

2-28-2015

Using GC–MS and ELISA kits for comparative analysis of plasticizers in red wine

CAO Bipu

College of Life Sciences, South China Agricultural University, Guangzhou, Guangdong 510642, China

CAO Yong

College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou, Guangdong 510642, China

MIAO Jianyin

College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou, Guangdong 510642, China

See next page for additional authors

Follow this and additional works at: <https://www.ifoodmm.cn/journal>

 Part of the [Food Science Commons](#)

Recommended Citation

Bipu, CAO; Yong, CAO; Jianyin, MIAO; Sufang, CAO; Guo, LIU; and Rongwei, TAN (2015) "Using GC–MS and ELISA kits for comparative analysis of plasticizers in red wine," *Food and Machinery*. Vol. 31: Iss. 1, Article 19.

DOI: 10.13652/j.issn.1003-5788.2015.01.019

Available at: <https://www.ifoodmm.cn/journal/vol31/iss1/19>

This Safety & Inspection is brought to you for free and open access by Food and Machinery. It has been accepted for inclusion in Food and Machinery by an authorized editor of Food and Machinery.

Using GC–MS and ELISA kits for comparative analysis of plasticizers in red wine

Authors

CAO Bipu, CAO Yong, MIAO Jianyin, CAO Sufang, LIU Guo, and TAN Rongwei

ELISA 试剂盒法与 GC—MS 法检测红酒中塑化剂的比较研究

Using GC—MS and ELISA kits for comparative analysis of plasticizers in red wine

曹必溥¹ 曹庸² 苗建银²

CAO Bi-pu¹ CAO Yong² MIAO Jian-yin²

曹素芳² 刘果² 谭荣威²

CAO Su-fang² LIU Guo² TAN Rong-wei²

(1. 华南农业大学生命科学学院, 广东 广州 510642; 2. 华南农业大学食品学院, 广东 广州 510642)

(1. College of Life Sciences, South China Agricultural University, Guangzhou, Guangdong 510642, China;

2. College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou, Guangdong 510642, China)

摘要:采用气相色谱—质谱法和 ELISA 试剂盒法对比分析红酒中塑化剂含量。通过改进气相色谱—质谱法样品检测前处理条件,以及两种检测方法的对比分析,研究适合红酒中塑化剂的检测方法。结果表明:ELISA 试剂盒法与 GC—MS 法两种方法的前处理对塑化剂的萃取效果相差不大,且检测出红酒中塑化剂的主要种类为 DIBP、DBP、DEHP。GC—MS 法检测红酒中塑化剂具有高精度和高回收率,完全满足红酒中塑化剂检测的要求;试剂盒法的检测值比 GC—MS 法的检测值要大 3.4~5.5 倍,但是这不影响 ELISA 试剂盒法作为一种初步的快速检测方法的应用。

关键词:GC—MS; ELISA; 红酒; 塑化剂

Abstract: There were two methods to detect the plasticizers of red wine. The first one was a traditional method(GC—MS) and another one was a new method-ELISA kit. An improved pre-processing of GC—MS and the comparative analysis of the two methods was used to find a novel detection method. The results: there was a little difference for the rate of plasticizer extraction with different pre-treatment. And DIBP, DBP, DEHP were detected. The GC—MS method demonstrated high precision and recovery. The GC—MS method was a excellent method to detect the plasticizers of red wine. The detection results of ELISA kit were 3.4 to 5.5 times larger than the GC—MS method. It was enough for ELISA kit as a rapid detection method of the plasticizers of red wine.

基金项目:国家科技支撑计划(编号:2012BAK17B00)

作者简介:曹必溥(1988—),男,华南农业大学在读硕士研究生。

E-mail:caobipu@163.com

通讯作者:曹庸

收稿日期:2015-01-09

Keywords:GC—MS; ELISA; wine; plasticizer

据法国国际葡萄酒与烈酒展览会公布的一项最新研究^[1],中国已超过法国和意大利,成为全球最大的红酒消费国。近年来酒类中塑化剂超标的问题引起了人们强烈关注,然而关于红酒中塑化剂检测的研究未见于报道。塑化剂又称增塑剂,是一种增加材料的柔软性或使材料液化的添加剂,其本质是一类邻苯二甲酸酯类化合物,主要是用于塑料制品中,增加塑料的弹性。研究^[2-4]显示,塑化剂为激素类环境污染物,对人体和动物均有一定的危害,可致癌、致畸及免疫抑制。

目前常用的塑化剂检测方法有:气相色谱^[5-7](GC)、高效液相色谱法^[8,9](HPLC)、气质联用法^[10-13](GC—MS)、液质联用法^[14-16](HPLC—MS)。然而在塑化剂检测中,不同试验样品的检测前处理具有较大差异,且可能对检测结果的准确性产生影响。相比上述常用的检测方法,ELISA 试剂盒法是一种新型的检测方法。ELISA 是以免疫学反应为基础,将抗原、抗体的特异性反应,以及酶的高效催化作用相结合的一种敏感性很高的试验技术,但这种新型的塑化剂检测方法目前还没有广泛使用,其检测准确性有待验证和分析。本研究拟分别采用经典的检测塑化剂法——GC—MS 法,与新型的快速检测方法——ELISA 试剂盒法,对比分析红酒中的塑化剂含量,同时对 GC—MS 法样品检测前处理进行了改进,并以 GC—MS 法为标准来检验 ELISA 试剂盒法的检测

效果。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

红酒:某3种品牌,市售;

邻苯二甲酸二丁酯(DBP)ELISA检测试剂盒:北京普赞生物技术有限公司;

SPE固相萃取小柱:迪马科技有限公司。

16种邻苯二甲酸酯类的混合标准品(文中所指的混标如无其他说明,均指此标准品):邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二(2-甲氧基)乙酯(DMEP)、邻苯二甲酸二(4-甲基-2-戊基)酯(BMPP)、邻苯二甲酸二(2-乙氧基)乙酯(DEEP)、邻苯二甲酸二戊酯(DPP)、邻苯二甲酸二己酯(DHXP)、邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)、邻苯二甲酸二(2-丁氧基)乙酯(DBEP)、邻苯二甲酸二环己酯(DCHP)、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)、邻苯二甲酸二苯酯(DR)、邻苯二甲酸二正辛酯(DNOP)、邻苯二甲酸二壬酯(DNP);迪马科技有限公司;

丙酮、正己烷、甲醇、甲基叔丁基醚:色谱级,迪马科技有限公司;

试验用水均为去离子水。

1.2 仪器与设备

GC—MS:7890A-5975C型,安捷伦有限公司;

酶标仪:EnSpire 2300型,铂金埃尔默仪器有限公司;

纯水系统:POSEIDON-R70型,厦门锐思捷科学仪器有限公司;

旋涡振荡器:XW-80A型,上海精科实业有限公司;

低速离心机:DL-5-B型,中国上海安亭科学仪器厂。

1.3 方法

1.3.1 GC—MS法检测红酒中塑化剂

(1) 样品预处理:准确量取5 mL样品置于具塞玻璃管中,加入10 mL体积比为1:1的正己烷和甲基叔丁基醚混合液(简称混合萃取液),充分涡旋混合4 min,4 000 r/min离心20 min,取上清液,再用10 mL混合液萃取液重复提取2次,合并3次上清液,于40℃水浴中氮吹至近干,用正己烷定容至2 mL,待净化。

(2) 预处理样品净化:①活化:向SPE小柱中加入1.0 g无水硫酸钠,再依次加入丙酮5 mL、正己烷5 mL,弃去流出液;②上样:加入待净化液,流速控制在1 mL/min内,收集流出液;③洗脱:依次加入正己烷5 mL、4%丙酮—正己烷溶液5 mL,接收流出液,合并上样、洗脱流出液;④重新溶解:40℃缓慢氮气流条件下吹至近干,用正己烷定容至1 mL,供GC—MS检测。

(3) GC—MS检测条件:色谱柱:DB-5石英毛细管柱(30 m × 0.25 mm × 0.25 μm);进样口温度:280℃;升温程序:

初始温度80℃,保持1 min,以20℃/min升温至220℃,保持1 min,5℃/min升温至300℃,保持20 min;载气:氮气,流速:1 mL/min;进样方式:不分流进样;进样量:1 μL;色谱与质谱接口温度:280℃;EI离子源,70 eV;检测器温度:280℃;监测方式:选择离子扫描模式(SIM);溶剂延迟:5 min。

(4) GC—MS法检测塑化剂加标回收率分析:取1 mL 1 mg/kg的混标添加到5 mL红酒中即得加标量为1 mg/kg的加标组,将加标组置于具塞玻璃管中,加入10 mL混合萃取液,后续步骤同1.3.1(1)。加标组做2个平行试验。

(5) 样品的检测:使用GC—MS对处理好的样品进行检测,每一个样品做2个平行试验。

1.3.2 ELISA试剂盒法检测红酒中塑化剂 由于目前市售的塑化剂ELISA试剂盒都只能检测单一的塑化剂,故在本研究中仅选择了邻苯二甲酸二丁酯(DBP)ELISA试剂盒作为试验材料。其中洗涤工作液是用去离子水将试剂盒自带的浓缩洗涤液(10倍)按1:9体积比进行稀释来配制的,样品稀释液是用去离子水将色谱纯甲醇按35:65体积比进行稀释来配制的。

(1) 检测前处理:在干净的玻璃试管中加入样品5 mL,加入色谱纯的正己烷4 mL,盖上,振荡3 min,4 000 r/min离心20 min,取上清液1 mL,于40℃水浴中氮吹至近干。吹干后用1 mL 35%的甲醇重溶,转移至2 mL装样瓶待测。

(2) 样品的检测:将所需试剂从冰箱中取出,置于室温(20~25℃)平衡30 min以上,每种液体试剂使用前均须摇匀。取出需要数量的微孔板。将不同样本对应的微孔按序编号,每个样本做2孔平行,并记录样本孔所在的位置。加样品50 μL到对应的微孔中,加入DBP抗试剂50 μL/孔,再加入DBP酶标物50 μL/孔,轻轻振荡混匀,用盖板膜盖板后37℃恒温培养箱中反应40 min。小心揭开盖板膜,将孔内液体甩干,用洗涤工作液300 μL/孔,充分洗涤5次,每次间隔30 s,用吸水纸拍干。加入显色液100 μL/孔,用盖板膜盖板后置37℃恒温培养箱反应10 min。加入终止液50 μL/孔,轻轻振荡混匀,设定酶标仪于450 nm处(5 min内读完数据),测定每孔OD值。

(3) 标准曲线的绘制:使用试剂盒自带的DBP标准品制作标准曲线,其标准品浓度分别为0.00,0.09,0.27,0.81,2.43,7.29 mg/kg,具体操作见上述操作步骤。绘制标曲时采用双对数模型进行标准曲线的拟合。使用试剂盒自带的DBP标品制作标准曲线,以B的自然对数ln(B)为纵坐标,以标准溶液实际浓度C(mg/kg)的自然对数ln(C)为横坐标。吸光度比值按式(1)计算:

$$B = \frac{A}{A_0 - A} \quad (1)$$

式中:

B——吸光度比值;

A——标准溶液或样本溶液在450 nm波长处的平均吸

光度值:

A_0 ——0 mg/kg 标准溶液在 450 nm 波长处的平均吸光度值。

1.3.3 GC—MS 法和 ELISA 试剂盒法的比较分析

(1) 两种不同前处理方法的比较分析:使用气质联用仪分别对 GC—MS 法前处理的样品和 ELISA 试剂盒法前处理的样品进行检测。每一种前处理方法做 2 次平行试验。

(2) GC—MS 法和 ELISA 试剂盒法检测结果的比较分析:从某超市中随机选购 3 种不同品牌的红酒,分别采用本研究中建立的 ELISA 试剂盒法和 GC—MS 法检测红酒中塑化剂的含量,对两种方法的检测结果进行比较。每一种红酒进行检测时做 2 次平行试验。

2 结果与分析

2.1 GC—MS 法加标回收分析

在本试验条件下,1 mg/kg 混标中的 16 种塑化剂均已分离开来,且峰形良好,见图 1。通过对红酒进行加标处理,分析红酒加标回收率来验证该方法的精准度。其加标平均回收率为 93.0%,最高为 109.0%,最低为 68.0%,其中常见塑化剂 DIBP、DBP、DEHP 的回收率分别为 80.0%,90.0%,90.0%,回收率的标准偏差在 0.00~0.35(见表 1)。较高的回收率以及较小的标准偏差表明本试验建立的红酒塑化剂 GC—MS 法检测精确度好,符合试验的要求。

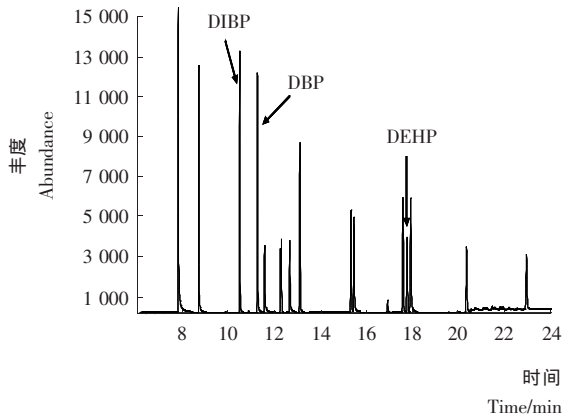


图 1 混标(1 mg/kg)在 SIM 扫描模式下的总离子流色谱图

Figure 1 The chromatograms of 16 phthalate esters under SIM mode

2.2 GC—MS 法和 ELISA 试剂盒法的比较分析

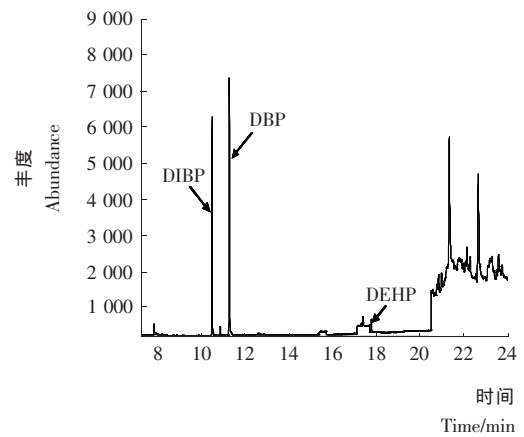
2.2.1 两种不同前处理方法的比较分析 采用两种不同的前处理方法对样品进行前处理,通过 GC—MS 进行检测,得出红酒中所含塑化剂的主要种类为 DIBP、DBP、DEHP(见图 2)。两种不同前处理方法的处理过程中有很大不同,但其检测值却相差不大(表 2),说明两种前处理方法对于塑化剂的萃取效果较为一致,故 ELISA 试剂盒法前处理能够将塑化剂从样品中很好地萃取出来。

表 1 混标在红酒中的加标回收试验[†]

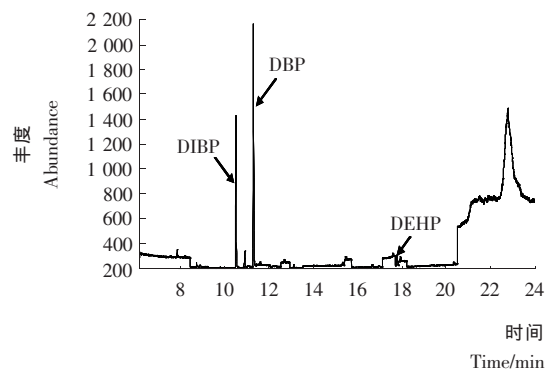
Table 1 Results of the PEAs standard recovery test in red wine

序号	化合物名称	加标回收率	序号	化合物名称	加标回收率
1	DMP	0.68±0.08	9	DHXP	1.04±0.13
2	DEP	0.85±0.13	10	BBP	0.96±0.06
3	DIBP	0.80±0.10	11	DBEP	1.04±0.08
4	DBP	0.90±0.00	12	DCHP	0.97±0.01
5	DMEP	0.90±0.11	13	DEHP	0.90±0.06
6	BMPP	0.94±0.05	14	DR	0.87±0.10
7	DEEP	0.97±0.16	15	DNOP	1.06±0.16
8	DPP	0.96±0.02	16	DNP	1.09±0.35

[†] 添加水平 1.0 mg/kg。



(a) GC—MS 法前处理



(b) ELISA 法前处理

图 2 不同前处理法的红酒在 SIM 扫描模式下的总离子流色谱图

Figure 2 The chromatograms of red wine under SIM mode for different pre-treatment methods

2.2.2 GC—MS 法和 ELISA 试剂盒法检测结果的比较分析

(1) 制作 DBP 标准曲线:使用试剂盒自带的 DBP 标品制作标准曲线,得到标准曲线方程: $y = -1.0412 \ln(x) + 0.1689$, $R^2 = 0.9909$ (见图 3)。

表 2 两种不同前处理法 GC—MS 检测值
Table 2 The GC—MS detection of two different pre-treatments (mg · kg⁻¹)

塑化剂种类	GC—MS 法前处理	ELISA 试剂盒法前处理
DIBP	检测值 1	0.06
	检测值 2	0.09
	均值	0.08
DBP	检测值 1	0.10
	检测值 2	0.12
	均值	0.11
DEHP	检测值 1	0.04
	检测值 2	0.04
	均值	0.04

(2) 检测结果的比较分析: 将 3 种不同品牌的红酒, 编号为 A、B、C, 分别采用试剂盒法和 GC—MS 法进行检测。其检测结果的比较见表 3。由表 3 可知, 试剂盒法的检测值比

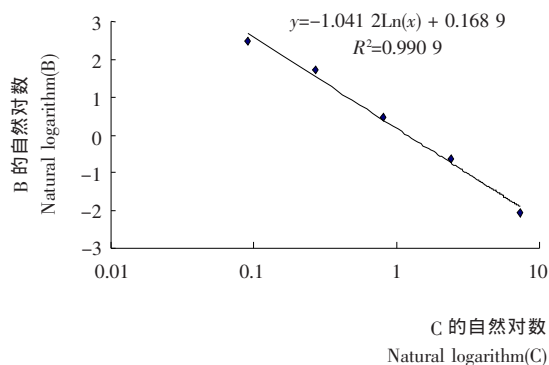


图 3 DBP 标准曲线

Figure 3 DBP standard curve on color results

GC—MS 法的检测值要大 3.4~5.5 倍。其原因可能是试剂盒法在检测过程中采用的是人工操作, 受外界的影响较大, 而 GC—MS 法在检测过程中完全是由仪器的自动运行, 外界干扰对其影响很小。故比 GC—MS 法的检测值大 3.4~5.5 倍, 在可接受范围内。

表 3 试剂盒法与 GC—MS 法的对比分析

Table 3 ELISA kits and GC—MS for comparative analysis of plasticizers in red wine

红酒种类	试剂盒法			GC—MS 法			试剂盒法/ GC—MS 法
	DBP/ (mg · kg ⁻¹)	DBP 均值/ (mg · kg ⁻¹)	DBP 均值/ (mg · kg ⁻¹)	DBP/ (mg · kg ⁻¹)	DBP 均值/ (mg · kg ⁻¹)	DBP 均值/ (mg · kg ⁻¹)	
A	0.30	0.38	0.34	0.11	0.10	0.10	3.4
B	0.38	0.31	0.35	0.09	0.05	0.07	5.0
C	0.48	0.40	0.44	0.05	0.11	0.08	5.5

3 结论

本研究中建立的 GC—MS 法对于红酒中塑化剂的检测具有高精度, 能够准确地检测样品中塑化剂的具体含量。由于 ELISA 试剂盒法是基于酶联免疫反应, 而酶联免疫反应自身具有很强的特异性, 故 ELISA 试剂盒法可以对样品中塑化剂进行定性分析。通过将 ELISA 试剂盒法对 DBP 的检测方法与 GC—MS 法的比较分析, 发现试剂盒法的检测值比 GC—MS 法的检测值要大 3.4~5.5 倍, 但考虑到试剂盒法在检测过程中采用的是人工操作, 受外界的影响较大, 而 GC—MS 法在检测过程中完全是由仪器的自动运行, 外界干扰对其影响很小, 故 ELISA 试剂盒法的检测结果是可接受的, 因此邻苯二甲酸二丁酯(DBP)ELISA 试剂盒能够对红酒中的 DBP 进行快速的初步定量分析。在本研究中通过 GC—MS 法检测到红酒中主要含有 3 种塑化剂(DIBP, DBP, DEHP), 但只对邻苯二甲酸二丁酯(DBP)进行了酶联免疫检测, 研究结果只能说明 DBP 的 ELISA 试剂盒法符合快速检测的要求, 但不能验证其他塑化剂 ELISA 试剂盒法的检测效果。本研究对红酒中塑化剂的分析检测具有参考

意义和实际应用价值。

参考文献

- 李明. 中国成最大红酒消费国[N]. 解放日报, 2014—01—30(06).
- 王伟, 魏光辉, 邓永继, 等. 邻苯二甲酸二-(2-乙基)己酯致小鼠隐睾睾丸和附睾的组织病理学改变[J]. 中华男科学杂志, 2004, 10(11): 807~810, 814.
- 刘慧杰. 邻苯二甲酸酯类化合物的毒理学效应及对人群健康的危害[J]. 第三军医大学学报, 2004, 26(19): 1 778~1 781.
- 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.
- 张前龙, 王宇, 曹云, 等. 食品塑料包装中酞酸酯类环境污染物气相色谱测定方法的研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2009, 19(12): 2 833~2 834.
- 庞世敏, 袁敏, 赵桂兰, 等. 气相色谱法测定邻苯二甲酸酯类增塑剂的研究[J]. 华南师范大学学报(自然科学版), 2010, 5(4): 70~74.
- 李艳松, 陈铁英, 黄宝临, 等. 食品中 16 种邻苯二甲酸酯类化合物的气相色谱测定方法[J]. 食品与机械, 2012, 28(1): 105~107.

(下转第 115 页)

包装,尤其是充入固定比例气体的方式,在鲜切生菜贮藏期间有效延缓了其品质的衰退,其感官评分在第 14 天依然在可接受范围之内,而对照组在贮藏 10 d 后失去食用价值;有效抑制了微生物的生长繁殖,细菌总数在贮藏期间相比对照组下降了 0.5~1.0 个数量级;有效维持了鲜切生菜的水分,维持其脆嫩饱满的新鲜状态;在贮藏的前 6 d,相比对照组有效抑制了 PPO 的活性,延缓了鲜切生菜的褐变;同时,也有效抑制了鲜切生菜中 V_c 和叶绿素的分解,一定程度上维持了鲜切生菜的营养品质。另外,充气包装的 3 个试验组在各项指标上差异并不明显,这说明气调在适当低浓度(5%~10%)的 O_2 和 CO_2 比例范围内,不同气调比例对鲜切生菜品质的影响可能没有显著的差异。此外,在本研究中遗留两个问题:① 气调包装是通过降低鲜切生菜代谢速度来维持其品质起主导作用还是通过抑制微生物生长来维持鲜切生菜品质起主导作用;② 气调比例与鲜切生菜 PPO 活性之间的关系,在保证鲜切生菜呼吸代谢的同时能否最大限度的抑制其 PPO 活性。这需要在以后的工作中进一步研究,以找到最佳的气调比例来达到各影响因素的平衡点,更大限度发挥气调包装在鲜切果蔬保鲜贮藏中的作用。

参考文献

- 冯双庆,赵玉梅. 水果蔬菜保鲜实用技术[M]. 北京:化学工业出版社,2004:172.
- 胡文忠. 鲜切果蔬科学与技术[M]. 北京:化学工业出版社,2009:1.
- 余江涛,谢晶. 生菜保鲜技术研究现状[J]. 食品与机械,2013,29(5):226~233.
- Xu Liangji. Use of ozone to improve the safety of fresh fruits and vegetables[J]. Food Technology, 1999, 53(10): 58~61.
- 林永艳,谢晶,朱军伟. 清洗方式对鲜切生菜保鲜效果的影响[J]. 食品与机械,2012,28(1):211~213.
- 张宁. 臭氧降解蔬菜中农药残留机理与效果研究[J]. 食品与机械,2006,22(4):57~59,66.
- 张向阳,王丹,马越. 清洗方式对鲜切胡萝卜处理效果的影响[J]. 食品与机械,2012,28(5):189~192.
- 王瑾,林向阳,阮榕生. 高浓度臭氧水对鲜切花椰菜保鲜的研究[J]. 食品科学,2008,29(8):607~611.
- 王肱,谢晶. 臭氧水处理对鲜切茄子保鲜效果的研究[J]. 食品工业科技,2013,34(3):324~328.
- 陈欢欢,邓玉璞,冯建华,等. 青椒 MAP 保鲜效果研究[J]. 食品科技,2013,38(10):36~39.
- 张玉敏,胡长鹰,吴宇梅,等. 气调包装对番石榴贮藏品质的影响[J]. 食品与机械,2012,28(2):180~183.
- Fernández-León M F, Fernández-León A M, Lozano M, et al. Different postharvest strategies to preserve broccoli quality during storage and shelf life: Controlled atmosphere and 1-MCP[J]. Food Chemistry, 2013(138): 564~573.
- Ana B M, Daniel R, Catherine B R. Green tea extract as a natural antioxidant to extend the shelf-life of fresh-cut lettuce[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2008(9): 593~603.
- 曹建康,姜微波,赵玉梅. 果蔬采后生理生化实验指导[M]. 北京:中国轻工业出版社,2007:31.
- William P I, Paul R B. Extinction coefficients of chlorophyll a and b in N, N-dimethylformide and 80% acetone[J]. Plant Physiol, 1985(77): 483~485.
- Zhan Lijuan, Li Yu, Hu Jinqiang. Browning inhibition and quality preservation of fresh-cut romaine lettuce exposed to high intensity light[J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2012(14): 70~76.
- 张立奎,陆兆新,郁志芳. 臭氧水处理鲜切生菜贮藏期间的品质变化[J]. 食品与发酵工业,2004,30(3):128~131.
- Waghmare R B, Annapure U S. Combined effect of chemical treatment and/or modified atmosphere packaging (MAP) on quality of fresh-cut papaya[J]. Postharvest Biology and Technology, 2013(85): 147~153.
- 张引成,雷云,王志英. 二氧化碳气调包装对鲜切结球莴苣贮藏品质和生理的影响[J]. 食品科学,2012,33(8):318~322.
- Gomes M H, Fundo J F, Pocas M F. Quality changes in fresh-cut 'Rocha' pear as affected by oxygen levels in modified atmosphere packaging and the pH of antibrowning additive[J]. Postharvest Biology and Technology, 2012(74): 62~70.
- Xing Yage, Li Xihong, Xu Qianlian. Effects of chitosan-based coating and modified atmosphere packaging (MAP) on browning and shelf life of fresh-cut lotus root (*Nelumbo nucifera* Gaerth) [J]. Innovative Food Science and Emerging Technologies, 2010(11): 684~689.

(上接第 85 页)

- 黄丽雪,刘丽霞,董同力,等. 高效液相色谱法测定 3 种邻苯类增塑剂检测条件的研究[J]. 包装工程,2012,33(17):39~43.
- 陈建煌. 高效液相色谱法分析皮革制品中 16 种塑化剂[J]. 西部皮革,2013,35(6):40~44.
- 邵栋梁. GC-MS 法测定白酒中邻苯二甲酸酯残留量[J]. 化学分析计量,2010,19(6):33~35.
- 谭和平,钱杉杉,史谢飞. GC/MS 法测定室内空气中邻苯二甲酸酯类物质[J]. 分析实验室,2012,31(8):15~19.
- 李飞,陈静,张耀广. GC-MS 检测乳制品中 15 种邻苯二甲酸酯物质方法研究[J]. 中国乳品工业,2011,39(10):50~53.
- 方志青,林野,王娅,等. 气相色谱-质谱法测定塑料水杯浸出液中 16 种邻苯二甲酸酯[J]. 食品与机械,2014,30(2):78~80.
- 刘红河,黄晓群,王晖. 高效液相色谱-串联质谱法测定食品中邻苯二甲酸酯[J]. 现代预防医学,2008,35(1):119~121.
- 黄珂,赵东豪,黎智广. 高效液相色谱-串联质谱法测定水中邻苯二甲酸酯[J]. 海洋环境科学,2011,30(4):590~593.
- 杨荣静,卫碧文,高欢. 高效液相色谱-串联质谱法检测食品接触材料中的 17 种邻苯二甲酸酯类增塑剂[J]. 环境化学,2012,31(6):925~929.