



引用格式:王立云,陈莉莎,芦楠,等.烟用水基胶中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物的 GC-MS/MS 同时测定[J].轻工学报,2019,34(3):60-67.

中图分类号:TS47;TQ433.4⁺3 文献标识码:A

DOI:10.3969/j.issn.2096-1553.2019.03.007

文章编号:2096-1553(2019)03-0060-08

烟用水基胶中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物的 GC-MS/MS 同时测定

Simultaneous determination of benzene series and phthalates in water-borne adhesives for cigarette by gas chromatography tandem mass spectrometry

王立云¹,陈莉莎¹,芦楠¹,蒋成勇¹,林琳²,严莉红¹

WANG Liyun¹,CHEN Lisha¹,LU Nan¹,JIANG Chengyong¹,LIN Lin²,YAN Lihong¹

1. 上海烟草集团有限责任公司技术中心北京工作站,北京 101121;

2. 北京市烟草质量监督检测站,北京 100029

1. Beijing Research Station of Technical Center, Shanghai Tobacco Group Co., Ltd., Beijing 101121, China;

2. Beijing Tobacco Quality Control & Supervision Station, Beijing 100029, China

关键词:

烟用水基胶;
GC-MS/MS;
苯系物;邻苯二甲酸酯类化合物

Key words:

water-borne adhesive for cigarette; gas chromatography tandem mass spectrometry; benzene series; phthalate compound

摘要:以极性 DB-WAX 毛细管柱为色谱柱、正己烷为萃取溶剂、正十四烷为内标物,建立了利用气相色谱-串联质谱仪(GC-MS/MS)同时测定烟用水基胶中的苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物含量的方法,并对该方法的性能进行了考察.结果表明:在萃取时间为 20 min 时,采用 MRM 模式和最佳碰撞能量条件,实现了苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物 13 种组分的完全分离.该方法的相关系数 > 0.999,苯系物的检出限为 0.000 8 ~ 0.001 0 μg/mL,定量限为 0.002 5 ~ 0.003 0 μg/mL;邻苯二甲酸酯类化合物的检出限为 0.003 0 ~ 0.008 0 μg/mL,定量限为 0.010 0 ~ 0.030 0 μg/mL;两类化合物各加标浓度水平下的回收率为 83.2% ~ 99.8%,相对标准偏差小于 7.00%.这说明该方法重复性好,回收率高,可满足定量分析要求,且定量限低于行业标准.

收稿日期:2019-01-04

作者简介:王立云(1983—),女,黑龙江省绥化市人,上海烟草集团有限责任公司技术中心工程师,博士,主要研究方向为烟草化学.

通信作者:严莉红(1969—),女,北京市人,上海烟草集团有限责任公司技术中心高级工程师,主要研究方向为烟草化学.

Abstract: Using a polar DB-WAX capillary column as the column, n-hexane as the extract, and n-tetradecane as the internal standard, the simultaneous determination of the waterborne adhesives by gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS) was established. The method for the content of benzene series and phthalate compounds was investigated and the performance of the method was examined. The results showed that the complete separation of 13 components of benzene series and phthalate compounds was achieved by MRM mode and optimal collision energy conditions at the optimum extraction time of 20 min. The correlation coefficient of this method was >0.999 , the detection limit of benzene series was $0.0008 \sim 0.0010 \mu\text{g/mL}$, the limit of quantification was $0.0025 \sim 0.0030 \mu\text{g/mL}$; the detection limit of phthalate compounds was $0.0030 \sim 0.0080 \mu\text{g/mL}$, the limit of quantification was $0.0100 \sim 0.0300 \mu\text{g/mL}$; the recoveries of the two classes of compounds at each spiked concentration level were between $83.2\% \sim 99.8\%$, and the relative standard deviation was less than 7.00% . This indicated that the method had good repeatability and high recovery rate, which could meet the requirements of quantitative analysis, and the limit of quantitation was lower than the industry standard.

0 引言

水基胶是以水为分散介质的水溶性或乳液型胶粘剂,在卷烟生产中主要用于卷烟搭口、卷烟接嘴、滤棒中线、卷烟包装等^[1-3]。水基胶多以乙酸乙烯酯为主要原料,经聚合、改性而制得,受生产原料、聚合条件、助剂成分等影响,水基胶中会存留一些对人体有害的化合物,如苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物^[3-5]。苯系物对人体的眼睛、黏膜等部位有刺激作用,可能造成人体皮肤、肺部、神经系统等疾病,或肾脏、肝脏等损伤,其中,苯具有确定的致癌作用^[6-7]。邻苯二甲酸酯类化合物也已被证明对人体和环境具有危害性^[8-11]。烟草行业利用气相色谱-质谱联用法(GC-MS)对水基胶中这两类有害物质均制定了相应的标准^[12-13]。目前,这两类化合物的检测多以单独检测为主,其中,烟用水基胶中苯系物的测定主要有高效液相色谱法(HPLC)^[4]和顶空-气质联用法(HS-GC/MS)^[14],烟用水基胶中邻苯二甲酸酯类化合物的测定主要有超高液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)^[5]、GC-MS^[15]和HPLC^[16]。GC-MS/MS等具有较高灵敏度和抗干扰能力的检测方法,适合复杂成分的检测^[17-18]。本文拟建立一种利用GC-MS/MS同时快速、准确检测烟

用水基胶中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物的方法,以期获得比文献报道方法更高的检测灵敏度,为烟用水基胶有效的质量控制提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

仪器:7000D-7890B三重四级杆气相色谱质谱仪,DB-WAX型色谱柱,DB-5MS型色谱柱,美国Agilent产;HNY-810回旋式振荡器,天津欧诺仪器有限公司产。

试剂:质量浓度为 $5000 \mu\text{g/mL}$ 的苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯的正己烷混合标准溶液(质量分数 $>99.0\%$),质量浓度为 $1000 \mu\text{g/mL}$ 的邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二异丁酯、邻苯二甲酸二正丁酯、邻苯二甲酸丁基苄基酯、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯、苯二甲酸正二辛酯的正己烷混合标准溶液(质量分数 $>99.0\%$),高纯水,正十四烷(质量分数 99.0%),百灵威科技有限公司产;正己烷、正戊烷和二氯甲烷(色谱纯),美国Thermo Fisher公司产;烟用搭口胶、烟用包装胶、烟用接嘴胶样品,选自某卷烟企业。

1.2 仪器工作条件

1.2.1 气相色谱条件 通过对比试验选择适宜的色谱柱;进样口温度 $240 \text{ }^\circ\text{C}$;载气为He(纯

度 $\geq 99.999\%$) ;分流比 25 : 1 ;流速 1.2 mL/min ;进样量 1 μL . 色谱柱升温条件经过反复优化确定,以实现各组分的有效分离.

1.2.2 质谱条件 传输线温度 240 $^{\circ}\text{C}$;电子电压 70 eV ;离子源温度 230 $^{\circ}\text{C}$;四级杆温度 150 $^{\circ}\text{C}$;溶剂延迟时间 3.0 min.

1.3 实验方法

1.3.1 内标萃取液和标准储备液的配制 精确称取一定量的正十四烷,配制成质量浓度为 0.30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的正己烷溶液作为内标萃取液;精确称取一定量的苯系物混合标准溶液与邻苯二甲酸酯类化合物混合标准溶液,置于 10 mL 容量瓶中,用正己烷溶液稀释至刻度线,混合均匀.分别配制成苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、间二甲苯、对二甲苯的质量浓度为 10 $\mu\text{g}/\text{mL}$,以及邻苯二甲酸二甲酯、邻苯二甲酸二乙酯、邻苯二甲酸二异丁酯、邻苯二甲酸二正丁酯、邻苯二甲酸丁基苄基酯、邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯、邻苯二甲酸正二辛酯的质量浓度为 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的正己烷标准储备液.

1.3.2 标准工作溶液的配制 移取一定体积的标准储备液于 10 mL 容量瓶中,用内标液萃取液稀释至刻度线,混合均匀,配制成系列标准溶液.其中各苯系物组分质量浓度分别为 0.002 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.004 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$;各邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度分别为 0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.25 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$.

1.3.3 样品处理与分析 称取 0.3 g 水基胶试样(精确至 0.1 mg),置于 50 mL 具塞三角瓶中,加入 2 mL 一级水,混合均匀后准确加入 10 mL 内标萃取液,于 150 r/min 下振荡 20 min 后,取上层清液,进行 GC-MS/MS 分析.不加样品,重复上述步骤,作为空白试样,进行 GC-MS/MS 分析.

2 结果与讨论

2.1 萃取溶剂的筛选

根据所分析物质的性质,选取二氯甲烷、正己烷、正戊烷等进行萃取试验.将样品置于回旋振荡器中,萃取时间为 20 min 时,二氯甲烷会将白乳胶原有的性质破坏,导致很多杂峰产生,干扰了待测物的检测,无法计算其回收率;选择正己烷为萃取溶剂时,待测物均可检出,苯系物的平均回收率为 97.47%,邻苯二甲酸酯类化合物的平均回收率为 90.97%;选正戊烷为萃取溶剂时,待测物均可检出,苯系物的平均回收率为 91.33%,邻苯二甲酸酯类化合物的平均回收率为 88.46%,这可能是由于其挥发性强,使得标准曲线配制过程中会有部分正戊烷挥发,导致回收率的计算结果偏低.因此,选用正己烷作萃取溶剂较为适宜.

2.2 萃取时间的筛选

选取烟用包装胶作为检测样品,苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物的加标浓度分别为 3.3 mg/kg 和 17 mg/kg,将样品置于回旋振荡器中,萃取时间为 10 min, 20 min, 30 min 时,苯系物的平均回收率分别为 96.21%, 97.47%, 97.57%;邻苯二甲酸酯类化合物的平均回收率分别为 85.69%, 90.97%, 90.47%.相对标准偏差 $RSD < 3.50\%$.鉴于在 20 min 时各组分回收率最高,因此,选择 20 min 为最佳萃取时间.

2.3 仪器条件的优选

色谱条件:分别采用 DB-5MS (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm) 和 DB-WAX (30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm) 毛细管柱进行非极性和极性色谱柱的分离对比试验.结果表明,在非极性 DB-5MS 色谱柱上,目标分析物很难分离.而极性 DB-WAX 色谱柱可将 13 种目标分析物与内标物分开,因此选择 DB-WAX 色谱柱进行水基胶的分离分析.优化确定的升温程序

为:初始温度 40 °C,保持 3.0 min,以 10 °C/min 的升温速率升至 100 °C,再以 30 °C/min 的升温速率升温至 240 °C,保持 30 min. 多反应检测扫描(MRM)色谱图见图 1,苯系物的质量浓度为 0.2 μg/mL,邻苯二甲酸酯类化合物质量浓度为 1.0 μg/mL,正十四烷质量浓度为 0.3 μg/mL.

质谱条件:采用 MRM 模式,对碰撞能量进行优化,确定各个组分的定性离子对、定量离子对和碰撞能量等采集参数,见表 1.

2.4 方法的表征

2.4.1 标准曲线、检出限和定量限分析

经 GC-MS/MS 定量软件计算得到各组分的标准曲线方程和相关系数见表 2. 由表 2 可知,在所测定的质量浓度范围内,各组分标准曲线线性关系较好,相关系数均大于 0.999. 取最低标准工作溶液连续平行测试 10 次,计算各组分的标准偏差,并分别以 3 倍和 10 倍标准偏差对应的含量为该组分的检出限和定量限. 苯系物的检出限为 0.000 8 ~ 0.001 0 μg/mL,定量限为 0.002 5 ~ 0.003 0 μg/mL;邻苯二甲酸酯类物质的检出限为 0.003 0 ~ 0.008 0 μg/mL,定

量限为 0.010 0 ~ 0.030 0 μg/mL. 利用本方法测定苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物的检出限和定量限明显低于行业标准和文献报道结果^[13-15,19].

2.4.2 加标回收率计算结果

实验按照标准加入法,选择样品中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物均未检出的同一水基胶样品,按照低、中、高 3 个含量水平,分别在其中加入不同质量浓度的苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物标准工作溶液,每个添加水平重复 5 次,计算本方法的加标回收率,结果见表 3. 由表 3 可知,苯系物的平均回收率为 83.2% ~ 99.7%,邻苯二甲酸酯类化合物的平均回收率为 86.5% ~ 99.8%,说明本方法具有较高的准确性,适合对水基胶样品中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物成分的测定,相对标准偏差小于 7.00%,能够满足定量分析的要求.

2.4.3 本文方法与标准方法的对比结果

选择样品中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物均未检出的基胶样品,分别用本方法和标准方法测定加标样品中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物

表 1 各组分的 MRM 条件

Table 1 MRM conditions of each component

化合物	保留时间/min	离子对 1 [#]	碰撞能量 1 [#] /V	离子对 2 [#]	碰撞能量 2 [#] /V
苯	3.560	51.1/50.0	15	78.1/52.1*	15
甲苯	5.233	51.1/50.1	15	91.1/65.0*	15
乙苯	6.776	91.1/65.0	15	106.1/91.1*	10
对-二甲苯	6.909	91.1/65.0	15	105.0/91.1*	15
间-二甲苯	7.035	91.1/65.1	20	105.1/91.1*	15
邻-二甲苯	7.780	91.1/65.0	15	106.1/91.1*	10
正十四烷	10.542	57.1/41.1	5	71.0/43.2*	5
邻苯二甲酸二甲酯(DMP)	14.839	162.9/77.1	25	77.1/51.1*	25
邻苯二甲酸二乙酯(DEP)	15.147	177.1/149.0	5	148.9/65.1*	20
邻苯二甲酸二异丁酯(DIBP)	16.085	223.0/149.0	5	149.0/65.1*	25
邻苯二甲酸正二丁酯(DBP)	17.306	223.0/149.0	10	149.0/65.1*	25
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯(DEHP)	24.747	167.2/149.0	5	149.0/65.0*	30
邻苯二甲酸丁基苄基酯(BBP)	34.487	91.1/65.1	15	149.0/65.0*	30
邻苯二甲酸正二辛酯(DNOP)	36.410	279.2/148.8	5	148.8/65.1*	25

注:离子对 1[#]为定性离子对,离子对 2[#]为定量离子对,加*离子为定量离子

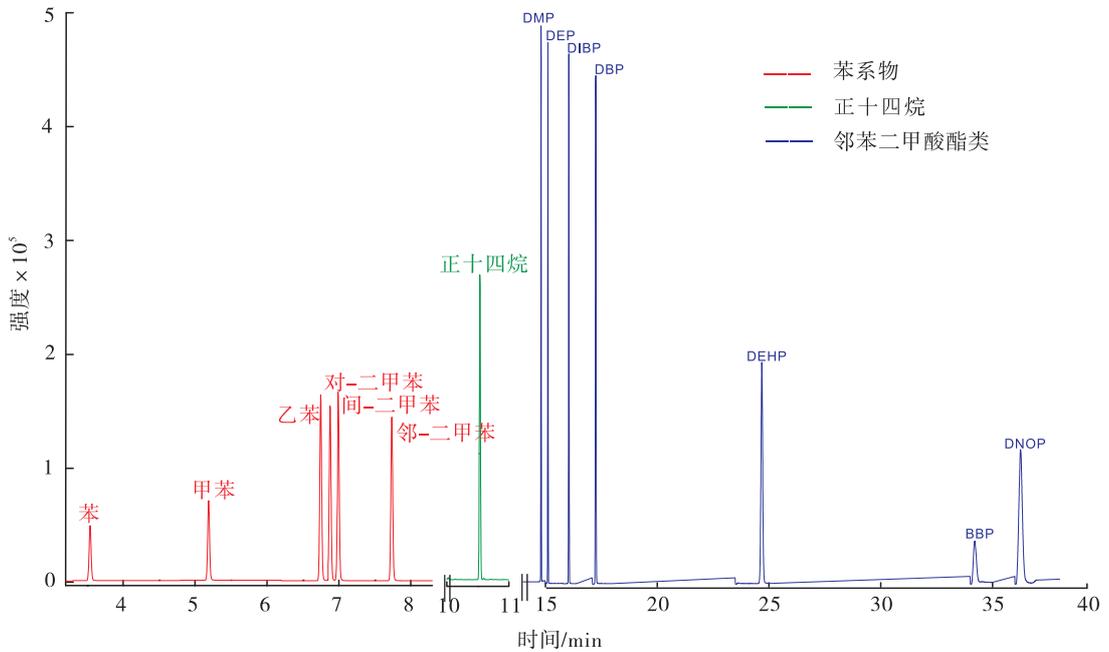


图1 各组分的MRM色谱图

Fig. 1 MRM chromatogram of each component

表2 各组分测定的线性方程、检出限和定量限

Table 2 Linear equations, detection limits and quantitative limits for determination of each component

化合物	线性方程	相关系数 R^2	检出限/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	定量限/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$
苯	$y = 1.58824x + 0.131642$	0.9998	0.0010	0.0030
甲苯	$y = 2.71208x - 0.001708$	0.9997	0.0010	0.0030
乙苯	$y = 3.15825x - 0.002325$	0.9994	0.0010	0.0030
对-二甲苯	$y = 3.29450x - 0.001923$	0.9997	0.0008	0.0025
间-二甲苯	$y = 3.26957x - 0.000013$	0.9995	0.0008	0.0025
邻-二甲苯	$y = 2.92143x - 0.001701$	0.9991	0.0008	0.0025
邻苯二甲酸二甲酯	$y = 0.72556x + 0.000053$	0.9996	0.0030	0.0100
邻苯二甲酸二乙酯	$y = 5.21670x + 0.002561$	0.9991	0.0030	0.0100
邻苯二甲酸二异丁酯	$y = 8.74024x + 0.007222$	0.9994	0.0040	0.0120
邻苯二甲酸正二丁酯	$y = 10.6201x + 0.027326$	0.9996	0.0040	0.0120
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	$y = 5.56672x + 0.007062$	0.9983	0.0040	0.0120
邻苯二甲酸丁基苄基酯	$y = 3.51008x + 0.01616$	0.9982	0.0100	0.0300
邻苯二甲酸正二辛酯	$y = 9.38772x - 0.02818$	0.9982	0.0080	0.0230

含量,重复实验5次,并对结果进行 t 检验(见表4)。选择显著性水平为0.05,由表4可知,水基胶样品中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物的 t 值均小于相应的 t 检验临界值2.776,表明使用本方法和使用行业标准法测试的结果之间不存在显著差异。

2.5 实际样品测定结果

将本方法应用于实际水基胶样品的测定,

共测定水基胶样品12个,其中8号样品检测出目标物邻苯二甲酸正二丁酯,其含量为10.57 mg/kg,MRM色谱图见图2,其他样品中均未有目标物检出。说明本方法可以满足水基胶样品中目标物的测定。与行业标准和文献报道的其他方法相比,本方法不需要更换色谱柱和内标物,可实现两类化合物同时检测,而且定量限低于行业标准。行业标准中邻苯二甲酸正

表3 苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物加标回收率($n=5$)Table 3 Recovery rates of benzene series and phthalate compounds($n=5$)

苯系物	质量浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$			RSD/%	邻苯二甲酸酯类化合物	质量浓度/ $(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$			RSD/%
	0.01	0.05	0.20			0.05	0.25	1.00	
苯	85.3	85.6	95.5	2.26	邻苯二甲酸二甲酯	86.5	90.5	89.4	1.24
甲苯	87.5	89.7	95.8	6.78	邻苯二甲酸二乙酯	96.3	95.7	97.8	1.39
乙苯	88.0	93.3	87.1	3.45	邻苯二甲酸二异丁酯	98.2	98.3	99.8	3.64
对-二甲苯	83.2	91.2	94.3	6.12	邻苯二甲酸正二丁酯	97.1	97.3	99.4	1.94
间-二甲苯	88.4	94.9	94.7	6.42	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	94.7	97.0	96.8	3.21
邻-二甲苯	86.0	99.7	91.5	5.18	邻苯二甲酸丁基苄基酯	94.9	93.4	95.7	2.56
					邻苯二甲酸正二辛酯	92.7	95.7	93.2	3.31

表4 本方法与行业标准方法对比结果($n=5$)Table 4 Comparison of this method with the industry standard method($n=5$)

化合物	加标量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	本方法检出量 $/(\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1})$	行业标准方法检出量 $/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	RSD/%	t 值
苯	0.01	0.008 5	0.008 7	1.64	1.804
	0.05	0.042 8	0.046 9	6.46	1.923
	0.20	0.191 0	0.189 0	0.74	0.134
甲苯	0.01	0.008 7	0.008 5	1.64	1.411
	0.05	0.044 8	0.047 6	4.28	1.004
	0.20	0.192 1	0.195 2	1.09	0.167
乙苯	0.01	0.008 8	0.009 0	1.58	0.941
	0.05	0.046 7	0.046 9	0.30	0.364
	0.20	0.174 3	0.186 0	4.71	0.615
对-二甲苯	0.01	0.083 2	0.091 0	6.33	1.794
	0.05	0.045 6	0.048 5	4.35	0.384
	0.20	0.189 0	0.194 3	1.84	0.567
间-二甲苯	0.01	0.008 8	0.008 4	3.28	1.911
	0.05	0.047 5	0.046 8	1.04	0.241
	0.20	0.18 91	0.192 2	1.11	0.363
邻-二甲苯	0.01	0.008 6	0.009 2	4.76	0.981
	0.05	0.049 8	0.048 8	1.43	1.602
	0.20	0.183 2	0.187 1	1.53	1.128
邻苯二甲酸二甲酯	0.05	0.043 2	0.044 8	2.57	1.587
	0.25	0.226 0	0.241 3	4.54	2.539
	1.00	0.894 1	0.934 2	3.09	2.634
邻苯二甲酸二乙酯	0.05	0.048 1	0.049 2	1.59	1.841
	0.25	0.239 4	0.242 1	0.88	1.428
	1.00	0.978 1	0.981 2	0.21	1.263
邻苯二甲酸二异丁酯	0.05	0.049 1	0.048 5	1.15	1.682
	0.25	0.239 4	0.244 7	1.46	2.435
	1.00	0.998 6	0.979 3	1.35	1.760
邻苯二甲酸正二丁酯	0.05	0.049 1	0.048 3	1.16	0.577
	0.25	0.245 5	0.243 2	0.58	0.855
	1.00	0.994 3	0.979 5	1.07	1.571
邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	0.05	0.047 3	0.046 7	0.90	2.525
	0.25	0.242 5	0.246 2	1.01	2.230
	1.00	0.968 3	0.994 0	1.87	1.039
邻苯二甲酸丁基苄基酯	0.05	0.047 4	0.049 0	2.34	1.016
	0.25	0.233 5	0.244 9	3.39	2.086
	1.00	0.957 3	0.967 8	0.81	1.659
邻苯二甲酸正二辛酯	0.05	0.046 3	0.048 2	2.84	1.333
	0.25	0.238 8	0.246 7	2.32	0.628
	1.00	0.931 7	0.967 0	2.60	1.346

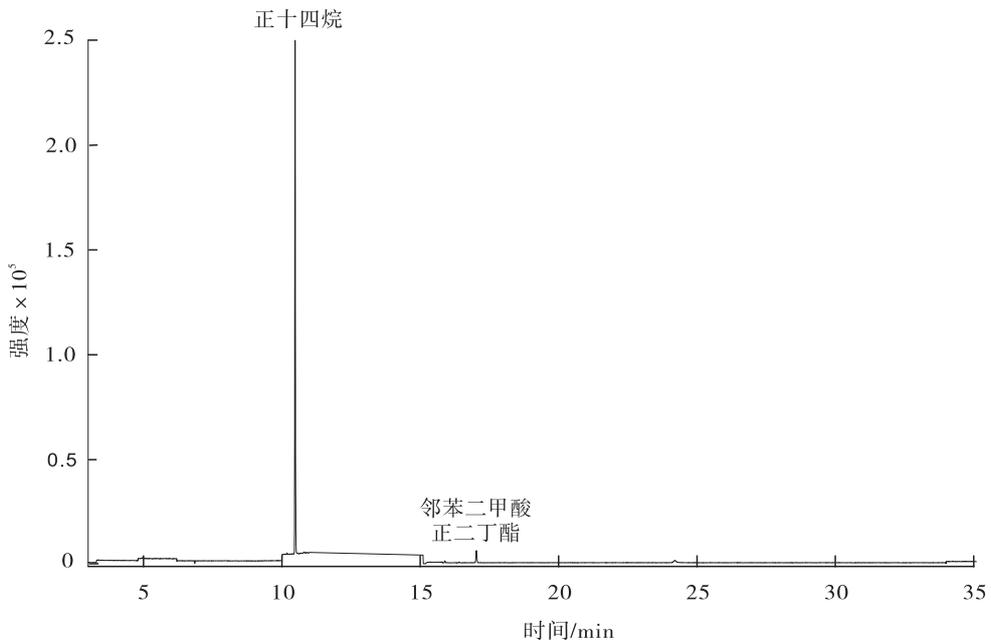


图2 水基胶样品 MRM 色谱图

Fig. 2 MRM chromatogram of lap adhesive samples

二丁酯的定量限是 31 mg/kg,若按照行业标准方法操作,8号样品中邻苯二甲酸正二丁酯不能定量检出,而按照本方法则可以将含量很低的目标物准确检出,因此,本方法能够应用于烟用水基胶严格的质量控制。

3 结语

本文选用极性 DB - WAX 色谱柱,以正己烷为萃取溶剂、正十四烷为内标物,建立了利用 GC-MS/MS 同时检出烟用水基胶样品中苯系物、邻苯二甲酸酯类化合物的方法。该方法具有前处理简单、回收率高、重复性好、检测省时高效等特点,定量限低于行业标准,不但可提高检测效率,同时可避免使用同台仪器频繁更换色谱柱,影响仪器和色谱柱使用寿命的问题。该方法完全适用于烟用水基胶中苯系物、邻苯二甲酸酯类化合物的批量快速测定和质量控制。

参考文献:

- [1] 姬厚伟,张丽,赵新海,等. 超声萃取 - 气相色谱 - 质谱法测定烟用水基胶中的 5 种异噻唑啉酮杀菌剂[J]. 中国烟草学报,2016,22(3): 10.
- [2] 李国政,邱建华,张峻松,等. 气质联用法测定烟用搭口胶热裂解产物中的苯系物[J]. 郑州轻工业学院学报(自然科学版),2014,29(5):43.
- [3] 贺春霞. 烟用水基胶中两类有害物质的分析研究与应用[D]. 湘潭:湘潭大学,2010.
- [4] 柏杨. 高效液相色谱法测定烟用水基胶中的苯系物含量[J]. 科技风,2017,(17):137.
- [5] 穆小丽,欧舟,翁毓婧,等. 气相色谱 - 质谱联用法同时测定烟用水基胶中苯系物和邻苯二甲酸酯类化合物[J]. 湖南师范大学自然科学学报,2016,3(39):34.
- [6] 阎瑾,鲍峰伟,牛丽娜,等. 超高效液相色谱 - 串联质谱法测定烟用水基胶中邻苯二甲酸酯类化合物[J]. 分析测试学报,2015,34(2): 134.
- [7] 李凤苏. 苯及苯系物对作业人员健康状况的影响[J]. 职业与健康,2008,24(17):1760.

- [8] 臧志鹏,吕长平,王文婷,等. GC/MS 法测定水基胶中苯及苯系物的不确定度[J]. 烟草科技,2014,47(7):45.
- [9] 邵海洋,徐刚,吴明红,等. 加速溶剂萃取-气相色谱串联质谱法检测沉积物中痕量增塑剂[J]. 分析化学,2013,9(41):1315.
- [10] 赖莺,王鸿辉,黄长春,等. 高效液相色谱法测定建筑用胶中苯系物和邻苯二甲酸酯类增塑剂[J]. 理化检验-化学分册,2010,46(5):514.
- [11] 牛增元,房丽萍,孙健,等. 气相色谱法同时测定涂料中的苯系物和邻苯二甲酸酯类环境激素[J]. 分析测试学报,2004,23(3):106.
- [12] 曹美,朱忠. 涡旋混合辅助超声提取-高效液相色谱法同时测定水基胶中的苯系物和邻苯二甲酸酯类增塑剂[J]. 分析测试技术与仪器,2014,20(2):109.
- [13] 国家烟草专卖局. 烟用水基胶 苯、甲苯、乙苯及二甲苯的测定 气相色谱-质谱联用法:YC/T 334—2010[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [14] 黄惠贞,梁晖,刘秀彩. 顶空-气质联用法分析水基胶中的苯系物[J]. 安徽农业科学,2012,40(27):
- [15] 杨斌,陈超英,吴达,等. 气相色谱/质谱联用法测定烟用水基型乳胶中的邻苯二甲酸酯[J]. 烟草科技,2011,(7):48.
- [16] 龚淑果,吴名剑,樊华,等. 液液萃取-高效液相色谱法同时测定 17 种邻苯二甲酸酯类物质的残留量[J]. 理化检验-化学分册,2014,50(6):754.
- [17] 陈晓水,侯宏卫,边照阳,等. 气相色谱-串联质谱(GC-MS/MS)的应用研究进展[J]. 质谱学报,2013,34(5):308.
- [18] 李红,赵海波,姜薇,等. 气相色谱-串联质谱法同时测定烟用水基胶中 15 种邻苯二甲酸酯类化合物[J]. 理化检验-化学分册,2018,2(2):148.
- [19] 国家烟草专卖局. 烟用水基胶 邻苯二甲酸酯的测定 气相色谱-质谱联用法:YC/T 333—2010[S]. 北京:中国标准出版社,2010.