

气相色谱-质谱法测定含油脂食品中新型增塑剂 对苯二甲酸二辛酯

黄孟丽*, 李雪银, 邢梦珂, 江改青, 孙小杰

(南京市食品药品监督检验院, 江苏南京 210038)

摘要: 该研究通过乙腈提取, PSA/硅胶复合固相萃取柱净化, 气相色谱-质谱联用仪检测, 建立了含油脂类食品中对苯二甲酸二辛酯含量测定的方法。样品采用乙腈超声多次提取, PSA/硅胶复合固相萃取柱净化, 流出液经旋转蒸发仪浓缩, 经 HP-5MS UI 毛细管柱分离后, 采用 SIM 模式对样品中的邻苯二甲酸二辛酯进行检测, 外标法定量。实验结果表明, 对苯二甲酸二辛酯在 0.125~2.50 $\mu\text{g/mL}$ 范围内, 具有良好的线性范围, 线性相关系数大于 0.99, 方法的检出限为 0.20 mg/kg, 定量限为 0.50 mg/kg, 在 0.50 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg 3 个添加水平下, 样品中对苯二甲酸二辛酯的平均回收率为 78.11%~104.53%, 相对标准偏差 (RSD, $n=6$) 低于 7.21%; 该方法简单、快速、灵敏, 可用于含油脂食品中对苯二甲酸二辛酯的检测, 用本研究建立的方法检测 40 个含油脂类食品, 10 个样品有检出, 涉及芝麻酱、辣椒油、植物油和肉制品, 检出含量范围为 0.64 mg/kg~1586.34 mg/kg, 部分阳性样品含量较高, 应当引起我们的重视。

关键词: 含油脂类食品; 对苯二甲酸二辛酯; 气相色谱-质谱法

文章编号: 1673-9078(2021)10-291-296

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2021.10.0085

Determination of New Plasticizer Di(2-ethylhexyl) Terephthalate in Foods Containing Fats and Oil by Gas Chromatography-Mass Spectrometry

HUANG Meng-li*, LI Xue-yin, XING Meng-ke, JIANG Gai-qing, SUN Xiao-jie

(Nanjing Institute for Food and Drug Control, Nanjing 210038, China)

Abstract: A method was established for determining the di(2-ethylhexyl) terephthalate in foods containing fats and oil, through acetonitrile extraction, PSA/silica composite solid phase extraction column purification, and gas chromatography-mass spectrometry analysis. The samples were subjected to ultrasound-assisted extraction with acetonitrile multiple times and purified by PSA/silica composite solid phase extraction column, concentrated by a rotary evaporator, and separated by HP-5MS UI quartz capillary chromatographic column, before the analysis of di(2-ethylhexyl) terephthalate in the samples by the external standard method under the selected ion monitoring (SIM) mode. The experimental results show that a good linear relationship was found in the di(2-ethylhexyl) terephthalate concentration range of 0.125~2.50 $\mu\text{g/mL}$, with correlation coefficients higher than 0.99, limit of detection as 0.20 mg/kg, and the limit of quantitation as 0.50 mg/kg. When the spiked levels were 0.50, 1.00 and 5.00 mg/kg, the mean recoveries of di(2-ethylhexyl) terephthalate in foods containing fats and oil ranged between 78.11% and 104.53% with the relative standard deviations (RSD, $n=6$) not higher than 7.21%. This method is simple, rapid and sensitive, which is suitable for determining the di(2-ethylhexyl) terephthalate in foods containing fats and oil. Among the 40 fat/oil-containing food samples analyzed by the established method, 10 samples involving sesame paste, chili oil, vegetable oil and meat products were found to contain di(2-ethylhexyl) terephthalate (concentration: 0.64 mg/kg~1586.34 mg/kg), in particular, some positive samples had a high content, thereby deserving high attention.

引文格式:

黄孟丽,李雪银,邢梦珂,等.气相色谱-质谱法测定含油脂食品中新型增塑剂对苯二甲酸二辛酯[J].现代食品科技,2021,37(10):291-296,+196

HUANG Meng-li, LI Xue-yin, XING Meng-ke, et al. Determination of new plasticizer Di(2-ethylhexyl) terephthalate in foods containing fats and oil by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Modern Food Science and Technology, 2021, 37(10): 291-296, +196

收稿日期: 2021-01-25

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2019YFC1605402)

作者简介: 黄孟丽 (1989-), 女, 工程师, 研究方向: 食品检测, E-mail: 460559526@qq.com

Key words: foods containing fats and oil; di(2-ethylhexyl) terephthalate; gas chromatography-mass spectrometry

食品接触材料作为食品安全的重要环节,其安全性被越来越多国家所重视,食品接触材料如塑料、橡胶等可能会在产品的使用过程中释放出一定量的有毒有害化学成分^[1],这些化学成分会迁移至食品中从而被人体摄入,危害人类健康^[2,3]。邻苯二甲酸酯类物质俗称增塑剂,普遍用于塑料制品中以增加产品的柔韧性和强度^[4],在食品包装材料、聚氯乙烯薄膜和医疗用品中也比较常见,邻苯类增塑剂具有潜在的急性毒性、慢性毒性、致畸性、致突变性和生态毒性,并显示较强的内分泌干扰性^[5]。

对苯二甲酸二辛酯(DOTP)(Dioctyl terephthalate, C₂₄H₃₈O₄, CAS 6422-86-2)是20世纪80年代,由美国Eastman公司研制成功并逐步发展起来的一种新型增塑剂,它与目前常用的邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)相比,具有耐热、耐寒、难挥发、抗抽出、柔软性和电绝缘性能好等优点,DOTP不含邻苯二甲酸盐,不在欧盟及其他国家限制使用的邻苯二甲酸增塑剂范围内,目前越来越多的生产企业利用其来替代邻苯类增塑剂,在制品中显示出优良的持久性、耐肥皂水性及低温柔软性,广泛应用于耐电缆料、食品包装材料等中。DOTP具有较强的脂溶性,当其用于食品包装材料与具有一定脂肪含量的食品接触时,较易迁移至食品中而对人体健康造成一定危害^[6],含油脂类食品中存在DOTP污染的风险。

DOTP作为新型的增塑剂,国外文献基本集中于DOTP环境污染、生物毒性、制备、降解和迁移方面的研究^[7-15],国内文献基本集中于DOTP的制备、应用的研究^[16-18],对于DOTP在食品中的检验技术报道较少,主要涉及白酒中DOTP的检验方法^[6,19],但对于含油脂类食品的检验方法暂无报道;GB 9685-2016^[20]中对DOTP在食品中的最大残留量、特定迁移量、特定迁移总量限量均无特别限制,但其附录规定特定迁移量、特定迁移总量限量均无限制的情况,添加剂的迁移量不得超过60 mg/kg,目前,关于食品中DOTP残留量的数据报道较少,吴晓宗等^[7]报道了白酒中DOTP的含量在0.026 mg/kg~0.922 mg/kg,说明食品中存在DOTP污染的风险,但对于含油脂内食品中DOTP残留量的数据暂无报道。本文建立了含油脂食品中对DOTP的分析检测方法,并积累了实际样品中DOTP的残留量的数据,为食品安全风险管理提供技术支撑和数据积累。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器、试剂与材料

仪器:气相色谱-质谱仪 7890B-5977B,美国Agilent公司;氮吹仪 N-EVAP-24, Organomation 公司;离心机 SC-2546,安徽中科中佳科学仪器有限公司;电子天平 CPA225D,德国赛多利斯公司;超声仪 UP500-HE,南京君达公司;涡旋混合器 JBKT 18281,美国 Thermo 公司。

标准品:对苯二甲酸二辛酯(CAS号:6422-86-2)。

试剂:正己烷、乙酸乙酯、乙腈、甲苯、二氯甲烷、色谱纯,美国AOE公司。

材料:PSA/硅胶玻璃柱(CNW, 500 mg/500 mg, 6 mL); PSA/硅胶玻璃柱(Agela, 500 mg/500 mg, 6 mL); PSA/硅胶玻璃柱(福裕, 500 mg/500 mg, 6 mL)。

1.2 标准溶液的制备

准确称取DOTP标准物质50.00 mg,用正己烷溶解并定容至50 mL棕色容量瓶,配成1 mg/mL的DOTP标准储备液,于4℃冰箱中冷藏保存,使用时用正己烷稀释配成所需浓度的标准工作溶液。

1.3 仪器条件

色谱条件:色谱柱选用HP-5MS UI毛细管柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);进样口温度:250℃;升温程序:60℃保持1 min,以20℃/min升温至220℃,保持1 min,以5℃/min升温至250℃保持1 min,以1℃/min升温至255℃保持2 min,再以20℃/min升温至290℃保持3 min;载气:氦气,流速1 mL/min;不分流进样;进样量:1 μL。

质谱条件:气相色谱与质谱接口温度:280℃;电子轰击源(EI):70 eV;监测方式SIM模式;溶剂延迟:7 min。监测方式:选择离子模式(SIM),DOTP的保留时间和特征离子见表1。

表1 DOTP的质谱参数

Table 1 MS parameters of DOTP

化合物	保留时间/min	定量离子	定性离子
DOTP	20.74	261	261,279,121,112

1.4 样品前处理

液态含油脂样品:样品混匀后准确称取试样0.5 g(精确至0.0001 g)于10 mL具塞磨口玻璃管中,依次加入100 μL正己烷和2 mL乙腈,涡旋1 min,超声提20 min,2000 r/min离心5 min,收集上清液。残

渣中加入 2 mL 乙腈, 涡旋 1 min, 2000 r/min 离心 5 min, 收集上清液。再加入 2 mL 乙腈重复提取 1 次, 合并 3 次上清液, 待 SPE 净化。

固态、半固态含油脂样品: 样品混匀后准确称取试样 0.5 g (精确至 0.0001 g) 于 10 mL 具塞磨口玻璃管中, 加入 1.0 mL 正己烷, 涡旋 2 min, 再加入 5 mL 乙腈, 涡旋 1 min, 超声提取 20 min, 2000 r/min 离心 5 min, 收集上清液, 再加入 5 mL 乙腈重复提取 1 次, 合并上清液, 40 °C 氮气吹至近干, 加入 6 mL 乙腈, 涡旋混匀, 待 SPE 净化。(注: 固态含油样品融化为液态油脂混匀后称取, 并在提取过程中保持液态。)

SPE 净化: PSA/硅胶玻璃柱 (CNW, 500 mg/500 mg, 6 mL) 依次加入 5 mL 二氯甲烷、5 mL 乙腈活化, 弃去流出液, 将待净化液加入玻璃柱, 收集流出液, 再加入 5 mL 乙腈, 收集流出液, 合并两次收集的流出液, 加入 1 mL 丙酮, 40 °C 氮吹至近干, 正己烷准确定容至 2 mL, 涡旋混匀, 供 GC-MS 分析。(注: 整个操作过程中, 应避免接触塑料制品。超声时, 冰浴保持温度在 25 °C 以下。)

1.5 数据处理

标准溶液和样品溶液通过气相色谱-串联质谱仪进行测试, 以标准品的浓度 ($\mu\text{g/mL}$) 为横坐标, 标准品峰面积为纵坐标绘制标准工作曲线, 用绘制的标准工作曲线对样品溶液进行定量计算。

2 结果与讨论

2.1 定性及定量离子的选择

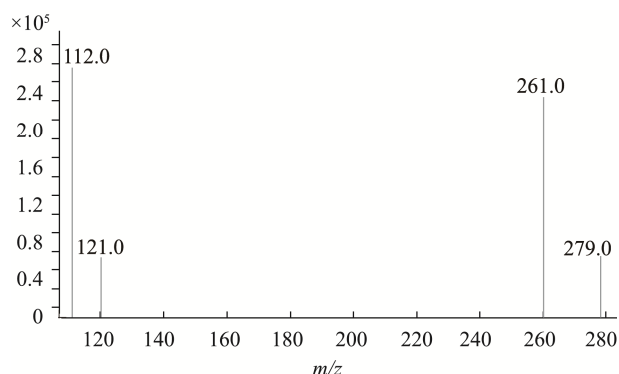


图 1 DOTP 的质谱图

Fig.1 The MS spectrum of DOTP

参考标准 GB 5009.271-2016 《食品安全国家标准食品中邻苯二甲酸酯的测定》色谱条件, 采用全扫描模式 (质量范围为 m/z 50~400) 对 DOTP 标准溶液进行分析, 检测时发现 DOTP 与邻苯二甲酸二异壬酯 (DINP) 峰重叠, 为了兼顾其它邻苯二甲酸酯类物质

的检测离子, 最终选择 261、279、121、112 为 DOTP 的特征离子, 261 为定量离子, 这样可实现与 DINP 的区分, DOTP 的质谱图如图 1 所示。

2.2 样品前处理的优化

2.2.1 提取溶剂的选择

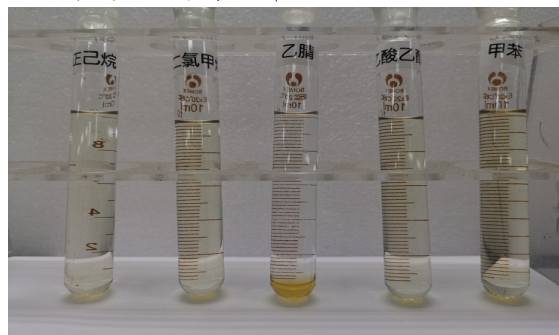


图 2 不同提取溶剂与样品互溶性

Fig.2 The mutual solubility of different extraction solvents with sample

DOTP 不溶于水, 能溶于大多数有机溶剂, 在正己烷、甲苯、乙腈、乙酸乙酯、二氯甲烷溶剂溶解度较大。首先对不同有机溶剂互溶性和提取效率进行比较, 以植物油为基质比较了正己烷、甲苯、乙腈、乙酸乙酯、二氯甲烷五种有机溶剂的互溶性和提取效率, 具体操作如下: 准确称取大豆油试样 0.5 g 于 25 mL 具塞磨口玻璃管中, 准确加入 10 mL 提取溶剂, 涡旋 1 min, 剧烈振摇 1 min, 超声提取 20 min, 2000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 供 GC-MS 分析。样品与各溶剂的互溶性如图 2, 其中样品与正己烷、甲苯、乙酸乙酯、二氯甲烷互溶, 说明大量脂肪都进入了有机相, 后续 SPE 净化过程中会堵塞固相萃取柱; 样品与乙腈有明显的分层, 说明脂肪在乙腈中的溶解度极低, 乙腈提取一次回收率 76%, 重复提取三次后回收率 92% 并趋于稳定, 最终选择乙腈作为提取溶剂。

2.2.2 净化条件的选择

表 2 不同品牌 PSA/硅胶复合玻璃柱回收率

Table 2 The recovery of different brands of PSA/silica composite solid phase extraction column

品牌	CNW	Agela	福裕
回收率/%	75.12~85.34	75.21~95.06	50.32~60.48

文献中含油脂样品中邻苯类增塑剂净化填料主要有 PSA、硅胶两种填料^[21-24], PSA 可用于去除有机酸、色素、金属离子, 硅胶可用于分离非极性和弱极性化合物。比较了 PSA 粉末、硅胶玻璃柱、PSA/硅胶的复合填料玻璃柱的净化效果: PSA 粉末回收率不稳定, 硅胶玻璃柱回收率偏低, PSA/硅胶复合玻璃柱回收率稳定且回收率较高。对于不同品牌的 PSA/硅胶复合玻

璃柱进行了对比, 结果如表 2 所示, CNW 和 Agela 两个品牌的回收率较高, Agela 家柱子比较容易堵塞, 回收率不稳定, 最终选用 CNW 家的柱子进行净化。

2.3 线性方程、检出限及定量限

含油脂类食品按照形态可分为三大类: 液态、半固态和固态含油脂类食品, 实验过程中, 我们挑选三种形态所对应的三种典型的样品: 植物油、芝麻酱和黄油作为基质进行实验。

表 3 DOTP 在植物油、芝麻酱、黄油三种基质中检出限、定量限、线性相关系数及线性范围

Table 3 The limit of detection, the quantitation limit, the correlation coefficients (R^2) and the concentration range of DOTP in oil, tahini and butter

基质种类	检出限/(mg/kg)	定量限/(mg/kg)	线性方程	线性相关系数(R^2)	线性范围/($\mu\text{g/mL}$)
植物油	0.20	0.50	$y=6816.x-298.9$	0.999	0.125~2.50
芝麻酱	0.20	0.50	$y=5891.x-104.9$	0.995	0.125~2.50
黄油	0.20	0.50	$y=7083.x-193.8$	0.999	0.125~2.50

表 4 DOTP 在植物油、芝麻酱和黄油中的平均回收率和相对标准偏差

Table 4 The average recovery and relative standard deviation of DOTP in oil, tahini and butter ($n=6$)

名称	植物油			芝麻酱			黄油		
	添加水平/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%	添加水平/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%	添加水平/(mg/kg)	回收率/%	RSD/%
DOTP	0.50	99.81	5.81	0.50	97.62	7.21	0.50	78.11	2.81
	1.00	97.92	2.12	1.00	99.84	4.72	1.00	101.22	2.12
	5.00	104.53	1.91	5.00	100.63	4.51	5.00	102.64	1.13

表 5 植物油、芝麻酱和黄油中 DOTP 的基质效应

Table 5 The matrix effect of oil, tahini and butter on DOTP

基质	浓度/($\mu\text{g/mL}$)	A/溶剂中 DOTP 的峰面积	B/空白基质中 DOTP 的峰面积	ME/%	基质效应
芝麻酱	1	7415	8485	114.43	基质效应不明显
黄油	1	7415	9819	132.42	基质增强
植物油	1	7415	10474	141.25	基质增强

2.4 回收率及精密度

以不含 DOTP 的典型性样品植物油、芝麻酱、黄油的阴性样品作为空白进行高中低三个不同浓度加标回收试验。准确称取空白样品 6 份, 按照方法的分析条件进行 6 次重复测定, 并计算本方法的回收率和精密度。具体结果如表 4 所示。由表可知, 加标样品中各种对苯二甲酸二辛酯的回收率为 78.11~104.53%, 相对标准偏差 (RSD) 为 1.13~7.21%, 表明该方法回收率较高、平行性好, 可用于大豆油、芝麻酱、黄油等含油食品中 DOTP 的准确测定。

2.5 基质效应的考察

气相色谱/质谱法 (GC/MS) 具有分析速度快、定性能力强等优势, 但是 GC/MS 中存在较为明显的

基质效应^[25-27], 常表现为较强的基质诱导增强效应, 严重时可导致定量分析结果出现重大偏差。基质效应的评价方法: $ME = B / A \times 100\%$, A 为纯溶剂中目标物的峰面积, B 为样品基质溶液中同等浓度的目标物峰面积, $80\% \leq ME\% \leq 120\%$, 表明基质效应不明显, 和忽略不计; $ME\% < 80\%$ 或 $ME\% > 120\%$, 表明存在基质效应, 表现为基质抑制或基质增强^[28]。本实验考查了三种典型样品 (芝麻酱、黄油、植物油) 在标准溶液浓度为 $1 \mu\text{g/mL}$ 的基质效应, 结果如表 5 所示, 芝麻酱中 DOTP 的基质效应不明显, 可忽略不计, 植物油和黄油中 DOTP 具有较强的基质效应, 表现为基质增强, 在实际样品检测中不同的基质溶液基质效应相差较大, 因此, 实际检测中不同的样品采用相对应的基质配制校正溶液, 减少结果误差。

2.6 实际样品的测试

使用本方法对具有代表性的 40 批黄油、芝麻酱、辣椒油、植物油、肉制品等食品进行了检测,检测结果见表 6。由表 6 可知芝麻酱、辣椒酱、植物油、肉制品中均有检出,检出率为 40%,检出含量 0.64 mg/kg~1586.34 mg/kg,部分样品检出含量较高,值得我们重视。

表 6 各类含油食品中对苯二甲酸二辛酯含量检测结果汇总表 (mg/kg)

Table 6 Summary of determination results of DOTP in various lipid food

序号	样品名称	DOTP	序号	样品名称	DOTP
1	黄油 1#	未检出	21	辣椒酱 4#	未检出
2	黄油 2#	未检出	22	辣椒酱 5#	未检出
3	黄油 3#	未检出	23	植物油 1#	未检出
4	黄油 4#	未检出	24	植物油 2#	未检出
5	黄油 5#	未检出	25	植物油 3#	未检出
6	黄油 6#	未检出	26	植物油 4#	未检出
7	黄油 7#	未检出	27	植物油 5#	未检出
8	黄油 8#	未检出	28	植物油 6#	未检出
9	芝麻酱 1#	30.12	29	植物油 7#	0.64
10	芝麻酱 2#	80.24	30	植物油 8#	未检出
11	芝麻酱 3#	60.23	31	植物油 9#	未检出
12	芝麻酱 4#	未检出	32	植物油 10#	未检出
13	芝麻酱 5#	未检出	33	植物油 11#	未检出
14	芝麻酱 6#	278.11	34	植物油 12#	未检出
15	芝麻酱 7#	369.23	35	肉制品 1#	未检出
16	芝麻酱 8#	16.64	36	肉制品 2#	未检出
17	芝麻酱 9#	未检出	37	肉制品 3#	未检出
18	辣椒酱 1#	967.65	38	肉制品 4#	未检出
19	辣椒酱 2#	1586.34	39	肉制品 5#	0.85
20	辣椒酱 3#	未检出	40	肉制品 6#	未检出

3 结论

本文研究了含油食品中对苯二甲酸二辛酯的气相色谱-质谱检测方法,通过乙腈提取,固相萃取小柱净化,氮吹定容上机。通过考察方法的性能参数,结果表明其线性范围、检出限、定量限、回收率、相对标准偏差等均能满足检测分析的要求。利用所建的方法对 40 批实际样品进行检测,发现 10 批阳性样品,检出率为 25.00%,含量在 0.64 mg/kg~1586.34 mg/kg,其中部分阳性样品含量较高,超过 60 mg/kg,存在一定的风险,应当引起我们的重视。本方法的建立有利于食品中对苯二甲酸辛酯分析检测和数据的积累,有

利于食品中 DOTP 的污染情况进行风险评估。

参考文献

- [1] Fan J C, Wu L, Wang X F, et al. Determination of the migration of 20 phthalate esters in fatty food packaged with different materials by solid-phase extraction and UHPLCMS/MS [J]. *Analytical Methods*, 2012, 4(12): 4168-4175
- [2] Singh S, Li S S. Bisphenol A and phthalates exhibit similar toxicogenomics and health effects [J]. *Gene*, 2012, 494(1): 85-91
- [3] Sampson J, De Korte D. DEHP-plasticised PVC: relevance to blood services [J]. *Transfusion Medicine*, 2011, 21(2): 73-83
- [4] Fujii M, Shinohara N, Lim A, et al. A study on emission of phthalate esters from plastic materials using a passive flux sampler [J]. *Atmospheric Environment*, 2003, 37(39/40): 5495-5504
- [5] 陈洪涛,王力清,黄翠莉,等.邻苯二甲酸酯毒理学研究进展 [J]. *食品与机械*,2012,28(5):251-254
CHEN Hong-tao, WANG Li-qing, HUANG Cui-li, et al. Research progress in the toxicology of phthalate esters [J]. *Food and Machinery*, 2012, 28(5): 251-254
- [6] 孙小杰,胡文彦,袁玮,等.气相色谱-质谱法测定白酒中的对苯二甲酸二辛酯[J].*化学分析量*,2018,27(1):43-46
SUN Xiao-jie, HU Wen-yan, YUAN Wei et al. Determination of dioctyl terephthalate in liquor by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Chemical Analysis and Metrology*, 2018, 27(1): 43-46
- [7] Nagorka R, Conrad A, Scheller C, et al. Diisononyl 1, 2-cyclohexanedicarboxylic acid (DINCH) and Di (2-ethylhexyl) terephthalate (DEHT) in indoor dust samples: concentration and analytical problems [J]. *International Journal of Hygiene and Environmental Health*, 2011, 214(1): 26-35
- [8] Tran H T, Lin C, Bui X T, et al. Bacterial community progression during food waste composting containing high dioctyl terephthalate (DOTP) concentration [J]. *Chemosphere*, 2021, 265: 129064
- [9] Küçük V A, Uğur M, Korucu H, et al. Chemical resistance of dioctyl terephthalate pozzolan-cement mortar: comparative study with other waste polymers [J]. *Construction and Building Materials*, 2020, 263: 120905
- [10] Zhou L, Lu X, Ju Z, et al. Alcoholysis of polyethylene terephthalate to produce dioctyl terephthalate using choline chloride-based deep eutectic solvents as efficient catalysts [J].

- Green Chemistry, 2019, 21(4): 897-906
- [11] Lee S T, Tran H T, Lin C, et al. Characterization of dioctyl terephthalate biodegradation by food waste composting [J]. Modern Physics Letters B, 2019, 33(14n15): 1940048
- [12] Jeon S H, Kim Y P, Kho Y, et al. Development and validation of gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometric method for quantitative determination of regulated plasticizers in medical infusion sets [J]. Journal of Analytical Methods in Chemistry, 2018, 2018
- [13] Zhang B, Han J. Synthesis of SiO₂@PAA microspheres and their application for controlling diisooctyl terephthalate migration from flexible PVC materials [J]. Micro & Nano Letters, 2018, 13(5): 661-665
- [14] Wang Q, Wu W, Tang Y, et al. Thermal degradation kinetics of plasticized poly (vinyl chloride) with six different plasticizers [J]. Journal of Macromolecular Science, Part B, 2017, 56(6): 420-434
- [15] Du K, Lian M L, Fan Z F, et al. Preparation of Terephthalic acid (TPA) and Dioctyl terephthalate (DOTP) by Anthracite's Alkali Oxygen Oxidation [J]. Applied Mechanics and Materials, 2014, 541-542: 95-99
- [16] 汪蓓蓓,周玲玲,肖陆飞等.环境友好型 PVC/对苯二甲酸二辛酯增塑剂体系的制备与性能研究[J].宿州学院学报,2017, 32(10):110-116
WANG Bei-bei, ZHOU Ling-ling, XIAO Lu-fei, et al. Preparation and properties of environmentally friendly PVC/dioctyl terephthalate plasticizer [J]. Journal of Suzhou University, 2017, 32(10): 110-116
- [17] 李蕾,关瑞彪,张玉文.废聚酯制备对苯二甲酸二异辛酯工艺条件的研究[J].山东化工,2019,48(16):62-63,66
LI Lei, GUAN Rui-biao, ZHANG Yu-wen. Preparation of diisooctyl terephthalate from waste polyester [J]. Shandong Chemical Industry, 2019, 48(16): 62-63, 66
- [18] 王涵颖,蒋平平,郑立训,等.废弃白泥制备高品质 DOTP 增塑剂的新工艺研究[J].塑料助剂,2020,3:17-20,37
WANG Han-ying, JIANG Ping-ping, ZHENG Li-xun, et al. Study on the new technology of preparing high quality DOTP plasticizer from waste white mud [J]. Plastics Additives, 2020, 3: 17-20, 37
- [19] 吴晓宗,陈欣欣,巩凡,等.白酒中邻苯二甲酸二正辛酯及其两种同分异构体含量的测定[J].保鲜与加工,2020,20(5): 206-211
WU Xiao-zong, CHEN Xin-xin, GONG Fan, et al. Determination of di-n-octyl phthalate and its two isomers in liquor [J]. Preservation and Processing, 2020, 20(5): 206-211
- [20] GB 9685-2016,食品安全国家标准食品接触材料及制品用添加剂使用标准[S]
GB 9685-2016, National Standard for Food Safety Standard for the Use of Additives in Food Contact Materials and Products [S]
- [21] 邓莉,郝学财.分散固相萃取技术分析油脂类食品中增塑剂含量[J].分析化学,2013,41(7):1037-1043
DENG Li, HAO Xue-cai. Analysis of plasticizer content in oil food by dispersive solid phase extraction [J]. Analytical Chemistry, 2013, 41(7): 1037-1043
- [22] 曾锋,陈丽旋,崔昆燕,等.硅胶-氧化铝层析柱-气相色谱法测定沉积物中邻苯二甲酸酯类有机物[J].分析化学,2005,8: 1063-1067
ZENG Feng, CHEN Li-xuan, CUI Kun-yan, et al. Determination of phthalate esters in sediments by silica gel - alumina chromatography-gas chromatography [J]. Analytical Chemistry, 2005, 8: 1063-1067
- [23] 施致雄,封锦芳,李敬光,等.超高效液相色谱-电喷雾质谱法结合同位素稀释技术检测动物源性食品中的六溴环十二烷异构体[J].色谱,2008,1:1-5
SHI Zhi-xiong, FENG Jin-fang, LI Jing-guang, et al. Determination of hexabromocyclododecane isomers in foods of animal origin by ultra-performance liquid chromatography-electrospray mass spectrometry combined with isotope dilution [J]. Chromatography, 2008, 1: 1-5
- [24] 秦国富,邹柯婷,李永波,等.2015 年西安市食用植物油中邻苯二甲酸酯类塑化剂残留状况监测及分析[J].现代预防医学,2016,43(14):2538-2540,2544
QIN Guo-fu, ZOU Ke-ting, LI Yong-bo, et al. Monitoring and analysis of phthalate plasticizer residues in edible vegetable oil in Xi'an city in 2015 [J]. Modern Preventive Medicine, 2016, 43(14): 2538-2540, 2544
- [25] Kwon H, Lehotay S J, Geis-Asteggiante L. Variability of matrix effects in liquid and gas chromatography-mass spectrometry analysis of pesticide residues after QuEChERS sample preparation of different food crops [J]. Journal of Chromatography A, 2012, 1270: 235-245
- [26] Walorczyk S. Validation and use of a QuEChERS-based gas chromatographic-tandem mass spectrometric method for multiresidue pesticide analysis in blackcurrants including studies of matrix effects and estimation of measurement uncertainty [J]. Talanta, 2014, 120: 106-113

(下转第 196 页)