

白酒塑化剂的检测整体解决方案书

日前，媒体报道的白酒塑化剂风波持续发酵，我公司也在密切关注事态发展，并在第一时间迅速组织相关技术人员讨论和开发应用解决方案，现已开发出全套的专业检测方案。可以为您提供分析所需的：固相萃取仪、液相色谱柱、气相色谱柱、滤膜和过滤器等各种色谱耗材，也可以提供相应的技术支持和解决方案。

为什么白酒中会出现增塑剂？

媒体报道这次事件中并未发现人为添加塑化剂，但是并没有说明含量问题。据了解，白酒中的塑化剂主要源于塑料接酒桶、塑料输酒管、酒泵进出乳胶管、封酒缸塑料布、成品酒塑料内盖、成品酒塑料袋包装、成品酒塑料瓶包装和成品酒塑料桶包装等。

邻苯二甲酸酯是一种常用的增塑剂，可增大产品的可塑性和柔韧性，广泛用于塑料产品，驱虫剂，农药载体，染料助剂，涂料及润滑油等工业产品中，本不应该出现在食品中。塑化剂 DEHP 的作用类似于人工荷尔蒙，会危害男性生殖能力并促使女性性早熟，长期大量摄取会导致肝癌。

我公司开发的以白酒为基质的样品中 16 种常见塑化剂的检测方法：

一、实验目的

建立白酒中塑化剂的前处理和检测方法。本方法使用 (500 mg/6 mL, 玻璃柱)富集白酒样品中的邻苯二甲酸酯类物质，所建立的 固相萃取方法能够极大程度排除杂质的干扰，保证检测结果的准确性。

二、仪器及材料

1. 材料：白酒；超纯水；邻苯二甲酸酯(PAEs)混； (500 mg/6 mL, 玻璃柱管)；玻璃移液管；洗耳球；烧杯
2. 仪器：HPLC 液相色谱仪,氮吹仪等。

三、实验步骤

1. SPE 净化(500 mg/6 mL)

- (1) 活化：依次加入 6 mL 甲基叔丁基醚和 6 mL 甲醇，6 mL 水平衡。
- (2) 上样：500 mL 样品加入小柱中，流速 ≤ 15 mL/min，流出液弃去。
- (3) 淋洗：3 mL 5% 甲醇水溶液淋洗，淋洗液弃去。
- (4) 洗脱：3 mL 甲醇和 6 mL 甲基叔丁基醚洗脱，收集洗脱液。
- (5) 重新溶解：30℃ 下将洗脱液减压蒸馏至干，1 mL 乙腈溶解残渣，滤膜过滤后 HPLC 分析。

注 (5) 步骤是供参考的，使用者可根据自己使用的分析仪器进行调整。

2. 液相色谱测定条件

色谱柱：C18 (250 × 4.6mm, 5 μm)

流速：1.0mL/min；

进样量：20 μL；

检测器：UV 242nm ；

柱温：30℃ 流动相：A：水 B：乙腈-甲醇=20:80。

时间/min	0	5	31	40	60	60.01
A	60	50	20	0	0	60
B	40	50	80	100	100	40

表 1 梯度设置

注意事项

- (1) 实验过程中，试剂及容器必须为玻璃，尽量避免接触塑料制品。
- (2) 甲醇必须是进口色谱纯。

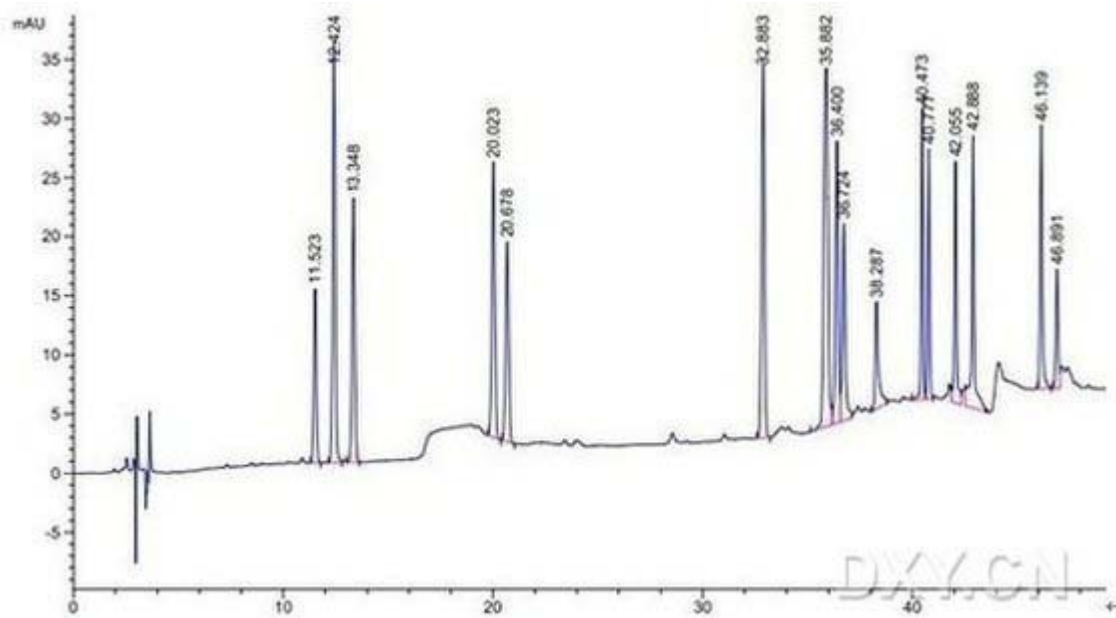


图 1 16 种塑化剂液相色谱图



氮吹仪 [金属浴/水浴] NITROGEN BLOWING INSTRUMENT (METAL BATH / BATH)

产品简介

HX氮吹仪采用惰性气体对加热样品进行吹扫，使被处理样品迅速干燥，达到快速分离纯化的效果。该方法操作简单，尤其可以同时处理多个样品，大大缩短了检测时间。被广泛应用于农业检测、制药行业和通用研究中的样品批量处理。

技术参数

- 加热方式：金属浴/水浴
- 处理样品数：12或24，每路流量可单独控制
- 温度调节精度： $\pm 0.1^{\circ}\text{C}$
- 温控精度： $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$
- 温控范围：室温 $+5^{\circ}\text{C}$ ~ 150°C
- 温控方式：液晶显示，PID调节，过热保护
- 定时范围：0~99h59min/开/关，倒计时显示
- 加热功率：150W
- 电源：220V $\pm 22\text{V}$ /50Hz $\pm 1\text{Hz}$
- 气源压力：0~200Kpa
- 气体流量：0~5L/min
- 进气嘴(外径)： $\Phi 6\text{mm}$
- 外壳：铝塑喷涂
- 外形尺寸：200L \times 290W \times 430H(mm)

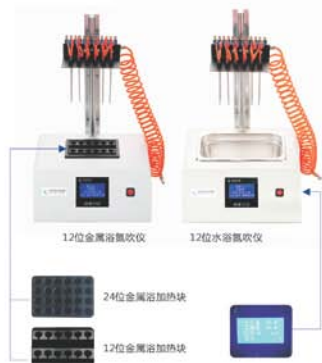
主要特点

1. 选用智能温控方式，液晶显示，PID调节，且设有上限温度报警功能，使操作更加安全，完全满足实验需要。
2. 超长定时功能（0~99h59min），倒计时显示，蜂鸣器提示时间到。
3. 先进的加热元件，加热更均匀稳定，使操作更加安全。
4. 分配室上每个气针通嘴可单独使用或单独使用，每路流量可单独控制，不使用的通气针可方便取下，分配室的高度可根据需要调节。
5. 加热块表面经过阳极氧化处理，使用寿命更长，清洗更方便。一般标配加热块规格为 $\phi 15\text{mm}$ ，特殊规格加热块孔径及形式可提前预定。
6. 倾斜的操作面板设计使操作更加直观方便。
7. 如有特殊需求可来电定制。

12位/24位干式氮吹仪 (氮气吹干仪，样品浓缩仪)	HX-NC12/24	12/24孔金属浴，温度精度 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ ，温控范围：室温 5°C ~ 300°C
12位/24位水浴氮吹仪	HX-NC12W/24W	12孔水浴，温度精度 $\pm 0.3^{\circ}\text{C}$ ，温控范围：室温 5°C ~ 150°C
流量计	0-10L/MIN或0-20L/MIN	含安装面板

注：转子流量计、时间程序、报警等功能为选配，购买时请留意！

武汉恒信世纪科技有限公司
Wuhan Trustworthy Technology Co., Ltd.



固相萃取装置 SOLID PHASE EXTRACTION UNIT

什么是固相SPE：

SPE就是利用固体吸附剂吸附液体样品中的目标物，使目标物与样品的基体和干扰化合物分离，然后再用洗脱液洗脱或加热溶解吸附剂，达到分离和富集目标物的目的。固相萃取不需要大量互不相溶的溶剂，处理过程中不会产生乳化现象；因采用高效、高选择性的吸附剂(固定相)，固相萃取能显著减少溶剂的用量；固相萃取的预处理过程简单，费用低。

与传统的液-液萃取相比，SPE具有操作时间短，样品量小、不需萃取溶剂，适于分析挥发性与非挥发性物质，重现性好等优点。SPE法可用于环境化学、食品、医药卫生、临床化学、生物化学、法医学等领域中复杂样品微量或痕量物质的分离、富集和分析，SPE的最大技术优势是处理浓度很低的试样。

主要特点：

1. 每路配有独立的阀门，控制方便，精确控制流速，经久耐用；
2. 压力表安装在密封盖上方，便于观察；
3. 试管架高度可调，满足不同需要；
4. 排气室使用特厚加厚玻璃外，其他部件均采用耐腐蚀材料，有较好的耐腐蚀性；
5. 防交叉污染、防雾化真空槽设计；
6. SPE小柱质量稳定，样品回收率高，精密度高易于收集分析物组合处理小体积试样；
7. 可配大容量采集器，快速浓缩干燥装置，可批量处理样品，大容量采集器，直接降低粘度样品从样品容器传输至Visiprep SPE真空样品处理装置的固相萃取管。



12位固相萃取	HX-SPE12	方型结构，批处理样品数12个，独立阀门控制
24位固相萃取	HX-SPE24	圆型结构，批处理样品数24个，独立阀门控制
连续供液	HX-SPE-CFS	可为SPE实现连续供液，减轻人工负担
数控固相萃取(新品)	HX-SPE8	数控板精确控速，流速流速0.06~45ML/MIN，独立阀门控制，同时进行1~8个样品的处理，原装进口电机泵头