

超高效液相色谱-串联质谱法同时测定食品接触材料及制品中9种抗氧化剂迁移量

董 犇¹, 黎梓城¹, 汪龙飞², 鲍 蕾², 陈燕芬¹,
钟怀宁¹, 李 丹^{1*}, 郑建国¹

(1. 广州海关技术中心, 广东 广州 510623; 2. 雀巢(中国)食品安全研究院, 北京 100015)

摘要: 为了评估食品接触材料及制品中抗氧化剂的迁移风险, 采用超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)建立了同时测定食品接触材料及制品中9种抗氧化剂迁移量的方法。采用C₁₈色谱柱对迁移实验后的食品模拟物中9种抗氧化剂进行分离, 1 mmol/L 氟化铵和甲醇为流动相洗脱, 采用电喷雾离子源(ESI), 多反应监测(MRM)正负离子模式进行扫描。结果表明, 9种抗氧化剂的色谱分离效果良好, 并在0.3~6 mg/L质量浓度范围内与其峰面积均呈良好的线性关系, 检出限为0.1 mg/L。加标回收率为93.9%~106%, 相对标准偏差(RSD)为0.80%~9.3%。该方法快速高效、线性范围好, 适用于塑料食品接触材料及制品中9种抗氧化剂迁移量的检测。

关键词: 食品接触材料及制品; 抗氧化剂; 超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)

中图分类号: O657.63; TQ572.495 文献标识码: 文章编号: 1004-4957(2021)03-0377-06

Simultaneous Determination of Specific Migration Amounts of 9 Antioxidants in Plastic Food Contact Materials by Ultrahigh Performance Liquid Chromatography - Tandem Mass Spectrometry

DONG Ben¹, LI Zi-cheng¹, WANG Long-fei², BAO Lei², CHEN Yan-fen¹,
ZHONG Huai-ning¹, LI Dan^{1*}, ZHENG Jian-guo¹

(1. Guangzhou Customs District Technology Center, Guangzhou 510623, China; 2. Nestle(China) Food Safety Research Institute, Beijing 100015, China)

Abstract: In order to assess the migration risk of antioxidants in food contact materials and products, an ultrahigh performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry (UPLC - MS/MS) was established for the simultaneous determination of 9 antioxidants migration amounts in food contact materials and products. The separation of 9 antioxidants in the food simulant were performed on a C₁₈ chromatographic column with 1 mmol/L ammonium fluoride - methanol as mobile phase. Under the electrospray ionization positive - negative mode, the antioxidants were detected in a multiple reaction monitoring mode, and quantified by the external standard method. Results indicated that this method exhibited a perfect performance in chromatographic separation. The calibration curves for the 9 antioxidants were linear in the range of 0.3 - 6 mg/L with their detection limits of 0.1 mg/L. The spiked recoveries ranged from 93.9% to 106% with relative standard deviations of 0.80% - 9.3%. The method was suitable for the detection of migration amounts of 9 antioxidants in plastic food contact materials and products with the advantages of rapidness, high efficiency and good linear range.

Key words: food contact materials and products; antioxidants; ultrahigh performance liquid chromatography - tandem mass spectrometry (UPLC - MS/MS)

塑料类食品接触材料在近几十年来得到十分广泛的应用^[1]。塑料制品在生产和实际使用过程中易发生氧化, 而抗氧化剂能有效地延迟塑料制品的氧化, 因而被广泛地加入到各种塑料制品中^[2-3]。塑

收稿日期: 2020-11-24; 修回日期: 2020-12-10

基金项目: 国家重点研发计划项目(2016YFF0203705); 广州海关科研项目(2020GZCK-026)

* 通讯作者: 李 丹, 研究员, 研究方向: 食品接触材料检测及安全评估, E-mail: lid@iqtc.cn

料类食品接触材料中的抗氧化剂及其分解产物可能会迁移到所包装的食品中。有研究表明部分抗氧化剂有毒有害,长期摄入将对机体的生殖系统、神经系统、免疫系统等产生影响^[4],如酚类抗氧化剂具有弱雌激素效应,即使在摄入量很低的情况下,也可能会给人体健康带来危害^[5]。我国国标 GB 9685 - 2016 和欧盟指令(EU)NO10/2011 均列出了塑料制品中可能迁移的化合物,且对其向食品或食品模拟物中的特定迁移量均有严格规定^[6]。

塑料类食品接触材料中使用的抗氧化剂种类较多,对其特定迁移量的测定已有文献报道^[3-4,7-9]。目前塑料类食品接触材料中抗氧化剂的测定方法主要有液相色谱法^[10-13]、气相色谱-质谱法^[14-16]、液相色谱-串联质谱法^[17-19]等,并采用不同的实验条件和测试方法对其迁移水平进行了研究^[20]。在上述方法中,一些方法考察了抗氧化剂向一种食品模拟物的迁移情况,但仅有少量方法依据指令 85/572/EEC 考察了向几种食品模拟物的迁移情况^[13]。此外,上述方法中,或检测抗氧化剂种类较少,或检测时间较长,均不能满足欧盟指令(EU)NO10/2011 的要求。因此,亟需建立一种简单高效、选择性好、准确度高并能同时测定塑料食品接触材料中多种抗氧化剂迁移量的检测方法。

超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)不仅具有高效液相色谱的准确度高、分离效果好、复杂样品分离能力强等优点,同时还具有选择性好、检出限低和能够提供分子量及结构信息等优点。本文采用 UPLC-MS/MS 法,对塑料食品包装材料中抗氧化剂 2246、抗氧化剂 264、叔丁基-4-羟基苯甲醚、2,2'-亚甲基双-(4-叔丁基-4-乙基苯酚)、2,4-二叔丁基苯酚、4,4'-硫代双(6-叔丁基间甲基甲酚)、抗氧化剂 1076、抗氧化剂 1010 和抗氧化剂 168 共 9 种抗氧化剂(如图 1 所示)在水、4% 乙酸、10% 乙醇、20% 乙醇、50% 乙醇、95% 乙醇和异辛烷等 7 种常见食品模拟物中的迁移量进行了研究。建立的方法具有快速灵敏、检出限低、选择性好等优点,具有十分广泛的应用前景。

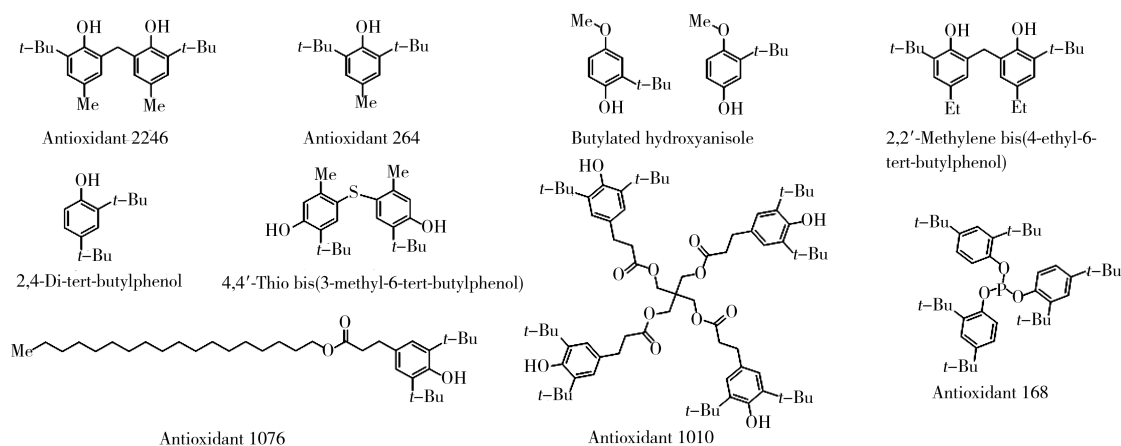


图 1 9 种抗氧化剂的化学结构式

Fig. 1 Chemical structures of 9 kinds of antioxidants

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

Agilent 1290 - 6460 液相色谱-三重四极杆质谱仪(美国安捷伦公司), ZORBAX Eclipse XDB - C₁₈ 液相色谱柱(50 mm × 2.1 mm × 1.8 μm)。抗氧化剂标准物质:抗氧化剂 2246、抗氧化剂 264、叔丁基-4-羟基苯甲醚、2,2'-亚甲基双-(4-叔丁基-4-乙基苯酚)、2,4-二叔丁基苯酚购自 CMW 公司;4,4'-硫代双(6-叔丁基间甲基甲酚)、抗氧化剂 1076、抗氧化剂 1010 和抗氧化剂 168 购自 Dr. Ehrenstorfer 公司。乙酸、乙醇、异辛烷、甲醇、氨水(HPLC 级, Fisher 公司)。实验用水均为蒸馏水。

1.2 标准溶液的配制

1.2.1 标准储备溶液与标准中间溶液 9 种抗氧化剂标准品用甲醇配制成质量浓度为 1 000 mg/L 的单标储备溶液。再用甲醇稀释成质量浓度为 10 mg/L 的上述 9 种抗氧化剂混合标准中间溶液。

1.2.2 水基、酸性食品、酒精类食品模拟物标准工作溶液 分别准确吸取 9 种抗氧化剂标准中间溶液 0、0.3、0.5、1、3、6 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 10% 乙醇(体积分数,下同)定容,得到 9 种抗氧化

剂的质量浓度分别为0、0.3、0.5、1、3、6 mg/L的标准工作溶液。采用同样方式,分别用4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物及替代化学溶剂95%乙醇配制同样质量浓度系列的9种抗氧化剂标准工作溶液。取1 mL溶液,过0.22 μm 滤膜,供仪器测定。

1.2.3 异辛烷标准工作溶液 分别准确吸取9种抗氧化剂标准中间溶液0、0.3、0.5、1、3、6 mL于10 mL容量瓶中,用异辛烷定容,得到9种抗氧化剂的质量浓度分别为0、0.3、0.5、1、3、6 mg/L的标准工作溶液。移取2 mL异辛烷溶液至试管中,于40 $^{\circ}\text{C}$ 条件下氮吹至近干,加2 mL甲醇定容,过0.22 μm 滤膜,供仪器测定。

1.2.4 迁移实验 根据样品实际接触食品类型选用水、4% (体积分数,下同)乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇、95%乙醇和异辛烷作为食品模拟物,按照GB 31604.1-2015进行迁移实验^[21]。

1.3 浸泡液的处理

对于水基、酸性食品、酒精类食品模拟物:准确量取迁移实验中得到的水基、酸性食品、酒精类食品模拟物约1 mL,过0.2 μm 滤膜后定容、待测,平行制样2份。

对于异辛烷浸泡液:准确量取迁移实验中得到的异辛烷浸泡液2 mL于试管中,将溶液于40 $^{\circ}\text{C}$ 条件下氮吹至近干,加2 mL甲醇定容,用注射器吸取下层水溶液,过0.22 μm 滤膜后定容、待测。平行制样2份。

1.4 UPLC-MS/MS 条件

高效液相色谱条件:ZORBAX Eclipse XDB-C₁₈色谱柱(50 mm \times 2.1 mm \times 1.8 μm);柱温:35 $^{\circ}\text{C}$;流速:0.6 mL/min;进样量:10 μL ,流动相:甲醇-1 mmol/L氟化铵(75:25,体积比)。

质谱条件:电喷雾离子源(ESI),正负离子模式,多反应监测(MRM)。雾化气压力:275.8 kPa,喷雾电压:500 V,毛细管电压:4 000 V,气流速度:10 L/min,气流温度:350 $^{\circ}\text{C}$,鞘气(N₂)流速:11 L/min,鞘温度:300 $^{\circ}\text{C}$ 。

2 结果与讨论

2.1 定性、定量方式的选择

MRM方式具有灵敏度高、选择性好和抗干扰能力强等优点。在实验过程中,通过全扫描方式(SCAN)得到总离子流图(TIC),选择丰度相对较高、分子质量较大的碎片离子(表1),并针对目标物质选择质谱多反应监测对9种抗氧化剂进行准确分析。

由于待测目标物中同时存在酚类和酯类,而酚类化合物容易在ESI⁻电离方式下得到较高丰度的[M-H]⁻母离子,酯类化合物在ESI⁺电离方式下可获得较高丰度的[M+H]⁺母离子。因此离子化方式需在正、负离子模式下同时进行。

表1 9种抗氧化剂优化后的保留时间、母离子、子离子、碰撞能量和扫描模式

Table 1 Optimized parameters of retention times, precursor ions, product ions, collision energies and scan modes of 9 kinds of antioxidants

| No. | Compound | Retention time (min) | Precursor ion(<i>m/z</i>) | Product ion(<i>m/z</i>) | Collision energy (eV) | Mode |
|-----|---|-------------------------|--------------------------------|------------------------------|--------------------------|----------|
| 1 | Antioxidant 2246 | 3.82 | 339 | 163, 339 | 39, 16 | Negative |
| 2 | 2, 2'-Methylene bis(4-ethyl-6-tert-butylphenol) | 4.25 | 367 | 177, 162 | 43, 60 | Negative |
| 3 | Antioxidant 264 | 3.43 | 219 | 219, 203 | 15, 38 | Negative |
| 4 | Butylated hydroxyanisole | 2.13 | 179 | 164, 149 | 22, 35 | Negative |
| 5 | 4, 4'-Thio bis(3-methyl-6-tert-butylphenol) | 3.22 | 357 | 194, 179 | 45, 65 | Negative |
| 6 | 2, 4-Di-tert-butylphenol | 3.14 | 205 | 189, 173 | 37, 60 | Negative |
| 7 | Antioxidant 1010 | 5.58 | 1 195 | 729, 563 | 56, 72 | Positive |
| 8 | Antioxidant 1076 | 6.76 | 549 | 476, 419 | 18, 24 | Positive |
| 9 | Antioxidant 168 | 7.81 | 647.5 | 209.9, 347.2 | 56, 56 | Positive |

2.2 流动相的选择

LC-MS/MS法常用的流动相为甲醇-水或乙腈-水体系。由于需要同时进行正、负离子模式的电离,通过查阅相关标准和参考文献^[11-12],发现对于抗氧化剂的检测,大多以甲醇体系为主,因此本方

法有机相选择甲醇。对于水相,实验分别选择0.02%氨水、5 mmol/L 乙酸铵和1 mmol/L 氟化铵进行测试,经比较得到所有的抗氧化剂在1 mmol/L 氟化铵中的信号最佳。因此实验最终选定1 mmol/L 氟化铵和甲醇为流动相。

2.3 色谱柱的选择

已有文献多采用 C_{18} 类型的色谱柱进行抗氧化剂分离^[12-13]。因此,本文重点考察了9种抗氧化剂在 C_{18} 柱上的分离效果。分别比较了型号为50 mm × 2.1 mm × 1.8 μm 和150 mm × 3 mm × 2.7 μm 的 C_{18} 色谱柱。结果表明,9种抗氧化剂在2种色谱柱均有较好的分离,但由于抗氧化剂1010、抗氧化剂1076和抗氧化剂168具有长碳链的酯类物质,采用长色谱柱的分离时间较长。因此,最终选50 mm × 2.1 mm × 1.8 μm 的 C_{18} 色谱柱,既节约了时间,也可获得很好的分离效果。

2.4 线性范围、检出限及定量下限

将不同食品模拟物中的9种抗氧化剂系列标准工作溶液,按照已优化的仪器条件进行测定,每个浓度进行两次进样,取其平均值进行计算。

以峰面积(Y)对9种抗氧化剂的质量浓度(X , mg/L)绘制标准工作曲线。在优化实验条件下,9种抗氧化剂在0.3~6 mg/L 质量浓度范围内与响应值均呈良好的线性关系,相关系数(r)为0.997~0.999。方法具有较宽的线性范围,能很好地满足测试工作的需要。选取未检出抗氧化剂的塑料样品为空白试样进行迁移试验,取浸泡液进行不同浓度(低于限量)的加标,计算目标峰的 S/N 值,并进行实际实验验证。依据信噪比 $S/N \geq 3$ 确定检出限,信噪比 $S/N \geq 10$ 确定定量下限。通过计算得知,当质量浓度为0.1 mg/L 时,对应的 $S/N \geq 3$; 当质量浓度为0.3 mg/L 时,对应的 $S/N \geq 10$, 计算结果均满足检测要求。因此本方法中各抗氧化剂的检出限均为0.1 mg/L, 并且0.3 mg/L 的标准曲线最低非0浓度点恰好为本方法的定量下限浓度。

2.5 回收率与相对标准偏差

在待测样品的迁移测试过程中,7种不同的食品模拟物(水、4% 乙酸、10% 乙醇、20% 乙醇、50% 乙醇、95% 乙醇和异辛烷)采用实际塑料样品加标的方式进行抗氧化剂的精密度和准确度实验。分别在经不同空白样品浸泡的食品模拟物中添加3个不同水平的抗氧化剂,其中抗氧化剂168、抗氧化剂1076、抗氧化剂1010、叔丁基-4-羟基苯甲醚和2,4-二叔丁基苯酚的质量浓度为0.3、1.0、6.0 mg/L; 抗氧化剂264的质量浓度为0.3、3.0、6.0 mg/L; 抗氧化剂2246和2,2'-亚甲基双-(4-叔丁基-4-乙基苯酚)的加标质量浓度为0.3、1.5、3.0 mg/L; 4,4'-硫代双(6-叔丁基间甲基甲酚)的质量浓度为0.3、0.48、0.96 mg/L。每个加标水平单独测定6次。其中5种食品模拟物中的回收率和相对标准偏差见表2。结果表明,9种抗氧化剂的加标回收率为93.9%~106%, 相对标准偏差(RSD)为0.80%~9.3%(远低于20%), 表明本方法具有较好的准确度和精密性,符合方法要求。

2.6 实际样品的测试

对10款市售复合塑料食品包装样品进行测试。结果表明,6款样品在使用95% 乙醇作食品模拟物时,抗氧化剂1076的迁移量为1.3~3.3 mg/kg, 抗氧化剂168的迁移量为0.12~0.54 mg/kg, 图3为其中2种阳性样品的色谱图。对于水、4% 乙酸、10% 乙醇、20% 乙醇和50% 乙醇的食品模拟物分别进行迁移试验,9种抗氧化剂均未检出。以上结果可能是由于带羟基的抗氧化剂在95% 乙醇溶液中的溶解性更好的缘故。

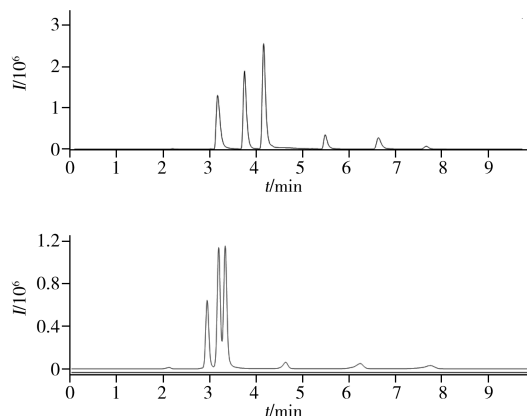


图2 不同 C_{18} 色谱柱对9种抗氧化剂的分离色谱图

Fig. 2 Spectra of nine antioxidants on different C_{18} chromatographic columns

up: 50 mm × 2.1 mm × 1.8 μm ; down: 150 mm × 3 mm × 2.7 μm

表2 9种抗氧化剂在不同食品模拟物中的回收率及相对标准偏差
Table 2 Recoveries and RSDs of 9 kinds of antioxidants in different food simulants

| Compound | Spiked (mg/L) | H ₂ O | | 4% AcOH | | 10% EtOH | | 95% EtOH | | Isooctane | |
|---|------------------|------------------|------------|-----------------|------------|-----------------|------------|-----------------|------------|-----------------|------------|
| | | Recovery (%) | RSD (%) | Recovery (%) | RSD (%) | Recovery (%) | RSD (%) | Recovery (%) | RSD (%) | Recovery (%) | RSD (%) |
| Antioxidant 2246 | 0.3 | 98.9 | 5.5 | 100 | 6.7 | 99.4 | 5.8 | 100 | 5.6 | 98.9 | 9.0 |
| | 1.5 | 97.8 | 5.6 | 100 | 4.2 | 103 | 5.4 | 101 | 5.0 | 100 | 6.0 |
| | 3.0 | 104 | 3.2 | 101 | 3.3 | 101 | 3.4 | 104 | 3.2 | 101 | 3.3 |
| 2, 2'-Methylene bis (4-ethyl-6-tert-butylphenol) | 0.3 | 97.8 | 4.1 | 98.3 | 7.3 | 98.3 | 6.3 | 99.4 | 3.3 | 98.9 | 3.5 |
| | 1.5 | 97.8 | 5.6 | 96.7 | 5.8 | 98.9 | 5.1 | 100 | 6.0 | 102 | 3.4 |
| | 3.0 | 102 | 3.9 | 99.4 | 2.5 | 102 | 3.4 | 103 | 3.8 | 99.4 | 2.5 |
| Antioxidant 264 | 0.3 | 102 | 6.4 | 98.3 | 6.3 | 98.3 | 4.7 | 100 | 5.2 | 95.0 | 1.9 |
| | 3.0 | 102 | 3.4 | 102 | 3.4 | 104 | 2.4 | 106 | 1.6 | 104 | 3.2 |
| | 6.0 | 103 | 4.2 | 103 | 4.7 | 98.6 | 2.9 | 102 | 3.9 | 102 | 3.4 |
| 4, 4'-Thio bis(3-methyl- 6-tert-butylphenol) | 0.3 | 98.3 | 7.3 | 98.9 | 4.1 | 103 | 6.0 | 97.8 | 5.6 | 96.7 | 4.4 |
| | 0.48 | 99.3 | 5.1 | 102 | 2.4 | 103 | 3.1 | 101 | 1.7 | 101 | 2.2 |
| | 0.96 | 101 | 1.1 | 102 | 2.2 | 100 | 1.9 | 100 | 1.0 | 102 | 1.4 |
| Butylated hydroxyanisole | 0.3 | 103 | 4.8 | 104 | 4.7 | 100 | 4.2 | 103 | 6.9 | 97.8 | 5.6 |
| | 1.0 | 98.3 | 2.7 | 104 | 1.7 | 101 | 3.4 | 102 | 4.6 | 102 | 3.7 |
| | 6.0 | 101 | 4.3 | 101 | 4.9 | 103 | 3.1 | 102 | 3.3 | 101 | 4.1 |
| 2, 4-Di-tert-butylphenol | 0.3 | 99.4 | 9.3 | 98.9 | 8.2 | 101 | 8.0 | 93.9 | 3.5 | 99.4 | 5.4 |
| | 1.0 | 105 | 5.6 | 103 | 4.2 | 102 | 4.9 | 99.3 | 3.3 | 100 | 3.7 |
| | 6.0 | 101 | 3.4 | 99.4 | 4.5 | 105 | 2.5 | 100 | 4.6 | 98.3 | 4.7 |
| Antioxidant 1010 | 0.3 | 101 | 3.3 | 97.2 | 5.0 | 101 | 6.1 | 97.2 | 5.5 | 101 | 7.7 |
| | 1.0 | 106 | 6.3 | 102 | 4.7 | 101 | 4.5 | 100 | 2.6 | 101 | 4.0 |
| | 6.0 | 101 | 3.2 | 103 | 5.1 | 103 | 4.7 | 102 | 2.2 | 102 | 4.7 |
| Antioxidant 1076 | 0.3 | 97.2 | 5.0 | 104 | 7.2 | 103 | 5.8 | 104 | 5.5 | 98.9 | 5.5 |
| | 1.0 | 105 | 5.9 | 98.1 | 2.0 | 104 | 4.6 | 100 | 3.8 | 101 | 5.9 |
| | 6.0 | 104 | 2.8 | 101 | 3.3 | 101 | 3.9 | 100 | 4.6 | 103 | 2.8 |
| Antioxidant 168 | 0.3 | 97.2 | 4.0 | 103 | 6.1 | 97.8 | 4.1 | 99.4 | 7.2 | 106 | 3.8 |
| | 1.0 | 99.5 | 0.80 | 100 | 4.8 | 99.7 | 5.6 | 104 | 4.2 | 102 | 3.2 |
| | 6.0 | 101 | 4.3 | 100 | 4.3 | 101 | 4.0 | 103 | 3.9 | 101 | 4.5 |

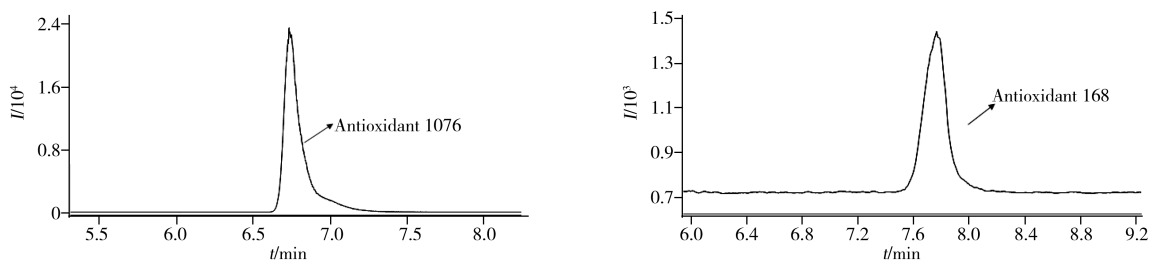


图3 两种阳性复合塑料食品包装样品的色谱图
Fig. 3 Chromatograms of two composite plastic food package samples

3 结 论

本文采用 UPLC-MS/MS 建立了塑料食品接触材料中 9 种抗氧化剂的检测方法。9 种抗氧化剂在 0.3~6 mg/L 范围内线性关系良好, 检出限均为 0.1 mg/L, 加标回收率为 93.9%~106%, RSD 为 0.80%~9.3%。研究结果表明该方法具有灵敏度和准确度高、操作简单、抗干扰能力强等优点, 能够满足塑料食品接触材料中 9 种抗氧化剂迁移量的日常检测需求。

参考文献:

- [1] Camacho W, Karlsson S. *Polym. Degrad. Stabil.*, **2000**, 71(1): 123-134.
- [2] Baloul H, Belhaneche-Bensemra N, Quirós A R B D, Sendon R. *J. Polym. Eng.*, **2018**, 38(9): 899-905.
- [3] Ping Q J, Huang X L, Liu S J, Huang W. *China Plast. Ind.* (平庆杰, 黄雪琳, 刘淑君, 黄伟. 塑料工业), **2017**, 45(10): 19-24.
- [4] Ouyang P, Xing X C, Zhang X M, Chen L. *Appl. Chem. Ind.* (欧阳平, 邢晓晨, 张贤明, 陈凌. 应用化工), **2015**, 44(2): 344-348.

- [5] Chen L W, Wu C S, Wang Y, Wu Y L, Wang L, Dong H, Wang B, Luo H Y. *J. Instrum. Anal.* (陈立伟, 吴楚森, 汪毅, 吴玉玺, 王莉, 董浩, 王斌, 罗海英. 分析测试学报), **2016**, 35(2): 206–212.
- [6] GB 9685–2016. National Food Safety Standard for Use of Additives in Food Contact Materials and Articles. National Standards for Food Safety of the People's Republic of China(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. 中华人民共和国食品安全国家标准).
- [7] Dopico–García M S, López–Vilariño J M, González–Rodríguez M V. *J. Agric. Food Chem.*, **2007**, 55(8): 3225–3231.
- [8] Nerín C, Fernández C, Domeño C, Salafranca J. *J. Agric. Food Chem.*, **2003**, 51(19): 5647–5653.
- [9] Reingruber E, Himmelsbach M, Sauer C, Buchberger W. *Polym. Degrad. Stabil.*, **2010**, 95(5): 740–745.
- [10] Ai L F, Guo C H, Ge S H, Chen R C, Zhao A K. *J. Instrum. Anal.* (艾连峰, 郭春海, 葛世辉, 陈瑞春, 赵安康. 分析测试学报), **2011**, 30(1): 13–17.
- [11] Wang C Y, Li C F, Lin J F, Xie T T, Chu N Q. *Chin. J. Chromatogr.* (王成云, 李成发, 林君峰, 谢堂堂, 褚乃清. 色谱), **2017**, 35(5): 509–519.
- [12] Fan S, Zou J H, Li L P, Zhang N, Liu W, Li B, Zhao X D, Wu G H, Xue Y, Zhao R. *Chin. J. Chromatogr.* (范赛, 邹建宏, 李丽萍, 张楠, 刘伟, 李兵, 赵旭东, 吴国华, 薛颖, 赵榕. 色谱), **2014**, 32(9): 999–1004.
- [13] Li C F, Li Y, Chen Z N, Liang F, Chen X H, Wu S J, Li Y T, Sun X Y. *Chin. J. Chromatogr.* (李成发, 李英, 陈枝楠, 梁烽, 陈旭辉, 吴绍精, 李泳涛, 孙小颖. 色谱), **2014**, 32(6): 616–622.
- [14] Lian H F, Du L J, Liu G H, Liu H Y, Yao Y T, Mu X J. *Farm Prod. Process.* (廉慧锋, 杜利君, 刘国红, 刘红艳, 姚亚婷, 穆夏洁. 农产品加工), **2013**, 3: 65–68.
- [15] Xiong Z Q, Wang L B, Li N T, Yu Y J, Jia X C. *Chin. J. Chromatogr.* (熊中强, 王利兵, 李宁涛, 于艳军, 贾晓川. 色谱), **2011**, 29(3): 273–276.
- [16] Kang Y Z, Chen P C. *Food Mach.* (康英章, 陈潘储. 食品与机械), **2006**, 22(2): 3–7.
- [17] Wang L, Li Z R, Chen L W, You H Y, Wu C S, Han W Q, Xian Y P, Luo H Y. *J. Food Saf. Qual.* (王莉, 李泽荣, 陈立伟, 尤海云, 吴楚森, 韩婉清, 洗燕萍, 罗海英. 食品安全质量检测学报), **2015**, 6(12): 4726–4732.
- [18] Wang C Y, Shen Y W, Li C F, Lin J F. *Plast. Addit.* (王成云, 沈雅雯, 李成发, 林君峰. 塑料助剂), **2017**, 4: 44–51.
- [19] Zhang N, Wang Y, Wang W W, Xiao H, Yan C. *Prog. Mod. Biomed.* (张宁, 王彦, 王薇薇, 肖汉, 闫超. 现代生物医学进展), **2018**, 18(14): 2623–2630.
- [20] Tian M, Cui J T, Li C Z, Yu H G, Song X Y, Gao J G. *J. Food Saf. Qual.* (田敏, 崔家涛, 李常铮, 于洪观, 宋晓云, 高建国. 食品安全质量检测学报), **2016**, 7(3): 1176–1180.
- [21] GB 31604.1–2015. National Food Safety Standard, General Rules for Migration Test of Food Contact Materials and Products. National Standards for Food Safety of the People's Republic of China(食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则. 中华人民共和国食品安全国家标准).

(责任编辑: 龙秀芬)