

烟用水基胶中化学成分检测技术研究进展

Research progress on detection technology of chemical components in water-based emulsion adhesives for cigarette

何静宇 李国政 陈 洋 邱建华

HE Jing-yu LI Guo-zheng CHEN Yang QIU Jian-hua

张颖浩 刘文召 王红霞

ZHANG Ying-hao LIU Wen-zhao WANG Hong-xia

(河南中烟工业有限责任公司技术中心, 河南 郑州 450000)

(Technology Center, China Tobacco Henan Industrial Co., Ltd., Zhengzhou, Henan 450000, China)

摘要:按照目标待测物的不同,综述了烟用水基胶中的生产过程残留物、添加剂及重金属杂质等检测方法,并展望了烟用水基胶检测方法的发展方向。

关键词:烟用水基胶;化学成分;检测技术

Abstract: According to the different objects determinand, the detection methods were described, includes residue in production process, additives, and heavy metal impurities, etc. in water-based emulsion adhesives for cigarette. And the development trend of detection methods of water-based emulsion adhesives for cigarette was also prospected.

Keywords: water-based emulsion adhesives for cigarette; chemical composition; detection technology

烟用水基胶是一类以水为分散介质的烟用胶黏剂,多以乙酸乙烯酯为主要原料进行聚合、改性制作而成^[1],其主要包括卷烟用水基胶和包装用水基胶两大类。受原料及生产工艺影响,烟用水基胶中存在原料、辅料(如增塑剂、润湿剂、交联剂、杀菌剂、分散剂、消泡剂、防腐剂等^[2])残留等问题,其中的醛酮类、酯类、苯系物、重金属等属于有害物质^[3],不仅影响卷烟产品质量,而且在抽吸过程中会接触或进入人体,对吸烟者造成健康威胁和损害^[4-5]。随着现代仪器分析技术水平的不断提高,用于检测烟用水基胶中化学成分的方法也越来越多。文章拟

对烟用水基胶常用的仪器分析方法进行归纳总结,同时根据不同化学成分的特点进行对应方法的比较和分析,旨在为烟用水基胶检测技术研究和新的检测方法开发提供依据。

1 仪器分析方法

针对不同的目标待测物,可采用不同的萃取剂对样品进行振荡萃取、离心,或衍生化和富集处理等前处理,再选用合适的分析仪器进行检测。常见的仪器分析方法(表 1)有气相色谱(GC)法、高效液相色谱(HPLC)法、超高效液相色谱(UPLC)法、气质联用(GC-MS)法等。此外,还有近红外(NIR)漫反射光谱法、原子吸收光谱(AAS)法等^[3],但其应用相对较少。

2 不同化学成分的检测方法

2.1 生产过程残留物

2.1.1 单体残留物 烟用水基胶的原料多采用聚乙酸乙烯酯(PVAc)、乙酸乙烯—乙烯(VAE)等,在配方中所占比例通常在 70%以上。但由于生产过程中容易因反应不充分残留乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸乙烯酯等单体,影响水基胶乳液的稳定性,且产生对人体有害的刺激性气味^[3]。

传统检测方式如滴定法、碘量法等精密度和准确度较差^[8],现多采用操作简便、环境友好的顶空进样方式。有行业标准^[9]采用顶空-GC 法对乙酸乙烯酯进行检测,其检出限为 2 mg/kg。刘丹等^[10-13]采用同一方法在不同条件下对残留单体和溶剂残留进行了测定。其中以杨卫花等^[13]的检出限最低,达 0.2~0.4 mg/kg(乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸乙烯酯)。李根荣等^[8,14-16]采用顶空进样的方式,用 GC-MS 法进行测定,其检出限为 0.050~

基金项目:河南中烟工业有限责任公司科技项目(编号:ZW201817)

作者简介:何静宇,女,河南中烟工业有限责任公司技术中心工程师,硕士。

通信作者:李国政(1978—),男,河南中烟工业有限责任公司技术中心高级工程师,硕士。

E-mail: guozheng_li@126.com

收稿日期:2020-07-30

表 1 常见的仪器分析方法^[6-7]
Table 1 Common instrumental analysis methods

检测方法	原理	特点	应用范围
气相色谱 (GC)法	以气体作流动相,根据色谱柱中的固定相与试样中各组分分子作用力不同,各组分从色谱柱中流出时间不同进行分离	分离效率高、灵敏度高、选择性好、应用范围广	酯类、苯系物
液相色谱 (LC)法	以液体作流动相,基于流动相对待分离混合物中各组分洗脱力的差别进行分离	适用于极性较强和沸点较高的化合物	醛酮类、酯类
气质联用 (GC-MS)法	混合物在气相色谱仪中分离成单一物质进入质谱仪,根据带电粒子在电磁场中能够偏转的原理,按物质原子、分子或分子碎片的质量差异进行分离和检测	对应的检出物广泛、灵敏度高,可同时检测多种物质	醛酮类、酯类、苯系物

2.683 mg/kg。其中,刘珊珊等^[16]同时检出了 18 个包括残留单体在内的可挥发性有机物,但对残留单体(乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸乙烯酯)的检出限为 3.043~3.683 mg/kg,高于文献^[8,14-15]的研究结果。夏巧玲^[1]以正己烷为萃取剂,使用 GC-MS 法对乙酸乙烯酯及乙酸乙酯含量进行分析,其检出限低于 0.9 mg/kg。罗琼等^[17]利用近红外(NIR)漫反射光谱仪建立了水基胶中乙酸乙烯酯的预测模型,该方法与 GC 测定值平均相对偏差 $\leq 5\%$,RSD $< 4\%$,适用于批量烟用白乳胶中乙酸乙烯酯的快速测定。

丙烯酸酯也被用于胶黏剂的合成原料。谢顺萍等^[18]使用固相萃取-UPLC 法对丙烯酸酯含量进行了检测。该方法的样品耗费时间短,处理简单,准确度高,但未见其他烟用水基胶中丙烯酸酯分析方法的研究。因此,对于乙酸甲酯、乙酸乙酯、乙酸乙烯酯等残留单体,目前在采用顶空进样的前提下,以 GC 法或 GC-MS 法检测分析为最佳方式,两种方法检出限较接近,但 GC-MS 法可同时检测出更多种物质。行业标准可在目前的研究基础上,通过选用更合适的色谱柱或优化仪器参数条件,以提高检测灵敏度。

2.1.2 醛酮类残留物 醛酮类物质多为生产过程中的残留物,如甲醛、乙醛、丙酮、丁醛、巴豆醛等,对人体具有不同程度的毒害作用^[19-20]。目前多采用 2,4-二硝基苯肼对样品衍生处理后,用 GC 法和 HPLC 法测定低分子醛酮类化合物^[21-23]。

有行业标准^[24]采用 2,4-二硝基苯肼(DNPH),在酸性条件下将水基胶中的甲醛衍生为甲醛腙后,采用 HPLC 法进行测定,甲醛检出限为 1.6 mg/kg。贺春霞等^[25-26]在此行业标准的基础上,通过改变检测波长,能同时检测乙醛等其他化合物,并降低了检出限(0.003 6~0.008 9 mg/L),且各化合物之间的分离度较好。游金清等^[27]直接在水基胶的水分散乳液中加入衍生化试剂,省去了离心后取上清液再衍生化的步骤,并一次测定了 8 种醛酮类物质,其检出限为 0.000 4~0.000 7 mg/L。

游金清等^[28]直接在顶空瓶中加入五氟苯基羟胺

(PFBHA)对水基胶进行衍生化处理,用 GC 法测定了甲醛、乙醛和丙酮含量,与采用 DNPH 衍生化相比,其步骤更简单。杨卫花等^[13,16]采用顶空进样的方式,省去了衍生化步骤,且可同时检测苯系物。此外,基于甲醛与间苯三酚在碱性溶液中可反应生成一种不稳定的橙色化合物,殷延齐等^[29]采用了连续流动分析法对水基胶的水分散乳液离心清液进行了测定。但未见其他研究者采用该方法进行烟用水基胶中醛酮类的分析。综上,目前对醛酮类的分析方法仍以通过衍生化试剂进行衍生化处理,使用 GC 法或 HPLC 法分析为主。但衍生化处理步骤繁琐,检测所需时间较长。后续研究应以简化前处理步骤为主要趋势,通过改进检测条件以实现多组分的同时检测。

2.1.3 苯系残留物 苯、甲苯、乙苯、二甲苯等苯系物多为水基胶生产加工过程中引入,均对人体有毒性,甚至有致癌性。目前苯系物的前处理手段主要有顶空进样、吹扫捕集、顶空液相萃取、顶空固相微萃取等,检测则多采用 GC 法和 GC-MS 法。有行业标准^[30]以正戊烷为萃取剂,振荡后取上层清液进行 GC-MS 分析,苯、甲苯及 3 种二甲苯的检出限均 ≤ 0.02 mg/kg。

王劲等^[31]用 *N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)将水基胶稀释,直接用 GC 法对苯、甲苯和二甲苯进行了检测。杨卫花等^[13]采用顶空进样的方式,以 GC 法同时检测了 11 种物质。但两种方法均不能区分出二甲苯的 3 种同分异构体。高明奇等^[32]采用了一种特殊的前处理方法,即将加水稀释的水基胶样品热封并超声分散于中空纤维膜中,然后将其固定,使用磁力搅拌器进行顶空萃取。虽然该方法的前处理操作较前两种方法复杂,但区分了二甲苯异构体,且检测灵敏度较高。

刘珊珊等^[16]采用静态顶空进样的方式,使用 GC-MS 法检测出 18 种挥发性有机物,其中苯系物检出限为 0.004~0.072 mg/kg。研究者^[15,33-36]分别用不同的溶剂对水基胶样品进行萃取操作。其中,游金清等^[15]以正己烷为萃取剂,周金喜等^[33-34]以 *N,N*-二甲基甲酰胺为溶

剂,姬厚伟等^[35]以三乙酸甘油酯为溶剂;李国智等^[36]则考察了 11 种溶剂对检测结果的影响,最终确定二甲亚砜为最适宜溶剂。与行业标准^[30]相比,以上方法中苯系物的检出限均有不同程度的提高,且提高了回收率。此外,柏杨^[37]以水为分散剂,经前处理后使用 HPLC 法、二极管阵列检测器对 4 种苯系物进行了检测。但此方法的精密度相对 GC 或 GC-MS 法并无明显优势。综上,对苯系物的分析检测方法应以全面、准确、能够区分同分异构体为主要目标,通过改进前处理方法、选择合适的萃取剂,或对 GC 法、GC-MS 法的分析条件进行优化。

2.2 添加剂

2.2.1 增塑剂(邻苯二甲酸酯类) 邻苯二甲酸酯类主要作为增塑剂,用于提高烟用水基胶的玻璃化温度,增加其脆性^[38]。但邻苯二甲酸酯类具有损害生殖系统、导致细胞突变、致畸甚至致癌的危险^[39-40]。早期检测多采用比色法、滴定法和分光光度法等^[3],但其灵敏度低、选择性差。随着检测技术的发展,酯类化合物检测方法的选择性较多,如 GC 法、GC-MS 法、GC-MS-MS 法、HPLC 法等^[41-42]。

有行业标准^[43]采用正己烷为萃取剂,使用 GC-MS 法进行分析,7 种邻苯二甲酸酯类检出限为 4~9 mg/kg,但覆盖面较窄。张艳宏等^[44]用丙酮进行超声萃取,用 GC 法对 3 种邻苯二甲酸酯类物质进行了检测。张艳芳等^[45]用乙腈进行超声萃取,用 HPLC 法对 7 种邻苯二甲酸酯类物质进行了检测。阎谨等^[46]将水基胶经水分散,以甲醇定容,涡旋振荡后离心,用 UPLC-MS-MS 法测定了 17 种邻苯二甲酸酯类。与行业标准^[43]相比,以上 3 种方法的检出限均有所降低。但 GC 法对碳原子数较多的异构体化合物[如邻苯二甲酸二异壬酯(DINP)等]的分离效果较差,峰形重叠,定性定量难度较大;液相色谱流路多采用聚四氟乙烯材质,工作时会对检出物造成干扰。李红等^[39]采用与行业标准^[43]相同的萃取剂,用 GC-MS-MS 法测定了 15 种邻苯二甲酸酯类物质(检出限 0.006~0.027 mg/kg);龚淑果等^[47]用液液萃取-GC-MS-MS 法同时测定了 23 种邻苯二甲酸酯类物质(检出限 0.02~0.76 mg/kg),二者均具有重复性好、灵敏度高、检出物多等优点。

目前,一些水基胶采用了新型无毒的增塑剂进行替代,如柠檬酸酯类和苯甲酸酯类化合物。潘立宁等^[48-50]采用 GC-MS 法,以正己烷为萃取剂,对新型增塑剂进行了检测方法及条件优化研究。综上,不同的仪器方法中,对邻苯二甲酸酯类无干扰的质谱法是较好选择。后续分析检测应在串联质谱仪的基础上,以能区异构体化合物为主。

2.2.2 杀菌剂(异噻唑啉酮类) 异噻唑啉酮及其衍生物属于杂环类化合物,作为杀菌剂添加至水基胶中^[51-53]。

但该类物质具有皮肤刺激性,并且是强过敏源,即使在规定的浓度范围内仍有致敏可能。常用的有 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮(MI)、5-氯-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮(CMI)、1,2-苯并异噻唑啉-3-酮(BIT)等。

周晓等^[54]对甲醇—水溶液萃取得到的样品采用 HPLC 法,其检出限为 0.43~1.14 mg/kg。姬厚伟等^[55-56]以水和甲醇为萃取剂,超声萃取后离心,取上层清液用氮吹浓缩,采用 UPLC 法,其检出限为 0.015~0.030 mg/kg;并以二氯甲烷为萃取剂,用 BSTFA 试剂进行衍生化,采用 GC-MS 法,一次同时测定 5 种异噻唑啉酮类含量,检出限进一步降低至 0.004~0.008 mg/kg。卢昕博等^[57]采用 LC-MS-MS 法,以水为萃取剂,离心过滤上层清液,其检出限为 0.011~0.015 mg/kg。综上,通过对不同方法检出限的比较,UPLC 法、GC-MS 法、LC-MS-MS 法明显提高了异噻唑啉酮类的检测精度。

2.2.3 调节剂(硼酸) 硼酸曾作为黏度调节剂被应用至水基胶生产过程中,以提高其黏合性能。但硼酸对人体有一定的危害,因此烟草行业已禁用硼酸。为规范和监督商家的生产过程,对硼酸进行检测仍有必要。目前,国内外对食品中的硼酸检测多使用光度法,但分析时间长且操作不便。王文元等^[58]采用电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法,对消解后的水基胶样品中的硼酸进行检测。该方法检出限低至 0.12 $\mu\text{g/L}$,可对样品中微量级别的硼酸进行定性分析。

2.3 重金属杂质

重金属在人体内易累积且不易被排出体外,吸烟者如长期大量吸入含有过量重金属元素的卷烟会产生慢性重金属中毒。《有机化工产品中重金属的测定目视比色法》^[59]和《化工产品中砷含量测定的通用方法》^[60],由于准确性较差及操作复杂等缺点未被广泛应用。目前多采用石墨炉原子吸收光谱(AAS)法或电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法^[61]。

张灵辉等^[62-63]对水基胶进行微波消解,采用 AAS 法对重金属中的铅或同时对铅和砷进行了测定,熊文等^[64-65]使用检出限更低的 ICP-MS 法。其中熊文等^[64]同时使用硝酸、氢氟酸、盐酸、过氧化氢进行微波消解,对砷、铅、镉、铬、镍、汞 6 种重金属进行了检测。夏向伟等^[65]考虑到水基胶中可能含有极易与硝酸反应的醇类,直接微波消解具有一定的危险性,对前处理方法进行了优化,同时检测出铬、锰、镍、铜、砷、硒、镉、铅 8 种重金属。AAS 法利用原子光谱中单色光照射,一次只能检测一种已知元素含量;而 ICP-MS 法为原子发射光谱,可以多通道同时检测多种原子和离子,且检出限较 AAS 更低,但其对检测人员的操作也有更高要求。

3 结论

随着卷烟工业对烟用水基胶性能和安全要求的不断

提高,烟用水基胶的化学成分也在不断变化,而快速、安全、准确、灵敏、高通量是烟用水基胶中主要化学成分检测方法的主要发展方向:① 简化前处理方式。目前多在以纯水分散后液液萃取、固相萃取或直接顶空进样的基础上,尽量简化前处理步骤、减少化学试剂的使用,以减少操作误差,对操作者更安全、对环境更加友好。对于需要进行衍生化的醛酮类,则注重研发避免衍生化处理的前处理步骤。② 提高分析仪器的精度。使用更高精度的分析仪器,或者串联多种分析仪器的方式,根据不同待测物质的物理化学特性,通过进行合适的前处理操作,或调节仪器至合适的检测条件,以达到相应物质如区分同分异构体的分析要求。③ 建立通用检测方法。通过改进前处理方法、仪器分析条件等,以实现多组分同时检测为研究目标,提高检测方法的通用性,节省人力、物力资源。

参考文献

- [1] 夏巧玲,刘惠民,丁丽,等. 白乳胶中乙酸乙烯酯及乙酸乙酯的分析[J]. 烟草科技, 2009(8): 35-37.
- [2] 谭正德,谭波. 水性高速卷烟胶的制备[J]. 化学与黏合, 2005, 27(4): 206-209.
- [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: 3-6.
- [4] 田井速,张靖宇,舒凯,等. 卷烟胶中的有害物质分析[J]. 中国胶粘剂, 2018(6): 17-19.
- [5] 国家烟草专卖局. 高速卷烟胶: YC/T 188—2004[S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.
- [6] 薄海波. 色谱技术在食品安全质量分析中的应用研究[D]. 兰州: 中国科学院研究生院(兰州化学物理研究所), 2005: 4-23.
- [7] 朱凯祥. 卷烟包装材料中高关注物质的色谱检测方法应用研究[D]. 湘潭:湘潭大学, 2015: 11-14.
- [8] 姬厚伟,刘剑,叶冲,等. 静态顶空—气相色谱质谱法测定烟用白乳胶中残余的乙酸乙烯酯[J]. 烟草科技, 2011(11): 32-35.
- [9] 国家烟草专卖局. 烟用白乳胶中乙酸乙烯酯的测定 顶空—气相色谱法: YC/T 267—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [10] 刘丹,陈晓青,吴名剑,等. 顶空气相色谱法测定烟用胶中残余单体[J]. 分析科学学报, 2012, 28(4): 511-514.
- [11] 张优茂,战磊,方细玲,等. 顶空—气相色谱法测定烟用胶粘剂中的挥发性有机物[J]. 精细化工, 2012, 29(7): 717-720.
- [12] 焦梵然,王馨,阎瑾,等. 顶空—气相色谱法测定烟用水基胶中乙酸乙烯酯的残留量[J]. 理化检验(化学分册), 2015, 51(9): 943-945.
- [13] 杨卫花,张承明,武怡,等. 顶空气相色谱法测定卷烟粘合剂中溶剂残留[J]. 理化检验(化学分册), 2010, 46(2): 146-148.
- [14] 李根容,肖召竞,朱永红. 顶空气相色谱质谱(HS-GC-MS)法测定白乳胶中乙酸乙烯酯的含量[J]. 广东化工, 2010, 37(9): 139-140.
- [15] 游金清,乔跃辉,何杨杰,等. GC-MS法同时测定烟用水基胶中乙酸乙烯酯和苯系物[J]. 中国胶粘剂, 2017, 26(9): 5-7, 29.
- [16] 刘珊珊,刘岩顺,李中皓,等. HS-GC/MS法测定烟用水基胶中挥发性有机物[J]. 烟草科技, 2017, 50(6): 40-46.
- [17] 罗琼,赵明,李青,等. NIR光谱法快速测定烟用白乳胶中的乙酸乙烯酯[J]. 烟草科技, 2013(7): 55-57.
- [18] 谢顺萍,刘剑,姬厚伟,等. 固相萃取—超高效液相色谱法测定烟用水基胶中丙烯酸胺[J]. 化学研究与应用, 2014, 26(9): 1 510-1 514.
- [19] 程春梅,朱军辉. 食品中甲醛的来源及其检测方法研究进展[J]. 食品科技, 2008(1): 208-210.
- [20] SALTHAMMER T, MENTESE S, MARUTZKY R. Formaldehyde in the indoor environment[J]. Chemical Reviews, 2010, 110(4): 2 536-2 572.
- [21] 邹婷,冯艳丽,付正茹,等. 五氟苄基胺衍生与 GC/MS 联用分析大气中的单羰基化合物和多羰基化合物[J]. 环境科学学报, 2012, 32(11): 2 718-2 724.
- [22] TESSINI C, MÜLLER N, MARDONES C, et al. Chromatographic approaches for determination of low-molecular mass aldehydes in bio-oil[J]. Journal of Chromatography A, 2012, 1 219: 154-160.
- [23] YILMAZ B, ASCI A, KUCUKOGLU K, et al. Simple high-performance liquid chromatography method for formaldehyde determination in human tissue through derivatization with 2,4-dinitrophenylhydrazine[J]. Journal of Separation Science, 2016, 39(15): 2 963-2 969.
- [24] 国家烟草专卖局. 烟用水基胶 甲醛的测定 高效液相色谱法: YC/T 332—2010[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [25] 贺春霞,蒋腊梅,戴云辉,等. 高效液相色谱法同时测定烟用水基胶中的甲醛和乙醛[J]. 分析试验室, 2010, 29(5): 69-72.
- [26] 陈益才,吴英伟. 高效液相色谱法测定烟用水基胶中5种羰基化合物[J]. 化学工程与装备, 2014(2): 178-179, 168.
- [27] 游金清,陈嘉彬,倪建彬,等. 水分散直接衍生/高效液相色谱法测定烟用胶中的醛酮[J]. 中国胶粘剂, 2014, 23(5): 18-22.
- [28] 游金清,李韵,陆成飞,等. 衍生—顶空气相色谱法测定烟用水基胶中的甲醛、乙醛和丙酮[J]. 烟草科技, 2018, 51(1): 59-63, 69.
- [29] 殷延齐,张洪召,丁超,等. 连续流动分析法快速测定烟用水基胶中的甲醛[J]. 烟草科技, 2013(2): 65-67.
- [30] 国家烟草专卖局. 烟用水基胶 苯、甲苯及二甲苯的测定 气相色谱—质谱联用法: YC/T 334—2010[S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.
- [31] 王劲,郑钟洁. 常用溶剂型胶粘剂中苯、甲苯、二甲苯的气相色谱测定法[J]. 环境与健康杂志, 2006(3): 275-276.

- [32] 高明奇, 张展, 顾亮, 等. 中空纤维膜—液相微萃取在烟用水基胶苯系物测定中的应用[J]. 中国胶粘剂, 2016, 25(4): 14-17, 51.
- [33] 周景喜, 陈广平, 李红. 顶空—气相色谱—质谱法测定烟用水基型乳胶中苯系物[J]. 质谱学报, 2012, 33(1): 32-36.
- [34] 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): 13 598-13 600.
- [35] 姬厚伟, 刘剑, 叶冲, 等. 静态顶空—气相色谱质谱选择性测定烟用白乳胶中 7 种苯系物[J]. 中国烟草学报, 2012, 18(6): 5-9, 22.
- [36] 李国智, 杨仁礼, 师建全, 等. 烟用水基型乳胶中苯系物的 GC/MS/SIM 测定[J]. 烟草科技, 2009(10): 45-49.
- [37] 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.
- [38] 董全江, 朱国健, 关明, 等. 功能助剂对烟用水基胶的性能影响的应用研究[J]. 化学与黏合, 2017, 39(2): 115-118.
- [39] 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, 54(2): 148-152.
- [40] 尚淑娜, 生威, 王璐璐, 等. 间接竞争 ELISA 检测食品中的邻苯二甲酸二丁酯[J]. 食品与机械, 2019, 35(5): 67-71, 155.
- [41] 万小红. 烟用胶黏剂中脂肪族醛酮和邻苯二甲酸酯类有害化合物的分析和研究[D]. 长沙: 中南大学, 2012: 10-11.
- [42] 秦菲, 米生权. 单滴微萃取—气相色谱—质谱联用法检测食品中 5 种邻苯二甲酸酯类塑化剂[J]. 食品与机械, 2017, 33(2): 46-50.
- [43] 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.
- [44] 张艳宏, 王森, 张承明, 等. 气相色谱法测定烟用胶中邻苯二甲酸酯类物质[J]. 云南化工, 2007(6): 35-38.
- [45] 张艳芳, 鲍峰伟, 陈伟华, 等. 高效液相色谱法测定烟用白乳胶中邻苯二甲酸酯类化合物[J]. 理化检验(化学分册), 2013, 49(10): 1 209-1 212.
- [46] 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): 134-140.
- [47] 龚淑果, 孔波, 虞苏行, 等. 液液萃取—气相色谱—质谱联用法同时检测烟用水基胶中的 23 种酯类化合物[J]. 色谱, 2013, 31(10): 989-994.
- [48] 潘立宁. 烟用水基胶中增塑剂的气相色谱—质谱法分析[C]// 第三届全国质谱分析学术报告会摘要集—分会场 7: 环境与食品安全分析. 厦门: 中国化学会, 2017: 81-82.
- [49] 李春. 烟用水基胶中新型增塑剂的 GC/MS 测定[J]. 中国新技术新产品, 2015(8): 30.
- [50] 樊亚玲, 彭军仓, 吕娟, 等. 烟用水基胶中柠檬酸三丁酯和乙酰柠檬酸三丁酯的 GC/MS 测定[J]. 烟草科技, 2014(2): 53-56.
- [51] 陈艺彩, 谢小保, 施庆珊, 等. 异噻唑啉酮衍生物类工业杀菌剂的研究进展[J]. 精细与专用化学品, 2010, 18(1): 43-46.
- [52] GARCÍA-GAVÍN J, VANSINA S, KERRE S, et al. Methylisothiazolinone, an emerging allergen in cosmetics[J]. Contact Dermatitis, 2010, 63(2): 96-101.
- [53] ISAKSSON M, GRUVBERGER B, BRUZE M. Occupational contact Allergy and dermatitis from methylisothiazolinone after contact with wallcovering glue and after a chemical burn from a biocide[J]. Dermatitis, 2004, 15(4): 201-205.
- [54] 周晓, 李小兰, 陈志燕, 等. 高效液相色谱法测定水基胶黏剂中 3 种异噻唑啉酮类杀菌剂[J]. 色谱, 2015, 33(1): 75-79.
- [55] 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): 10-16.
- [56] 姬厚伟, 董睿, 刘剑, 等. 超高效液相色谱法测定烟用水基胶中 3 种异噻唑啉酮杀菌剂[J]. 理化检验(化学分册), 2017, 53(4): 432-436.
- [57] 卢昕博, 肖卫强, 许高燕, 等. LC-MS/MS 法测定水基胶中的 3 种异噻唑啉酮类防腐剂[J]. 中国烟草学报, 2015, 21(4): 7-13.
- [58] 王文元, 者为, 夏建军, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定烟用水基胶中硼酸[J]. 理化检验(化学分册), 2013, 49(8): 928-930.
- [59] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 有机化工产品中重金属的测定—目视比色法: GB/T 7532—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [60] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 化工产品中砷含量测定的通用方法: GB/T 7686—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
- [61] 陈雄, 方宣启, 戴璇, 等. 微波消解/ICP—MS 法测定黑茶中 5 种重金属元素及 15 种稀土元素[J]. 食品与机械, 2016, 32(8): 55-57, 205.
- [62] 张灵辉, 杨东亚, 刘少民. 微波消解—石墨炉原子吸收法测定烟用胶黏剂中的铅含量[J]. 畜牧与饲料科学, 2010, 31(2): 10-11.
- [63] 曹美, 朱忠. 微波消解—石墨炉原子吸收光谱法测定烟用水基胶中铅、砷的含量[J]. 江苏农业科学, 2013, 41(8): 301-304.
- [64] 熊文, 舒云波, 张峻松, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定烟用水基胶中的重金属[J]. 安徽农学通报(下半月刊), 2011, 17(8): 40, 88.
- [65] 夏向伟. 电感耦合等离子体质谱仪在烟用辅料重金属检测中的应用研究[D]. 长沙: 湖南大学, 2012: 27-30.