

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20241016003

引用格式: 范颖莹, 阿文伟, 黄家惠, 等. 气相色谱-质谱法测定食品接触材料中 9,9-双(甲氧基甲基)芴的迁移量[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(1): 8-14.

FAN YY, A WW, HUANG JH, *et al.* Determination of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene migration in food contact materials by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(1): 8-14. (in Chinese with English abstract).

# 气相色谱-质谱法测定食品接触材料中 9,9-双(甲氧基甲基)芴的迁移量

范颖莹, 阿文伟, 黄家惠, 曾莹, 陈燕芬, 李丹\*

(广州海关技术中心, 广州 510070)

**摘要:** **目的** 建立气相色谱-质谱法测定塑料类食品接触材料及制品中 9,9-双(甲氧基甲基)芴迁移量的方法。**方法** 水基食品模拟物经正己烷萃取后进样, 化学替代溶剂(95%乙醇和异辛烷)直接进样, 橄榄油模拟物用乙腈进行萃取后进样, 使用气相色谱-质谱仪分析, 采用外标法定量。**结果** 建立了塑料类食品接触材料中 9,9-双(甲氧基甲基)芴迁移量的测定方法, 检出限为 0.01 mg/kg 或 mg/L, 定量限为 0.03 mg/kg 或 mg/L, 加标回收率为 80.0%~110.0%, 相对标准偏差为 1.2%~6.0% ( $n=6$ )。运用该方法对 10 款聚丙烯(polypropylene, PP)食品接触材料的实际样品进行测定, 检出率为 10%, 检出浓度为 0.12 mg/kg。**结论** 该方法灵敏, 回收率高和准确度高, 检出限能够满足法规判定要求, 可用于 PP 塑料类食品接触材料中 9,9-双(甲氧基甲基)芴迁移量的实际检验工作。**关键词:** 9,9-双(甲氧基甲基)芴; 气相色谱-质谱法; 食品接触材料; 迁移量

## Determination of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene migration in food contact materials by gas chromatography-mass spectrometry

FAN Ying-Ying, A Wen-Wei, HUANG Jia-Hui, ZENG Ying, CHEN Yan-Fen, LI Dan\*

(Guangzhou Customs Technology Center, Guangzhou 510070, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the determination of the migration of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene in plastic food contact materials and articles by gas chromatography-mass spectrometry. **Methods** The water-based food simulants were extracted by n-hexane, and the chemical alternative solvents (95% ethanol and isooctane) were directly injected, and the olive oil simulants were extracted with acetonitrile and then injected, and the samples were analyzed by gas chromatography-tandem mass spectrometry and quantified by external standard method. **Results** A method for the determination of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene in plastic food contact materials was established. The limit of detection was 0.01 mg/kg or mg/L, the limit of quantification was 0.03 mg/kg or mg/L, the recovery rates were 80.0%~110.0%, and the relative standard deviations were 1.2%~6.0% ( $n=6$ ). The actual samples of 10 kinds of

收稿日期: 2024-10-16

基金项目: 国家重点研发计划项目(2022YFF0607202)

第一作者: 范颖莹(1995—), 女, 助理工程师, 主要研究方向为食品接触材料及制品检测。E-mail: 18595656435@163.com

\*通信作者: 李丹(1973—), 男, 硕士, 研究员, 主要研究方向为食品接触材料检测与安全评估。E-mail: macroground@126.com

polypropylene (PP) food contact materials were determined by this method, and the detection rate was 10%, and the detection concentration was 0.12 mg/kg. **Conclusion** The method is sensitive, has high recovery and accuracy, and the limit of detection can meet the requirements of regulations, and can be used for the practical testing of the migration of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene in polypropylene (PP) food contact materials.

**KEY WORDS:** 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene; gas chromatography-mass spectrometry; food contact materials; migration

## 0 引言

聚丙烯(polypropylene, PP)是一种广泛用于食品接触材料的热塑性塑料,常用于制作食品容器、食品购物袋、瓶盖、吸管和保鲜盒等<sup>[1-3]</sup>。由于具有良好的耐热性和耐寒性,是食品加热和冷却过程中的理想选择<sup>[4-5]</sup>。从丙烯单体生产 PP 的过程中,需要用到催化剂以实现丙烯的聚合,9,9-双(甲氧基甲基)芴就是一种新型的催化剂<sup>[6-9]</sup>。它是芴为原料,经羟甲基化和醚化反应合成的新型二醚类给电子体<sup>[10-14]</sup>,由于它既可作为内给电子体,在催化剂的制备过程中加入,又可作为外给电子体,在丙烯聚合反应时加入<sup>[15-18]</sup>。因此具有活性高、氢调敏感性好的优点<sup>[19-21]</sup>,能提高丙烯聚合的催化活性和等规度,得到分子量、熔点、结晶度更高的 PP<sup>[22-24]</sup>。目前欧盟塑料法规(EU) No.10/2011 中已许可该物质用于食品接触用塑料制品中,且对该物质给出了 0.05 mg/kg 的迁移限量。但 GB 9685—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准》中却并未许可该物质的使用,这就使得我国需要对进口 PP 类食品接触材料中的 9,9-双(甲氧基甲基)芴进行监管。但目前尚缺乏该物质迁移量的检测方法,对检验监管工作带来了挑战。

本研究建立了 9,9-双(甲氧基甲基)芴迁移量的气相色谱-质谱法测定方法,涵盖了 GB 31604.1—2023《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 迁移试验通则》中所要求的全部食品模拟物,并将该方法应用于实际样品检测,以期食品接触材料中 9,9-双(甲氧基甲基)芴的进出口检验和风险管控提供技术支持。

## 1 材料与方 法

### 1.1 材料与试剂

PP 样品: 一次性塑料勺、一次性塑料餐盒、一次性塑料刀叉、塑料瓶、塑料盖,购自电商平台及线下商场超市。

9,9-双(甲氧基甲基)芴(纯度 99.5%,上海安谱公司);冰醋酸、无水乙醇、正己烷、甲醇、甲基叔丁基醚、乙腈、异辛烷(色谱纯,德国默克公司);精炼橄榄油(分析纯,上海麦克林试剂公司)。

### 1.2 仪器与设备

7890A-5975C 型气相色谱-质谱仪、DB-5MS 色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm)、HP-INNOWax 色谱柱(30 m×

0.25 mm, 0.25 μm)、DB-624 色谱柱(60 m×0.32 mm, 1.4 μm)(美国 Agilent 公司); XW-80A 型涡旋混合器(上海医科大学仪器厂); XSR 分析天平(精度 0.01 mg, 瑞士梅特勒-托利多仪器公司); Milli-Q 超纯水系统(德国默克公司)。

### 1.3 实验方法

#### 1.3.1 9,9-双(甲氧基甲基)芴标准溶液的配制

称取适量的 9,9-双(甲氧基甲基)芴,用甲醇配制成质量浓度为 1000 mg/L 的标准储备溶液。再分别用甲醇稀释到 10 mg/L 作为标准中间溶液 A、以及用甲基叔丁基醚稀释到 10 mg/L 作为标准中间溶液 B。

标准工作溶液: 用基质匹配法配制不同食品模拟物的标准工作溶液。将标准中间溶液 A 分别用适量的水、3%乙酸、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇、95%乙醇逐级稀释;将标准中间溶液 B 用异辛烷逐级稀释,均配制成质量浓度为 0.03、0.05、0.10、0.20、0.30 mg/L 的系列标准工作溶液;将适量标准中间溶液 B 添加至橄榄油中,用称重法配制成浓度为 0.03、0.05、0.10、0.20、0.30 mg/kg 的系列标准工作溶液。

#### 1.3.2 迁移实验食品模拟物试液的制备

迁移试验的要求按照 GB 31604.1—2023 及 GB 5009.156—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 迁移试验预处理方法通则》的规定,将 PP 塑料样品按实际接触面积 6 dm<sup>2</sup> 与实际接触食品的体积/质量 1 L/kg 的比例加入空白食品模拟物进行浸泡,得到迁移试验后的浸泡液,用于后续测试。

#### 1.3.3 浸泡液的前处理

对于水基食品模拟物(水、3%乙酸、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇)浸泡液: 准确移取 10 mL 浸泡液于玻璃试管中,加入 10 mL 正己烷,涡旋振荡萃取 10 min,静置分层,取上清液定容至 10 mL,用 0.45 μm 尼龙微孔滤膜过滤后,待上机测定。

对于 95%乙醇和异辛烷浸泡液: 取浸泡液约 1 mL,用 0.45 μm 尼龙微孔滤膜过滤后,上机测定。

对于橄榄油浸泡液: 准确称取 10 g(精确至 0.1 g)浸泡液至具塞玻璃管中,加入 10 mL 乙腈,涡旋振荡萃取 10 min,静置分层,取上清液定容至 10 mL,再用 0.45 μm 尼龙微孔滤膜过滤后,待上机测定。

#### 1.3.4 分析条件及测试

色谱条件: DB-5 柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 载气为氦

气(纯度 $\geq 99.999\%$ ), 流速 1.5 mL/min; 分流进样, 分流比 5:1; 进样口温度: 300 °C; 柱温: 初始温度 180 °C, 保持 2 min; 20 °C/min 升至 300 °C, 保持 3 min; 溶剂延迟 3 min; 进样量: 1  $\mu$ L。

质谱条件: 电离方式为电子轰击电离源; 电离能量 70 eV; 色谱-质谱接口温度: 300 °C; 离子源温度 280 °C; 数据采集方式为选择离子扫描模式, 扫描范围( $m/z$ ): 30~350; 定量离子( $m/z$ ): 178; 定性离子( $m/z$ ): 165, 194。

### 1.3.5 测试及结果的计算

以标准工作溶液的浓度为横坐标( $X$ , mg/L 或 mg/kg), 以目标物定量离子的峰面积为纵坐标( $Y$ ), 绘制标准曲线进行定量。采用与标准品的保留时间( $\pm 0.5\%$ )和质谱碎片离子的质荷比进行对比来实现定性。浸泡液中 9,9-双(甲氧基甲基)芴的迁移量计算按如下公式(1):

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times F \quad (1)$$

式中:  $X$  为 9,9-双(甲氧基甲基)芴的特定迁移量, mg/kg;  $c$  为由标准曲线得出的浸泡液中 9,9-双(甲氧基甲基)芴的质量浓度, mg/L 或 mg/kg;  $c_0$  为空白浸泡液的质量浓度, mg/L 或 mg/kg;  $V$  为浸泡液体积或质量, L 或 kg;  $S$  为试样与浸泡液接触的面积,  $\text{dm}^2$ ;  $F$  为食品接触材料及制品在可预见使用情形下实际的接触面积与食品体积(质量)比( $S/V$ ), 各种液态食品密度通常以 1 kg/L 计,  $\text{dm}^2/\text{kg}$ 。当实际  $S/V$  已知时,  $F$  即为可预见使用情形下的最大  $S/V$ ; 当实际  $S/V$  未知时,  $F$  采用 6  $\text{dm}^2/\text{kg}$ , 即 6  $\text{dm}^2$  食品接触材料及

制品接触 1 kg 食品。

## 1.4 数据处理

采用 Microsoft Excel 2021 进行数据统计, 采用 Origin 2022 绘图。

## 2 结果与分析

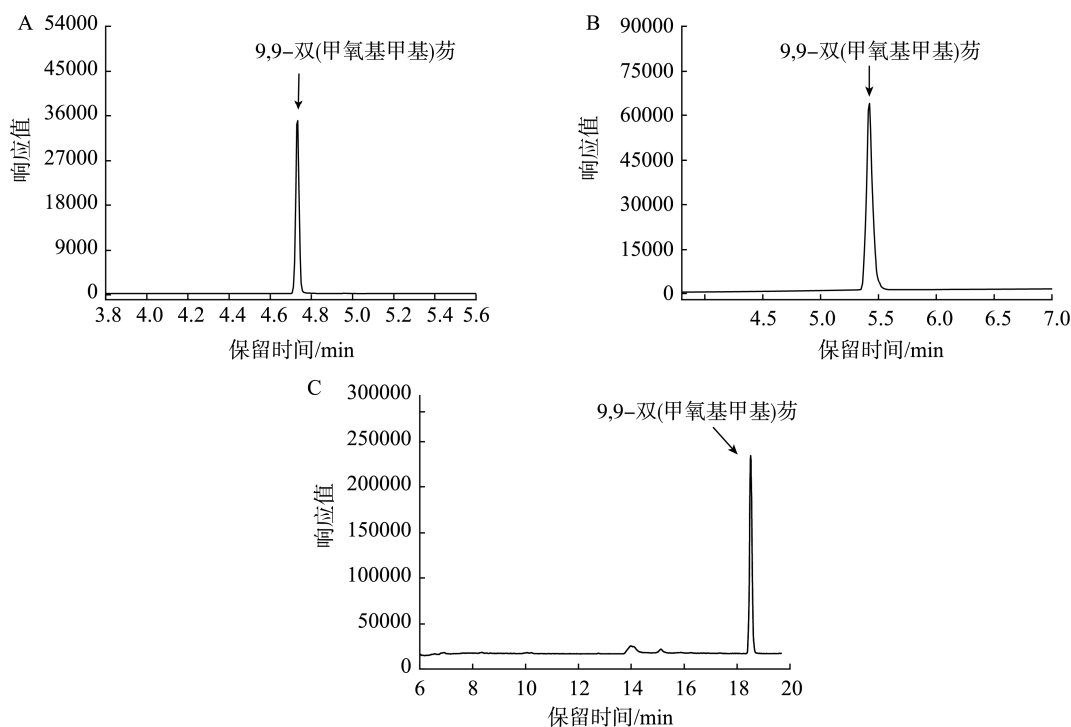
### 2.1 仪器条件优化

#### 2.1.1 色谱柱的选择

分别考察目标物在常见的弱极性 DB-5MS、强极性的 HP-INNOWax 和中等极性的 DB-624 上的保留情况。结果表明, 目标物在 DB-5MS 柱上的峰型最好且没有干扰峰。考虑到目标物本身的沸点较高( $359.9 \pm 15.0$ ) °C, 弱极性的 DB-5MS 柱具有较高的温度上限和更低的柱流失<sup>[25-26]</sup>, 且价格最为便宜, 是实验室最常用的毛细管气相色谱柱。因此, 选择 DB-5MS 作为分离柱。9,9-(甲氧基甲基)芴在 3 种色谱柱上的色谱图如图 1 所示。

#### 2.1.2 进样口温度的选择

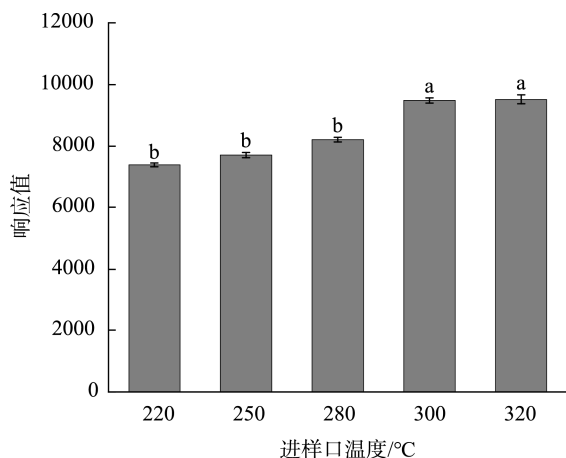
根据目标物的沸点, 分别选择 220、250、280、300、320 °C 5 个不同的进样口温度, 对响应值进行比较。图 2 结果显示, 随着进样口温度的升高, 响应值也逐渐增大, 在 300 °C 之后, 响应变化则趋于稳定。综合考虑目标物的气化温度以及 DB-5MS 色谱柱的最高耐受温度<sup>[27-28]</sup>, 选择 300 °C 作为进样口温度。



注: A. DB-5MS; B. HP-INNOWax; C. DB-624。

图 1 9,9-双(甲氧基甲基)芴在 3 种色谱柱上的色谱图

Fig.1 Chromatograms of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene on 3 kinds of columns



注: 不同字母表示组间具有显著性差异( $P < 0.05$ ), 图 3、4、7 同。

图 2 不同进样口温度时 9,9-双(甲氧基甲基)芴定量离子的响应值( $n=3$ )

Fig.2 Response values of quantitative ions of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene at different inlet temperatures ( $n=3$ )

## 2.2 前处理条件优化

### 2.2.1 萃取溶剂的选择

对于水基食品模拟物(水、3%乙酸、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇和 50%乙醇)迁移试验后得到的浸泡液, 比较了实验室常用的二氯甲烷、正己烷和乙酸乙酯共 3 种萃取溶剂的萃取效果<sup>[29-30]</sup>。在相同的萃取操作下, 乙酸乙酯、二氯甲烷和正己烷对 4%乙酸食品模拟物浸泡液都能实现较好的分层效果, 且三者的萃取效率相当(见图 3); 但乙酸乙酯与 50%乙醇浸泡液无法实现分层, 需要添加水用于分层增加实验步骤; 而二氯甲烷则毒性较大。综合考虑后选择正己烷作为水基食品模拟物浸泡液的萃取溶剂。

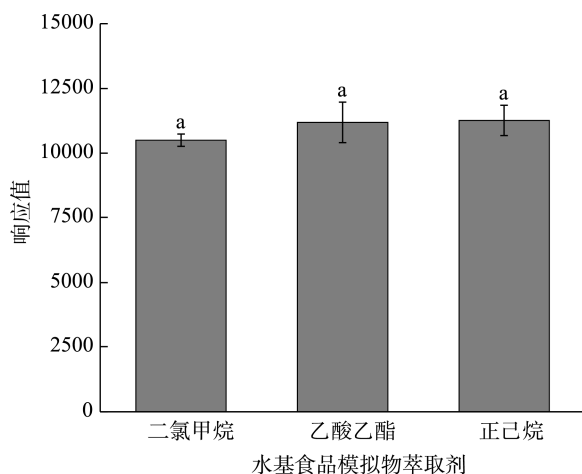


图 3 不同萃取剂对 4%乙酸食品模拟物浸泡液(0.30 mg/L)的萃取效率对比( $n=3$ )

Fig.3 Comparison of extraction efficiency of different extractants for 4% acetic acid food simulant soaking solution (0.30 mg/L) ( $n=3$ )

对于油脂类食品模拟物(橄榄油), 选择不与橄榄油混溶的甲醇、乙醇和乙腈 3 种常用有机溶剂进行比较, 发现乙腈的萃取效率明显优于甲醇和乙醇(见图 4), 且没有干扰峰, 因此选择乙腈作为橄榄油食品模拟物浸泡液的萃取溶剂。

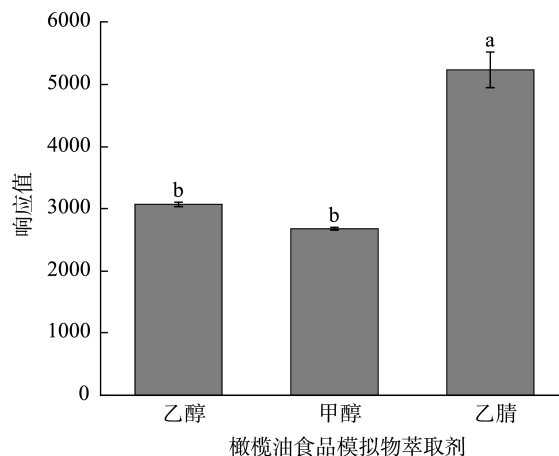


图 4 不同萃取剂对橄榄油食品模拟物浸泡液(0.30 mg/kg)的萃取效率对比( $n=3$ )

Fig.4 Comparison of extraction efficiency of different extractants for olive oil food simulant infusions (0.30 mg/kg) ( $n=3$ )

### 2.2.2 萃取时间的选择

分别取 4%乙酸、50%乙醇、橄榄油 3 种食品模拟物的浸泡液进行考察, 对比 1、5、10、15、20 min 5 个涡旋振荡时间下的萃取效率。结果表明(图 5), 随着涡旋振荡时间增加, 萃取效率也会增加, 当涡旋时间超过 10 min 后, 萃取效率的变化已经不明显, 而且随着萃取时间的增加, 50%乙醇食品模拟物浸泡液会出现明显的乳化现象, 大幅度延长了振荡后静置的时间, 因此综合考虑后, 将涡旋振荡时间选为 10 min。

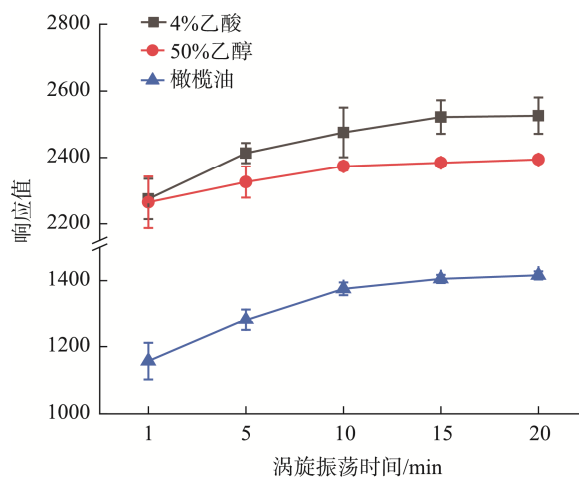


图 5 4%乙酸、50%乙醇和橄榄油食品模拟物在不同涡旋振荡时间(0.10 mg/L 或 mg/kg)下的萃取效率对比( $n=3$ )

Fig.5 Comparison of extraction efficiency of 4% acetic acid, 50% ethanol, and olive oil food simulants at different vortex shaking times (0.10 mg/L or mg/kg) ( $n=3$ )

### 2.2.3 萃取次数的选择

取 4%乙酸、50%乙醇、橄榄油食品模拟物浸泡液进行考察,对比实验室常用的 3 种萃取方式的萃取效率:用 10 mL 萃取剂萃取一次后定容至 10 mL、用 10 mL 萃取剂萃取两次经氮吹浓缩后定容至 10 mL、用 5 mL 萃取剂萃取两次后定容至 10 mL。结果表明,这 3 种萃取方式对于水基模拟物的响应值影响不大;对于橄榄油模拟物,用 10 mL 萃取剂萃取两次的响应稍优于其他方式(见图 6),但考虑到试验操作的便捷性,并经过加标回收率的验证,选择用 10 mL 萃取剂萃取一次的萃取方式。

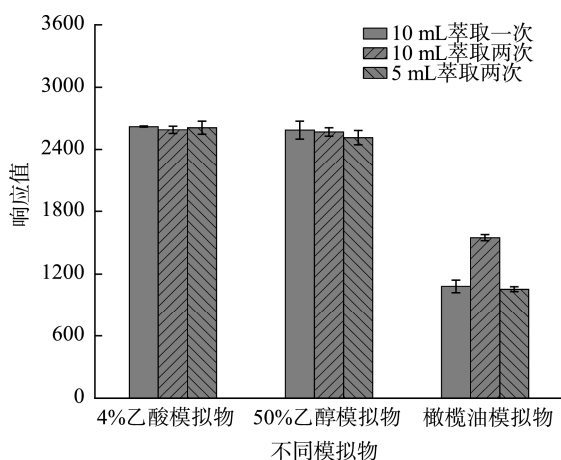
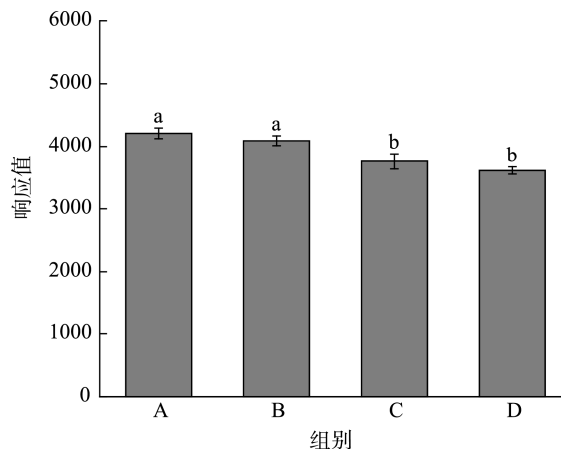


图 6 4%乙酸、50%乙醇、橄榄油食品模拟物浸泡液(0.10 mg/L 或 mg/kg)采用不同萃取方式的萃取效率对比( $n=3$ )

Fig.6 Comparison of the extraction efficiency of 4% acetic acid, 50% ethanol, and olive oil food simulant infusions (0.10 mg/L or mg/kg) using different extraction methods ( $n=3$ )

### 2.2.4 橄榄油浸泡液-预先稀释的考察

由于橄榄油有较大黏度,对于橄榄油食品模拟物的浸泡液,还需要考察用乙腈萃取前是否需要预先用正己烷稀释以降低黏度的必要性。结果表明,将橄榄油食品模拟物浸泡液预先用等体积正己烷进行稀释后再用乙腈萃取、以及直接将橄榄油浸泡液用乙腈萃取,二者的响应值差异不大(见图 7),因此橄榄油浸泡液直接用乙腈进行一次等体积萃取即可。



注: A. 10 mL 乙腈等体积萃取一次定容至 10 mL; B. 5 mL 乙腈等体积萃取一次定容至 5 mL; C. 10 mL 乙腈加入 10 mL 正己烷等体积萃取一次定容至 10 mL; D. 5 mL 乙腈加入 5 mL 正己烷等体积萃取一次定容至 5 mL。

图 7 橄榄油食品模拟物模浸泡液(0.10 mg/kg)预先稀释再萃取的萃取效率对比( $n=3$ )

Fig.7 Comparison of extraction efficiency of olive oil food simulant mold soaking solution (0.10 mg/kg) pre-diluted before extraction ( $n=3$ )

## 2.3 方法学验证

### 2.3.1 标准工作曲线、检出限和定量限

以 9,9-双(甲氧基甲基)芴的峰面积响应值为纵坐标(Y)、对应的的质量浓度为横坐标(X, mg/L 或 mg/kg)绘制标准工作曲线。结果表明,9,9-双(甲氧基甲基)芴在各种食品模拟物浸泡液中的浓度范围为 0.03~0.30 mg/L(或 mg/kg)时,线性相关系数( $r^2$ )均大于 0.995,表明方法的线性关系良好。对不含目标物的基质空白塑料样品,用不同食品模拟物进行迁移试验后,在浸泡液中添加较低浓度水平的 9,9-双(甲氧基甲基)芴,按 1.3.3 进行样品前处理和上机测定,分别以信噪比  $S/N \geq 3$  确定方法检出限(limit of detection, LOD)为 0.01 mg/L 或 mg/kg,以信噪比  $S/N \geq 10$  确定方法定量限(limit of quantitation, LOQ)为 0.03 mg/L 或 mg/kg,并按照 GB 31604.59—2023《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 化学分析方法验证通则》进行方法验证,结果如表 1 所示。

表 1 目标物的线性方程、LODs 和 LOQs  
Table 1 Linear equations, LODs and LOQs of the targets

模拟物	LODs	LOQs	线性范围	线性方程	相关系数( $r^2$ )
水	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=307300X+879.1$	0.9982
3%乙酸	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=269500X+430.8$	0.9975
4%乙酸	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=311400X-3501.0$	0.9988
10%乙醇	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=333200X-679.8$	0.9990
20%乙醇	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=263000X+906.9$	0.9955
50%乙醇	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=326000X-373.5$	0.9999
95%乙醇	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=164800X+764.8$	0.9969
异辛烷	0.01 mg/L	0.03 mg/L	0.03~0.30 mg/L	$Y=224100X-1586.0$	0.9978
橄榄油	0.01 mg/kg	0.03 mg/kg	0.03~0.30 mg/kg	$Y=117200X-334.5$	0.9970

### 2.3.2 加标回收率和相对标准偏差

分别对基质空白塑料样品的浸泡液进行高、中、低 3 水平加标, 平行测定 6 次, 计算回收率和相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD), 结果见表 2。9,9-双(甲氧基甲基)芴的加标回收率为 80.0%~110.0%之间, RSDs 为 1.2%~6.0%, 表明本方法具有良好的回收率和精密度。

表 2 不同浸泡液中目标物的加标回收率和 RSDs ( $n=6$ )  
Table 2 Spiked recoveries and RSDs of targets in different immersion solutions ( $n=6$ )

模拟物	加标量	回收率/%	RSDs/%
水	0.03 mg/L	93.3~100.0	2.2
	0.05 mg/L	97.0~110.0	6.0
	0.10 mg/L	93.3~103.0	3.9
3%乙酸	0.03 mg/L	93.3~96.7	1.8
	0.05 mg/L	97.0~100.0	1.2
	0.10 mg/L	90.0~100.0	4.1
4%乙酸	0.03 mg/L	93.3~96.7	1.8
	0.05 mg/L	94.0~98.0	1.7
	0.10 mg/L	96.7~90.0	2.7
10%乙醇	0.03 mg/L	96.7~103.0	2.5
	0.05 mg/L	98.0~110.0	4.5
	0.10 mg/L	96.7~103.0	2.5
20%乙醇	0.03 mg/L	90.0~96.7	2.7
	0.05 mg/L	93.0~97.0	1.5
	0.10 mg/L	90.0~93.0	1.9
50%乙醇	0.03 mg/L	93.3~100.0	2.8
	0.05 mg/L	98.0~110.0	4.5
	0.10 mg/L	96.7~103.0	2.5
95%乙醇	0.03 mg/L	86.7~90.0	1.5
	0.05 mg/L	90.0~96.0	2.5
	0.10 mg/L	90.0~93.3	1.9
异辛烷	0.03 mg/L	90.0~93.3	1.9
	0.05 mg/L	92.0~97.0	2.2
	0.10 mg/L	90.0~93.3	1.5
橄榄油	0.03 mg/kg	80.0~83.3	2.1
	0.05 mg/kg	82.0~90.0	3.1
	0.10 mg/kg	82.0~90.0	3.6

## 2.4 实际样品测试

采集了 10 批次食品接触用 PP 样品, 测试 9,9-双(甲氧基甲基)芴的迁移量, 在其中一款 PP 塑料瓶中检出了 9,9-双(甲氧基甲基)芴, 检出率为 10%, 其在 50%乙醇食品模拟物中的迁移量为 0.12 mg/kg, 色谱图如图 8 所示。

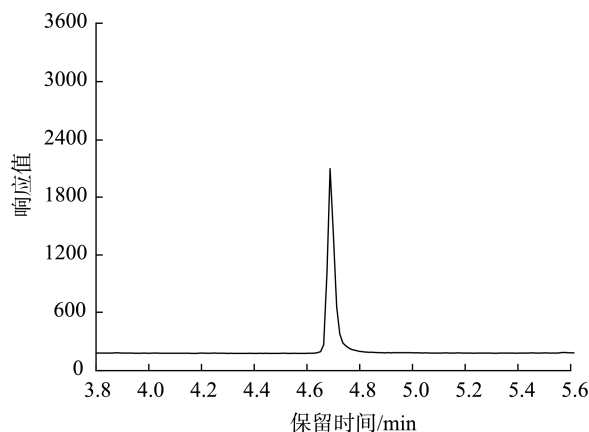


图 8 某 PP 阳性样品的色谱图(50%乙醇)

Fig.8 Chromatogram of a positive PP sample (in 50% ethanol)

## 3 结论

本研究选择 PP 塑料作为代表性试材, 以萃取溶剂、萃取时间、萃取方式为考察因素设计试验, 对 9,9-双(甲氧基甲基)芴的前处理条件进行优化, 确定 9,9-双(甲氧基甲基)芴迁移量的最佳萃取条件是用正己烷(对于水基模拟物)或乙腈(对于橄榄油模拟物)等体积萃取 10 min。以基质空白塑料样品浸泡液考察了线性范围、检出限和定量限、精密度、回收率等指标, 并应用于阳性样品的检测, 结果表明, 该方法操作简便、技术路线合理, 可操作性强、灵敏度高、精密度高, 适用于食品接触材料 9,9-双(甲氧基甲基)芴迁移量的测定, 能够满足实际检测工作的需求。

## 参考文献

- 常南, 郭德超, 张君. 浅谈食品用塑料包装材质及应用[J]. 食品安全导刊, 2019(12): 59.  
CHANG N, GUO DC, ZHAN J. A brief discussion on the material and application of plastic packaging for food [J]. China Food Safety Magazine, 2019(12): 59.
- 苗虹, 李晨汐. 外卖塑料类产品污染治理浅析[J]. 中国包装, 2019, 39(4): 36-38.  
MIAO H, LI CX. Analysis on pollution control of takeaway plastic products [J]. China Packaging, 2019, 39(4): 36-38.
- 吴尔苗, 林嗣煜, 莫兰, 等. 聚丙烯餐盒服役过程化学物质总迁移规律研究[J]. 现代塑料加工应用, 2019, 31(6): 37-40.  
WU ERM, LIN SY, MO L, *et al.* Study on the total migration of chemical substances during the service process of polypropylene lunch boxes [J]. Modern Plastics Processing and Applications, 2019, 31(6): 37-40.
- 吴亚平, 韩陈, 孙多志. 气相色谱-质谱法快速测定塑料制品中 28 种高关注物质[J]. 化学分析计量, 2024, 33(8): 44-50.  
WU YP, HAN C, SUN DZ. Rapid determination of 28 substances of high concern in plastic products by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2024, 33(8): 44-50.
- 张涛涛, 王思懿, 张颖, 等. 聚丙烯塑料的环境分布与毒理学研究进展[J]. 生态毒理学报, 2024, 19(5): 151-172.  
ZHANG TT, WANG SY, ZHANG Y, *et al.* Environmental distribution and toxicology of polypropylene plastics [J]. Asian Journal of Ecotoxicology, 2024, 19(5): 151-172.
- 刘悦悦, 张钦发, 菅田田, 等. 模拟液的极性对聚丙烯中抗氧化剂迁移

- 的影响[J]. 食品与机械, 2019, 35(2): 62-65, 76.
- LIU YY, ZHANG QF, JIAN TT, *et al.* Effect of polarity of simulated liquid on antioxidant migration in polypropylene [J]. Food & Machinery, 2019, 35(2): 62-65, 76.
- [7] 杨婷, 张钦发, 李佳媛, 等. 影响聚丙烯塑料中抗氧化剂 1076 向食品中迁移规律因素研究[J]. 食品科技, 2018, 43(2): 312-317.
- YANG T, ZHANG QF, LI JY, *et al.* Factors influencing the migration of antioxidant 1076 in polypropylene plastics to food [J]. Food Science and Technology, 2018, 43(2): 312-317.
- [8] 杨婷, 张钦发, 李佳媛, 等. 影响聚丙烯塑料中抗氧化剂 BHT 向食品中迁移规律因素研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(12): 4716-4722.
- YANG T, ZHANG QF, LI JY, *et al.* Factors influencing the migration of antioxidant BHT to food in polypropylene plastics [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(12): 4716-4722.
- [9] 张艳. 聚丙烯塑料中五种抗氧化剂迁移规律及迁移模型对分配系数预测的研究[D]. 广州: 华南农业大学, 2017.
- ZHANG Y. Study on the migration law of five antioxidants in polypropylene plastics and the prediction of partition coefficient by migration model [D]. Guangzhou: South China Agricultural University, 2017.
- [10] 程磊. 二醚类给电子体 DMMF 的合成及应用研究[D]. 南昌: 江西师范大学, 2008.
- CHENG L. Synthesis and application of diether electron donor DMMF [D]. Nanchang: Jiangxi Normal University, 2008.
- [11] 钟赤峰, 高明智, 毛炳权. 丙烯聚合用  $TiCl_4/MgCl_2$  催化剂的研究--内给电子体的作用[J]. 高分子学报, 2003(2): 266-271.
- ZHONG CF, GAO MZ, MAO BQ. Study on  $TiCl_4/MgCl_2$  catalyst for propylene polymerization--the role of internal donors [J]. Acta Polymer Sinica, 2003(2): 266-271.
- [12] 任合刚. Ziegler-Natta 催化剂中给电子体对烯烃聚合性能的影响[D]. 天津: 河北工业大学, 2012.
- REN HG. Effect of electron donors on olefin polymerization performance in Ziegler-Natta catalyst [D]. Tianjin: Hebei University of Technology, 2012.
- [13] 崔楠楠, 张志成, 李化毅, 等. 给电子体在丙烯聚合  $MgCl_2$  载体催化体系中的作用[J]. 高分子学报, 2005(6): 104-108.
- CUI NN, ZHANG ZC, LI HY, *et al.* Role of electron donors in propylene polymerization of  $MgCl_2$  support catalyst system [J]. Acta Polymer Sinica, 2005(6): 104-108.
- [14] 许磊, 李效军, 刘敏. Z-N 催化剂内给电子体--9,9-二甲氧基甲基芴的合成研究[J]. 化学试剂, 2011, 33(12): 1121-1124.
- XU L, LI XJ, LIU M. Synthesis of 9,9-dimethoxymethylfluorene in Z-N catalyst as an electron donor [J]. Chemical Reagents, 2011, 33(12): 1121-1124.
- [15] 许招会. 9,9-双(甲氧基甲基)芴的合成及其结构表征[J]. 石油化工, 2007, 36(7): 686-689.
- XU ZH. Synthesis and structural characterization of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene [J]. Petrochemical Technology, 2007, 36(7): 686-689.
- [16] 林春花, 许招会, 廖维林. 新型二醚类给电子体 DMMF 的合成研究及结构表征[J]. 应用化工, 2005, 34(10): 20-21, 23.
- LIN CH, XU ZH, LIAO WL. Synthesis and structural characterization of novel diether donor DMMF [J]. Applied Chemical Industry, 2005, 34(10): 20-21, 23.
- [17] 熊斌, 涂媛鸿, 廖维林, 等. 9,9-双(甲氧基甲基)芴的合成及其应用研究[J]. 江西化工, 2008(4): 117-120.
- XIONG B, TU YH, LIAO WL, *et al.* Synthesis and application of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene [J]. Jiangxi Chemical Industry, 2008(4): 117-120.
- [18] 罗志, 李化毅, 李倩. 一种 9,9-双(甲氧基甲基)芴的合成方法: 中国, CN201911380370[P]. 2024-11-12.
- LUO Z, LI HY, LI Q. A synthesis method of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene: China, CN201911380370 [P]. 2024-11-12.
- [19] 杨威, 高占先, 李令东. 芴衍生物的合成及研究进展[J]. 辽宁化工, 2004, 33(2): 88-91.
- YANG W, GAO ZX, LI LD. Synthesis and research progress of fluorene derivatives [J]. Liaoning Chemical Industry, 2004, 33(2): 88-91.
- [20] 刘文旭, 朱伟, 赵柠, 等. 新型负载型硅/镁复合 Z-N 催化剂的制备及其催化 1-丁烯聚合[J]. 合成树脂及塑料, 2017, 34(5): 12-15, 23.
- LIU WX, ZHU W, ZHAO N, *et al.* Preparation of a novel supported silicon/magnesium composite Z-N catalyst and its catalytic 1-butene polymerization [J]. Synthetic Resins & Plastics, 2017, 34(5): 12-15, 23.
- [21] 姜涛, 陈洪侠, 王伟众, 等. Ziegler-Natta 催化剂催化 1-丁烯聚合[J]. 合成树脂及塑料, 2011, 28(1): 6-9, 19.
- JIANG T, CHEN HX, WANG WZ, *et al.* Ziegler-Natta catalyst catalyzes 1-butene polymerization [J]. China Synthetic Resin and Plastics, 2011, 28(1): 6-9, 19.
- [22] 牛磊. Ziegler-Natta 催化剂催化 1-丁烯聚合的研究[D]. 大庆: 大庆石油学院, 2010.
- NIU L. Study on 1-butene polymerization catalyzed by Ziegler-Natta catalyst [D]. Daqing: Daqing Petroleum Institute, 2010.
- [23] 张世金. 烷基化合成 9,9-双(甲氧基甲基)芴及其对丙烯聚合 Ziegler-Natta 催化体系的调节作用[D]. 南昌: 江西师范大学, 2009.
- ZHANG SJ. Synthesis of 9,9-bis(methoxymethyl)fluorene by alkylation and its modulation on Ziegler-Natta catalytic system for propylene polymerization [D]. Nanchang: Jiangxi Normal University, 2009.
- [24] 师建军, 秦亚伟, 牛慧, 等. 一种用 Ziegler-Natta 催化剂直接合成支化型高熔体强度聚丙烯的新策略[J]. 石油化工, 2014, 43(6): 618-624.
- SHI JJ, QIN YW, NIU H, *et al.* A new strategy for direct synthesis of branched high melt strength polypropylene using Ziegler-Natta catalyst [J]. Petrochemical Technology, 2014, 43(6): 618-624.
- [25] 吴柳润, 杨李胜, 黄敏兴, 等. 气相色谱法测定食糖中二十八烷醇含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(15): 243-248.
- WU LR, YANG LS, HUANG MX, *et al.* Determination of octacosanol content in sugar by gas chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(15): 243-248.
- [26] 王胜杰, 侯超, 黄雨晴, 等. 气相色谱法测定婴幼儿配方乳粉中的 1,3-二油酸-2-棕榈酸甘油三酯[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(12): 251-258.
- WANG SJ, HOU C, HUANG YQ, *et al.* Determination of 1,3-dioleic acid-2-palmitic acid triglyceride in infant formula milk powder by gas chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(12): 251-258.
- [27] 何亚芬, 徐明生, 黄道明, 等. 气相色谱法同时检测食品中 9 种常见食品添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(14): 5684-5692.
- HE YF, XU MS, HUANG DM, *et al.* Simultaneous detection of nine common food additives in food by gas chromatography [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(14): 5684-5692.
- [28] 陶琳, 许健, 蔡翔宇, 等. 气相色谱-质谱法测定食品包装材料中 6 种爽滑剂的含量[J]. 中国口岸科学技术, 2024, 6(3): 77-83.
- TAO L, XU J, CAI XY, *et al.* Determination of six kinds of slip agents in food packaging materials by gas chromatography-mass spectrometry [J]. China Port Science and Technology, 2024, 6(3): 77-83.
- [29] 罗小勇. 液液萃取-气相色谱-质谱法测定地表水中邻氟苯酚和 2,4,6-三溴苯酚[J]. 城镇供水, 2024(3): 34-37, 48.
- LUO XY. Determination of o-fluorophenol and 2,4,6-tribromophenol in surface water by liquid-liquid extraction-gas chromatography-mass spectrometry [J]. City and Town Water Supply, 2024(3): 34-37, 48.
- [30] 赵金尧, 柳阿芳, 万富, 等. 气相色谱法测定食品接触材料中的 12 种丙烯酸酯类单体在水性食品模拟物中的迁移量[J]. 理化检验(化学分册), 2021, 57(6): 493-499.
- ZHAO JY, LIU AF, WAN F, *et al.* Determination of the migration of 12 acrylate monomers in food contact materials in aqueous food simulants by gas chromatography [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2021, 57(6): 493-499.

(责任编辑: 安香玉 韩晓红)