

白酒中塑化剂检测的解决方案

上海舜宇恒平科学仪器有限公司

1 概述

塑化剂是指邻苯二甲酸酯类物质，其分子结构类似荷尔蒙，被称为“环境荷尔蒙”，是环保署列管的毒性化学物质。若长期食用可引能起生殖系统异常、甚至造成畸胎、癌症的危险。食品中的塑化剂检测一直备受关注，此次酒鬼酒中塑化剂超标事件，使得白酒中塑化剂的检测成为热点。

对于食品中邻苯二甲酸酯类化合物的检测，GB/T21911-2008《食品中邻苯二甲酸酯的测定》中规定了 GC-MS 作为检测方法。此标准适用于食品中 16 种邻苯二甲酸酯类物质的含量测定。GB/T 21911-2008 的原理是：各类食品提取、净化后经气相色谱-质谱联用仪进行测定。采用特征选择离子监测扫描模式（SIM），以碎片的丰度比定性，标准样品定量离子外标法定量进行检测。由于白酒的组成成分相对于各类食品来说不那么复杂，其样品前处理可采用更为简单方便的方式。

大体积进样-气质联用法（LVI-GC/MS）采用大体积进样器，增大进样体积以提高检测灵敏度，配合具有优秀的检出灵敏度和可靠的稳定性的高性能气质联用仪，保证实验结果的精准可靠。

LVI-GC/MS 方案具有以下特点：

1) 省却浓缩步骤，提高分析效率

采用大体积进样方式，不需要进行萃取样品的浓缩处理步骤，大大缩短样品前处理时间，提高分析效率。

2) 进一步提升检测灵敏度，即使痕量的目标物亦可检测

LVI-S200 大体积进样器采用“胃袋式”衬管，进样量最大可达 200 μ l，将检出灵敏度提高 10~100 倍。

3) 保证分析结果的稳定性和可靠性，提高结果置信度

JMS-Q1000GC 气质联用仪采用大型高精度四极杆和高抽速涡轮分子泵，在保证仪器优秀灵敏度和高分辨率的同时，更可长时间稳定工作，获得可靠的分析结果。与大体积进样器配合，即使在 Scan 模式下也可获得足够灵敏度，通过谱库检索进一步确证分析结果，提高结果置信度。

2 解决方案

白酒样品采用正己烷萃取，取上层正己烷萃取液，直接进 GC-MS 分析。

大体积进样 (LVI) 是气相色谱进样方式的一种，进样量与常规进样方式相比，可提高几十倍到几百倍，进一步降低了检测限。通过增大进样体积获得比常规方法更好的灵敏度。

JEOL 公司的 JMS-Q1000GC 气质联用仪采用大型高精度四极杆和高抽速涡轮分子泵，在保证仪器优秀灵敏度和高分辨率的同时，更可长时间稳定工作，获得可靠的分析结果。

真空系统是决定质谱性能的主要因素，真空度的好坏决定了仪器的灵敏度和稳定性。JMS-Q1000GC 气质联用仪配置了 400L/s 的高抽速涡轮分子泵，采用差动抽气方式，使离子源和四极杆都处于良好的高真空环境中。此外，附加的氦气吹扫气流，可带走腔体中难以抽走的成分，进一步保证了仪器快速达到并长期保持稳定的高真空环境。

由于采用了经典的金属四极杆，使得 JMS-Q1000GC 在标准谱库检索定性中具有很好的匹配度，对于邻苯二甲酸酯类物质的定性确证分析十分有利。

另外，JMS-Q1000GC 气质联用仪独有的四极杆温度控制部件，可精确控制四极杆温度的稳定性，避免射频电压高速变化对四极杆温度的影响，保证分析结果的稳定性。

本方案采用 JMS-Q1000GC 气质联用仪配合 LVI-S200 大体积进样器，大大提高了 GC-MS 的检测灵敏度，保证实验结果的稳定可靠。

3 仪器配置

LVI-GC-MS 分析检测方案	<ul style="list-style-type: none"> ● JMS-Q1000GC 气质联用仪 (JEOL 公司) 四极杆质量分析器，配 EI 源 带四极杆温控控制部件 自动稳压电源、自动变压器 气质联用软件、数据工作站、定量软件 NIST08 谱库 ● LVI-S200 大体积进样器 (AISTI 公司) 配胃袋式衬管
------------------	--

4 技术指标

● LVI-S200 大体积进样器

进样方式：分流/不分流进样、程序升温进样、大体积进样、衍生化进样

进样量：1~200 μ l

温度范围：40~300 $^{\circ}$ C

最大升温速率：150 $^{\circ}$ C/min

降温速率：300 $^{\circ}$ C \rightarrow 50 $^{\circ}$ C/3min

● JMS-Q1000GC 气质联用仪

EI 源温度：100~300 $^{\circ}$ C

质量分析器：带预四极和后四极的双曲面四极杆

质量范围：m/z 1.5~1022

分辨率：3M (≥ 2000 , PFTBA, m/z614 FWHM)

灵敏度：EI(Scan) 1pg 八氟萘，对于 m/z272 离子，S/N ≥ 180 (RMS)

EI(SIM) 0.1pg 八氟萘，对于 m/z272 离子，S/N ≥ 120 (RMS)

检测器：二次电子倍增器

动态范围：1.6 $\times 10^7$

泵系统：涡轮分子泵 400L/s（分流型）

机械泵 80L/min, 100 L/min（50/60 Hz）

柱箱温度：室温+5 $^{\circ}$ C~500 $^{\circ}$ C

升温速率：0.1~140 $^{\circ}$ C/min

程序升温控制：25 阶/26 平台

气路控制：数字流量控制（Digital Flow Control, DFC）

载气控制模式：恒定流速、恒定压力、恒定线速度