

LC-MS/MS 法测定纸质包装材料中 15 种光引发剂向改性聚苯醚模拟物的迁移量

刘珊珊, 李中皓, 杨 飞, 柯 玮, 刘岩顺, 范子彦,
王 颖, 边照阳, 唐纲岭, 陈再根

(国家烟草质量监督检验中心, 河南 郑州 450001)

摘要:为了考察光引发剂的迁移特性, 评估安全风险, 建立了一种基于液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)分析纸质包装材料中 15 种光引发剂向改性聚苯醚(MPPO)模拟物迁移量的方法。纸质包装材料中迁移出的被分析物被 MPPO 吸附后用乙腈萃取, 萃取液经有机滤膜过滤后, 采用乙腈和 0.1% 甲酸水溶液作为流动相进行梯度洗脱, Luna PFP(2) 色谱柱(150 mm×4.6 mm×3 μm)分离, 串联质谱法分析, 外标法定量。通过对色谱条件优化, 15 种光引发剂在 12 min 内可实现有效分离, 且目标分析物在 0.01~0.2 mg/kg 范围内线性关系良好, 线性相关系数 $R^2 > 0.993$ 。3 个加标水平(0.01、0.05 和 0.2 mg/kg)的回收率在 70.2%~122.5% 之间, 相对标准偏差(RSD) 小于 7.5%, 检出限(LOD) 为 0.001~0.021 mg/kg。实际样品的分析结果表明, 该方法的检出限低、测定结果准确, 可用于纸质包装材料中 15 种光引发剂向改性聚苯醚模拟物迁移量的检测。

关键词:光引发剂; 改性聚苯醚; 液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS); 纸质包装材料

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 1004-2997(2015)02-0168-09

doi: 10.7538/zpxb.youxian.2014.0061

Determination of Migration of the 15 Photoinitiators from Paper-Made Packing Using Modified Polyphenylene Oxide as a Simulant by LC-MS/MS

LIU Shan-shan, LI Zhong-hao, YANG Fei, KE Wei, LIU Yan-shun, FAN Zi-yan,
WANG Ying, BIAN Zhao-yang, TANG Gang-ling, CHEN Zai-gen

(China National Tobacco Quality Supervision & Test Center, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: In order to investigate the migration behavior of the PIs for the security risk assessment, the migrations of 15 photoinitiators (PIs) from paper-made packing using modified polyphenylene oxide (MPPO) as a simulant were determined using liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). MPPO, which was adsorbed the PIs migrated from paper-made packing, was extracted using acetonitrile, followed by

收稿日期: 2014-03-16; 修回日期: 2014-06-04

基金项目: 中国烟草总公司标准项目专项(512013AB0050, 562014AB0040); 国家烟草质量监督检验中心科技项目(512013CA0110)资助

作者简介: 刘珊珊(1987—), 女(汉族), 河南郑州人, 助理工程师, 从事烟草分析检测工作。E-mail: vanessa_liu1124@hotmail.com

通信作者: 李中皓(1982—), 男(汉族), 河南郑州人, 工程师, 从事烟草分析检测工作。E-mail: lee_zhonghao@sina.com

网络出版时间: 2014-12-02; 网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/doi/10.7538/zpxb.youxian.2014.0061.html>

clean-up of extract using organic phase filter. The PIs were separated in 12 min on the column of Luna PFP(2) by gradient elution with acetonitrile and water with 0.1% formic acid as mobile phase. All the PIs have good linear relationship ($R^2 > 0.993$) with in 0.01-0.2 mg/kg. The recoveries of 15 PIs are in the range of 70.2%-122.5% at the spike levels of 0.01, 0.05 and 0.2 mg/kg with the relative standard deviation less than 7.5%. The limits of detection range from 0.001 to 0.021 mg/kg. The analysis of real sample shows that the method with high sensitivity and high accuracy can be applied for the determination of migration of PIs from paper-made packing.

Key words: photoinitiators; modified polyphenylene oxide; liquid chromatography-tandem mass spectrometry(LC-MS/MS); paper-made packing

随着UV印刷工艺的普及,光引发剂(photoinitiators, PIs)作为紫外光固化油墨的主要成分被广泛应用于纸质包装印刷^[1-2]。光引发剂是一类具有光敏基团的化合物,在紫外光的激发下能够产生自由基、阳离子等,引发单体聚合交联固化。近年来的研究发现,UV印刷油墨固化完成后,其中残留的光引发剂在一定条件下可以发生化学迁移,或者通过物理接触污染包装内食品,从而对人体的健康造成潜在危害^[3]。因此,瑞士、欧盟等国家和组织相继颁布了食品接触材料中光引发剂特定迁移限量(SML)的要求^[4-7]。

对于与干性食品接触的食品包装材料,由于其与液态食品的迁移介质不同,欧盟建议的特定迁移方法采用改性聚苯醚(MPPO)吸附材料作为食品模拟物,参照食品接触材料的实际使用温度和接触时间进行特定迁移实验^[5]。2003年,欧盟EN 14338—2003对纸与纸板的迁移条件和方法进行了规定,即采用1 dm²纸和纸板材料,用4 g MPPO在特定的温度和迁移时间条件下进行迁移实验。虽然该标准提出了纸和纸板食品接触材料的MPPO特定迁移实验的通用处理程序,但并没有针对特定的目标分析物提出专门的检测方法。

目前,有关光引发剂的分析方法主要包括气相色谱-质谱法(GC/MS)^[8-10]、超高效液相色谱法(UPLC)^[11]、液相色谱-质谱法(LC/MS)^[9]、气相色谱-串联质谱法(GC-MS/MS)^[12]和液相色谱-串联质谱法(LC-MS/MS)^[2,13],涉及的光引发剂主要包括异丙基硫杂蒽酮(ITX)、二苯甲酮(BP)、4-甲基二苯甲酮(4-BP)等^[14-16]。2007年, Triantafyllou等^[8]以

MPPO为模拟物,采用GC/MS技术建立了纸张中二甲苯、苯乙酮、二苯甲酮等化合物迁移量的分析方法,得到了15种光引发剂性质及特定迁移限量,结果列于表1。王楠等^[17]采用Tenax(聚2,6-二苯基对苯醚)为模拟物,建立了微波条件下二苯甲酮与1-羟基环己基苯基甲酮迁移量的分析方法。

目前,国内的研究主要集中在食品或者包装材料中光引发剂残留的检测,鲜有涉及干性食品及其模拟物中多种光引发剂特定迁移量的分析。本研究拟采用LC-MS/MS建立15种受限制的光引发剂特定迁移量的检测方法,以期对相关包装材料中光引发剂特定迁移量的分析提供参考。

1 实验部分

1.1 仪器和试剂

1173(96%)、BP(99%)和Irgacure 907(98%)标准品:购自梯希爱化成工业发展有限公司;2-MBP(98%)、EDB(98%)、BDK(99%)、EHDAB(99%)、OMBB(98%)、2-ITX(98%)、PBZ(98%)和DETX(98%)标准品:购自瑞士Adamas Reagent公司;Irgacure 369(97%)和Irgacure 2959(98%)标准品:购自美国Sigma-Aldrich公司;MK(98%)和DEAB(98%)标准品:购自东京化成工业株式会社;乙腈(色谱纯):购自德国CNW Technologies GmbH公司;甲醇(色谱纯):购自韩国Duksan Pure Chemicals公司;超纯水:由Milli-Q纯水系统制得;改性聚苯醚(Tenax-TA, 60~80目):购自荷兰Buchem bv公司。

API 4000四极杆-串联质谱仪:美国AB

表 1 15 种光引发剂的性质及特定迁移限量
Table 1 Properties and specific migration limit of the 15 PIs

序号	化合物	化学文摘号	相对分子质量	分子式	沸点/℃	特定迁移限量 ^[8] /(mg/kg)
1	2-羟基-2-甲基-1-苯基丙酮 2-Hydroxy-2-methylpropiophenone(1173)	7473-98-5	164.2	C ₁₀ H ₁₂ O ₂	310.6	0.01
2	二苯甲酮 Benzophenone(BP)	119-61-9	182.2	C ₁₃ H ₁₀ O	305.4	0.6
3	2-甲基二苯甲酮 2-Methylbenzophenone(2-MBP)	131-58-8	196.2	C ₁₄ H ₁₂ O	310.0	0.6
4	对-N,N-二甲氨基苯甲酸乙酯 Ethyl 4-dimethylaminobenzoate(EDB)	10287-53-3	193.2	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂	341.8	0.05
5	2,2-二甲氧基-2-苯基苯乙酮 2,2-Dimethoxy-2-phenylacetophenone(BDK)	24650-42-8	256.3	C ₁₆ H ₁₆ O ₃	371.1	0.01
6	邻苯甲酰苯甲酸甲酯 Methyl 2-benzoylbenzoate(OMBB)	606-28-0	240.3	C ₁₅ H ₁₂ O ₃	352.0	0.05
7	对二甲氨基苯甲酸异辛酯 2-Ethylhexyl-4-dimethylaminobenzoate(EHDAB)	21245-02-3	277.4	C ₁₇ H ₂₇ NO ₂	415.0	5
8	2-甲基-1-(4-甲硫基)苯基-2-吗啉基-1-丙酮 2-Methyl-4'-(methylthio)-2-morpholinopropiophenone(Irgacure 907)	71868-10-5	279.4	C ₁₅ H ₂₁ NO ₂ S	410.5	0.01
9	2-异丙基硫杂蒽酮 2-Isopropylthioxanthone(2-ITX)	5495-84-1	254.3	C ₁₆ H ₁₄ OS	398.9	0.05
10	联苯基苯甲酮 4-Benzoylbiphenyl(PBZ)	2128-93-0	258.3	C ₁₉ H ₁₄ O	419.1	0.01
11	2,4-二乙基硫杂蒽酮 2,4-Diethyl-9H-thioxanthen-9-one(DETX)	82799-44-8	268.4	C ₁₇ H ₁₆ OS	427.9	0.01
12	4,4-双(二甲氨基)二苯酮 4,4'-bis(Dimethylamino)benzophenone(MK)	90-94-8	268.4	C ₁₇ H ₂₀ N ₂ O	427.7	0.01
13	4,4-双(二乙氨基)二苯酮 4,4'-bis(Diethylamino)benzophenone(DEAB)	90-93-7	324.5	C ₂₁ H ₂₈ N ₂ O	475.7	0.01
14	2-苄基-2-二甲氨基-1-(4-吗啉苯基)-1-丁酮 2-Benzyl-2-(dimethylamino)-4'-morpholinobutyrophenone(Irgacure 369)	119313-12-1	366.5	C ₂₃ H ₃₀ N ₂ O ₂	528.8	0.15
15	1-[4-(2-羟基乙氧基)苯基]-2-羟基-2-甲基-1-丙酮 2-Hydroxy-4'-(2-hydroxyethoxy)-2-methylpropiophenone(Irgacure 2959)	106797-53-9	224.25	C ₁₂ H ₁₆ O ₄	405.0	0.05

Sciex 公司产品; AE 163 电子天平:瑞士 Mettler 公司产品,感量 0.000 1 g; LC-213 烘箱:上海 Espec 公司产品; TALBOYS 涡旋振荡器:美国 Troemner 公司产品; 3-30k 高速冷冻离心机:德国 Sigma 公司产品。

迁移实验用阳性样品:由汕头东风印刷有限公司提供。阳性样品的制备:利用 UV 展色仪将含有 13 种光引发剂的 UV 光油均匀的涂

布在定量为 120 g/m² 的铜版原纸基材上,再利用 UV 光固机对展色样品进行 1 次干燥固化(UV 固化能量为 30 mJ/cm²)。

1.2 实验方法

1.2.1 色谱条件 Luna PFP(2)色谱柱(150 mm×4.6 mm×3 μm);流动相:乙腈(A)和0.1%甲酸水溶液(B);流速 500 μL/min;梯度洗脱程序列于表 2;柱温 30 ℃;进样量 10 μL。

1.2.2 质谱条件 正离子扫描方式,电喷雾离子源(ESI),雾化气(N_2)压力 345 kPa,气帘气(N_2)压力 103 kPa,辅助加热气(N_2)压力 345 kPa;碰撞气(N_2)压力 69 kPa,离子化温度 550 $^{\circ}C$,停留时间 50 ms,电离电压 5 500 V,正离子多反应监测(MRM)模式。光引发剂及内标的保留时间和 MRM 参数列于表 3。

表 2 梯度洗脱程序

Table 2 Gradient elution program

时间/min	流速/ $(\mu L/min)$	A/%	B/%
0.0	500	75	25
5.0	500	100	0
12.0	500	100	0
12.5	500	75	25
20.0	500	75	25

表 3 光引发剂目标物的保留时间和 MRM 参数

Table 3 MRM parameters and retention times of the 15 PIs

序号	化合物	定量/定性离子对	去簇电压/eV	碰撞电压/eV	保留时间/min
1	1173	165.2/119.1*	30	11	4.40
		165.2/91	30	15	
2	BP	183.1/105.1*	60	22	5.99
		183.1/94.9	60	30	
3	2-MBP	197.2/105.1*	60	21	6.46
		197.2/119.2	60	21	
4	EDB	194.1/166.3*	60	22.6	6.07
		194.1/179.4	60	22.6	
5	BDK	225.1/197.1*	80	18.4	5.59
		225.1/165.2	80	22	
6	OMBB	241.3/209.2*	50	12	5.38
		241.3/153.1	50	32	
7	EHDAB	278.5/151.3*	60	25	9.36
		278.5/166.4	60	37	
8	Irgacure 907	280.2/165.3*	55	28	5.26
		280.2/128.4	55	28	
9	2-ITX	255.2/213.1*	70	30	9.06
		255.2/184.1	70	35	
10	PBZ	259.2/105.1*	55	25	7.66
		259.2/181.3	55	25	
11	DETX	269.2/241.4*	70	31	9.91
		269.2/213.2	70	36	
12	MK	269.2/148.2*	70	30	5.96
		269.2/120.2	70	30	
13	DEAB	325.5/176.2*	80	35	7.36
		325.5/281.2	80	35	
14	Irgacure 369	367.3/190.3*	60	27	5.59
		367.3/294.3	60	27	
15	Irgacure 2959	225.2/179.0*	37	15	3.49
		225.2/207.2	37	13	

注: * 为定量离子对

1.2.3 标准溶液的配制 分别称取 50 mg(精确至 0.1 mg)各种光引发剂,用乙腈溶解并定容至 10 mL 棕色容量瓶中,配制成 5 g/L 的单一标准储备液。分别移取 1 mL 单一储备液于 50 mL 棕色容量瓶中,用乙腈定容至刻度,配制成 100 mg/L 的混合标准储备液 I。再取 100 μ L 混合标准储备液 I 于 10 mL 棕色容量瓶中,乙腈定容,配制成 1 mg/L 的混合标准储备液 II。最终采用混合标准溶液稀释法结合基质配标法制备系列标准溶液。

1.2.4 样品处理 称取约 1 g MPPO,均匀平铺至玻璃培养皿中,包装纸样品裁剪成 0.25 dm²,将印刷面朝上置于 MPPO 上方,然后密封。将培养皿置于烘箱中,以 70 $^{\circ}$ C 平衡 2 h,取出冷却至室温。将培养皿中的 MPPO 转移至 10 mL 具塞离心管中,加入 10 mL 乙腈,于涡旋振荡仪上以 2 000 r/min 涡旋振荡 10 min,再以 8 000 r/min 离心 5 min;取 4 mL 上清液,经氮吹仪浓缩至 1 mL,经 0.22 μ m 有机相滤膜过滤后,进行 LC-MS/MS 分析。

2 结果与讨论

2.1 液相色谱条件的选择

Luna PFP(2)色谱柱(150 mm $\times$ 4.6 mm $\times$ 3 μ m)通过五氟苯基与丙基连接,它提供了与其他反相材料不同的多种保留机制,近年来常用于光引发剂的液相色谱分离^[11]。本实验比较了甲醇-水体系和乙腈-水体系对分离效果的影响,其对比结果示于图 1。可以看出,采用甲醇-水体系会导致 Irgacure 369 和 Irgacure 2959 的峰形较差,这可能是溶解性不好的原因;实验还发现,通过改变甲醇的比例和加入甲酸、缓冲盐等流动相助剂也并未对峰形有任何改善,而采用乙腈-水流动相体系能够获得较好的色谱峰形。

2.2 MPPO 模拟物用量的优化

由于 MPPO 价格昂贵且回收处理过程繁琐,因此本方法在保持 EN 14338 规定的 MPPO 模拟物与纸质材料使用量对应比例的基础上,用 1 g MPPO/0.25 dm² 的纸质印刷材料的迁移实验条件代替欧盟标准中的 4 g MPPO/1 dm² 进行迁移实验,从而大大降低了检测成本,数据对比情况示于图 2。

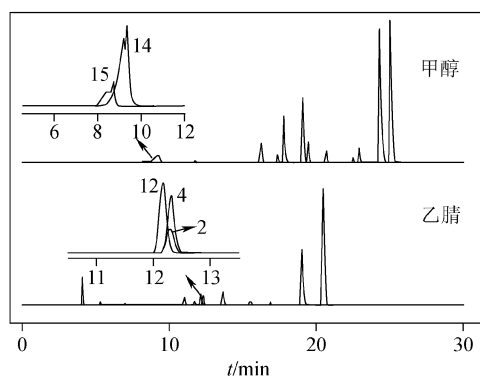


图 1 甲醇和乙腈对色谱分离效果的影响

Fig. 1 Effect of separation for methanol and acetonitrile

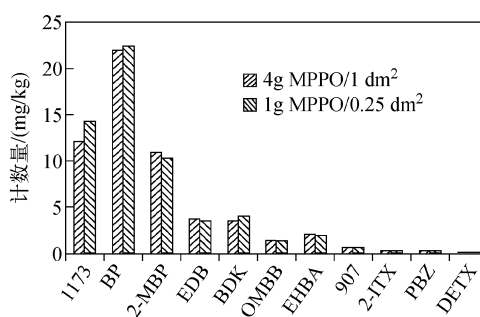


图 2 4 g MPPO/1 dm² 和 1 g MPPO/0.25 dm² 的迁移实验数据对比

Fig. 2 Comparison of the migration quantity with 4 g MPPO/1 dm² and 1 g MPPO/0.25 dm²

2.3 样品提取条件的选择

由于乙腈的通用性较强,近年来常被作为光引发剂的提取剂^[10-11,16]。实验采用涡旋提取方式,考察了不同涡旋提取时间及提取次数对 MPPO 中 PIs 提取的影响。将涡旋 2 min 所获得的 PIs 仪器检测响应计为 100%,实验结果示于图 3。由图 3 可见,不同涡旋时间的提取效果差异全部在正负 10% 以内,且采用 10 min 涡旋提取 1 次即可达到提取目的。

2.4 基质效应

为了考察基质效应对 15 种光引发剂的影响,实验以空白纸张迁移实验的 MPPO 乙腈提取溶液为基质,考察了浓缩和未经过浓缩的基质溶液相比,纯溶剂所配制相同浓度标准溶液中各 PIs 响应值的变化,结果示于图 4。由图 4 可见,2-ITX、DETX、MK、DEAB 的基质降低效应显著,而且由于浓缩基质溶液中的基质浓

度较高,表现出来的基质效应也强于未浓缩的基质溶液。其他大部分化合物的基质溶液响应值与纯溶剂溶液响应值之比相当,基质效应不明显。因此,为了消除基质效应对外标法定量带来的干扰,本研究采用相应基质配标的方法进行外标定量。

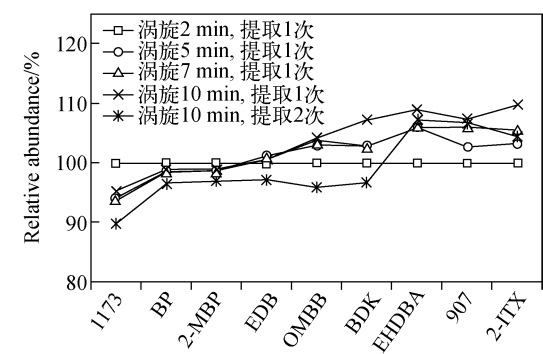


图 3 涡旋提取时间对提取效果的影响
Fig. 3 Effect of vortexing time on the extraction

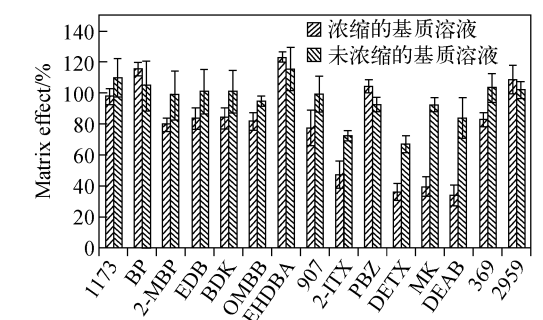
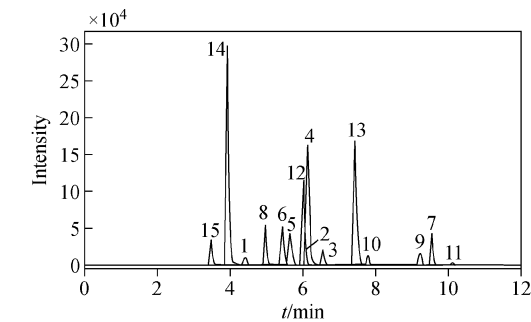


图 4 基质效应的影响
Fig. 4 Effect of the matrix effect

2.5 方法评价

分别配制 4、8、20、40、80 mg/L 基质标准溶液,以标准系列的峰面积所对应的标准工作曲线

的浓度建立线性回归方程。标准溶液的色谱图示于图 5。采用对 1 g 空白 MPPO 中加标的方法进行回收率和精密度实验,加标水平分别为 10、50、200 ng,每个加标水平平行测定 5 次,并且逐级稀释基质加标溶液,按信噪比 $S/N \geq 3$ 计算得到该分析方法的检出限(LOD)。方法评价结果列于表 4。数据表明,15 种光引发剂在 4~80 mg/L 范围内线性关系良好($R^2 \geq 0.993$),3 个加标水平的回收率在 70.2%~122.5%之间,精密度小于 7.5%,LOD 为 0.001~0.021 mg/kg。



注:色谱峰 1~15 所代表的化合物于表 4 中对应列出
图 5 15 种光引发剂的总离子流图
Fig. 5 TIC chromatogram of the 15 PIs
under the optimized condition

2.6 实际样品分析

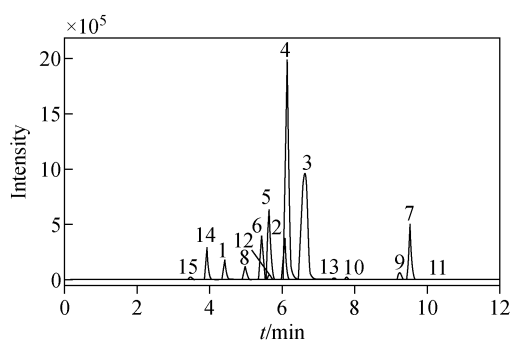
在 70 °C 条件下,利用本方法对阳性样品分别进行 0.5、1、2 h 的迁移实验,实际样品的色谱图示于图 6,实际样品中光引发剂迁移量随迁移时间的变化示于图 7。结果表明,样品中 13 种光引发剂在 3 种迁移实验条件下均存在一定程度的迁移,随着迁移时间的延长,较低沸点光引发剂的迁移量显著增高,而对于高沸点光引发剂的影响并不十分明显。

表 4 15 种光引发剂的方法评价结果
Table 4 The result of method evaluation for the 15 PIs

序号	光引发剂 PIs	线性方程	回归系数 (R^2)	LOD/ (mg/kg)	加标量/ng	回收率/%	RSD/% ($n=5$)
1	1173	$y = -0.005 + 0.00239x$	0.9997	0.006	20.1	70.4	1.7
					50.2	70.2	2.3
					100.4	72.7	2.9
2	BP	$y = -0.00179 + 0.00358x$	0.9995	0.021	17.8	72.0	2.2
					44.6	75.4	3.6
					89.1	72.7	4.1

续表 4

序号	光引发剂 PIs	线性方程	回归系数 (R^2)	LOD/ (mg/kg)	加标量/ng	回收率/%	RSD/% ($n=5$)
3	2-MBP	$y = -0.018\ 7 + 0.006\ 73x$	0.999 9	0.008	19.9	72.9	2.1
					49.8	75.4	2.1
					99.6	82.4	2.3
4	EDB	$y = 0.036\ 8 + 0.068\ 7x$	0.998 9	0.001	19.4	95.6	2.2
					48.6	86.9	0.9
					97.2	88.6	2.1
5	BDK	$y = -0.006\ 57 + 0.014\ 8x$	0.999 9	0.015	17.8	90.6	7.3
					44.5	82.6	6.1
					89.0	90.4	4.0
6	OMBB	$y = -0.005\ 89 + 0.020\ 4x$	0.999 8	0.002	21.2	89.4	5.0
					53.0	92.6	2.7
					105.9	92.3	2.1
7	EHDAB	$y = -0.074\ 4 + 0.057\ 7x$	1.000 0	0.001	22.6	118.0	4.1
					56.5	102.7	4.0
					113.1	114.4	3.1
8	Irgacure 907	$y = 0.040\ 7 + 0.026\ 6x$	0.994 3	0.001	13.7	104.1	5.8
					34.3	87.6	2.5
					68.7	98.3	3.4
9	2-ITX	$y = -0.000\ 039\ 6 + 0.008\ 13x$	0.999 8	0.015	17.2	76.9	1.9
					42.9	96.7	6.0
					85.8	112.9	5.1
10	PBZ	$y = -0.009\ 83 + 0.006\ 51x$	0.999 6	0.002	17.2	76.3	8.2
					42.9	79.8	7.8
					85.8	71.4	6.4
11	DETX	$y = 0.003\ 69 + 0.001\ 44x$	0.999 6	0.015	17.2	104.9	1.2
					42.9	84.0	2.9
					85.8	101.0	6.3
12	MK	$y = 0.169 + 0.052\ 3x$	0.993 0	0.002	17.2	98.1	9.2
					42.9	122.5	1.5
					85.8	109.6	3.3
13	DEAB	$y = 0.22 + 0.096\ 9x$	0.995 1	0.001	17.2	94.5	2.9
					42.9	99.4	2.8
					85.8	97.4	1.1
14	Irgacure 369	$y = -0.027\ 4 + 0.081\ 6x$	0.999 5	0.001	17.2	106.5	0.7
					42.9	91.5	2.6
					85.8	91.7	0.5
15	Irgacure 2959	$y = -0.006\ 27 + 0.006\ 29x$	0.999 5	0.003	18.9	79.9	4.8
					47.2	99.8	3.5
					94.5	93.7	5.0



注:色谱峰1~15所代表的化合物于表4中对应列出

图6 实际样品的总离子流图

Fig. 6 TIC chromatogram of the self-made sample

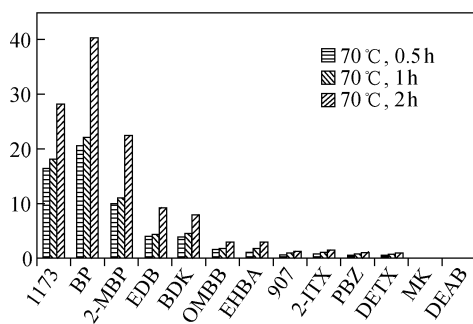


图7 实际样品中光引发剂迁移量
随迁移时间的变化情况

Fig. 7 Migration quantity of PIs with different
migration time in the self-made sample

3 结论

实验采用1 g MPPO模拟物对0.25 dm²的纸质印刷材料进行迁移实验,建立了一种LC-MS/MS技术分析纸质包装材料中15种光引发剂向改性聚苯醚模拟物迁移量的方法。实际样品分析结果表明,在70 °C下,随着迁移时间的延长,较低沸点光引发剂的迁移量显著增高。该方法的前处理简单、测定结果准确,可为干性食品接触材料受限制物质相关分析领域的进一步研究提供参考。

参考文献:

[1] BINDERUP M L, PEDERSEN G A, VINGGAARD A, et al. Toxicity testing and chemical analyses of recycled fibre-based paper for food contact[J]. Food Additives & Contaminants, 2002, 19(S1): 13-28.

[2] 韩伟,于艳军,李宁涛,等. 食品接触材料表面

印刷油墨中光引发剂的高效液相色谱-串联质谱法检测和迁移研究[J]. 分析化学, 2011, 39(9): 1 387-1 393.

HAN Wei, YU Yanjun, LI Ningtao, et al. Determination and migration study of six photoinitiators in printing inks used for food contact materials by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Chinese J Anal Chem, 2011, 39(9): 1 387-1 393(in Chinese).

- [3] Opinion of the scientific panel of food additives, flavourings, processing aids and materials in contact with food on a request from the commission related to 2-isopropyl thioxanthone (ITX) and 2-ethylhexyl-4-dimethylamino benzoate (EHDAB) in food contact materials[EB/OL]. The EFSA J, 2005, 293: 1-15. <http://www.efsa.europa.eu/en/efsajournal/doc1293.pdf>.
- [4] Ordinance of the FDHA on articles and materials (RS 817.023.21) of 23 November 2005[EB/OL]. http://www.admin.ch/ch/f/rs/c817_023_21.html.
- [5] Policy statement concerning paper and board materials and articles intended to come into contact with foodstuffs of 02 December 2009[EB/OL]. <http://www.foodcontactmaterials.com/materials/policy%20document%20paper.pdf>.
- [6] European Commission Health and Consumers Directorate-General. Standing committee on the food chain and animal health section toxicological safety conclusions of the meeting of 06 March 2009[EB/OL]. <http://www.food.gov.uk/science/surveillance/fsisbranch2006/fsis1806>.
- [7] EuPIA suitability list of photo-initiators for low migration UV printing inks and varnishes of June 2010[EB/OL]. <http://www.eupia.org>.
- [8] TRIANTAFYLLOU V I, AKRIDA-DEMERTZIS K, DEMERTZIS P G. A study on the migration of organic pollutants from recycled paperboard packaging materials to solid food matrices[J]. Food Chemistry, 2007, 101(4): 1 759-1 768.
- [9] SAGRATINI G, CAPRIOLI G, CRISTALLI G, et al. Determination of ink photoinitiators in packaged beverages by gas chromatography-mass spectrometry and liquid chromatography-mass spectrometry[J]. J Chromatogr A, 2008, 1 194 (2): 213-220.
- [10] 李中皓,范子彦,边照阳,等. 分散固相萃取净化气相色谱-质谱联用法快速检测纸质包装材料中

- 18种光引发剂[J]. 分析化学, 2013, 41(9): 1 334-1 340.
- LI Zhonghao, FAN Ziyan, BIAN Zhaoyang, et al. Simultaneous determination of 18 photoinitiators residues in paper-made packing by gas chromatograph-mass spectrometry after dispersive solid phase extraction cleanup[J]. Chinese J Anal Chem, 2013, 41(9): 1 334-1 340 (in Chinese).
- [11] 李中皓, 吴帅宾, 刘珊珊, 等. 超高效合相色谱法快速检测纸质印刷包装材料中10种受限制光引发剂[J]. 分析化学, 2013, 41(12): 1 817-1 824.
- LI Zhonghao, WU Shuaibin, LIU Shanshan, et al. The rapid detection of ten restricted photoinitiators in the paper-made packaging based on ultra performance convergence chromatography [J]. Chinese J Anal Chem, 2013, 41(12): 1 817-1 824 (in Chinese).
- [12] 张耀海, 焦必宁, 周志钦. 气相色谱-串联质谱法结合 QuEChERS 方法快速检测软包装饮料中8种光引发剂[J]. 分析化学, 2012, 40(10): 1 536-1 542.
- ZHANG Yaohai, JIAO Bining, ZHOU Zhiqin. Analysis of eight photoinitiator residues in soft drinks using QuEChERS method and gas chromatography and tandem mass spectrometric detection[J]. Chinese J Anal Chem, 2012, 40(10): 1 536-1 542 (in Chinese).
- [13] SHEN D X, LIAN H Z, DING T, et al. Determination of low-level ink photoinitiator residues in packaged milk by solid-phase extraction and LC-ESI/MS/MS using triple-quadrupole mass analyzer[J]. Anal and Bioanal Chem, 2009, 395(7): 2 359-2 370.
- [14] MORLOCK G, SCHWACK W. Determination of isopropylthioxanthone (ITX) in milk, yoghurt and fat by HPTLC-FLD, HPTLC-ESI/MS and HPTLC-DART/MS[J]. Anal Bioanal Chem, 2006, 385(3): 586-595.
- [15] BENETTI C, ANGELETTI R, BINATO G, et al. Isopropylthioxanthone (ITX) in dairy products [J]. Anal Chim Acta, 2008, 617(1): 132-138.
- [16] SANCJES-SILVA A, PASTORELLI S, CRUZ J, et al. Development of an analytical method for the determination of photoinitiators used for food packaging materials with potential to migrate into milk[J]. J Dairy Sci, 2008, 91(3): 900-909.
- [17] 吴建文, 王志伟, 王楠, 等. 微波条件下微波纸中邻苯二甲酸酯向食品模拟物 Tenax 的迁移[J]. 食品科学, 2013, 34(3): 25-28.
- WU Jianwen, WANG Zhiwei, WANG Nan, et al. Migration of phthalates from microwave paper to food simulant Tenax under microwave heating[J]. Food Science, 2013, 34(3): 25-28 (in Chinese).