

doi: 10.12452/j.fxcxb.26050501

(微)塑料释放及环境介质中邻苯二甲酸酯类增塑剂 分析方法研究进展

黄玉娟¹, 杨明辉², 王顺扬², 王丽娜², 宋家音¹, 王璐¹, 韦婧^{2*}

(1. 中国科学院南京土壤研究所, 江苏 南京 211135; 2. 生态环境部土壤环境管理与污染控制重点实验室/生态环境部南京环境科学研究所, 江苏 南京 210042)

摘要: 邻苯二甲酸酯类化合物(PAEs)是塑料制品中广泛使用的增塑剂, 因其潜在健康风险受到持续关注和管控。尽管其常规检测技术已较为成熟, 但面向塑料及微塑料释放体系和不同环境基质中的方法适用性仍缺乏系统梳理。本文围绕塑料及微塑料样品与环境介质中PAEs的分析方法进行综述, 重点梳理不同基质中PAEs的提取、富集、净化和检测技术。塑料制品与微塑料在样品形态、比表面积、老化程度和环境暴露历史上存在差异, 导致二者释放特征不同, PAEs释放行为及其结果解释也需加以区分。对于塑料与微塑料样品, 强溶剂提取(索氏提取、快速溶剂萃取等)用于表征可提取总量或潜在源强, 而静态、动态浸出及固相吸附汇体系用于模拟特定条件下的迁移释放。对于不同环境介质样品(土壤、沉积物、水体、大气/灰尘和生物样品), 前处理方法需根据基质组成、目标物赋存状态和干扰特征进行优化。仪器分析方面, 气相色谱-质谱或气相色谱-串联质谱是PAEs母体化合物定量分析的主要技术, 液相色谱-串联质谱更适用于代谢物和部分极性目标物分析, 二维气相色谱-飞行时间质谱和高分辨质谱可用于替代增塑剂、非有意添加物和未知转化产物筛查。未来应加强多基质前处理方法比对、替代增塑剂及相关添加剂谱图扩展、空白污染控制、同位素内标校正和释放实验标准化, 以提高塑料及微塑料释放和环境介质中增塑剂分析结果的准确性和可比性。

关键词: (微)塑料; 邻苯二甲酸酯; 释放; 分析方法; 质量控制

中图分类号: O657.7; X132 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2026)07-0001-10

Progress in Analytical Methods for Phthalate Plasticizers in (Micro) plastic Release Systems and Environmental Media

HUANG Yu-juan¹, YANG Ming-hui², WANG Shun-yang², WANG Li-na²,
SONG Jia-yin¹, WANG Lu¹, WEI Jing^{2*}

(1. Institute of Soil Science, Chinese Academy of Sciences, Nanjing 211135, China; 2. Key Laboratory of Soil Environment Management and Pollution Control, Ministry of Ecology and Environment/Nanjing Institute of Environmental Sciences, Ministry of Ecology and Environment, Nanjing 210042, China)

Abstract: Phthalate esters (PAEs) are widely used plasticizers in plastic products and have received continuous attention and regulatory control due to their potential health risks. Although conventional detection techniques for PAEs are relatively mature, the applicability of analytical methods to plastic and microplastic release systems and different environmental matrices has not been systematically reviewed. This review focuses on analytical methods for PAEs in plastic and microplastic samples and environmental media, with emphasis on extraction, enrichment, cleanup, and detection techniques for different matrices. Plastic products and microplastics differ in sample morphology, specific surface area, aging degree, and environmental exposure history, leading to distinct release characteristics; therefore, PAE release behavior and the interpretation of analytical results should be differentiated. For plastic and microplastic samples, strong solvent extraction methods, such as Soxhlet extraction and accelerated solvent extraction, are used to characterize extractable contents or potential source strength, whereas static leaching, dynamic leaching, and solid-phase sink systems are used to simulate migration and release under specific conditions. For different environmental ma-

收稿日期: 2026-05-05; 修回日期: 2026-06-03

基金项目: 生态环境部南京环境科学研究所优秀青年基金项目(ZX2024SZY079); 生态环境部南京环境科学研究所创新团队项目(ZX2023QT012)

* 通讯作者: 韦婧, 博士, 研究员, 研究方向: 污染物土-水界面环境过程机理与土壤减污固碳协同修复, E-mail: weijing@nies.org

trices, including soil, sediment, water, air/dust, and biological samples, sample preparation methods should be optimized according to matrix composition, occurrence forms of target compounds, and interference characteristics. In terms of instrumental analysis, GC-MS and GC-MS/MS remain the main techniques for quantifying parent PAEs, LC-MS/MS is more suitable for metabolites and some polar target compounds, and GC×GC-TOF-MS and high-resolution mass spectrometry can be used for screening alternative plasticizers, non-intentionally added substances, and unknown transformation products. Future studies should strengthen the comparison of pretreatment methods across multiple matrices, expand spectral profiling of alternative plasticizers and related additives, improve blank contamination control and isotope internal standard correction, and promote standardization of release experiments, thereby improving the accuracy and comparability of plasticizer analytical results in plastic and microplastic release systems and environmental media.

Key words: (Micro)plastics; phthalates; release; analytical methods; quality control

塑料制品在农业生产、食品包装、建筑材料、医疗用品和日常消费品中广泛使用。为改善塑料的性能,加工过程中常加入增塑剂、阻燃剂、抗氧化剂等化学助剂。大量塑料废弃物进入环境后,在光照、热氧化、机械磨损和生物作用下逐渐老化、破碎,形成更小粒径颗粒甚至微塑料($< 5 \text{ mm}$)^[1-3]。在此过程中,塑料颗粒的粒径减小、比表面积增大,聚合物结构老化和表面裂解加剧,使原本分散于塑料基质中的添加剂更易发生迁移和释放。此外,微塑料不仅可作为颗粒污染物参与迁移、沉降、再悬浮、团聚和降解转化等环境过程^[4-7],还可能成为塑料添加剂持续释放和再分配的重要载体。与相对惰性的塑料聚合物本体相比,部分添加剂具有内分泌干扰、生殖发育毒性和生物累积风险,其释放所引起的化学暴露和生态毒性可能高于塑料颗粒本身。因此,塑料老化破碎及微塑料形成过程中伴随的添加剂释放,已成为理解微塑料环境风险不可忽视的重要环节。

邻苯二甲酸酯类化合物(PAEs)是应用较广的一类增塑剂,常见于软质聚氯乙烯(PVC)、农用薄膜、包装材料等塑料制品中^[8-9]。PAEs一般以物理混合或非共价作用存在于塑料基质中,未与聚合物主链形成稳定化学键,因此在材料使用、老化、破碎和微塑料形成过程中可能向外迁移^[10-11]。近年来,塑料及微塑料释放PAEs的实验证据逐渐增多,研究表明其释放行为受聚合物类型、老化程度、介质条件等多种因素影响^[12-15]。塑料制品与微塑料中的PAEs释放行为也存在差异,塑料制品释放研究多围绕食品包装材料、玩具、建材和农膜等使用场景展开,通常关注迁移量、法规限量和人体接触暴露;微塑料释放研究则更强调颗粒化后的环境行为,更关注粒径、比表面积、老化方式、环境介质组成等参数。然而,环境中PAEs的来源复杂,污水排放、大气沉降、工业活动、消费品使用等均可能贡献PAEs,因而仅凭(微)塑料释放实验数据,难以直接推算环境介质中PAEs的实际污染水平^[16-18]。因此,在分析和解释PAEs污染来源时,需要同时考虑塑料释放体系和真实环境介质中的多源输入过程。

目前,环境、食品和生物样品中的PAEs分析已具有较成熟的技术基础。索氏提取、超声提取、快速溶剂萃取(ASE)、固相萃取(SPE)、固相微萃取(SPME)、液相微萃取和QuEChERS等前处理方法可用于不同基质中PAEs的提取、富集和净化^[19-22];气相色谱-质谱(GC-MS)、气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)和液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)是PAEs及其代谢物定量分析的重要平台,二维气相色谱-飞行时间质谱联用(GC×GC-TOF-MS)和高分辨质谱(HRMS)则为替代增塑剂和未知添加剂筛查提供技术支撑^[23-25]。然而,对于(微)塑料中PAEs的释放分析,仍需结合释放过程和数据含义进行进一步梳理。具体而言,(微)塑料本体强溶剂提取主要用于表征样品中PAEs的可提取总量或潜在源强;模拟释放实验则用于评价特定介质、老化状态和暴露条件下PAEs的迁移释放行为;而土壤、水体、沉积物等环境介质中的PAEs浓度,反应的是多源输入后的综合环境负荷。上述三类数据分别对应源强表征、过程模拟和环境负荷评价,需在方法选择和结果解释中加以区分。

此外,当前不同研究在塑料类型、粒径范围、老化方式、固液比、释放介质组成和实验时间等方面差异较大,导致塑料及微塑料PAEs释放结果的横向比较和环境意义解释受到限制。因此,有必要在已有PAEs分析技术基础上,进一步建立从“(微)塑料本体中PAEs含量表征—模拟释放行为评价—环境介质中PAEs污染水平分析”的方法学衔接框架,明确不同方法的适用场景和质量控制要求。基于此,本文聚焦(微)塑料释放与环境介质中PAEs分析方法,系统梳理不同基质中PAEs的前处理方法和

仪器检测技术,并讨论标准方法借鉴及质量控制要点,以期为(微)塑料添加剂释放研究和环境增塑剂污染评价提供方法参考。同时,考虑到替代增塑剂使用量增加^[5,11,22-25],本文也对其同步检测和非靶向筛查技术也进行了适当讨论与展望,以更全面地反映增塑剂污染分析方法的发展趋势。

1 不同基质中PAEs样品前处理方法

样品前处理是PAEs准确定量的关键环节。不同基质中PAEs的赋存状态差异明显:塑料及微塑料样品中PAEs多与聚合物基质结合;释放液和水体中PAEs通常以低浓度溶解态、胶体结合态或颗粒结合态存在;土壤和沉积物中PAEs易受有机质、碳黑和矿物颗粒影响;大气和灰尘样品中PAEs具有气相和颗粒相分配特征;生物样品则常涉及母体化合物、单酯代谢物和氧化代谢物的共同分析。因此,前处理方法的选择不应只追求提取效率,还需结合样品基质、目标物性质、数据用途和质量控制要求综合确定。

1.1 塑料及微塑料样品

塑料及微塑料样品包括塑料制品、农膜、包装材料、塑料碎片、老化塑料颗粒以及从环境介质中分离得到的微塑料颗粒。对于塑料本体中PAEs种类和含量分析,前处理目标是尽可能充分地将增塑剂从聚合物基质中提取出来。索氏提取、超声提取、ASE等方法均可用于这类分析。由于这些方法多使用有机溶剂并配合加热、超声、高压或较长提取时间,所得结果主要代表方法条件下的可提取增塑剂含量,更适合用于评价材料残留水平、添加剂组成和潜在源强。

索氏提取是塑料及固体样品中PAEs分析的经典方法,具有提取充分、重复性较好的特点,适用于材料中PAEs残留水平测定^[26-27]。该方法的不足是耗时较长、溶剂用量较大,且长时间加热可能强化PAEs从聚合物基质中的释放,因此不宜直接代表真实环境释放量。超声提取操作简便、提取时间短、溶剂消耗较少,适合塑料碎片、农膜残留和分离微塑料颗粒中PAEs的快速筛查^[28]。ASE通常在较高温度和压力下进行,自动化程度高、重复性好,适合批量样品分析^[22,29]。但ASE的高温高压条件同样属于强化提取,更适用于材料源强和残留水平评价。

农用薄膜是塑料添加剂进入农田系统的重要途径之一。已有研究显示,聚乙烯和聚己二酸-对苯二甲酸丁二醇酯等农膜材料中可检出邻苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)等典型PAEs,不同聚合物类型、添加剂配方、使用年限和老化程度会影响PAEs可提取量及后续释放行为^[16]。近期关于常规和可降解覆盖膜添加剂释放的研究也表明,不同农膜材料在浸出条件下释放的PAEs和其他添加剂存在差异,说明材料配方和降解过程会共同影响添加剂源强^[30]。Zhou等^[31]指出可降解塑料在土壤中可进一步破碎为纳米塑料和低聚物,这一过程可能促进增塑剂的持续释放。对于此类材料,强溶剂提取得到的结果可用于表征材料残留水平和潜在源强,而释放实验则更适合评价特定环境条件下的迁移释放过程。

除塑料本体含量分析外,迁移释放实验是研究PAEs从塑料及微塑料进入液相或模拟介质的重要方法。常见体系包括静态浸出、半动态浸出、动态流动浸出、人工海水或淡水释放实验、食品模拟液迁移实验、模拟胃液和模拟肠液释放实验,以及固相吸附汇体系。

塑料制品与微塑料中PAEs释放具有相似的物理化学基础,均受聚合物类型、PAEs初始含量、温度、接触时间、介质性质以及扩散/分配过程影响^[11-14]。但材料形态由成型制品转变为微米尺度颗粒后,比表面积、表面老化程度和环境介质接触机会均发生变化,释放特征也随之改变。塑料制品释放研究多面向食品接触材料、玩具、包装材料、建材和农膜等使用场景,通常关注特定接触介质中的迁移量及其与法规限量或人体接触暴露的关系;微塑料释放研究则更侧重颗粒化后的环境过程,需结合粒径分布、比表面积、老化方式、液固比、水化学条件、溶解性有机质和吸附汇设置等因素进行分析。环境微塑料中检出的PAEs既可能来自原始塑料添加剂,也可能来自其吸附PAEs的再释放,因此在解释释放结果时应区分内源添加剂释放与外源吸附后解吸,避免将PAEs检出或释放量简单归因于塑料本体释放^[18]。

PVC是PAEs释放研究中关注较多的聚合物类型。Yan等^[13]发现,PVC微塑料中邻苯二甲酸二正丁酯(DnBP)释放与颗粒粒径、初始增塑剂含量、老化程度和水化学条件密切相关;Henkel等^[14]则指出,PVC微塑料中PAEs释放可能具有较长时间尺度,短期浸出实验可能低估长期释放贡献。这类研究说明,释放实验不能只报告终点浓度,还应关注释放动力学、液固比、介质组成、材料表面状态和质量平衡等

条件。对于 DEHP 等疏水性较强、溶解度较低的 PAEs, 水相浓度可能受到溶解度和平衡分配限制, 固相吸附汇体系可维持较低水相浓度, 从而更好地观察持续释放过程^[11]。然而, 吸附材料本身可能含有 PAEs 背景, 或在长时间实验中出现容量变化, 使用前应充分清洗, 并设置材料空白和过程空白。

释放液中 PAEs 通常浓度较低, 需要结合富集和净化方法进行检测。SPE 是水相 PAEs 富集最常用的方法之一^[32]。可根据 PAEs 疏水性和介质组成选择 C18、HLB、硅胶、氧化铝或复合填料。SPME、分散液液微萃取(DLLME)和单滴微萃取(SDME)等方法也可用于小体积释放液或低浓度目标物富集^[33-38]。因此, 塑料本体强提取得到的是材料中可提取增塑剂含量, 释放实验得到的是特定条件下的迁移释放量, 二者不能相互替代。前者更适合评价材料残留和潜在源强, 后者更适合研究释放动力学和暴露可及性^[14]。

综上, (微)塑料样品中 PAEs 分析需区分材料可提取量与迁移释放量。索氏提取、ASE 等强溶剂提取以充分提取聚合物基质中的增塑剂为目的, 所得结果可用于表征材料中 PAEs 残留水平及潜在源强^[28-29]。静态浸出、动态浸出和吸附汇体系则用于考察设定条件下 PAEs 向外部介质的迁移过程, 反映特定实验条件下的释放行为。两类方法在作用强度、影响因素和适用场景上存在差异, 前者不能直接代表环境释放量, 后者也不宜简单外推为实际环境浓度或源贡献。释放实验结果的解释还应结合塑料特征、介质组成、空白控制和质量平衡等条件综合判断。

1.2 土壤和沉积物

土壤和沉积物是 PAEs 的重要环境汇。PAEs 可通过农膜残留、污泥施用、大气沉降、生活污水和工业排放进入土壤和沉积物, 并与有机质、黑碳、黏土矿物以及共存微塑料发生吸附和分配。与塑料本体样品相比, 土壤和沉积物中 PAEs 分析的难点不仅在于提取目标物, 还在于去除共提取干扰物、控制背景污染和校正基质效应。

其前处理通常包括干燥、研磨、筛分、溶剂提取和净化等步骤。常用提取方法包括索氏提取、超声提取、ASE 和振荡提取^[22-23, 27, 39-40]。索氏提取法提取充分, 适合方法比对和污染负荷评价; 超声提取操作快速, 适合批量样品筛查; ASE 自动化程度较高, 适用于大批量环境样品分析。由于土壤和沉积物中有机质、黑碳和矿物颗粒含量较高, 提取液通常需要进一步净化, 可采用硅胶、氧化铝、弗罗里硅土、凝胶渗透色谱(GPC)或 SPE 等方法去除有机质、色素和共提取干扰物^[27, 39-40]。

对农田土壤而言, 农膜残留和微塑料颗粒可能同时影响 PAEs 的输入、赋存和提取结果。一方面, 残膜本身可作为 PAEs 潜在来源; 另一方面, 土壤有机质、黑碳和矿物颗粒会改变 PAEs 在固相中的吸附状态, 从而影响提取效率和加标回收率。已有研究表明, 提取液浓缩、净化材料和内标校正均会影响 PAEs 的定量结果^[27, 39-40]。因此, 土壤和沉积物中 PAEs 分析不宜只比较仪器灵敏度, 还应关注前处理过程对回收率、空白值和基质效应的影响。

若样品中同时存在微塑料颗粒, 测得的 PAEs 浓度通常反映基质总体污染负荷, 若需讨论微塑料释放贡献, 还需结合聚合物类型、颗粒丰度、塑料颗粒可提取量或释放实验结果共同分析。对于长期覆膜农田, 还应关注农膜类型、使用年限、残膜破碎程度、土壤有机质含量和作物根际过程对 PAEs 分布和生物可利用性的影响^[15-17]。污泥和堆肥样品与土壤具有一定相似性, 但有机质、脂类和表面活性剂含量更高, 相关分析通常需进一步强化脱脂、净化和基质效应评价。

1.3 水体样品

水体类型包括地表水、地下水、海水、雨水和污水。PAEs 在水体中通常浓度较低, 可存在于溶解相、胶体相和颗粒结合态。前处理的重点是富集低浓度目标物、减少容器和滤膜吸附损失, 并控制实验背景污染。水样采集后可根据研究目的选择是否过滤。关注溶解态 PAEs, 可在过滤后对水相进行富集; 关注总浓度, 则需考虑悬浮颗粒物、胶体和微塑料颗粒结合态 PAEs 的贡献。水体中 PAEs 的检出反映水环境污染水平, 若要进一步讨论微塑料贡献, 应同步获得水体中微塑料丰度、聚合物类型和释放实验结果。

SPE 是水体中 PAEs 富集最常用的方法。对于疏水性较强的 PAEs, C18 和 HLB 填料应用较多; 对于溶解性有机质或颗粒物含量较高的复杂水样, 可通过复合填料、串联净化或基质匹配校准降低干扰^[22, 32]。近年来, 磁性吸附材料和新型多孔材料在水样 PAEs 富集中的应用逐渐增多。例如, 磁性共价有机框架(COF)材料可用于水样中多种 PAEs 的固相萃取并与 LC-MS/MS 联用, 提高低浓度目标物的富集效率^[35]; COF/MXene 复合涂层也被用于 PAEs 及其代谢物的高灵敏固相微萃取分析^[33]。磁固相萃取材

料可设计性强、分离操作简便,适合低浓度水样和复杂液体样品中PAEs的富集^[34-36]。这类方法的优势在于吸附位点和孔结构可调、富集效率较高,但仍需关注材料背景、重复使用稳定性、复杂水样中的有机质竞争吸附和基质效应。

液相微萃取方法,如DLLME和SDME,具有富集倍数高、溶剂用量少和操作快速等特点,可用于水样中PAEs富集^[37-38]。此类方法对萃取剂类型、分散剂比例、盐度、pH值和振荡条件较为敏感。海水样品中高盐度可能改变PAEs的分配和萃取效率;污水样品中表面活性剂、胶体、有机物和颗粒物含量较高,可能造成基质干扰和回收率波动。因此,水体PAEs分析应重视样本空白和基质加标回收。尤其在含微塑料或高悬浮颗粒物的水样中,应明确过滤孔径、滤膜材质、是否分析颗粒相以及滤膜空白水平。

1.4 大气、沉降物和室内灰尘

大气相关样品包括大气颗粒物、降尘、室内灰尘和表面擦拭物。PAEs具有半挥发性,可在气相和颗粒相之间分配,并通过干湿沉降进入土壤和水体。室内环境中,PVC地板、电子产品和塑料日用品广泛存在^[11]。室内灰尘常成为PAEs的富集介质,也是暴露评价的重要对象。气相和颗粒相PAEs通常分别通过滤膜、聚氨酯泡沫、吸附树脂或其他吸附材料采集。样品采集后,采用超声提取、溶剂浸提或ASE提取,再结合硅胶、Florisil、GPC或SPE净化后上机分析。室内灰尘需先筛分、均质化,再进行提取和净化,以降低粒径差异带来的不确定性。由于其含有机质、纤维和塑料碎片,净化步骤对降低基质干扰尤为关键。

室内灰尘中除传统PAEs外,还常检出非邻苯类增塑剂。近期一项对住宅灰尘的研究显示,PAEs及非邻苯类增塑剂可在室内灰尘中同时检出,提示室内灰尘不仅可用于传统PAEs暴露评估,也可用于替代增塑剂筛查^[41]。GC×GC-TOF-MS可用于同步筛查灰尘中传统PAEs及新型替代增塑剂,说明该技术适合复杂添加剂谱图解析^[42]。国际标准化组织(ISO)标准ISO 16000-33:2024已针对室内空气、室内灰尘和表面擦拭物中PAEs的GC-MS测定提供方法依据,可作为室内环境样品分析的重要参考^[43]。

此类样品分析的主要难点是背景污染。PAEs普遍存在于室内环境和实验器材中,易导致空白偏高。大气样品还应关注采样体积、采样流速、气相穿透、颗粒相截留效率和吸附材料保留能力。对于表面擦拭样品,应报告擦拭面积、擦拭材料、回收率和现场空白。由于PAEs具有半挥发性,气相和颗粒相分配也会受到温度、颗粒物有机碳含量和采样条件影响,因而在比较不同地点或季节数据时应尽量统一采样和前处理流程^[11]。

1.5 生物样品

生物样品包括尿液、血清、血浆、动物组织和植物组织等。与环境基质不同,生物样品中PAEs分析不仅关注母体化合物,也常关注单酯代谢物和氧化代谢物。对于人体暴露评价,尿液中的代谢物通常比母体PAEs更能反映近期体内暴露水平;对于组织样品,母体化合物和代谢物可能同时存在,需根据研究目标选择检测对象^[44]。

生物样品前处理通常包括酶解或水解、蛋白沉淀、液液萃取、SPE和浓缩复溶等步骤。尿液样品通常需要酶解结合SPE或在线净化;血清、血浆和组织样品中蛋白质、脂类和内源性代谢物较多,需进行蛋白沉淀、脱脂和净化处理。动物和植物组织中可能存在色素、多糖和脂类等干扰物,也需根据基质选择合适的净化材料。LC-MS/MS通常更适合PAEs代谢物分析,GC-MS/MS则可用于母体PAEs测定。同位素内标的使用、内标回收率和基质效应评价是生物样品中PAEs准确定量的关键^[45-46]。不同基质中PAEs的前处理方法与关键质控要点概括如表1。

表1 不同基质中PAEs的前处理方法与关键质控要点

Table 1 Pretreatment methods and key quality control points for PAEs in different matrices

Sample matrix	Common pretreatment method	Major interference	Key quality control
塑料及微塑料	索氏提取、超声提取、ASE、溶剂浸提、溶解沉淀、静态/动态释放实验	聚合物基质、添加剂背景、容器、滤膜和吸附材料损失	材料空白、溶剂空白、释放介质空白、吸附材料空白、质量平衡
土壤/沉积物	索氏提取、超声提取、ASE、振荡提取、硅胶/Florisil/GPC/SPE净化	有机质、黑碳、矿物颗粒、共提取干扰物	基质加标、回收率评价、内标校正、净化材料比对
水体	过滤/未过滤处理、SPE、SPME、MSPE、DLLME	低浓度、滤膜吸附、溶解性有机质、颗粒结合态	现场空白、运输空白、滤膜空白、萃取材料空白、基质加标
大气/灰尘	滤膜/吸附材料采样、超声提取、溶剂浸提、ASE、净化处理	采样材料背景、实验室空气污染、气粒分配差异	现场空白、运输空白、采样材料空白、采样体积和流速控制

(续表 1)

Sample matrix	Common pretreatment method	Major interference	Key quality control
生物样品 缩复溶	酶解/水解、蛋白沉淀、SPE、液液萃取、浓	蛋白质、脂类、盐分、内源性代 谢物	同位素内标、酶解效率、内标回收率、 基质效应评价

2 PAEs 仪器分析方法

经过提取、富集和净化后, PAEs 及相关增塑剂通常借助色谱和质谱技术完成定性与定量。不同技术的性能差异显著, 方法选择需综合考虑目标物类型、基质复杂度、灵敏度要求和实验成本等。表 2 汇总了不同分析技术的关键参数对比。PAEs 多属于半挥发性有机物, 母体化合物适合采用 GC-MS 或 GC-MS/MS 分析; 单酯代谢物、氧化代谢物和部分极性替代增塑剂更适合采用 LC-MS/MS; 对于替代增塑剂、非有意添加物和老化转化产物, GC×GC-TOF-MS 和高分辨质谱可提供更丰富的谱图信息。

2.1 GC-MS 和 GC-MS/MS

GC-MS 是 PAEs 母体化合物检测中应用较广的技术, 适用于塑料提取液、释放液、水样、土壤、沉积物、灰尘和大气颗粒物提取液中邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、DBP 等传统 PAEs 的定性与定量^[27,39-40,45]。与普通 GC 相比, GC-MS 可同时利用保留时间和特征离子信息进行确认, 在复杂基质中具有更好的选择性。对于中高浓度样品或常规筛查, GC-MS 具有仪器普及率高和方法成熟的优势。

GC-MS/MS 在复杂基质和低浓度样品分析中更具优势。其多反应监测模式可降低共流出物和背景噪声对定量结果的影响, 适合土壤、沉积物、污水、大气颗粒物、灰尘和生物组织提取液等复杂样品中 PAEs 的确证分析^[24,40]。例如, QuEChERS-GC-MS/MS 已用于土壤和茼蒿样品中 PAEs 的快速测定, 该方法显示出在复杂基质批量分析中的应用价值^[46]。对于塑料颗粒提取液或微塑料释放液, GC-MS/MS 也可用于比较不同聚合物类型、颗粒粒径、老化状态和释放条件下 PAEs 的浓度差异。总体而言, GC-MS 适合常规筛查和中高浓度样品分析, GC-MS/MS 更适合痕量 PAEs 和复杂基质样品的确证定量。

2.2 LC-MS/MS

LC-MS/MS 适用于热稳定性较差、极性较强或不宜直接气相分析的增塑剂相关化合物, 尤其适用于 PAEs 单酯代谢物、氧化代谢物和部分极性替代增塑剂。生物样品中 PAEs 母体化合物易受外源污染影响, 而代谢物更能反映体内暴露水平, 因此 LC-MS/MS 在尿液、血清、组织和其他生物样品分析中应用较多^[24,47]。

LC-MS/MS 具有灵敏度高、选择性强、适合多组分同时分析等优点, 但易受基质效应影响。复杂样品中盐分、蛋白质、脂类和内源性代谢物可能导致离子抑制或增强, 因此通常需要结合稳定同位素内标、基质匹配校准或标准加入法进行校正。Regan 等^[25]建立的 LC-MS/MS 方法可用于复杂固体和液体环境样品中多种 PAEs 二酯分析, 并强调污染控制、方法验证和复杂基质适用性对数据可靠性的影响。对于水体和污水样品, 还应关注离子源污染、保留时间漂移和不同基质间的响应差异。GC-MS/MS 与 LC-MS/MS 在 PAEs 分析中具有互补关系: 前者更适合传统 PAEs 母体化合物和半挥发性目标物, 后者更适合代谢物、极性目标物和生物样品分析^[48-50]。

2.3 GC×GC-TOF-MS 和高分辨质谱

随着部分传统 PAEs 使用受限, 对苯二甲酸二(2-乙基己基)酯(DEHT)、环己烷-1, 2-二甲酸二异壬酯(DINCH) 等非邻苯类替代增塑剂, 以及有机磷酸酯类添加剂、抗氧化剂、紫外稳定剂、非有意添加物和老化转化产物逐渐受到关注^[11,51]。这些化合物可能与传统 PAEs 共同存在于塑料及微塑料和多种环境样品中, 使复杂基质中的添加剂组成更加多样。传统的靶向方法适用于已知 PAEs 的准确定量, 但对替代增塑剂、未知添加剂及其转化产物的识别能力有限。因此, 在常规 PAEs 靶向分析基础上, 引入 GC×GC-TOF-MS 和高分辨质谱等筛查技术, 可为复杂样品中增塑剂及相关添加剂的谱图解析提供补充。

GC×GC-TOF-MS 具有峰容量高、分离能力强和谱图信息丰富等特点, 适合复杂半挥发性添加剂的分离和筛查。该技术可用于塑料提取液、室内灰尘、大气颗粒物、沉积物和其他复杂样品中 PAEs、替代增塑剂及相关添加剂的谱图解析^[42,52-53]。高分辨质谱可依托精确质量数、同位素分布、碎片离子和谱库检索进行可疑筛查和非靶向分析^[54-56]。GC-HRMS 更适合半挥发性增塑剂和相关添加剂, LC-HRMS

则更适合极性目标物、代谢物和转化产物。

非靶向筛查获得的候选物不能直接等同于确认结果，应结合标准品、保留指数、二级碎片谱图、同位素匹配和半定量策略进一步确认，才能用于后续浓度评价和样品比较。对于再生塑料、食品接触材料、电子废弃物、室内灰尘和老化塑料碎片，高分辨质谱可为添加剂谱图解析提供更多信息。因此，目标PAEs定量与可疑筛查相结合，有助于在保证传统PAEs准确定量的同时，拓展对替代增塑剂、加工副产物和老化转化产物的识别^[57-58]。

表2 不同仪器分析方法在PAEs分析中的性能对比

Table 2 Performance comparison of different instrumental analytical methods for PAEs analysis

Analytical technique	Target analyte type	Polarity/volatility requirement	Sensitivity	Atrix interference resistance	Qualitative confidence	Cost	Applicable scope
GC-MS	传统PAEs母体	非极性至弱极性，挥发性或半挥发性	中等($\mu\text{g/L}$ 级)	中等	中(依赖保留时间+特征离子)	低	常规筛查、中高浓度样品、方法普及度高
GC-MS/MS	传统PAEs母体(痕量)	同上	高(ng/L 级)	强	高(多反应监测)	中	复杂基质(土壤、沉积物、生物组织)中痕量PAEs确证定量
LC-MS/MS	PAEs单酯代谢物、极性替代增塑剂、热不稳定化合物	极性至中等极性	高(pg/L 级)	中等(基质效应明显)	高(多反应监测)	中高	尿液、血清等生物样品；代谢物分析；极性添加剂
GC \times GC-TOF-MS	复杂添加剂谱图筛查(传统PAEs+替代增塑剂+低聚物)	半挥发性	中等至高	强(二维分离)	高(正交分离+精确质量)	高	室内灰尘、塑料提取液、大气颗粒物等复杂样品的谱图解析
GC-HRMS	半挥发性添加剂、降解产物、非有意添加物	半挥发性	高	强	极高(精确质量)	高	可疑筛查、非靶向分析、未知物鉴定
LC-HRMS	极性添加剂、代谢物、降解产物	极性	高	中等	极高(精确质量+二级谱图)	高	生物样品、环境水样中极性未知物筛查

不同仪器分析技术在PAEs检测中各有侧重，选择时应综合考虑目标物类型、基质复杂度和灵敏度需求。GC-MS适用于传统PAEs母体化合物的常规筛查，仪器普及率高、成本较低，适合中高浓度样品；GC-MS/MS凭借多反应监测模式，抗基质干扰能力强，适合土壤、沉积物、生物组织等复杂基质中痕量PAEs的确证定量。LC-MS/MS则主要用于PAEs单酯代谢物、氧化代谢物及部分极性替代增塑剂的分析，在尿液、血清等生物样品中具有不可替代的优势。对于复杂添加剂谱图解析和非靶向筛查，GC \times GC-TOF-MS和高分辨质谱(GC/LC-HRMS)可提供更高的峰容量和精确质量信息，适用于替代增塑剂、非有意添加物和转化产物的鉴定。

3 分析标准方法与质量控制

PAEs分析已有一定标准化基础，相关标准覆盖食品接触材料、环境介质、室内空气、灰尘、表面擦拭样品和消费品材料等方向。表3比对了国内外主要PAEs分析标准的方法要点。食品接触材料迁移量标准可为塑料制品或食品模拟液中PAEs释放分析提供参考；生态环境监测领域的水质、土壤和沉积物标准可为环境介质中PAEs目标分析提供方法基础；室内空气和灰尘相关标准则可为室内环境暴露评价提供采样与分析依据。国内方面，GB 31604.30-2025可用于食品接触材料及其食品模拟物中PAEs的含量和迁移量测定；HJ 1184-2021和HJ 1242-2022分别为土壤/沉积物和水质中6种典型PAEs的测定提供了标准方法^[59-61]。国际上，ISO 13913:2014规定了土壤、污泥和处理后生物废弃物中选择性PAEs的GC-MS测定方法，ISO 16000-33:2024规定了室内空气、室内灰尘和表面擦拭样品中PAEs的GC-MS测定方法^[43,62]。不同标准的目标物数量、前处理流程和定量范围并不相同，不能直接互相替代。

现有标准方法为PAEs的定量分析提供了技术基础，但在塑料及微塑料添加剂释放研究中仍存在适用边界。PAEs分析的质量控制不仅关系到目标物定量准确性，也直接影响不同研究结果的可比性。现有标准多针对食品接触材料、水体、土壤、沉积物或室内环境样品，尚未针对塑料及微塑料基质建立专门的前处理流程；部分标准方法主要采用强溶剂提取测定可提取总量，与真实环境中的动态释放过程仍有差异；目标物也多以传统PAEs为主，对替代增塑剂、加工副产物和老化转化产物的覆盖不足。

对于塑料及微塑料释放研究, 现有标准可仅作为目标物检测和质量控制基础, 但难以直接覆盖塑料颗粒分离、粒径控制、材料老化、释放动力学和质量平衡等问题。Bridson 等^[11]指出, 塑料污染中添加剂释放研究可借鉴食品接触材料、医药、建筑材料和废物管理等领域已有的提取、迁移和浸出方法, 但仍需根据具体环境暴露场景进行调整。因此, 释放实验设计应充分说明塑料类型、粒径范围、老化状态、添加剂初始含量、液固比、释放介质、温度、pH 值、盐度、振荡或流动方式、实验时间和质量平衡^[63-64]。研究释放出的添加剂吸附行为时, 还应关注吸附材料空白和容量验证^[65]。

表3 国内外主要 PAEs 分析标准的方法要点

Table 3 Key methodological aspects of major domestic and international analytical standards for PAEs

Standard No.	Applicable matrix	Number of target analytes	Pretreatment method	Analytical method	LOD/LOQ
GB 31604.30-2025	食品接触材料及制品	19种	液体/固液萃取	GC-MS	LOD: 1.0~2.5 mg/kg
GB 31656.19-2025	水产品	21种	QuEChERS/SPE	LC-MS/MS	LOQ: 20 µg/kg
HJ 1184-2021	土壤、沉积物	6种	ASE/超声提取, SPE净化	GC-MS	LOD: 0.02~0.05 mg/kg
HJ 1242-2022	地表水、地下水、污水、海水	6种	液液萃取	LC-MS/MS	LOD: 0.8~9 µg/L(乙腈萃取); DBP和DEHP测定下限分别为1.6 µg/L和1.2 µg/L(正己烷萃取)
ISO 13913: 2014	土壤、污泥、生物废弃物	多种(≥10)	索氏提取/ASE, SPE净化	GC-MS	LOQ: 0.1~0.5 mg/kg
ISO 16000-33: 2024	室内空气、降尘、表面擦拭样品	未明确	主动/被动采样	GC-MS	未公开

背景污染是 PAEs 分析中最常见的质量控制问题。PAEs 广泛存在于实验室空气、溶剂、塑料耗材、和采样工具中, 低浓度释放液、水体样品、大气样品和生物样品尤其容易受到背景污染影响。实验中应使用经验证低背景的玻璃或金属器具, 避免 PVC 管路和塑料耗材。玻璃器皿使用前宜进行高温烘烤或溶剂清洗。根据研究对象不同, 应设置实验室空白、现场空白、运输空白、程序空白、材料空白。背景值较高时, 应明确空白扣除方式和数据判定规则^[14]。

定量校正方面, 不同基质会造成回收率差异和基质效应, 应根据样品类型使用同位素内标、基质匹配校准或标准加入法。复杂样品应报告加标回收率、内标回收率、方法检出限、定量限、重复性和不确定度。前处理过程控制也应随基质调整: 塑料及微塑料释放液和水样应关注容器吸附、滤膜吸附和萃取材料背景; 土壤和沉积物应关注提取效率、净化损失和基质效应; 大气和灰尘样品应关注采样材料、采样体积和实验室空气背景; 生物样品应关注酶解效率、蛋白沉淀和内源物干扰^[66]。只有将 PAEs 定量结果与样品状态、材料特征和实验条件相结合, 相关数据才能更好地服务于塑料添加剂释放研究、复杂基质污染评价和来源分析^[50]。

4 总结与展望

PAEs 在塑料材料中广泛使用, 可在塑料老化、破碎和微塑料形成过程中迁移释放, 也可通过污水排放、大气沉降、工业活动和废弃物处置等途径进入环境介质。塑料及微塑料样品和环境介质中 PAEs 的准确分析, 是认识增塑剂源强、释放行为、环境迁移和暴露风险的重要基础。PAEs 分析结果的解释不能脱离样品类型和数据来源。常用强溶剂提取得到的是塑料中可提取增塑剂含量, 主要用于表征潜在源强; 释放实验反映特定条件下的迁移释放过程, 适用于释放动力学和暴露可及性评价; 环境介质实测浓度则是多源输入、迁移转化和相间分配共同作用的结果, 不能简单归因于塑料或微塑料释放。

现有 PAEs 分析已形成较成熟的前处理和色谱质谱检测体系, 但在塑料及微塑料释放研究中, 方法可比性仍是主要限制。不同研究采用的粒径范围、老化方式、释放介质、液固比、实验时间和动态更新方式差异较大, 使释放结果难以直接比较。后续研究应根据研究目的区分材料源强表征、释放过程评价和环境污染监测, 进一步规范关键实验参数, 并结合时间序列、质量平衡和空白控制结果, 提高释放实验对真实环境过程的解释力。对于水体、释放液、大气颗粒物和生物样品等低浓度基质, 还需加强容器和滤膜吸附损失评估、同位素内标校正、基质效应评价及不确定度报告, 以降低背景污染和前处理差异对定量结果的影响。

随着传统PAEs管控加强和替代增塑剂使用增加,单一目标物定量已难以全面反映塑料添加剂的环境释放特征。未来应在传统PAEs靶向分析基础上,结合可疑筛查和非靶向分析,拓展替代增塑剂、非有意添加物和老化转化产物的识别范围,并完善标准品、谱图库和确认等级体系。总体而言,PAEs分析方法需要由单一浓度测定,进一步转向材料组成识别、释放过程表征、多介质监测和暴露风险解释相衔接的综合证据链,为塑料添加剂环境行为研究和污染风险评价提供更可靠的方法支撑。

参考文献:

- [1] Liu B B, Guo K Y, Feng Q Y, Yue Q Y, Gao Y, Gao B Y. *China Environ. Sci.* (刘贝贝, 郭康鹰, 冯齐云, 岳钦艳, 高悦, 高宝玉. 中国环境科学), **2025**, 45(12): 6907-6913.
- [2] Guo H Z, Chen H B, Tan S H, Chen X X, Xiang M D, Zhang L Y, Yu Y J. *Environ. Chem.* (郭红志, 陈海波, 谭诗慧, 陈小霞, 向明灯, 张六一, 于云江. 环境化学), **2025**, 44(5): 1643-1651.
- [3] Zang Y J, Huang C Y, Gui Z Y, Gong X H, Qin Y, Zhang L, Zhao Z H. *J. Lake Sci.* (臧雅婕, 黄晨宇, 桂志影, 龚雄虎, 秦宇, 张路, 赵中华. 湖泊科学), **2026**, 38(1): 47-74.
- [4] Li M Z, Ma W H, Fang J K H, Mo J Z, Li L, Pan M, Li R, Zeng X Y, Lai K P. *Emerg. Contam.*, **2025**, 11(2): 100486.
- [5] Tumwesigye E, Nnadozie C F, Akamagwuna F C, Noundou X S, Nyakairu G W, Odume O N. *Environ. Pollut.*, **2023**, 330(1): 121829.
- [6] Sabri N A A, Razak M R, Aris A Z. *Mar. Pollut. Bull.*, **2025**, 214: 117822.
- [7] Al-Emran M, Nayem M J. *Chemosphere*, **2025**, 388: 144698.
- [8] Sánchez P A, Vélez D, Devesa V. *Food Chem.*, **2024**, 456: 139947.
- [9] Boháčková J, Cajthaml T. *Sci. Total Environ.*, **2024**, 957: 177611.
- [10] Kwansa A L, Pani R C, DeLoach J A, Tieppo A, Moskala E J, Perri S T, Yingling Y G. *Macromolecules*, **2023**, 56(13): 4775 - 4786.
- [11] Bridson J H, Gaugler E C, Smith D A, Northcott G L, Gaw S. *J. Hazard. Mater.*, **2021**, 414: 125571.
- [12] Cao Y, Lin H, Zhang K, Xu S, Yan M, Leung K M Y, Lam P K S. *J. Hazard. Mater.*, **2022**, 432: 128731.
- [13] Yan Y, Zhu F, Zhu C, Chen Z, Liu S, Wang C, Gu C. *Water Res.*, **2021**, 204: 117597.
- [14] Henkel C, Hüffer T, Hofmann T. *Environ. Sci. Technol.*, **2022**, 56: 14507-14516.
- [15] Ding L, Zhang H W, Chen H, Zhang G D, Qiu X R, Zhang B, Liang X J, Wei J, Guo X T. *J. Hazard. Mater.*, **2025**, 500: 140477.
- [16] Luo Y M, Tu C, Pan Y S, Yang J, Hao Z, Liu Y. *Acta Pedol. Sin.* (骆永明, 涂晨, 潘彦硕, 杨杰, 郝征, 刘颖. 土壤学报), **2026**, 63(2): 341 - 350.
- [17] Liu Y, Wu N N, Xu R, Li Z H, Xu X R, Liu S. *Trends Anal. Chem.*, **2024**, 179: 117870.
- [18] Giuseppa D B, Ambrogina A, Federica L, Turco L, Potortì V, Giorgia A. *Environments*, **2024**, 11(12): 267.
- [19] Wang M D, Zhang Y, Zhang Y Y, Zhang P Y, Wang X Q, Feng X S, Liu X D. *Food Chem.*, **2026**, 509: 148576.
- [20] Wang H J, Shen X Y, Li K, Wang S J, Ma Y L. *J. Instrum. Anal.* (王会菊, 沈小燕, 李康, 王守佳, 马玉龙. 分析测试学报), **2023**, 42(4): 480 - 487.
- [21] Zhang S, Wang Y, Xie P F, Liu H J, Chen L J, Huang Y C, Liu K Y, Zhou D B, Liu Y S, Liu X, Song W. *Food Sci* (张帅, 王钰, 谢鹏飞, 刘会佳, 陈莉君, 黄以超, 刘开永, 周典兵, 刘宇欣, 刘旭, 宋伟. 食品科学), **2025**, 46(19): 281 - 289.
- [22] Ghorbani M, Saghafi A, Lahoori N A, Sarabiyar S, Mohammadi P, Abad M O K. *Microchem. J.*, **2024**, 207: 112072.
- [23] Abdi S, Sobhanardakani S, Lorestani B, Cheraghi M, Panahi H A. *Environ. Sci. Pollut. Res.*, **2021**, 28(43): 61151-61162.
- [24] Yang Q, Wu Y Q, Zhang S H, Xie H Y, Han D D, Yan H Y. *Food Chem.*, **2025**, 463(2): 141262.
- [25] Regan F, Allen C, Lawler J. *Anal. Methods*, **2025**, 17: 8877-8888.
- [26] Ma Y X, Fang M, Hu H. *Phys. Test. Chem. Anal.: Chem. Anal.* (马宇熙, 房苗, 胡海. 理化检验-化学分册), **2023**, 59(11): 1241-1248.
- [27] Sun Y M. *Residual characteristics of microplastics and phthalates with source apportionment of microplastics in agricultural soils of typical plastic film-mulched regions in China*. Shenyang: Shenyang Agricultural University (孙瑛明. 我国典型覆膜区土壤中微塑料和邻苯二甲酸酯的残留特征及微塑料来源分析. 沈阳: 沈阳农业大学), **2025**.
- [28] Shi G, Yan W, Li H L, Ling T, Sun S Y, Jiang F L. *J. Anal. Sci.* (石刚, 颜炜, 李慧玲, 凌婷, 孙世元, 蒋付良. 分析科学学报), **2025**, 41(5): 607-612.
- [29] Xu S, Xiang K, Liu Z, Zeng Y, Chen S J. *J. Anal. Sci.* (许杉, 向楷, 刘铮, 曾源, 陈社军. 分析科学学报), **2023**, 39(1): 47-53.
- [30] Scopetani C, Bellabarba A, Selvolini G, Martellini T, Viti C, Cincinelli A. *Sci. Total Environ.*, **2025**, 975: 179294.
- [31] Zhou Q, Pan C N, Wei J A, Ma Z Y, Liu B S, Zhang D Y, Wei J, Pan X L. *Environ. Sci.: Nano.*, **2025**, 12: 2208-2228.

- [32] Arthur C L, Pawliszyn J. *Anal. Chem.*, **1990**, 62(19): 2145–2148.
- [33] Zhang M J, Yao H J, Zhou W, Mao J, Zhang Q D, Fan W, Hao Q F, Wang W C, Ouyang G F, Zhang Y H, Zhang W F. *J. Hazard. Mater.*, **2025**, 500: 140473.
- [34] Mohiuddin I, Bhogal S, Gupta K. *Talanta*, **2026**, 296: 128519.
- [35] Li L, Liu M J, Long W, Gao W J, Chen X Y. *Microchem. J.*, **2025**, 206: 115087.
- [36] Li X, Du L L, Si T T, Liang X J, Guo Y. *Trends Anal. Chem.*, **2026**, 198: 118744.
- [37] Zaruba S, Ovšonková M, Makoš–Chelstowska P, Andruch V. *Front. Chem.*, **2024**, 12: 1383445.
- [38] Farahani H, Norouzi P, Dinarvand R, Ganjali M R. *J. Chromatogr. A*, **2007**, 1172(2): 105–112.
- [39] Huang Y J, Chen Y S, Luo Y M, Zhang H B, Song J. *Environ. Chem.* (黄玉娟, 陈永山, 骆永明, 章海波, 宋静. 环境化学), **2013**, 32: 658–665.
- [40] Miranda C V, Gama M R, Pizzolato T M. *Trends Environ. Anal. Chem.*, **2025**, 45: e00248.
- [41] Shinohara N, Oguri T, Takagi M, Ueyama J, Isobe T. *Environ. Int.*, **2024**, 183: 108399.
- [42] Wang L X, Gao K, Li J J, Peng J H, Yang Z Y, Ya E K, Zheng C Y, Wei W, Lu L P, Cheng S Y. *Chin. J. Chromatogr.* (王林啸, 高珂, 李建佳, 彭佳慧, 杨紫砚, 牙尔肯, 郑丛宜, 魏巍, 鲁理平, 程水源. 色谱), **2025**, 43(2): 185–196.
- [43] 16000–33: 2024ISO. Indoor Air– Part 33: Determination of Phthalates with Gas Chromatography/Mass Spectrometry (GC/MS). **2024**.
- [44] Sambolino A, Ortega–Zamora C, González–Sálamo J, Dinis A, Cordeiro N, Canning–Clode J, Hernández–Borges J. *Food Chem.*, **2022**: 132174.
- [45] Bhogal S, Grover A, Mohiuddin I. *Crit. Rev. Anal. Chem.*, **2024**, 54(8): 3428–3452.
- [46] Sokołowski A, Dybowski M P, Oleszczuk P, Gao Y Z, Czech B. *Food Chem.*, **2024**, 440: 138222.
- [47] Nunes M J, Teixeira E, Noronha J P, Rodrigues M, Silva A. *Analyst*, **2025**, 150: 4889–4904.
- [48] Meher A K, Zarouri A. *Molecules*, **2025**, 30(2): 364.
- [49] Chatziioannou A C, Myridakis A, Stephanou E G. *Toxics*, **2025**, 13(12): 1029.
- [50] Baneshi M, Tonney–Gagne J, Halilu F, Pilavangan K, Abraham B S, Prosser A, Marimuthu N K, Kaliaperumal R, Britten A J, Mkandawire M. *Molecules*, **2024**, 29(1): 106.
- [51] Jung J, Cho Y, Lee Y, Choi K. *Crit. Rev. Environ. Sci. Technol.*, **2024**, 54(16): 1165–1194.
- [52] Zhou L L, Xue Q H, Luo X, Xin X Q, Ma Q, Ye X W, Niu Z Y, Sun Z S, Wang Z H. *J. Instrum. Anal.* (周龙龙, 薛秋红, 罗忻, 辛学谦, 马强, 叶曦雯, 牛增元, 孙忠松, 王子涵. 分析测试学报), **2019**, 38(11): 1301–1309.
- [53] Zhou L L, Xue Q H, Liu Y L, Niu Z Y, Luo X, Yin G L, Ma Q, Xie T T. *J. Instrum. Anal.* (周龙龙, 薛秋红, 刘一龙, 牛增元, 罗忻, 尹桂林, 马强, 谢堂堂. 分析测试学报), **2020**, 39(12): 1458–1465.
- [54] Löbbecke S, Pape A, Montero L, Uteschil F, Ayala–Cabrera J F, Schmitz O J. *Talanta*, **2025**, 285: 127388.
- [55] Eluri A, Gates W P, Callahan D L, Charlesworth S, Kourtchev I. *Anal. Methods*, **2025**, 17(37): 7409–7419.
- [56] Peel R H, Lloyd C E M, Roberts S J, Naafs B D A, Bull I D. *Environ. Sci. Adv.*, **2025**, 4(1): 159–171.
- [57] Zimmermann L, Dierkes G, Ternes T, Völker C, Wagner M. *Environ. Sci. Technol.*, **2019**, 53(19): 11467–11477.
- [58] Gago–Ferrero P, Schymanski E L, Bletsou A A, Aalizadeh R, Hollender J, Thomaidis N S. *Environ. Sci. Technol.*, **2015**, 49(20): 12333–12341.
- [59] GB 31604.30–2025. National Food Safety Standard–Determination of Phthalate Esters and Migration Quantity in Food Contact Materials and Articles(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**.
- [60] HJ 1184–2021. Soil and Sediment—Determination of 6 Phthalate Esters–Gas Chromatography–Mass Spectrometry(土壤和沉积物 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 气相色谱–质谱法). **2021**.
- [61] HJ 1242–2022. Water Quality–Determination of Six Phthalate Esters—Liquid Chromatography–Triple Quadrupole Mass Spectrometry(水质 6种邻苯二甲酸酯类化合物的测定 液相色谱–三重四极杆质谱法). **2022**.
- [62] ISO 13913: 2014. *Soil Quality–Determination of Selected Phthalates Using Capillary Gas Chromatography with Mass Spectrometric Detection(GC/MS)*. **2014**.
- [63] Hahladakis J N, Velis C A, Weber R, Iacovidou E, Purnell P. *J. Hazard. Mater.*, **2018**, 344: 179–199.
- [64] Fung L T, Liu M Y, Yang K R, Cao Y R, Chen Y F, Yan M, Leung, M Y K. *J. Oceanol. Limnol.*, **2025**, 43(2): 633–643.
- [65] Paluselli A, Fauvelle V, Galgani F, Sempéré R. *Environ. Sci. Technol.*, **2019**, 53(1): 166–175.
- [66] Dennis N, Braun A J, Gan J. *Environ. Pollut.*, **2024**, 345: 123517.

(责任编辑: 丁 岩)