吸取0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL及2.0 mL 19种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准中间液A,用正己烷定容,混匀,即得邻苯二甲酸酯类化合物系列混合标准工作液。其中,DINP-1或DINP-2、DIDP-1或DIDP-2质量浓度为1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L,DNOP、DNP质量浓度为0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L,其他邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度为0.050 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L。临用现配。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪:带电子轰击电离源(EI)。

4.2 分析天平:感量0.000 1 g。

4.3 玻璃器皿。

注:洗净后,用水淋洗3次,四氢呋喃浸泡1 h并淋洗3次,烘干,冷却至室温备用。

4.4 超声波发生器。

4.5 旋转蒸发器。

4.6 离心机:转速 $\geq 4\,000$ r/min。

4.7 涡旋振荡器。

4.8 冷冻研磨仪。

4.9 玻璃滤膜:有机相,孔径为0.45 μm 。

5 分析步骤

5.1 样品前处理

5.1.1 试液制备

取代表性试样。树脂、塑料、橡胶等固体试样,剪碎,或剪碎后再用液氮冷冻粉碎,控制碎片尺寸 ≤ 0.1 cm,混匀;涂层、黏合剂层等薄层固体试样,用小刀刮削,或小刀刮削后再剪碎或用液氮冷冻粉碎,控制碎片尺寸 ≤ 0.3 cm,混匀;涂料、黏合剂等液态试样,直接取样。

准确称取0.2 g~0.5 g试样(精确至0.000 1 g)于离心管中,加入10 mL四氢呋喃,超声提取30 min。

超声时可溶或浑浊的试样,提取后缓慢加入 40 mL 正己烷,涡旋振荡,在 4 000 r/min 转速下离心 20 min。取上清液在 45 ℃下减压旋转蒸发至约 3 mL,用正己烷定容至 10 mL,过 0.45 μm 有机相玻璃滤膜,供气相色谱-质谱仪测定。

超声时不溶或沉淀的试样,提取后过滤,残渣再加入 10 mL 四氢呋喃,超声提取 30 min,过滤。合并 2 次滤液,在 45 ℃下减压旋转蒸发至约 3 mL,用正己烷定容至 10 mL,过 0.45 μm 有机相玻璃滤膜,供气相色谱-质谱仪测定。

注:试样粉碎后尺寸的控制影响邻苯二甲酸酯类化合物的提取。对于不溶的试样,应通过剪碎、刮削或液氮冷冻粉碎等方式控制碎片尺寸≤0.1 cm;对于可溶的试样,以及不溶的薄膜薄层类试样(如保鲜膜、刮削涂层等),可控制碎片尺寸≤0.3 cm。

5.1.2 空白试验

除了不加入试样外,按与试液制备相同的操作,获得空白试液,供气相色谱-质谱仪测定。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 气相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱:聚(5%二苯基-95%二甲基硅氧烷)石英毛细管柱或性能相当者,柱长 30.0 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm;
- b) 进样口温度:260 ℃;
- c) 升温程序:初始柱温 60 ℃,保持 1 min,以 20 ℃/min 升温至 220 ℃,保持 1 min,然后以 5 ℃/min,升温至 280 ℃,保持 1 min,最后以 20 ℃/min 升温至 300 ℃,保持 3 min;
- d) 载气:氦气,纯度≥99.999%;
- e) 流速:1 mL/min;
- f) 进样方式:不分流进样;
- g) 进样量:1 μL。

5.2.2 质谱参考条件如下:

- a) 色谱与质谱接口温度:280 ℃;
- b) 离子源温度:230 ℃;
- c) 电离方式:电子轰击电离源(EI);
- d) 监测方式:选择离子扫描模式(SIM),监测离子见表 B.1;
- e) 电离能量:70 eV;
- f) 溶剂延迟:7 min。

5.3 定性测定

按照仪器参考条件,判定样品中存在相应目标物应满足以下条件:

- a) 样品中检出邻苯二甲酸酯类化合物色谱峰保留时间与标准溶液中目标化合物色谱峰保留时间差异在±0.5%范围内;
- b) 所选择的离子,在扣除背景后的样品质谱图中均出现且信噪比≥3;
- c) 定性离子的相对丰度与浓度相当的标准溶液的相对丰度偏差不得超过表 1 的规定。

表 1 离子相对丰度比最大允许偏差

相对离子丰度, K / %	$K \geq 50$	$20 < K < 50$	$10 < K \leq 20$	$K \leq 10$
允许的最大偏差 / %	±10	±15	±20	±50

5.4 标准曲线的制作

将系列标准工作液注入气相色谱-质谱仪中,测定相应的邻苯二甲酸酯类化合物的定量离子的峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以各邻苯二甲酸酯类化合物的定量离子的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

5.5 试样溶液的测定

将试液注入气相色谱-质谱仪中,得到各邻苯二甲酸酯类化合物的定量离子的峰面积。根据标准曲线得到待测液中各邻苯二甲酸酯类化合物的浓度。

试液可根据具体情况进行稀释,使其测定值在标准曲线的线性范围内。

6 分析结果的表述

试样中单种邻苯二甲酸酯类化合物含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times N}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中单种邻苯二甲酸酯类化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c —— 试样提取液中单种邻苯二甲酸酯类化合物的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 —— 空白提取液中单种邻苯二甲酸酯类化合物的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 试样定容体积,单位为毫升(mL);

N —— 为使测定值在标准曲线的线性范围内而对试液进行稀释的稀释倍数。

m —— 试样质量,单位为克(g);

结果至少保留 2 位有效数字。

7 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

8 其他

当样品取样量为 0.2 g,定容体积为 10 mL 时,本方法邻苯二甲酸二异壬酯及邻苯二甲酸二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)、邻苯二甲酸二异癸酯及邻苯二甲酸二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)的检出限为 25 mg/kg,定量限为 50 mg/kg;邻苯二甲酸二正辛酯和邻苯二甲酸二壬酯的检出限为 2.5 mg/kg,定量限为 5.0 mg/kg;其余邻苯二甲酸酯类化合物的检出限为 1.0 mg/kg,定量限为 2.5 mg/kg。

第二篇 邻苯二甲酸酯类化合物迁移量的测定

9 原理

食品接触材料及制品采用食品模拟物浸泡。对于迁移至水性、酸性、含乙醇食品模拟物中的邻苯二甲酸酯类化合物,用正己烷提取后旋转蒸发浓缩;对于化学替代溶剂异辛烷和 95%(体积分数)乙醇,直

接旋转蒸发至干,正己烷复溶;对于含油脂食品模拟物橄榄油,乙腈提取后用固相萃取小柱净化。试液用气相色谱-质谱测定。保留时间和特征离子定性,外标法定量。

10 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂为色谱纯试剂,或经空白试验分析未检出待测邻苯二甲酸酯类化合物的分析纯试剂,水为 GB/T 6682 规定的一级水。试验过程中应避免使用塑料材质器具,或使用经空白试验分析未检出待测邻苯二甲酸酯类化合物的塑料材质器具。

10.1 试剂

10.1.1 正己烷(C_6H_{14})。

10.1.2 乙腈(C_2H_3N)。

10.1.3 四氢呋喃(C_4H_8O)。

10.1.4 水性、酸性、含乙醇和含油脂食品模拟物及化学替代溶剂:所用试剂要求及配制方法依据 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的规定。

10.2 标准品

同 3.2。

10.3 标准溶液配制

10.3.1 19 种邻苯二甲酸酯类化合物单一标准储备液(5 000 mg/L):同 3.3.1。

10.3.2 19 种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准中间液 B:准确移取 DINP-1 或 DINP-2 标准储备液(5 000 mg/L)10 mL、DIDP-1 或 DIDP-2 标准储备液(5 000 mg/L)10 mL、DBP 标准储备液(5 000 mg/L)0.50 mL 和其他邻苯二甲酸酯类化合物标准储备液(5 000 mg/L)各 1 mL 至 100 mL 容量瓶中,加入正己烷定容至 100 mL,混匀。其中 DINP-1 或 DINP-2 质量浓度为 500 mg/L, DIDP-1 或 DIDP-2 质量浓度为 500 mg/L, DBP 质量浓度为 25 mg/L, 其他邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度为 50 mg/L。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于 $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存,有效期为 6 个月。

10.3.3 水性、酸性、含乙醇食品模拟物和化学替代溶剂邻苯二甲酸酯类化合物系列标准工作液:于 5 个 50 mL 容量瓶中,分别准确吸取 0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL 及 2.0 mL 19 种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准中间液 B,用正己烷定容,混匀。其中, DINP-1 或 DINP-2、DIDP-1 或 DIDP-2 质量浓度为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L, DBP 质量浓度为 0.050 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L, 其他邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度为 0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L。临用现配。

10.3.4 含油脂食品模拟物邻苯二甲酸酯类化合物系列标准工作液:称取 5 份 5 g(精确至 0.01 g)橄榄油,分别加入 0.010 mL、0.020 mL、0.050 mL、0.10 mL 和 0.20 mL 19 种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准中间液 B,涡旋混合均匀。其中, DINP-1 或 DINP-2、DIDP-1 或 DIDP-2 质量浓度相当于 1.0 mg/kg、2.0 mg/kg、5.0 mg/kg、10 mg/kg 和 20 mg/kg, DBP 质量浓度相当于 0.050 mg/kg、0.10 mg/kg、0.25 mg/kg、0.50 mg/kg 和 1.0 mg/kg, 其他邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度相当于 0.10 mg/kg、0.20 mg/kg、0.50 mg/kg、1.0 mg/kg 和 2.0 mg/kg。按 12.2.4 处理标准工作液。临用现配。

11 仪器和设备

11.1 气相色谱-质谱仪:带电子轰击电离源(EI)。

11.2 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

11.3 离心机:转速 $\geq 4\,000$ r/min。

11.4 涡旋振荡器。

11.5 固相萃取装置。

11.6 旋转蒸发仪。

11.7 玻璃器皿。

注:洗净后,用水淋洗 3 次,四氢呋喃浸泡 1 h 并淋洗 3 次,烘干,冷却至室温备用。

11.8 固相萃取小柱:PSA/Silica 复合填料玻璃柱(500 mg/500 mg, 6 mL)或性能相当者。

12 分析步骤

12.1 浸泡液的制备

按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求,对样品开展迁移试验,得到浸泡液。

12.2 试液的制备

12.2.1 水性、酸性、含乙醇食品模拟物(乙醇体积分数 $<50\%$)

准确移取 10 mL 浸泡液于 25 mL 离心管中,加入 4 mL 正己烷,涡旋振荡提取 10 min, 4 000 r/min 转速下离心 5 min,取正己烷层。再重复提取 2 次,合并提取液。提取液在 45 °C 下减压旋转蒸发至干。加入 1 mL 正己烷,涡旋振荡复溶,取上清液供仪器检测。

12.2.2 含乙醇食品模拟物($50\% \leq$ 乙醇体积分数 $<95\%$)

准确移取 10 mL 浸泡液于 50 mL 离心管中,加入 10 mL 水、8 mL 正己烷,涡旋振荡提取 10 min, 4 000 r/min 转速下离心 5 min,取正己烷层。再重复提取 2 次,合并提取液。提取液在 45 °C 下减压旋转蒸发至干。加入 1 mL 正己烷,涡旋振荡复溶,取上清液供仪器检测。

12.2.3 95%(体积分数)乙醇和异辛烷化学替代溶剂

准确移取 10 mL 浸泡液于烧瓶中,在 45 °C 下减压旋转蒸发至干。加入 1 mL 正己烷,涡旋振荡复溶,取上清液供仪器检测。

12.2.4 含油脂食品模拟物

称取 5 g(精确至 0.01 g)浸泡液于 50 mL 离心管中,加入 20 mL 乙腈,涡旋振荡提取 10 min, 4 000 r/min 转速下离心 10 min,取乙腈层。重复提取 1 次,合并提取液于烧瓶中。将合并的乙腈提取液在 45 °C 下减压旋转蒸发至约 3 mL,作为待净化液。在固相萃取小柱中加入 10 mL 乙腈活化,弃去流出液;将待净化液加入固相萃取小柱,收集流出液;再加入 3 mL 乙腈,收集流出液;合并 2 次收集的流出液,在 45 °C 下减压旋转蒸发至干。加入 1 mL 正己烷,涡旋振荡复溶,取上清液供仪器检测。

12.3 空白试验

按 12.1 的操作获得未与食品接触材料接触的空白浸泡液,而后按 12.2 处理,供气相色谱-质谱仪测定。

12.4 仪器参考条件

同 5.2。

12.5 定性测定

同 5.3。

12.6 标准曲线的制作

同 5.4。

12.7 试样溶液的测定

同 5.5。

13 分析结果的表述

13.1 浸泡液中邻苯二甲酸酯类化合物含量的计算

13.1.1 水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物及化学替代溶剂

水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物及化学替代溶剂中单种邻苯二甲酸酯类化合物含量,按式(2)计算:

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V \times N}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_1 ——食品模拟物中单种邻苯二甲酸酯类化合物的含量,单位为毫克每升(mg/L);

c ——试样浸泡液中单种邻苯二甲酸酯类化合物的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——空白浸泡液中单种邻苯二甲酸酯类化合物的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——定容体积,单位为毫升(mL);

N ——为使测定值在标准曲线的线性范围内而对试液进行稀释的稀释倍数;

V_0 ——取样量,单位为毫升(mL)。

13.1.2 含油脂食品模拟物

含油脂食品模拟物中单种邻苯二甲酸酯类化合物含量,按式(3)计算:

$$X_1 = (M - M_0) \times N \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_1 ——食品模拟物中单种邻苯二甲酸酯类化合物的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

M ——试样浸泡液中单种邻苯二甲酸酯类化合物的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

M_0 ——空白浸泡液中单种邻苯二甲酸酯类化合物的质量浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

N ——为使测定值在标准曲线的线性范围内而对试样溶液进行稀释的稀释倍数。

13.2 食品接触材料及制品中邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量的计算

13.2.1 非密封和密封制品类食品接触材料及制品邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

非密封制品和盖子、密封圈、连接件等密封制品食品接触材料及制品,单种邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(4)进行计算:

$$X_2 = X_1 \times \frac{V_1 \times S_0}{S_1 \times m_0} \dots\dots\dots (4)$$

式中：

X_2 ——食品接触材料及制品中单种邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

V_1 ——迁移试验中试样浸泡液的体积或质量，单位为升(L)或千克(kg)；

S_0 ——食品接触材料及制品实际使用中接触食品的面积，单位为平方分米(dm²)；

S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米(dm²)；

m_0 ——对于非密封制品，指食品接触材料及制品实际使用中接触固态食品质量或液体食品体积对应的质量，单位为千克(kg)；对于密封制品，指食品接触材料及制品实际配套使用容器盛装固态食品质量或液体食品体积对应的质量，单位为千克(kg)。各种液态食品按密度为 1 kg/L 将体积换算为对应的质量。

样品实际使用中接触食品的面积/体积未知时，式(4)中的“ S_0/m_0 ”取 6 dm²/kg。

结果至少保留 2 位有效数字。

13.2.2 密封制品类食品接触材料及制品邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量的计算(以 mg/件表示)

当预期用途未知，密封制品类食品接触材料及制品，单种邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量以 mg/件表示，按式(5)进行计算，需注明采用的迁移试验方法、迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积：

$$X_3 = X_1 \times \frac{V_1}{n} \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中：

X_3 ——食品接触材料及制品中单种邻苯二甲酸酯类化合物特定迁移量，单位为毫克每件(mg/件)；

V_1 ——试样浸泡液的体积或质量，单位为升(L)或千克(kg)；

n ——浸泡用密封制品的数量，单位为件。

结果至少保留 2 位有效数字。

14 精密度

在重复性条件下获得的 2 次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

15 其他

当迁移试验中样品的面积/体积比与样品在实际使用中接触食品的面积/体积比一致时，本方法对水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物、异辛烷和 95%(体积分数)乙醇中邻苯二甲酸二异壬酯及邻苯二甲酸二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)、邻苯二甲酸二异癸酯及邻苯二甲酸二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)的检出限为 0.5 mg/L，定量限为 1.0 mg/L；邻苯二甲酸二正丁酯的检出限为 0.02 mg/L、定量限为 0.05 mg/L；邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯的检出限为 0.05 mg/L、定量限为 0.10 mg/L；其余邻苯二甲酸酯类化合物的检出限为 0.01 mg/L、定量限为 0.10 mg/L。

当迁移试验中样品的面积/体积比与样品在实际使用中接触食品的面积/体积比一致时，本方法对含油脂模拟物中邻苯二甲酸二异壬酯及邻苯二甲酸二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)、邻苯二甲酸二异癸酯及邻苯二甲酸二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)的检出限为 0.5 mg/kg，定量限为 1.0 mg/kg；邻苯二甲酸二正丁酯的检出限为 0.02 mg/kg、定量限为 0.05 mg/kg；邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯的检出限为 0.05 mg/kg、定量限为 0.10 mg/kg；其余邻苯二甲酸酯类化合物的检出限为 0.01 mg/kg、定量限为 0.10 mg/kg。

当迁移试验中样品的面积/体积与样品在实际使用中接触食品的面积/体积不一致时，按 13.2 换算得到实际的检出限与定量限。

附 录 A
19 种邻苯二甲酸酯类化合物信息

19 种邻苯二甲酸酯类化合物名称、缩写、CAS 号、分子式见表 A.1。

表 A.1 19 种邻苯二甲酸酯类化合物信息

序号	名称	缩写	CAS 号	分子式
1	邻苯二甲酸二甲酯	DMP	131-11-3	$C_{10}H_{10}O_4$
2	邻苯二甲酸二乙酯	DEP	84-66-2	$C_{12}H_{14}O_4$
3	邻苯二甲酸二烯丙酯	DAP	131-17-9	$C_{14}H_{14}O_4$
4	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	84-69-5	$C_{16}H_{22}O_4$
5	邻苯二甲酸二正丁酯	DBP	84-74-2	$C_{16}H_{22}O_4$
6	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯	DMEP	117-82-8	$C_{14}H_{18}O_6$
7	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯	BMPP	146-50-9	$C_{20}H_{30}O_4$
8	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯	DEEP	605-54-9	$C_{16}H_{22}O_6$
9	邻苯二甲酸二戊酯	DPP	131-18-0	$C_{18}H_{26}O_4$
10	邻苯二甲酸二己酯	DHXP	84-75-3	$C_{20}H_{30}O_4$
11	邻苯二甲酸丁基苄基酯	BBP	85-68-7	$C_{19}H_{20}O_4$
12	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯	DBEP	117-83-9	$C_{20}H_{30}O_6$
13	邻苯二甲酸二环己酯	DCHP	84-61-7	$C_{20}H_{26}O_4$
14	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	117-81-7	$C_{24}H_{38}O_4$
15	邻苯二甲酸二苯酯	DPhP	84-62-8	$C_{20}H_{14}O_4$
16	邻苯二甲酸二正辛酯	DNOP	117-84-0	$C_{24}H_{38}O_4$
17	邻苯二甲酸二壬酯	DNP	84-76-4	$C_{26}H_{42}O_4$
18 ^a	邻苯二甲酸二异壬酯	DINP-1	28553-12-0	$C_{26}H_{42}O_4$
	邻苯二羧酸-二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)	DINP-2	68515-48-0	$C_{8+2x}H_{6+4x}O_4$ ($x=8\sim 10$)
19 ^a	邻苯二甲酸二异癸酯	DIDP-1	26761-40-0	$C_{28}H_{46}O_4$
	邻苯二羧酸-二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)	DIDP-2	68515-49-1	$C_{8+2x}H_{6+4x}O_4$ ($x=9\sim 11$)
^a 测定塑料试样的试液中邻苯二甲酸二异壬酯及邻苯二羧酸-二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)、邻苯二甲酸二异癸酯及邻苯二羧酸-二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)时,标准品分别选用 DINP-1 和 DIDP-1;测定橡胶、黏合剂、涂料和涂层、纸和纸板等其他试样的试液时,标准品选用 DINP-2 和 DIDP-2。				

附 录 B

19 种邻苯二甲酸酯类化合物定量和定性选择离子表

19 种邻苯二甲酸酯类化合物定性和定量离子及参考丰度比见表 B.1。

表 B.1 19 种邻苯二甲酸酯类化合物定量和定性选择离子表

序号	化合物名称	选择离子 <i>m/z</i>	参考丰度比
1	邻苯二甲酸二甲酯(DMP)	163 [*] ,77,133	100 : 21 : 8
2	邻苯二甲酸二乙酯(DEP)	149 [*] ,177,105	100 : 23 : 10
3	邻苯二甲酸二烯丙酯(DAP)	41,149 [*] ,189	100 : 68 : 19
4	邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)	149 [*] ,104,223	100 : 10 : 8
5	邻苯二甲酸二正丁酯(DBP)	149 [*] ,223,205	100 : 6 : 5
6	邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP)	59,149 [*] ,104	100 : 23 : 22
7	邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(BMPP)	149 [*] ,167,85	100 : 51 : 32
8	邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)	72,149 [*] ,193	100 : 91 : 32
9	邻苯二甲酸二戊酯(DPP)	149 [*] ,237,219	100 : 11 : 5
10	邻苯二甲酸二己酯(DHXP)	149 [*] ,251,104	100 : 11 : 5
11	邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)	149 [*] ,91,206	100 : 49 : 35
12	邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)	149 [*] ,101,85	100 : 53 : 52
13	邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)	149 [*] ,167,249	100 : 40 : 9
14	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)	149 [*] ,167,279	100 : 38 : 14
15	邻苯二甲酸二苯酯(DPhP)	225 [*] ,77,153	100 : 13 : 5
16	邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)	149,279 [*] ,261	100 : 11 : 4
17	邻苯二甲酸二壬酯(DNP)	149,293 [*] ,275	100 : 10 : 3
18	邻苯二甲酸二异壬酯(DINP-1)	149,293 [*] ,127	100 : 18 : 13
	邻苯二甲酸二-C8~C10 支链烷基酯(C9 富集)(DINP-2)		
19	邻苯二甲酸二异癸酯(DIDP-1)	149,307 [*] ,141	100 : 24 : 11
	邻苯二甲酸二-C9~C11 支链烷基酯(C10 富集)(DIDP-2)		
* 为定量离子。			

附 录 C

邻苯二甲酸酯类化合物标准溶液气相色谱-质谱参考谱图

19 种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准溶液(0.50 mg/L 或 5.0 mg/L)气相色谱-质谱总离子流色谱图和 2 种邻苯二甲酸酯类化合物单一标准溶液(5.0 mg/L)气相色谱-质谱总离子流色谱图见图 C.1 和图 C.2。19 种邻苯二甲酸酯类化合物的保留时间见表 C.1。

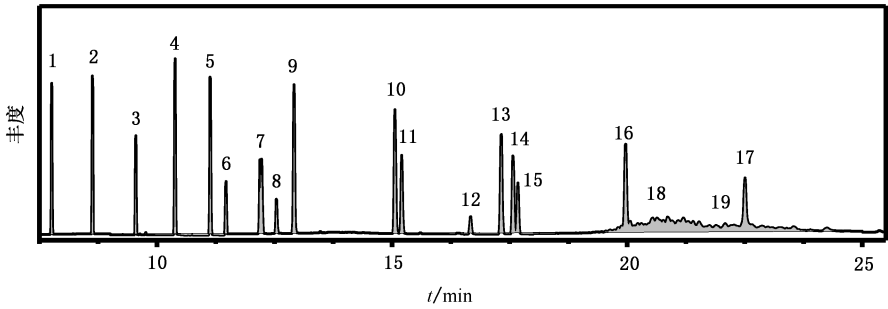


图 C.1 19 种邻苯二甲酸酯类化合物混合标准溶液(0.50 mg/L 或 5.0 mg/L)气相色谱-质谱总离子流色谱图

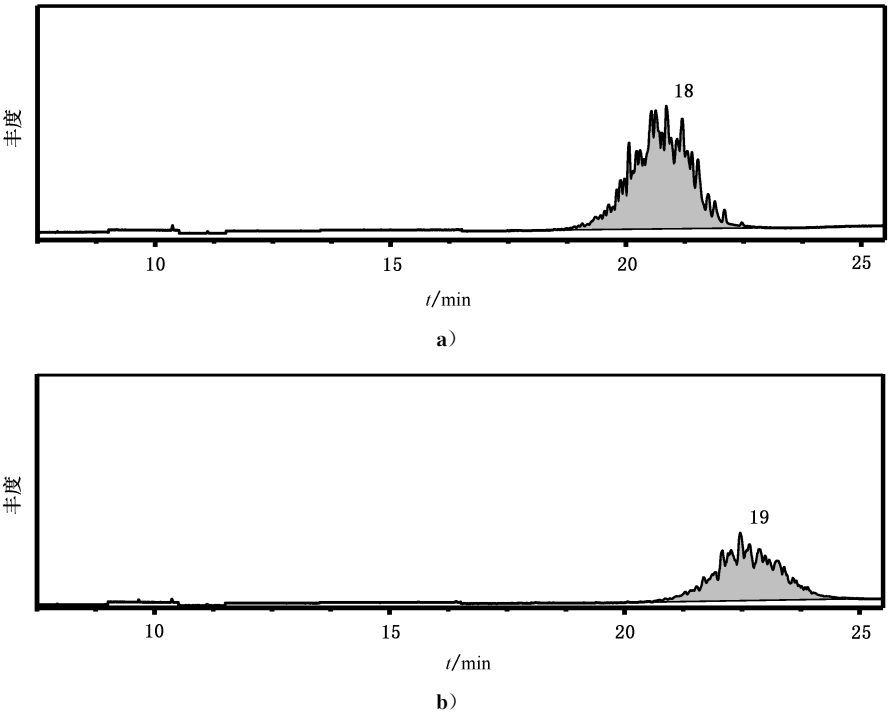


图 C.2 2 种邻苯二甲酸酯类化合物单一标准溶液(5.0 mg/L)气相色谱-质谱总离子流色谱图

表 C.1 19 种邻苯二甲酸酯类化合物的保留时间

序号	物质	保留时间 min	序号	物质	保留时间 min
1	DMP	7.76	11	BBP	15.21
2	DEP	8.63	12	DBEP	16.68
3	DAP	9.56	13	DCHP	17.33
4	DIBP	10.40	14	DEHP	17.58
5	DBP	11.14	15	DPhP	17.69
6	DMEP	11.47	16	DNOP	19.97
7	BMPP	12.24	17	DNP	22.52
8	DEEP	12.55	18	DINP-1	18.5-22.5
9	DPP	12.92	19	DIDP-1	20.5-24.5
10	DHXP	15.06			