

应用气相色谱模拟分离软件快速检测火腿肠及肠衣中的塑化剂

汪聪茜^{1,2}, 傅厚墩², 万昆², 朱天容^{1,2}, 宋春宇^{3,*}, 胡思前^{1,2,*}

(1.光电化学材料与器件教育部重点实验室(江汉大学), 湖北 武汉 430056;

2.江汉大学化学与环境工程学院, 湖北 武汉 430056; 3.武汉市第二医院, 湖北 武汉 430012)

摘要: 利用气相色谱模拟分离软件, 测定火腿肠及其肠衣中的塑化剂邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二丁酯、邻苯二甲酸二环己酯、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯和邻苯二甲酸二正辛酯的含量。对比超声提取和索式提取2种前处理方法对样品中塑化剂的提取效果, 确定了程序升温条件, 采用外标法定量。结果表明: 6种标准物质的标准曲线 R^2 为0.996 7~0.998 8, 最小检出限为0.04 mg/kg, 相对标准偏差为5.0%~9.3%; 索式提取法的提取效果更显著, 某些火腿肠和火腿肠肠衣中含有高含量的生殖致癌物邻苯二甲酸酯类物质。

关键词: 火腿肠; 塑化剂; 模拟分离; 气相色谱

Fast Detection of Plasticizers in Sausage and Casing Based on Gas Chromatography Separation Simulation Software

WANG Congqian^{1,2}, FU Houtun², WAN Kun², ZHU Tianrong^{1,2}, SONG Chunyu^{3,*}, HU Siqian^{1,2,*}

(1.Key Laboratory of Optoelectronic Chemical Materials and Devices (Jiangnan University), Ministry of Education,

Wuhan 430056, China; 2.College of Chemistry and Environmental Engineering, Jiangnan University, Wuhan 430056, China;

3.Second Hospital of Wuhan, Wuhan 430012, China)

Abstract: Gas chromatography separation simulation software was used to determine the contents of the plasticizers dimethyl phthalate (DMP), diethyl phthalate (DEP), dibutyl phthalate (DBP), dicyclohexyl phthalate (DCHP), bis(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP) and di-*n*-octyl phthalate (DNOP) in sausage and casing. Ultrasonic-assisted extraction and Soxhlet extraction were compared for their efficiencies in the extraction of plasticizers. The optimum temperature programming condition was established. The plasticizers were quantified by the external standard method. Overall, the correlation coefficients for six plasticizers were 0.996 7–0.998 8, and the lowest detection limits was 0.04 mg/kg. The precision expressed as relative standard deviation was 5.0%–9.3%. Soxhlet extraction showed higher extraction efficiency than ultrasonic-assisted extraction. Some samples of sausage and casing were found to contain significant amounts of carcinogenic phthalates.

Keywords: sausage; plasticizer; simulated separation; gas chromatography

DOI:10.7506/rlyj1001-8123-201804008

中图分类号: TS207.3

文献标志码: A

文章编号: 1001-8123 (2018) 04-0044-04

引文格式:

汪聪茜, 傅厚墩, 万昆, 等. 应用气相色谱模拟分离软件快速检测火腿肠及肠衣中的塑化剂[J]. 肉类研究, 2018, 32(4): 44-47. DOI:10.7506/rlyj1001-8123-201804008. <http://www.rlyj.pub>

WANG Congqian, FU Houtun, WAN Kun, et al. Fast detection of plasticizers in sausage and casing based on gas chromatography separation simulation software[J]. Meat Research, 2018, 32(4): 44-47. DOI:10.7506/rlyj1001-8123-201804008. <http://www.rlyj.pub>

塑化剂的主要成分是邻苯二甲酸酯 (phthalates, PAEs) 类物质, 它具有种类多、难以降解、生物富集

性强的特点, 对人体和其他动物均有较大的毒性^[1]。近几年, 研究人员发现PAEs类污染物对儿童的危害更大,

收稿日期: 2018-01-15

基金项目: 武汉市科技攻关计划项目 (2014022905011274)

第一作者简介: 汪聪茜 (1994—), 女, 硕士研究生, 研究方向为功能材料及其污染控制化学。E-mail: 2679271365@qq.com

*通信作者简介: 胡思前 (1963—), 男, 教授, 本科, 研究方向为功能材料及其污染控制化学。E-mail: husiqian@126.com

宋春宇 (1978—), 女, 副主任医师, 硕士, 研究方向为内分泌系统。E-mail: lynn_song@163.com

主要表现在致癌^[2]、致畸^[3]及免疫抑制性^[4]方面,并会使人体的生殖功能出现异常^[5]。到目前为止,可能含有塑化剂的产品有食品包装袋、保鲜膜^[6]、一次性塑料水杯、塑料手套、雨衣、鞋类、皮革类仿制品、浴室窗帘等日用品^[7]、发胶、口红、指甲油、乳液等化妆品以及方便面、白酒^[8]、食用油^[9]、浓汤类食品、粉末清洁用品、医疗仪器(注射针筒、血袋和医疗用塑胶软管)、儿童玩具等^[10]。用于食品包装膜的增塑剂^[11]主要为PAEs,如邻苯二甲酸二(α -乙基己酯)酯(bis(2-ethylhexyl) phthalate, DEHP)、邻苯二甲酸丁二酯(dibutyl phthalate, DBP)、邻苯二甲酸二环己酯(dicyclohexyl phthalate, DCHP)、邻苯二甲酸二正辛酯(di-*n*-octyl phthalate, DNOP)、邻苯二甲酸二甲酯(dimethyl phthalate, DMP)和邻苯二甲酸二乙酯(diethyl phthalate, DEP)等。此类增塑剂属于外增塑剂,一般不与聚合物发生化学反应,容易受到外部环境因素,如温度、使用时间及pH值的影响而释放到环境中^[12]。即使与食物接触时并未加热,尤其是表面具有非极性油脂的鱼肉等食物,塑化剂也容易溶出,从而随食品进入人体,对人体健康造成威胁^[13-14]。

火腿肠及其包装膜中塑化剂的提取方法有索式提取、超声提取、振荡提取及微波萃取等^[15-16],检测方法有气相色谱(gas chromatography, GC)法、GC-质谱(mass spectrometry, MS)法及液相色谱法等^[17-19]。采用GC模拟分离软件快速分析检测火腿肠及其肠衣中的塑化剂还未见报道。本研究采用索氏提取和超声提取2种方法处理火腿肠及其肠衣,利用本课题组自主研发的GC模拟分离软件^[20]快速检测其中的塑化剂,所检测塑化剂的主要种类为DMP、DEP、DBP、DCHP、DEHP和DNOP。本研究对食品中塑化剂种类的测定具有积极意义。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

DMP、DEP、DBP、DCHP、DEHP、DNOP、正己烷、丙酮(均为分析纯) 国药集团化学试剂有限公司。

1.2 仪器与设备

Clarus 500气相色谱仪 美国珀金埃尔默仪器(上海)有限责任公司; Elite-5毛细管柱 美国Perkin Elmer公司; W-2微量进样器 上海安亭微量进样器厂; GCD-300A氢气发生器 北京中惠普分析技术研究所。

1.3 方法

1.3.1 GC条件

色谱柱型号: Elite-5 (Crossbond 5%二苯基-95%二甲基聚硅氧烷)石英毛细管柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μ m); 进样口温度250 $^{\circ}$ C; 氢火焰离子化检测器

温度250 $^{\circ}$ C; 载气: 氮气, 流速30 mL/min; 空气流速450 mL/min; 氢气流速45 mL/min; 程序升温; 进样方式: 分流进样; 分流比1:4; 进样量1.0 μ L^[21-22]。GC模拟分离软件应用程序为本课题组设计^[23]。

1.3.2 溶液配制

标准储备液的配制^[24]: 分别准确称取各标准品(精确至0.1 mg), 用少量正己烷溶解后, 定容至100 mL, 配制成质量浓度为1 000 mg/L的标准储备液, 于4 $^{\circ}$ C冰箱中避光保存。

标准溶液的配制: 将1 000 mg/L的标准储备液用正己烷稀释, 配制质量浓度均分别为1、2、4、8、10 μ g/mL的混合标准溶液。利用外标峰高法定量。

1.3.3 GC模拟分离

采用本课题组自主研发的GC模拟分离条件的软件进行模拟分离。

1.3.3.1 校正组分的调整保留时间随柱温变化的参数

组分的调整保留值(或容量因子)(k)的对数与绝对温度(T)的倒数呈线性关系: $\ln k = a + b/T$ 。其中, a 和 b 为与化合物种类有关的常数, 测出时间为1.60 min。

1.3.3.2 校正保留时间和柱效

校正操作时, 进行等温操作, 反复调整模拟分离的柱长、容量因子和载气流速等参数, 直到模拟分离的化合物的保留时间非常接近真实实验测得的保留时间为止。调整塔板高度, 使模拟分离的化合物的色谱峰峰宽与真实实验测得的色谱峰峰宽一致。

1.3.3.3 等温模拟分离

在模拟软件数据库中, 选定需要模拟分离的塑化剂DMP、DEP、DBP、DCHP、DEHP和DNOP, 反复调整柱温, 使需要分离的组分的分离度大于1.5, 色谱峰形完整, 快速分离, 且分离完全。

1.3.3.4 程序升温模拟分离

毛细管气相色谱分离多数采用程序升温^[25]。通过6组对照实验, 测得出峰时间与实际标准样品的保留时间相对偏差为0.059%~2.130%。6种PAEs物质标准品的分离采用的2种升温程序为: a) 初始温度60 $^{\circ}$ C, 保持1 min, 以20 $^{\circ}$ C/min的速率升温至200 $^{\circ}$ C, 稳定1 min, 然后以5 $^{\circ}$ C/min的速率升温至280 $^{\circ}$ C; b) 初始温度100 $^{\circ}$ C, 保持1 min, 以20 $^{\circ}$ C/min的速率升温至220 $^{\circ}$ C, 稳定1 min, 然后以5 $^{\circ}$ C/min的速率升温至280 $^{\circ}$ C。根据6种标准物质的分离效果选择合适的升温程序。

1.3.4 样品预处理

将火腿肠的肠衣洗净、沥干、剪碎, 将火腿也剪碎, 并混合均匀^[26]。样品1~6分别为香辣香脆肠肠肉、香辣香脆肠肠衣、玉米热狗肠肠肉、玉米热狗肠肠衣、香辣风味香肠(高油型)肠肉和香辣风味香肠(高油型)肠衣。

超声提取^[27]: 准确称取6种样品各0.2 g(精确至0.1 mg), 置于带塞的碘量瓶中, 用20 mL正己烷将样品分散均匀, 经SB25-12DT超声清洗机超声提取30 min(温度40 ℃), 通过循环水式多用真空泵减压抽滤, 用正己烷重复提取3次, 每次10 mL, 最后合并滤液, 并用正己烷定容至50 mL, 待GC分析。

索氏提取^[28]: 准确称取6种样品适量(0.5~1.0 g)于滤纸包中, 在索氏提取装置中, 以50 mL正己烷作为溶剂, 经恒温水浴(温度80~100 ℃, 回流时间8~10 h)提取完全后, 静置冷却。发现6种无色提取液中均有不同程度的分层现象。将各样品溶液分液, 向各层中滴加正己烷, 能被溶解的提取液层用正己烷定容至100 mL。待GC分析。

2 结果与分析

2.1 GC定性分析

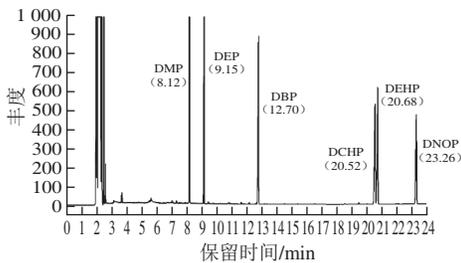


图1 6种塑化剂标准物质的GC图谱

Fig. 1 Gas chromatograms of 6 plasticizer standards

采用保留时间定性。由图1可知, 在本研究的色谱条件下, 6种物质均得到很好地分离, 经单个标准样品定性, 6种物质的出峰顺序依次为DMP、DEP、DBP、DCHP、DEHP和DNOP。

2.2 外标峰高法定量回归分析

表1 6种塑化剂标准物质的回归方程、 R^2 和检出限
Table 1 Calibration curve equations, R^2 and detection limits for 6 plasticizer standards

标准物质名称	回归方程	R^2	检出限/(mg/kg)
DMP	$y=173.6895+173.9802x$	0.9983	0.04
DEP	$y=110.2270+136.1470x$	0.9982	0.08
DBP	$y=114.7725+74.9940x$	0.9986	0.11
DCHP	$y=42.1024+35.8100x$	0.9972	0.53
DEHP	$y=74.2968+47.8032x$	0.9967	0.19
DNOP	$y=10.0596+31.6376x$	0.9988	0.56

注: 进样混合标准溶液中各标准物质的质量浓度均为1.0 mg/L; 根据信噪比(R_{SN})=3, 计算得出6种物质的检出限。

以峰高(y)对相应标准物质的质量浓度(x)进行线性回归。由表1可知, 6种PAEs标准曲线的 R^2 均较高, 均大于0.99, 能够满足实验要求。6种PAEs的检出限为0.04~0.56 mg/kg。

2.3 6种塑化剂标准物质的GC分离结果

表2 6种塑化剂标准物质的保留时间
Table 2 Retention times of 6 plasticizer standards

标准物质名称	DMP	DEP	DBP	DCHP	DEHP	DNOP
T_1 /min	6.04	6.95	9.54	15.93	16.06	18.43
T_2 /min	8.12	9.11	12.74	20.50	20.68	23.25

注: T_1 : 采用升温程序b时的保留时间; T_2 : 采用升温程序a时的保留时间。

采用1.3.3.4节中的升温程序b: 初始温度100 ℃, 保持1 min, 以20 ℃/min的速率升温至220 ℃, 稳定1 min, 然后以5 ℃/min的速率升温至280 ℃。由表2可知, 比较保留时间可得, DCHP和DEHP的分离度小于1.5, 二者未完全分离, 故调整升温程序: 降低初始温度至60 ℃, 保持1 min, 以20 ℃/min的速率升温至200 ℃, 稳定1 min, 然后以5 ℃/min的速率升温至280 ℃。在此条件下, 6种标准品的分离度大于1.5, 能够完全分离。

2.4 精密度实验结果

分别移取5 mL 6种标准物质的中间工作溶液于6个25 mL比色管中, 向其中加入等体积的样品溶液, 连续进样^[29], 计算得到DMP、DEP、DBP、DCHP、DEHP和DNOP 6种标准物质的相对标准偏差分别为8.8%、9.1%、9.3%、6.7%、7.9%及5.0%, 在5.0%~9.3%之间, 表明方法的精密度较好。

2.5 实际样品测定

表3 超声提取法所得样品中PAEs的含量
Table 3 Contents of PAEs in real samples determined by ultrasonic-assisted extraction

样品编号	mg/g						总计
	DMP	DEP	DBP	DCHP	DEHP	DNOP	
1	ND	ND	0.7956	0.4783	0.0863	0.0198	1.3800
2	ND	0.0276	1.0879	0.9386	0.9018	0.3681	3.3240
3	ND	ND	ND	0.2693	ND	ND	0.2693
4	ND	ND	1.0041	0.7318	0.6683	ND	2.4042
5	0.0371	ND	0.6539	0.2365	0.0411	ND	0.9686
6	0.7693	0.0349	2.9983	1.7793	0.7749	0.0396	6.3963

注: ND: 未检出。下同。

表4 索氏提取法所得样品中PAEs的含量
Table 4 Contents of PAEs in real samples determined by Soxhlet extraction

样品编号	mg/g						总计
	DMP	DEP	DBP	DCHP	DEHP	DNOP	
1	0.0457	0.0328	1.4921	1.9274	0.4073	0.0248	3.9301
2	1.6566	0.8938	19.0645	6.7863	2.3976	0.9785	31.7773
3	0.0374	ND	ND	0.4879	0.3601	ND	0.8854
4	0.9563	ND	17.7362	3.8593	1.9783	ND	24.5301
5	1.8394	0.7371	2.5394	0.4767	0.5916	0.0534	6.2376
6	2.9183	1.1979	21.8965	9.0172	2.1689	1.0317	38.2305

由表3~4可知, 肠肉、肠衣中均有不同程度的增塑剂污染。由表3可知, 样品1中DMP和DEP均未检出, 样品3中只检出DCHP; 由表4可知, 样品1中6种塑化剂均检出, 样品3中检出DMP、DCHP和DEHP。由2种方法



测得的塑化剂总量可以看出, 索氏提取法明显优于超声提取法, 这是由于索氏提取比超声提取处理样品的时间更长。肠衣膜中PAEs的含量大于肠肉中的含量, 例如, 在索氏提取法所得样品中, 样品2中PAEs的总含量为31.777 3 mg/g, 而样品1中为3.930 1 mg/g, 因此塑料包装食品中的PAEs可能来源于塑料包装中PAEs的迁移。索氏提取法所得样品3所含的PAEs总含量为0.885 4 mg/g, 而样品5的总含量为6.237 6 mg/g, 样品5的含油量明显高于样品3, 说明油脂含量越高, PAEs的迁移量可能越大^[30]。GB 5009.271—2016《食品安全国家标准 食品中邻苯二甲酸酯的测定》^[24]规定, PAEs不得接触油脂性食品。将本研究测得的样品中PAEs的含量与GB 5009.271—2016中的含量进行比较, 可以发现样品中PAEs的超标比较严重。

3 结论

本研究采用超声提取和索氏提取2种方法对肠肉及肠衣中的PAEs进行提取, 根据对样品中6种PAEs的含量进行分析, 发现索氏提取法更能有效提取PAEs; 通过GC模拟软件实现了对DMP、DEP、DBP、DCHP、DEHP和DNOP 6种塑化剂的完全分离, 确定了适用于Elite-5色谱柱的分离条件, 且6种塑化剂均能在25 min内完全分离; 采用保留时间定性、外标法定量, 6种PAEs的标准曲线 R^2 为0.996 7~0.998 8, 相对标准偏差在5.0%~9.3%之间; 肠肉、肠衣样品中均有不同程度的塑化剂污染。

参考文献:

[1] FANG Yue, ZHANG Lishuang, WANG Jing, et al. Biodegradation of phthalate esters by a newly isolated *Acinetobacter* sp. strain LMB-5 and characteristics of its esterase[J]. *Pedosphere*, 2017, 27(3): 606-615. DOI:10.1016/S1002-0160(17)60355-2.

[2] WANG Hexing, ZHOU Ying, TANG Chuanxi, et al. Urinary phthalate metabolites are associated with body mass index and waist circumference in Chinese school children[J]. *PloS One*, 2013, 8(2): e56800. DOI:10.1371/journal.pone.0056800.

[3] AMIN M M, PARASTAR S, EBRAHIMPOUR K, et al. Association of urinary phthalate metabolites concentrations with body mass index and waist circumference[J]. *Environmental Science and Pollution Research*, 2018, 25(5): 1-9. DOI:10.1007/s11356-018-1413-8.

[4] CHOPRA V, HARLEY K, LAHIF M, et al. Association between phthalates and attention deficit disorder and learning disability in U.S. children, 6-15 years[J]. *Environmental Research*, 2014, 128(1): 64-69. DOI:10.1016/j.envres.2013.10.004.

[5] 王民生. 邻苯二甲酸酯(塑化剂)的毒性及对人体健康的危害[J]. *江苏预防医学*, 2011, 22(4): 68-70. DOI:10.3969/j.issn.1006-9070.2011.04.035.

[6] CHEN Ning, SHU Ai, HAO Wenjuan, et al. Contamination of phthalate esters in vegetable agriculture and human cumulative risk assessment[J]. *Pedosphere*, 2017, 27(3): 439-451. DOI:10.1016/S1002-0160(17)60340-0.

[7] 刘超, 李来生, 许丽丽, 等. HPLC测定一次性塑料制品中邻苯二甲酸酯类增塑剂[J]. *化学研究与应用*, 2007, 19(7): 835-837. DOI:10.3969/j.issn.1004-1656.2007.07.026.

[8] 李镁娟, 许育民. 白酒中塑化剂检测及去除[J]. *中国酿造*, 2015, 34(11): 23-26. DOI:10.11882/j.issn.0254-5071.2015.11.006.

[9] 历闫, 伍军, 胡光辉. 气相色谱质谱法测定食用油中16种邻苯二甲酸酯类增塑剂[J]. *食品工业科技*, 2016, 37(8): 81-84. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2016.08.008.

[10] 王成云, 张绍文, 张伟亚. PVC玩具和儿童用品中6种限用邻苯二甲酸酯类增塑剂的同时测定[J]. *分析与测试*, 2008, 36(2): 30-33.

[11] 李晓芹, 金尉, 王莉莉. 食品中邻苯二甲酸酯测定方法的优化[J]. *中国食品添加剂*, 2017(1): 178-183. DOI:10.3969/j.issn.1006-2513.2017.01.022.

[12] WANG Ling, JIANG Guibin, CAI Yaqi, et al. Cloud point extraction coupled with HPLC-UV for the determination of phthalate esters in environmental water samples[J]. *Journal of Environmental Sciences*, 2007, 19(7): 874-878. DOI:10.3321/j.issn:1001-0742.2007.07.017.

[13] 孙宝国, 孙金沅. 邻苯二甲酸类化合物的天然存在及安全性问题的讨论[J]. *中国食品学报*, 2011, 11(8): 1-8. DOI:10.3969/j.issn.1009-7848.2011.08.001.

[14] MOREIRA M A, ANDRÉ L C, CARDEAL Z D L. Analysis of plasticiser migration to meat roasted in plastic bags by SPME-GC/MS[J]. *Food Chemistry*, 2015, 178(2): 195-200. DOI:10.1016/j.foodchem.2015.01.078.

[15] 奚晔, 李宏亮, 詹铭. 气相色谱质谱法测定食品塑料保鲜袋中塑化剂[J]. *大家健康(学术版)*, 2011, 5(7): 37-40.

[16] 王东辉, 李懿睿, 田玉平, 等. 食品包装用塑料中八种邻苯二甲酸酯的检测方法[J]. *氨基酸和生物资源*, 2010, 32(3): 83-86. DOI:10.3969/j.issn.1006-8376.2010.03.022.

[17] 李静, 殷超. 气相色谱技术在食品安全检测中应用[J]. *现代食品*, 2017, 6(11): 47-48. DOI:10.16736/j.cnki.cn41-1434/ts.2017.11.017.

[18] 黄理纳, 陈阳, 蚊乐洲, 等. 气相色谱-质谱法分析玩具PVC塑料中的邻苯二甲酸酯增塑剂[J]. *检验检疫科学*, 2005, 15(增刊1): 22-25. DOI:10.3969/j.issn.1674-5354.2005.z1.006.

[19] 薄艳娜, 李蓉, 张朋杰, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定焙烤食品及其塑料包装中31种邻苯二甲酸酯[J]. *色谱*, 2016, 34(9): 868-879. DOI:10.3724/SP.J.1123.2016.05008.

[20] 胡思前, 傅厚墩. 气相色谱分析仿真软件: 中国, 2014SR026354[P]. 2014-03-05.

[21] 马家丰, 侯鹏. 气相色谱技术在食品安全检测中的应用[J]. *中国药物经济学*, 2018, 13(2): 126-128. DOI:10.12010/j.issn.1673-5846.2018.02.040.

[22] 丁红梅, 朱云, 张霞, 等. 气相色谱法测定肉制品中甲基汞[J]. *肉类研究*, 2013, 27(5): 14-16.

[23] 谭芳, 胡思前, 傅厚墩. 气相色谱教学实验仿真软件的设计与应用[J]. *分析仪器*, 2014(2): 105-109. DOI:10.3969/j.issn.1001-232x.2014.02.023.

[24] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 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, 2016.

[25] 宗万里. 毛细管气相色谱法测定肉制品中脱氢乙酸含量[J]. *肉类研究*, 2012, 26(3): 39-41.

[26] 张玉美, 张明洪, 李红梅, 等. 食品级塑料包装袋中16种塑化剂的3种前处理方法研究[J]. *职业与健康*, 2018, 34(1): 32-39. DOI:10.13329/j.cnki.zyyjk.2018.0009.

[27] 杨晶, 张杰, 潘馨, 等. 超声萃取-气相色谱/质谱法同时检测酱油中14种邻苯二甲酸酯[J]. *包头医学院学报*, 2017, 33(6): 107-109. DOI:10.16833/j.cnki.jbmc.2017.06.048.

[28] 黄永辉. GC-MS法同时测定塑料玩具中22种邻苯二甲酸酯增塑剂[J]. *塑料科技*, 2011, 39(1): 94-98. DOI:10.3969/j.issn.1005-3360.2011.01.013.

[29] 黄建明, 黄镇, 黄祖新. 气相色谱法测定黄酒中的高级醇[J]. *福建分析测试*, 2009, 18(2): 26-30. DOI:10.3969/j.issn.1009-8143.2009.02.007.

[30] 彭碧宁, 李忠, 林加燕, 等. 食品中22种邻苯二甲酸酯类的测定及包装材料中邻苯二甲酸酯类迁移量的研究[J]. *口岸卫生控制*, 2014, 19(4): 17-25. DOI:10.3969/j.issn.1008-5777.2014.04.006.