

GC-MS 法测定白酒接触塑料材料中 非邻苯类塑化剂 TXIB 的迁移量

梁小刚, 黄焕婷, 龙丹, 李琴琴, 吴建霞, 林琳

(贵州茅台酒股份有限公司质量部, 贵州仁怀 564501)

摘要: 该研究采用液液萃取结合气相色谱-质谱 (GC-MS) 法建立了白酒接触用塑料材料中 2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇双异丁酸酯 (TXIB) 迁移量的测定方法。方法采用食品模拟物对常见塑料材料样品进行迁移试验后, 得到模拟浸泡液, 选择正己烷作为萃取溶剂对模拟浸泡液进行萃取, 萃取溶剂体积为 2 mL, 震荡萃取时间为 1 min, 萃取液用 HP-5ms (30 m×0.25 mm×0.25 μm) 毛细管色谱柱进行分离, 采用 GC-MS 选择离子模式 (SIM) 进行分析, 外标法定量。该方法可快速定量分析白酒接触用塑料材料中 TXIB 迁移量, 线性关系良好 ($r=0.9975$), 定量限为 0.02 mg/kg, 加标回收率为 106.60%~119.90%, 相对标准偏差为 2.30%~6.50%。该方法快速、灵敏、准确, 适用于白酒接触用塑料材料中 TXIB 迁移量的检测。

关键词: 白酒; 塑料材料; 2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇双异丁酸酯 (TXIB); 气相色谱-质谱法 (GC-MS); 迁移量

文章编号: 1673-9078(2022)02-319-325

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2022.2.0644

Gas Chromatography-mass Spectrometry for Analyzing TXIB Migration in Plastics in Contact with Chinese Baijiu

LIANG Xiaogang, HUANG Huanting, LONG Dan, LI Qinqin, WU Jianxia, LIN Lin

(Quality Department of Moutai Distillery Co. Ltd., Renhuai 564501, China)

Abstract: Liquid-liquid extraction and gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) was used to establish a quantitative method for measuring the leaching of 2,2,4-trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate (TXIB) in plastics in contact with Chinese Baijiu. Food simulants were used to prepare a simulated soaking solution for measuring the leaching of common plastic materials. N-Hexane was used as an extraction solvent. The volume of extraction solvent was 2 mL, and the shaking extraction time was 1 min. The extract was separated by HP-5 ms (30 m×0.25 mm×0.25 μm) capillary chromatography, analyzed by GC-MS with selective ion monitoring, and quantified using an external standard. The results show that this method can be used to rapidly measure the quantity of TXIB leached from plastic materials into Baijiu, which is reflected by the regression line correlation coefficient ($r=0.9975$), limit of quantification (0.02 mg/kg), recovery (106.60%~119.90%), and relative standard deviations (2.30%~6.50%). This method is rapid, sensitive, and accurate, and is suitable for evaluating TXIB leaching from plastics in contact with Baijiu.

Key words: Chinese Baijiu; plastic materials; 2,2,4-trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate (TXIB); gas chromatography mass spectrometry; specific migration

引文格式:

梁小刚,黄焕婷,龙丹,等.GC-MS 法测定白酒接触塑料材料中非邻苯类塑化剂 TXIB 的迁移量[J].现代食品科技,2022,38(2):319-325

LIANG Xiaogang, HUANG Huanting, LONG Dan, et al. Gas chromatography-mass spectrometry for analyzing TXIB migration in plastics in contact with Chinese Baijiu [J]. Modern Food Science and Technology, 2022, 38(2): 319-325

塑料材料在白酒生产领域应用广泛, 目前白酒接触用塑料材料主要有高密度聚乙烯 (high density polyethylene, HDPE)、低密度聚乙烯 (low density

收稿日期: 2021-06-21

基金项目: 贵州茅台酒股份有限公司自建项目 (2016010)

作者简介: 梁小刚 (1987-), 男, 硕士研究生, 助理工程师, 研究方向: 质量管理及白酒接触材料检测, E-mail: 14785707491@163.com

Polyethylene, LDPE)、聚对苯二甲酸乙二酯 (polyethylene glycol terephthalate, PET)、聚丙烯 (polypropylene, PP)、聚苯乙烯 (polystyrene, PS)、丙烯腈-苯乙烯共聚物 (acrylonitrile-styrene copolymer, AS)、丙烯腈-丁二烯-苯乙烯 (acrylonitrile-butadiene-styrene resin, ABS)、聚氯乙烯 (polyvinyl chloride, PVC) 和硅胶等^[1,2]。为提高塑料材料的性能, 通常会

在材料生产过程中添加适量的增塑剂、润滑剂、抗氧化剂等添加剂^[3-5]。白酒的主要成分为乙醇和水,增塑剂等多种添加剂在白酒中有较好的溶解性,因此,防范白酒接触类包装材料有害物质的迁移是食品安全风险防控的重要课题^[6]。常用增塑剂有邻苯二甲酸酯类(phthalic acid esters, PAEs)和非邻苯类塑化剂^[7]。其中,PAEs属内分泌干扰物,对人体健康有较大危害,禁止在食品中人为添加^[8-12],GB 9685-2016等标准规定添加PAEs的材料或制品不得用于乙醇含量高于20%的食品和婴幼儿食品^[13-15]。

2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇双异丁酸酯(2,2,4-three methyl-1,3-bisobutyrate migration, TXIB)属非邻苯类塑化剂,是一种小分子多元醇结构塑化剂,可用于各种塑料门窗、皮革、乳液粘合剂、化妆品薄膜、油墨等方面^[16-20],TXIB对白酒质量的影响研究还未见报道。GB 9685-2016规定,除PVC制品(含用于食品加工PVC手套)外其他材质的食品接触用塑料及制品均不得添加TXIB^[13]。目前关于白酒接触塑料材料中TXIB的研究相对较少,周良春等^[21]利用ASE-GC-MS法测定了食品接触用塑料及制品中TXIB的含量,结果显示PET瓶盖内套中检出TXIB,含量为2.2 mg/kg,而PET材料也广泛用于白酒包装中。基于此,建立白酒接触塑料材料中TXIB迁移量的测定方法,是明确TXIB对白酒质量影响的首要途径,对保障白酒食品安全、完善国家标准具有重要意义。

目前,已报道的TXIB检测方法较少,主要是气相色谱-质谱法(gas chromatography mass spectrometry, GC-MS)。樊亚玲等^[22,23]用GC-MS法对烟用水基胶中TXIB含量进行了研究;何育萍^[24]利用GC-MS法对卷烟纸涂胶中TXIB含量进行了研究;周良春等^[25]建立了GC-MS法测定食品接触用塑料材料中TXIB迁移量的方法,所用基质主要是水、4%乙酸溶液、20%乙醇溶液、50%乙醇溶液和异辛烷,其研究结果显示当食品模拟物为50%乙醇溶液、橄榄油和异辛烷时,TXIB均有检出,文章未说明具体研究的塑料材质类型;未见单独针对白酒接触用塑料材料TXIB迁移量的研究报道。因此,亟需建立快速测定白酒接触塑料材料中TXIB迁移量的方法,进而提高白酒的安全风险防控。

本文通过对食品模拟物、萃取溶剂、萃取溶剂体积和萃取时间进行优化,建立了液液萃取结合GC-MS法测定白酒接触塑料材料中TXIB迁移量的方法。该方法前处理快速、便捷,分析准确,可满足白酒企业与酒接触塑料材料及制品中TXIB的日常监控。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

9种市售塑料材料:HDPE、LDPE、PET、PP、PS、AS、ABS、PVC和工业硅胶,其中工业硅胶为密封圈制品,PVC为片状制品,其他材料均为塑料颗粒。

正己烷、正戊烷、二氯甲烷、无水乙醇:色谱纯,德国默克公司;冰乙酸:色谱纯,中国医药集团有限公司。

TXIB标准品:纯度98.9%,德国Dr. Ehrenstorfer公司。

1.2 仪器与设备

气相色谱-质谱联用仪(7890B/5977B),美国Agilent公司;电子天平(ME204E),瑞士Mettler Toledo公司;旋涡振荡器(VORTEX 3),德国艾卡公司;超纯水仪(Milli-Q),美国Millipore公司;恒温培养箱(SPX-250B-2),上海福玛实验设备有限公司。

1.3 实验方法

1.3.1 样品前处理

根据GB 31604.1-2015《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移实验通则》^[26]及GB 5009.156-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则》^[27]迁移实验的要求,采用53%乙醇溶液+4%乙酸溶液作为食品模拟物,在60℃条件下浸泡10天。

将浸泡液放至室温,准确移取5.0 mL浸泡液于25 mL具塞试管中,加入2.0 mL萃取溶剂,在旋涡振荡器上震荡1 min,静置分层,取上清进行GC-MS分析。

1.3.2 仪器分析参数

1.3.2.1 色谱条件

Agilent HP-5ms(30 m×0.25 mm×0.25 μm)型毛细管色谱柱;高纯氦气作为载气,纯度≥99.999%,流速1.0 mL/min;进样口温度280℃;不分流进样模式;进样量1 μL;升温程序:80℃保持1 min,然后以20℃/min升温至280℃保持2 min,升温至300℃后运行2 min,总运行时间为15 min。

1.3.2.2 质谱条件

电离方式为电子轰击离子源(EI),电离能量:70 eV;离子源温度:230℃;传输线温度:280℃;四极杆温度:150℃;溶剂延迟时间3.75 min;质谱信号采集模式为选择离子扫描模式(SIM)。

1.3.3 实验条件的优化

1.3.3.1 仪器条件的优化

根据 TXIB 极性和沸点, 通过全扫描 (Scan) 模式对 TXIB 标准溶液进行定性分析, 优化确定仪器分析参数、定量离子和定性离子, 采用 SIM 模式对 TXIB 进行定量。

1.3.3.2 食品模拟物的选择

选取阳性工业硅胶样品, 分别以 53%乙醇溶液、53%乙醇溶液+4%乙酸溶液和 4%乙酸溶液为食品模拟物, 60 °C 条件下浸泡 10 天, 通过浸泡液中 TXIB 的含量确定最佳食品模拟物。

1.3.3.3 萃取溶剂的选择

根据 TXIB 性质, 选取正己烷、正戊烷、二氯甲烷三种有机溶剂作为萃取溶剂进行对比实验。分别选取样品 A(TXIB 迁移量为 0.07 mg/kg) 和样品 B(TXIB 迁移量为 0.20 mg/kg), 采用最佳食品模拟物进行迁移试验后, 将浸泡液放至室温, 准确移取 5.0 mL 浸泡液于 25 mL 具塞试管中, 加入 2 mL 萃取溶剂, 在漩涡振荡器上震荡 1 min, 静置分层, 取上清进行 GC-MS 分析, 考察不同萃取溶剂对迁移量的影响。

1.3.3.4 萃取溶剂体积的确定

阳性样品采用最佳食品模拟物进行迁移试验后, 将浸泡液放至室温, 准确移取 5.0 mL 浸泡液于 25 mL 具塞试管中, 分别加入 1、2、5、10 mL 最优萃取溶剂, 在漩涡振荡器上震荡 1 min, 静置分层, 取上清进行 GC-MS 分析, 计算回收率, 考察萃取溶剂的体积对 TXIB 提取结果的影响。

1.3.3.5 萃取时间的确定

样品采用最佳食品模拟物进行迁移试验后, 将浸泡液放至室温, 准确移取 5.0 mL 浸泡液于 25 mL 具塞试管中, 加入 2 mL 萃取溶剂, 分别在漩涡振荡器上震荡萃取 1、2、5、10 min, 静置分层, 取上清进行 GC-MS 分析, 考察萃取时间对 TXIB 提取结果的影响。

1.3.4 线性方程、检出限和定量限

准确称取 10 mg TXIB 标准品, 用正己烷定容至 1000 mL 棕色容量瓶, 配成 10 mg/L 的标准储备液。取 1000 μ L 标准储备液到 10 mL 容量瓶中, 用正己烷定容至刻度线, 配得 1 mg/L 标准使用液。用正己烷将上述标准使用液逐级稀释, 配成 20、50、100、200、300、400、500、600 μ g/L 的系列标准溶液, 按照优化后的仪器分析条件上机分析。以 TXIB 标准溶液浓度为横坐标, 以定量离子的响应为纵坐标, 绘制标准曲

表 1 TXIB 的保留时间、定量和定性离子

Table 1 CAS number, retention time, quantitative and qualitative ions of TXIB

| 化合物名称 | CAS 号 | 保留时间/min | 定量离子 | 定性离子 |
|------------------------------|-----------|----------|------|---------|
| 2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇双异丁酸酯(TXIB) | 6846-50-0 | 7.604 | 71 | 43, 159 |

线。取阴性样品加标, 在优化后的预处理和仪器分析条件下进行测定, 以 3 倍信噪比作为方法检出限, 以 10 倍信噪比作为方法定量限。

1.3.5 准确度与精密度测定

按优化后的方法对空白样品进行加标回收试验, 分别添加 30、100、350 μ g/L 三个浓度水平的 TXIB 标准溶液, 每个水平平行测定 6 次, 计算 TXIB 的加标回收率及精密度。

1.3.6 实际样品的测定

选取市售的 HDPE、LDPE、PET、PP、PS、AS、ABS、PVC 和工业硅胶 9 种常用塑料材料, 按优化后的方法进行迁移实验, 测定浸泡液中 TXIB 含量, 同时, 分别选取酱香型、浓香型、清香型、米香型、芝麻香型、老白干香型不同香型的白酒样品进行检测, 进一步验证方法的适用性。

1.3.7 数据处理

利用 Agilent 7890B/5977B GC-MS 配套的 MassHunter GC/MS Acquisition Software (B.07.00) 进行定性和定量分析, 得到的检测数据利用 Microsoft Excel 2019 进行统计分析, 用 Origin 9.1 作图。

2 结果与分析

2.1 仪器分析条件的优化

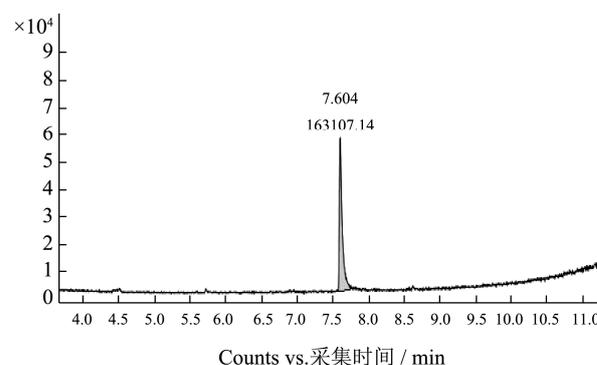


图 1 TXIB 的总离子流(TIC)色谱图 (600 μ g/L)

Fig.1 TIC chromatogram of TXIB

根据 TXIB 极性和沸点, 选用 HP-5ms (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m)5%-苯基-甲基聚硅氧烷色谱柱作为分析柱, 优化得到 1.3.2 中色谱和质谱分析条件。TXIB 的保留时间、定量离子和定性离子见表 1, TXIB 标准溶液的总离子流色谱图 (TIC) 见图 1, 质谱图见图 2。由图 1 可以看出, TXIB 色谱峰满足检测要求。

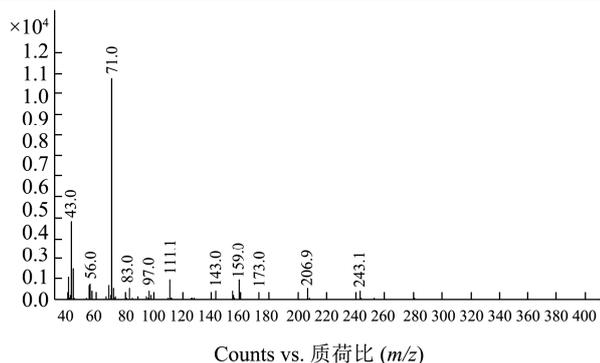


图2 TXIB的质谱图

Fig.2 Mass spectra of TXIB

2.2 食品模拟物的选择

实验考察了不同食品模拟物对阳性硅胶样品TXIB迁移效果的影响,结果见图3。由图3可见,53%乙醇溶液+4%乙酸溶液作为食品模拟物时,样品TXIB迁移效果最为显著,确定53%乙醇溶液+4%乙酸溶液为白酒接触塑料材料的食品模拟物。白酒一般呈酸性,而且酸类是其重要的呈味物质,对白酒的风味起着非常重要的作用,53%乙醇溶液+4%乙酸溶液的模拟液更加接近白酒真实组成,对于白酒的实际检测适用性更强。

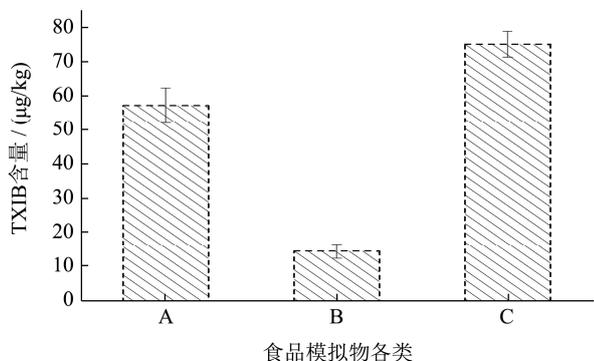


图3 不同食品模拟物中TXIB的迁移情况

Fig.3 Migration of TXIB in different food stimulants

注: A: 53%乙醇; B: 4%乙酸; C: 53%乙醇+4%乙酸。

2.3 萃取溶剂的选择

通过图4可知,戊烷和正己烷的萃取效果没有明显区别,且均优于二氯甲烷,但戊烷沸点只有36℃,极易挥发,因此不适合用作萃取溶剂。樊亚玲^[21]研究了卷烟搭口胶涂胶量的测定方法,发现戊烷和正己烷对卷烟搭口胶的萃取效果也优于二氯甲烷。二氯甲烷的毒性较高,废弃试剂处理难度大,对检测人员身体健康及环境都有较大危害。综上各种因素,故选择正己烷为TXIB的萃取溶剂。

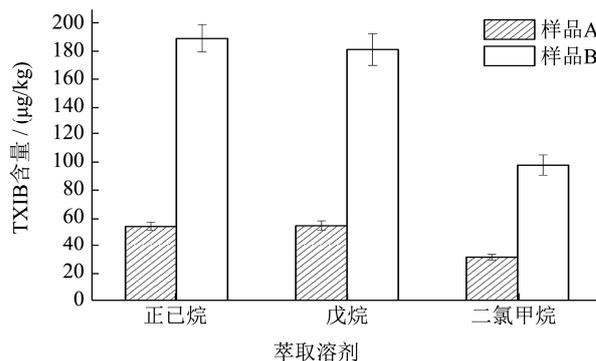


图4 不同萃取溶剂对TXIB提取效果的影响

Fig.4 Extraction effect of different solvents to TXIB

注: 样品A: TXIB迁移量0.07 mg/kg; 样品B: TXIB迁移量为0.20 mg/kg。

2.4 萃取溶剂体积的选择

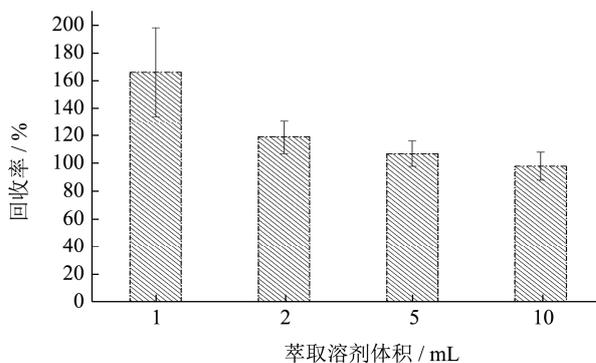


图5 不同萃取溶剂体积对TXIB提取效果的影响

Fig.5 Extraction effect of different solvent volumes to TXIB

由图5可知,萃取溶剂正己烷体积为1 mL时,样品回收率>160%,不满足检测要求;随着正己烷体积增加,回收率呈下降趋势,与樊亚玲^[22]、何育萍^[23]利用GC-MS法测定TXIB含量的研究结果一致。

正己烷体积为2 mL、5 mL和10 mL时,样品回收率在80%~120%,满足GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范》的相关要求。为了最大程度缩短前处理时间,提高检测效率,同时避免产生较多的废弃有机试剂,降低对环境的污染,最终选择2 mL作为萃取溶剂体积。

2.5 萃取时间的选择

由图6可知,随着萃取时间的增加,TXIB萃取量无显著差异,表明1 min内TXIB萃取效果已达到较好水平。为了进一步验证TXIB的萃取效果,本研究对样品浸泡液进行了第二次萃取,结果显示第二次萃取后浸泡液中几乎未检出TXIB。为提高检测效率,满足企业日常监控需求,选择1 min为最终萃取时间。

表 2 TXIB 的线性方程、线性相关系数、方法检出限和定量限

Table 2 Linear equations, correlation coefficients, LOD and LOQ of TXIB

| 化合物名称 | 线性方程 | r | 检出限/(mg/kg) | 定量限/(mg/kg) |
|-------|--------------------------|--------|-------------|-------------|
| TXIB | $y = 99.256x - 1692.321$ | 0.9975 | 0.006 | 0.02 |

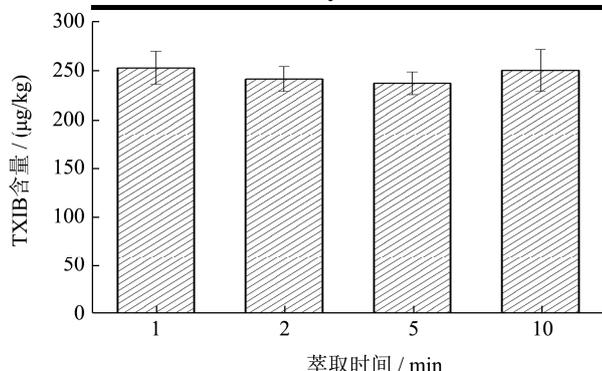


图 6 不同萃取时间对 TXIB 提取效果的影响

Fig.6 Effect of different extraction time on TXIB

2.6 线性关系、检出限和定量限

由表 2 可知，方法的线性相关系数 r 为 0.9975，线性关系良好，检出限、定量限分别为 0.006 mg/kg 和 0.02 mg/kg，满足 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范》相关要求。

2.7 方法精密度和回收率

由表 3 可知，TXIB 的平均加标回收率为 106.60%~119.90%，测定结果的相对标准偏差为 2.30%~6.50% (n=6)，证明方法具有较高的准确度和精密度，可以满足样品中 TXIB 迁移量的检测要求。

表 3 TXIB 的加标回收率和相对标准偏差

Table 3 Recovery and relative standard deviation of TXIB

| (n=6) | | |
|-------------|-------|----------|
| 加标浓度/(µg/L) | 回收率/% | 相对标准偏差/% |
| 30 | 106.6 | 4.8 |
| 100 | 119.9 | 2.3 |
| 350 | 117.1 | 6.5 |

2.8 实际样品的测定

由表 4 可知，8 种常见的塑料材料中均未有 TXIB 迁出，仅在工业硅胶中检出 TXIB，迁移量为 0.181 mg/kg。白酒实际生产过程中，输酒管道和设备的密封圈常用硅胶材质，采用工业硅胶时存在 TXIB 迁移至产品中的风险，可用食品级硅胶代替从而降低食品安全风险。由表 5 可知，不同香型不同酒精度的白酒样品均未检出 TXIB，说明本次选取的白酒未受到 TXIB 的污染。

表 4 不同食品接触用塑料材料中 TXIB 的迁移量

Table 4 Specific migration of TXIB in different baijiu contact plastics materials

| 样品名称 | TXIB 迁移量/(mg/kg) |
|------|------------------|
| HDPE | < LOD |
| AS | < LOD |
| PS | < LOD |
| PET | < LOD |
| LDPE | < LOD |
| PP | < LOD |
| PVC | < LOD |
| ABS | < LOD |
| 工业硅胶 | 0.181 |

表 5 不同香型白酒样品中 TXIB 的含量

Table 5 Content of TXIB in different flavor Baijiu samples

| 香型 | 酒精度/(vol%) | TXIB/(µg/L) |
|-------|------------|-------------|
| 酱香型 | 53 | < LOD |
| 浓香型 | 52 | < LOD |
| 清香型 | 53 | < LOD |
| 米香型 | 52 | < LOD |
| 芝麻香型 | 42 | < LOD |
| 老白干香型 | 67 | < LOD |

3 结论

本研究利用正己烷对样品迁移浸泡液震荡萃取 1 min 后 GC-MS 测定 TXIB 迁移量，具有快速、准确、高效的特点。所建方法操作简单、有机溶剂使用量少、对环境友好、灵敏度、精密度及回收率均可满足白酒企业日常食品安全监控需求，可用于白酒等酒精饮料接触用塑料材料及制品的常规食品安全监控，防范外源污染，对食品接触材料 TXIB 检测标准的制定具有一定参考价值。

参考文献

[1] 周刚.白酒包装关键塑料件加工、设计及安全性研究[D]. 绵阳:西南科技大学,2018
ZHOU Gang. Processing technology, design and safety properties of key parts in baijiu packaging [D]. Mianyang: Southwest University of Science and Technology, 2018

[2] 张莹,夏于林,程铁轵,等.白酒及其接触材料中塑化剂限量

- 要求及检验标准概述[J].中国酿造,2016,35(11):31-34
ZHANG Ying, XIA Yulin, CHENG Tiejuan, et al. Summary of limitation requirement and detection standards for plasticizer in Baijiu (Chinese liquor) and the contact materials [J]. China Brewing, 2016, 35(11): 31-34
- [3] 孙娜.塑料包装白酒中邻苯二甲酸酯类塑化剂迁移量变化的研究[D].长春:吉林农业大学,2018,1-2
SUN Na. The research of PAEs migration measure change in plastic packaging liquor [D]. Changchun: Jilin Agricultural University, 2018, 1-2
- [4] 邹耀邦,王传龙,张梅.国内外白酒包装材料发展现状[J].中国包装,2017,37(11):54-60
ZHOU Yaobang, WANG Chuanlong, ZHANG Mei. Development status of baijiu packaging materials at home and abroad [J]. China Packaging, 2017, 37(11): 54-60
- [5] 杨菁,闫婧,吕刚,等.塑料食包材料烷基酚聚氧乙烯醚迁移量的测定[J].食品研究与开发,2015,36(19):148-154
YANG Jing, YAN Jing, LYU Gang, et al. Migration Determination of alkyl phenol ethoxylates in plastic food contact materials [J]. Food Research and Development, 2015, 36(19): 148-154
- [6] 韩陈.食品接触材料AS/ABS中14种苯类化合物迁移量和风险评估模型的建立[J].中国食品学报,2021,21(1):291-299
HAN Chen. Migration and risk assessment models of 14 benzenes from as/abs in food contact material [J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2021, 21(1): 291-299
- [7] 张国民,温素素.气相色谱-质谱法测定食品中17种邻苯二甲酸酯类塑化剂的含量[J].理化检验(化学分册),2020,56(1):46-54
ZHANG Guomin, WEN Susu. Determination of 17 phthalates plasticizers in food by gas chromatography- mass spectrometry [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B:Chemical Analysis), 2020, 56(1): 46-54
- [8] Gomez-Hens A, Aguilat-Caballeros M R. Social and economic interest in the control of phthalic acid esters [J]. Trends in Analytical Chemistry, 2003, 22(11): 847-857
- [9] 王秀娟,马艳梅,商雪娇,等.食品塑料包装溶出酞酸酯 DBP与DEHP的测定[J].食品研究与开发,2015,36(15):95-98
WANG Xiujuan, MA Yanmei, SHANG Xuejiao, et al. The detection of DBP and DEHP from the food plastic bags [J]. Food Research and Development, 2015, 36(15): 95-98
- [10] 邱月,李根容,余秋玲,等.超高效合相色谱法快速检测塑料食品接触材料中的18种邻苯二甲酸酯[J].分析试验室,2019,38(9):1100-1105
QIU Yue, LI Genrong, YU Qiuling, et al. Determination of 18 phthalate esters in plastic food contact materials by ultra-high performance convergence chromatography [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(9): 1100-1105
- [11] 郑荣,许勇,于建,等.色谱-质谱联用技术测定化妆品中25种邻苯二甲酸酯[J].分析试验室,2014,33(7):864-868
ZHENG Rong, XU Yong, YU Jian, et al. Determination of 25 phthalates esters in cosmetics by chromatography coupled with mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2014, 33(7): 864-868
- [12] 周龙龙,薛秋红,罗忻,等.全二维气相色谱-飞行时间质谱法测定消费品中20种邻苯二甲酸酯类塑化剂[J].分析测试学报,2019,38(11):1301-1309
ZHOU Longlong, XUE Qihong, LUO Xin, et al. Determination of 20 phthalates in consumer products by two-dimensional gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2019, 38(11): 1301-1309
- [13] 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 Food Safety Standard-Application Standard for Additives used in Food-contact Materials and Articles [S]
- [14] GB 4806.6-2016,食品安全国家标准 食品接触用塑料树脂[S]
GB 4806.6-2016, National Food Safety Standard-plastic Resin for Food Contact [S]
- [15] GB 4806.7-2016,食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品[S]
GB 4806.7-2016, National Food Safety Standard-Food Contact Plastic Materials and Products [S]
- [16] 邵雨.绿色增塑剂TXIB(2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇双异丁酸酯)的制备与表征[D].南京:南京理工大学,2008
SHAO Yu. Preparation and characterization of green plasticizer TXIB (2,2,4-trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate) [D]. Nanjing: Nanjing University of Science and Technology, 2008
- [17] 魏斌,杜虎,鲁墨弘,等.环保增塑剂2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯的合成[J].精细石油化工,2017,34(6):54-58.
WEI Bin, DU Hu, LU Mohong, et al. Synthesis of environment-friendly plasticizer 2, 2, 4-trimethyl-1, 3-pentanediol-diisobutyrate [J]. Speciality Petrochemicals, 2017, 34(06): 54-58
- [18] Cho M K, Ko D H, Lim Y H, et al. The synthesis and the

- structural analysis of advanced PVC plasticizer 2,2,4-trimethyl-1,3-pentanediol-1-butyrate-3-isobutyrate [J]. Journal of the Korean Magnetic Resonance Society, 2005, 9(2): 103-109
- [19] 高俊.环保增塑剂2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯的合成与应用[D].武汉:武汉纺织大学,2016
GAO Jun. Synthesis and application of environment-friendly plasticizer 2,2,4-trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate [D]. Wuhan: Wuhan Textile University, 2016
- [20] 赵海娟,张文洁,郑美玲,等.GC-MS 法测定烟用包装材料中非邻苯酯类增塑剂[J].包装工程,2019,40(9):59-65
ZHAO Haijuan, ZHANG Wenjie, ZHENG Meiling, et al. Determination of non-phenyl ester plasticizers in packaging materials for cigarettes by GC-MS [J]. Packaging Engineering, 2019, 40(9): 59-65
- [21] 周良春,马俊辉,张晓飞,等.ASE-GC-MS 法测定食品接触用塑料及制品中两种非邻苯类增塑剂含量[J].包装与食品机械,2020,38(5):68-72
ZHOU Liangchun, MA Junhui, ZHANG Xiaofei, et al. Determination of two non-phenyl ester plasticizers in food contact plastics and products by ASE-GC-MS [J]. Packaging and Food Machinery, 2020, 38(5): 68-72
- [22] 樊亚玲,何育萍,李轩,等.基于TXIB的卷烟搭口胶涂胶量测定方法[J].烟草科技,2020,53(4):69-74,112
FAN Yaling, HE Yuping, LI Xuan, et al. TXIB-based method to quantify seam glue in cigarette tobacco rod [J]. Tobacco Science & Technology, 2020, 53(4): 69-74, 112
- [23] 樊亚玲,何育萍,王瑶,等.烟用水基胶中 2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯增塑剂含量的测定[J].分析测试技术与仪器,2019,25(3):170-174
FAN Yaling, HE Yuping, WANG Yao, et al. Determination of content of 2,2,4-trimethyl-1,3-pentanediol diisobutyrate plasticizer in water-borne adhesives for cigarette [J]. Analysis and Testing Technology and Instruments, 2019, 25(3): 170-174
- [24] 何育萍,樊亚玲,彭军仓.卷烟纸涂胶中 2,2,4-三甲基-戊二醇二异丁酸酯含量的测定[J].中国胶粘剂,2019,28(10):40-43
HE Yuping, FAN Yaling, PENG Juncang. Determination of 2,2,4-trimethyl-pentanediol diisobutyrate in coating of cigarette paper [J]. China Adhesives, 2019, 28(10): 40-43
- [25] 周良春,马俊辉,张晓飞,等.气相色谱-质谱法快速测定食品接触用塑料中 2,2,4-三甲基-1,3-戊二醇二异丁酸酯的特定迁移量[J].理化检验-化学分册,2021,57(2):146-151
ZHOU Liangchun, MA Junhui, ZHANG Xiaofei, et al. Rapid determination of specific migration amount of 2,2,4-trimethyl-pentanediol diisobutyrate in plastics for food contact by GC-MS [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B:Chemical Analysis), 2021, 57(2): 146-151
- [26] GB 31604.1-2015,食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则[S]
GB 31604.1-2015, National Food Safety Standard-general Rules for the Migration Test of Food Contact Materials and Products [S]
- [27] GB 5009.156-2016,食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则[S]
GB 5009.156-2016, National Food Safety Standard-general Rules for Pretreatment Methods of Migration Test of Food Contact Materials and Products [S]

(上接第 318 页)

- [10] 董大钊,徐冠华,高继良,等.基于机器视觉的机器人装配位姿在线校正算法[J].浙江大学学报(工学版),2021,1:1-8
DONG Dazhao, XU Guanhua, GAO Jiliang, et al. Online correction algorithm for posture by robot assembly based on machine vision [J]. Journal of Zhejiang University (Engineering Science), 2021, 1: 1-8
- [11] Ioana Alexandru, Burlacu Camelia, Korodi Adrian. Approaching OPC UA publish-subscribe in the context of UDP-based multi-channel communication and image transmission [J]. Sensors, 2021, 21(4): 1296
- [12] CHUANG Li. Design of a multi-axis motion control platform based on LabVIEW fuzzy control algorithm [J]. Journal of Mechanics Engineering and Automation, 2021, 11(1): 11-16