荧光免疫层析法快速测定棕榈油中的塑化剂

发布日期：2026 年 11 月 19 日

适用仪器：荧光定量塑化剂检测仪（台式单通道、台式多通道、手持式）；单通道另配孵育器。

1　前言

棕榈油是国内消费量最大的植物油之一，常温呈半固态、取样前需熔融，是方便面、烘焙与煎炸的主要用油，进货批次多、周转快。邻苯二甲酸二丁酯（DBP）是最常用的增塑剂，不是食品原料，也不允许作为食品添加剂使用，进入油脂的途径有二：外采物料带入与接触物料迁移。油脂在压榨、精炼、储运与灌装中长时间接触塑料软管、容器内衬与密封圈，DBP 会不断迁移并富集，故塑化剂是食用油风险监测的常规项目。

限量参照《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》（卫办监督函〔2011〕551 号）：DBP 最大残留量 0.3 mg/kg。该函同时说明，此值不属于食品安全国家标准，主要用于排查违法添加，超限应溯源，不宜直接定性为不合格。实验室确证方法为 GB 5009.271—2016《食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定》（气相色谱-质谱法），需专用净化与大型仪器，单样周期以天计；按国市监食检规〔2023〕1 号的规定，快检不能替代实验室检验，阳性样品须送实验室确证。本方案定位为原料入库筛查、生产过程中间控制与现场快速筛查。

本方案以棕榈油为代表性基质建立，其他植物油（大豆油、菜籽油、花生油、山茶油等）可按同一流程与判据执行，取样方式按 3.1 调整，更换油种时按 3.4 补做 1 份加标样确认。检测采用公司自研的塑化剂（DBP）检测试剂盒（免疫荧光法），适配台式单通道、台式多通道与手持式三种机型：称样 3.00 g、前处理 5 步、孵育 8 min、读卡 5 s，单样约 40 min 出结果，不需自备标准品与标准曲线。

2　仪器与试剂

2.1　仪器与设备

表 1　主要仪器与设备

名称	规格或要求
荧光定量塑化剂检测仪	台式单通道、台式多通道（6 通道）或手持式
样品前处理一体机	离心机（≥4 000 r/min）、热空气/氮气吹干仪（50 ℃、可升降吹针）、涡旋振荡器、恒温水浴（50 ℃±1 ℃）
37 ℃ 孵育器	控温 37 ℃±0.5 ℃，自动计时 8 min（适用台式单通道）
天平、玻璃器皿与移液器	天平感量 0.01 g；16×100 mm 离心管、15×100 mm 试管；移液器 10～100 μL、100 μL～1 000 μL；5 mL 玻璃移液管

2.2　试剂与耗材

塑化剂（DBP）检测试剂盒（免疫荧光法），每盒含：试剂 A 60 mL×2（提取液）、试剂 B 0.6 mL、试剂 C 2.3 mL、吸附剂 13 g、检测卡 20 份。试剂盒于 2～8 ℃ 保存，有效期 12 个月；检测卡铝箔袋开封后 1 h 内用完，不同批号不得混用。

全程须采用洁净的玻璃容器，或使用试剂盒指定、并经迁移实验验证不含塑化剂的塑料容器。塑料耗材本身可能含邻苯二甲酸酯，油脂与有机溶剂对其溶出能力强于水相，用塑料离心管或滴管移取提取液会抬高空白、造成假阳性。

2.3　三种机型

三款机型的检测原理、卡壳规格与判读算法一致，差别在于孵育方式，见表 2。台式单通道适合少量样品，孵育由外置 37 ℃ 孵育器完成；台式多通道 6 个通道独立计时，6 个样一次完成；手持式内置电池与单卡孵育仓，适合现场与车载使用。

表 2　三种机型的项目录入、孵育与读卡方式

机型	项目录入	孵育	读卡
台式单通道	点击「项目」→ 扫描试剂盒二维码	外置 37 ℃ 孵育器，8 min，自动提醒	插入仪器 → 点「检测」→ 选项目 → 读结果，＜5 s
台式多通道	点击「项目」→ 卡放刷卡区，听到提示音	选项目，仪器自动孵育 8 min，6 通道独立计时	自动读卡、自动出仓
手持式	点「项目」→「添加」→ 选「二维码」→ 扫码	选项目，仪器自动孵育 8 min	自动读卡、自动出仓



图 1　三种机型（左：台式单通道及孵育器；中：多通道；右：手持式）

3　实验方法

3.1　样品准备

棕榈油常温为半固态：取样前于 50 ℃ 水浴中熔融完全，摇匀后立即称量，避免再次凝固造成取样不均，宜在熔融后 30 min 内称完。其他植物油取样前将样瓶上下翻转摇匀 10 次后立即称样。含渣或浑浊的油样先以 4 000 r/min 离心 3 min，取上层澄清油相测定。

3.2　前处理

按下列步骤操作，全程需采用符合本方案要求的容器，同批样品按同一顺序连续完成：

a）称样：取 16×100 mm 玻璃离心管，称取油样 3.00±0.03 g（精确至 0.01 g），在管身标注样品编号。

b）提取：用 5 mL 玻璃移液管准确加入试剂 A 5 mL，盖紧螺旋盖后剧烈振荡 3 min，4 000 r/min 离心 3 min。

c）净化：用 1 mL 移液器分 4 次移取上清液 4 mL 至另一洁净玻璃离心管，加入吸附剂 0.6 g（3 平勺，刮平不压实），盖紧后剧烈振荡 3 min，4 000 r/min 离心 3 min。

d）浓缩：用 1 mL 移液器分 3 次移取上清液 3 mL 至洁净玻璃试管，置 50 ℃ 热空气/氮气吹干仪中吹至近干，以管壁无流动液滴、内壁呈薄油膜为终点，不可吹至干涸（会使目标物损失、回收率偏低）；同批各管同时开始、按固定顺序取下。

e）复溶与上样：加入 20 μL 试剂 B，垂直加至试管底部近干处，涡旋混匀不少于 20 s；再加入 100 μL 试剂 C 充分混匀，立即取 75 μL 加入检测卡加样孔。

称样量与各步体积（5 mL、4 mL、3 mL、20 μL、100 μL、75 μL）为一套固定比例，仪器内置曲线按此定值；改任一体积须重新定值，不能只改称样量而沿用原曲线，称样量偏差不超过 ±10% 时可按实测值折算。



图 2　样品与前处理（左：棕榈油样品；中：前处理一体机；右：氮吹浓缩至近干）

3.3　上机检测

加样后按表 2 录入项目并放入检测卡：台式多通道与手持式由仪器自动孵育 37 ℃、8 min 后自动读卡；台式单通道需先将卡插入外置 37 ℃ 孵育器，自动计时 8 min 后取出，再插入仪器读卡。检测卡与试剂使用前应回温至室温并避光，使用后及时放回；加样时避免气泡，液面不得高于加样孔上沿。

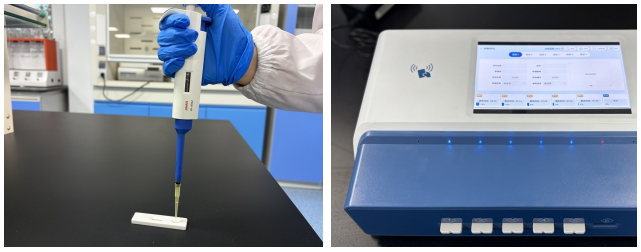

图 3　加样与多通道孵育（左：向加样孔加入 75 μL；右：6 通道同时孵育，各自倒计时）

3.4　质量控制

每批样品随样做 3 项检查，不另设实验、不增加前处理步骤：

a）空白油 1 份：取与样品同种的食用油，经首测确认 DBP＜0.30 mg/kg 后留用，用于确认基质本底。

b）平行样：每份样品做 2 个平行，各自独立称样、独立前处理，不得从同一管复溶液分次上样。

c）加标样 1 份：在空白油中加入 DBP 至 5.000 mg/kg，全流程同法处理，用于确认该批前处理与试剂是否正常。

空白油可在当地购买同品种小包装精炼油 2～3 瓶（不同批次），逐瓶按 3.2、3.3 测一次取合格者，留 200 mL 分装于洁净玻璃瓶、4 ℃ 避光保存；更换油种时另备一份，不得互代。

判据：空白油 ＜0.30 mg/kg，两平行相对偏差 ≤20%，加标回收率 70%～120%，任一项不合格时该批结果不报出，查明原因后重做；空白偏高时换玻璃器皿与耗材。

4　结果与讨论

4.1　结果表达与判定

仪器按内置曲线给出 DBP 含量（mg/kg），范围 0.10～20.0 mg/kg，结果按四档处理：

a）＜0.10 mg/kg：报「未检出」，可作为进货验收的放行参考。

b）0.10～＜0.30 mg/kg：报「正常」，可作为进货验收的放行参考。

c）≥0.30 mg/kg：报「超标」，同批复测一次，复测仍 ≥0.30 mg/kg 的按超限处理；一次读数不宜直接定性。

d）读数＞20.0 mg/kg 时已超线性范围，应用空白油稀释后复测，并在记录中注明。

快检结果不单独作为最终判定依据。确证按 GB 5009.271—2016 以 GC-MS 进行，并按国市监食检规〔2023〕1 号的要求记录处置；复检不得采用快检方法。

4.2　测定结果

棕榈油取 2 个平行、各 3.00 g，按第 3 章独立前处理并测定，结果见表 3；随样空白与加标回收见表 4，结果界面见图 4。

表 3　棕榈油中 DBP 的测定结果

样品号	样品名称	称样量/g	平行 1/(mg/kg)	平行 2/(mg/kg)	平均值/(mg/kg)	相对偏差/%
1	棕榈油	3.00	1.023	1.087	1.055	6.07

注：相对偏差以两平行测定值之差除以平均值计；测定值均为仪器直读，未做空白扣减。

表 4　空白对照与加标回收结果

项目	加入量/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	回收率/%	判定
空白油（阴性对照）	0	＜0.10	—	合格
空白油加标	5.000	5.802	116	合格

注：加标点 5.000 mg/kg 用于确认前处理与试剂状态，判定按 3.4 判据；本表为代表性结果，不作逐批验收依据。

4.3　结果分析

棕榈油两个平行的测定值为 1.023 mg/kg 与 1.087 mg/kg，均值 1.055 mg/kg，相对偏差 6.07%，优于 20% 的判据；两平行各自独立称样与前处理，反映整套前处理的重复性。空白油加标至 5.000 mg/kg，实测 5.802 mg/kg，回收率 116%，在 70%～120% 内，表明该批前处理与试剂状态正常。空白油测定值＜0.10 mg/kg，低于检测下限，说明本批器皿、试剂与耗材未引入可察

觉污染；棕榈油经 50 ℃ 熔融后取样，基质不构成干扰。综上，本方法在棕榈油基质上的精密度、准确度与空白控制均满足快速筛查要求。



图 4　棕榈油样品测定结果界面（平行 1，1.023 mg/kg，判定超标）

5　方案特点与优势

快、简、省、稳。单样 40 min 出结果，多通道一次孵育 6 个样、边孵育边加样，现场取样当场出数；前处理仅 5 步，仪器内置定量曲线，不需配制标准系列，半天培训即可上手；耗材成本远低于 GC-MS 确证，可先用快检把大批样品收到少数可疑样再送检。孵育由仪器自动计时提醒，结果可打印或导出，配合表 3、表 4 记录样品编号、称样量与试剂批号，阳性样品按同一编号送检，链条完整。

6　结论

本方案以自研塑化剂（DBP）检测试剂盒配合荧光定量免疫层析检测仪，建立了棕榈油中 DBP 的快速测定方法：称样 3.00 g，经提取、净化、浓缩与复溶后上机，37 ℃ 孵育 8 min 读卡，检测范围 0.10～20.0 mg/kg，定量限 0.30 mg/kg。实测平行样均值 1.055 mg/kg、相对偏差 6.07%，加标 5.000 mg/kg 回收率 116%，精密度、准确度与空白控制均满足快速筛查要求。其他植物油可按同一流程执行，换油种时补做 1 份加标样确认；动物油脂与含乳化剂的调和油不在试剂盒标示的基质范围内。未检出时可直接放行，超限或疑似超限按 GB 5009.271—2016 送实验室确证。

7　参考文献

[1] 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：卫办监督函〔2011〕551 号[S]. 2011.

[2] 国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定：GB 5009.271—2016[S]. 北京：中国标准出版社，2017.

[3] 国家市场监督管理总局. 关于规范食品快速检测使用的意见：国市监食检规〔2023〕1 号[S]. 2023.

[4] 国家药品监督管理局. 荧光免疫层析分析仪：YY/T 1792—2021[S]. 北京：中国标准出版社，2021.

山东恒美电子科技有限公司 应用研究部