

气相色谱-质谱法测定纺织品及皮革中 9 种有机溶剂的残留

汤娟, 齐琰, 丁友超, 曹锡忠

(江苏出入境检验检疫局工业产品检测中心, 江苏 南京 210001)

摘要:建立了气相色谱-质谱(GC/MS)联用法同时检测纺织品及皮革中乙二醇二乙醚(CET)、乙二醇单甲醚(2-ME)、乙二醇单乙醚(2-EE)、乙二醇醚醋酸酯(CAC)、*N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)、*N,N*-二甲基乙酰胺(DMAc)、1,2,3-三氯丙烷(TCP)、*N*-甲基吡咯烷酮(NMP)和三甘醇二甲醚(TCE)9种有机溶剂的残留量。样品经10 mL甲醇超声提取后,直接由优化好的GC/MS进行定性和定量分析。结果表明,9种有机溶剂校正曲线的线性关系良好($r \geq 0.9995$),方法检出限为0.12~0.23 mg/kg。以阴性的棉涤、麻、丝和皮革作为样品基质,分别做3次水平加标回收实验,回收率为81.5%~97.1%,相对标准偏差(RSD)均不大于5.1%。该方法操作简单、分析时间短、灵敏度高、稳定性好,具有实际应用价值。

关键词:有机溶剂;气相色谱-质谱联用法(GC/MS);纺织品;皮革

中图分类号:O 657.63

文献标志码:A

文章编号:1004-2997(2015)01-0059-07

doi:10.7538/zpxb.youxian.2014.0044

Determination of 9 Organic Solvent Residues in Textile and Leather by GC/MS

TANG Juan, QI Yan, DING You-chao, CAO Xi-zhong

(*Inspection Center of Industry Products, Jiangsu Entry-Exit Inspection
and Quarantine Bureau, Nanjing 210001, China*)

Abstract: A method of gas chromatography-mass spectrometry (GC/MS) was developed for the simultaneous determination of 9 organic solvent residues in textile and leather, including ethylene glycol diethyl ether (CET), 2-methoxyethanol (2-ME), 2-ethoxyethanol (2-EE), ethylene glycol monoethyl ether acetate (CAC), *N,N*-dimethylformamide (DMF), *N,N*-dimethylacetamide (DMAc), 1,2,3-trichloropropane (TCP), *N*-methylpyrrolidone (NMP) and triethylene glycol dimethyl ether (TCE). Samples were extracted by methanol, and directly qualitative and quantitative analysis by optimized GC/MS. The results show that calibration curves of 9 organic residues have good linearity with the correlation coefficients not less than 0.9995, and the method detection limits range from 0.12 to 0.23 mg/kg. Using negative cotton, linen, silk and leather as the sample matrix, the recoveries of 9 organic solvents spiked at three levels

收稿日期:2014-01-07;修回日期:2014-04-09

作者简介:汤娟(1986—),女(汉族),江苏金坛人,硕士研究生,有机化学专业。E-mail: yoki9603446@163.com

网络出版时间:2014-08-20;网络出版地址: <http://www.cnki.net/kcms/doi/10.7538/zpxb.youxian.2014.0044.html>

range from 81.5% to 97.1%, and the relative standard deviations are less than 5.1%. This method is simple and time-saving with high sensitivity and reproducibility, as well as having practical application value.

Key words: organic solvent; gas chromatography-mass spectrometry(GC/MS); textile; leather

有机溶剂具有易挥发性,且在溶解一些不溶于水的化合物(如,油脂、染料、聚合物等)时性质不发生改变,因此广泛应用于纺织工业、皮革工业、印染工业、制药工业和有机合成工业等领域。有机溶剂种类较多,常用的有醇、酯、醚、酮、胺、烷烃和卤代烃类等。随着工业技术的发展,有机溶剂在纺织工业和皮革工业中的应用越来越广泛,如:乙二醇单乙醚可用于制造纤维的染色剂,也可用作皮革生产过程中的乳液稳定剂和油墨溶剂;*N,N*-二甲基甲酰胺可用作湿法纺丝和干法纺丝中所使用的纺丝溶剂。

由于有机溶剂的大量使用,导致纺织品和皮革中可能会有部分残留。这些溶剂大部分具有一定毒性,如果使用含有较高有机溶剂残留量的纺织品或皮革制品,将会危害人们的身体健康。如:乙二醇醚类溶剂不仅会对人体的血液循环系统和神经系统造成永久性的损害,还会对女性的生殖系统造成永久性的损害,导致女性不育^[1],长期接触还会致癌;*N,N*-二甲基甲酰胺对眼睛、皮肤和呼吸道均具有一定的刺激作用,也能引起食欲不振、恶心、呕吐、腹部不适或便秘等症状,严重时可能会导致中毒性肝病。因此,检测纺织品和皮革中的有机溶剂残留量具有十分重要的意义。

目前,对于有机溶剂的检测主要采用气相色谱法(GC)^[2-4]、气相色谱-质谱法(GC/MS)^[5-6]和高效液相色谱法(HPLC)^[7]等。检测对象主要包括化妆品^[8-9]、食品^[10-12]、药品^[13-14]和材料^[15-16]等,但是针对纺织品^[17-18]和皮革中有机溶剂检测的报道较少。采用GC/MS法测定易挥发性有机溶剂时,具有较高的准确度、较好的确证性和较高的灵敏度,并可以通过选择离子模式排除本底和干扰离子的影响。因此,本研究拟采用GC/MS法测定纺织品及皮革中有机溶剂的残留量,主要研究已被欧洲化学品管理局(ECHA)先后列入高度关注物质(SVHC)的乙二醇二乙醚(CET)、乙二醇

单甲醚(2-ME)、乙二醇单乙醚(2-EE)、乙二醇乙醚醋酸酯(CAC)、*N,N*-二甲基甲酰胺(DMF)、*N,N*-二甲基乙酰胺(DMAc)、1,2,3-三氯丙烷(TCP)、*N*-甲基吡咯烷酮(NMP)和三甘醇二甲醚(TCE)等9种有机溶剂,旨在为产品的质量监管提供依据。

1 实验部分

1.1 仪器、试剂与材料

Trace DSQ II型气相色谱仪:美国 Thermo 公司产品,配有电子轰击离子源(EI)的质谱检测器;PL602-L 和 ML54 型电子天平(0.01 g 和 0.000 1 g);梅特勒-托利多仪器上海有限公司产品;KQ-250DB 型数控超声波清洗器:昆山市超声仪器有限公司产品;R-205 旋转蒸发器:瑞士 Buchi 公司产品。

甲醇、乙腈、正己烷(色谱纯):美国迪马公司产品;丙酮、乙酸乙酯(分析纯):南京化学试剂有限公司产品。

CET、CAC、TCP、TCE 有机溶剂标准品(纯度 $\geq 98.0\%$):美国 Sigma-Aldrich 公司产品;2-ME、2-EE、DMF、DMAc、NMP 有机溶剂标准品(纯度 $\geq 99.5\%$):德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH 公司产品。

1.2 实验条件

1.2.1 色谱条件 毛细管色谱柱:DB-WAX(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m)和 DB-5(30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μ m);进样口温度 240 $^{\circ}$ C;进样体积 1 μ L;不分流进样;载气:高纯 He;溶剂延迟时间 5 min;升温程序:起始温度 50 $^{\circ}$ C,保持 5 min,以 10 $^{\circ}$ C/min 升温至 160 $^{\circ}$ C,保持 3 min,再以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 220 $^{\circ}$ C,保持 2 min。

1.2.2 质谱条件 EI 源,电离能量 70 eV,离子源温度 230 $^{\circ}$ C,四极杆温度 150 $^{\circ}$ C,选择离子扫描模式(SIM)。9种有机溶剂的质谱参数列于表1。

1.3 混合标准储备液和混合标准工作液的配制 分别称取 50.0 mg(精确至 0.1 mg)9种有

机溶剂标准品至 50 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并定容至刻度,配成 1 g/L 的混合标准储备液,于 -4 °C 冰箱中保存。分别移取不同体积的混合标准储备液并用甲醇定容,配制成 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 mg/L 系列标准工作液。

表 1 9 种有机溶剂的质谱参数
Table 1 Mass spectrometric parameters of 9 organic solvents

名称	定量离子 (<i>m/z</i>)	定性离子 (<i>m/z</i>)	保留时间/ min
CET	59	74, 59, 45	5.25
2-ME	45	45, 76, 58	8.40
2-EE	59	59, 72, 45	9.24
CAC	59	87, 72, 59, 43	10.46
DMF	73	73, 44, 42, 58	11.06
DMAc	44	87, 72, 44, 43	12.30
TCP	75	110, 97, 75, 61	12.85
NMP	99	99, 44, 42, 98	15.88
TCE	59	59, 103, 89, 58	16.36

1.4 样品前处理

称取 1.0 g 样品至 50 mL 玻璃试管中,加入 10 mL 甲醇,加盖密封,将玻璃试管放于常温超声波清洗器中,提取 30 min,取部分样品过 0.22 μm 有机滤膜,供 GC/MS 测定。

2 结果与讨论

2.1 样品前处理条件的优化

2.1.1 提取溶剂的选择 由于 9 种分析物的极性不一,所以选用甲醇、丙酮、乙酸乙酯、正己烷 4 种在极性方面有代表性的提取溶剂进行优化实验。在空白棉涤、麻、丝和皮革中添加 5 mg/kg 的混合标准溶液,比较上述 4 种溶剂的提取效率,结果列于表 2。

从表 2 可以看出,甲醇和丙酮的提取效率高于乙酸乙酯和正己烷。以乙酸乙酯和正己烷作为提取溶剂时,CET 和 2-ME 的回收率低,可能是因为这两种分析物的极性较强。以甲醇和丙酮作为提取溶剂时,9 种分析物的平均回收率相差不大,但是丙酮的重复性较差。经综合考虑,本实验选用甲醇作为提取溶剂。

表 2 不同提取溶剂的回收率 (*n*=6)

Table 2 The recoveries of different extraction solutions (*n*=6)

提取溶剂	基质	平均回收率/%									相对标准 偏差/%
		CET	2-ME	2-EE	CAC	DMF	DMAc	TCP	NMP	TCE	
甲醇	棉涤	90.1	89.7	92.5	91.2	89.9	90.4	93.2	88.9	86.2	3.2~4.1
	麻	85.7	90.3	87.5	90.6	90.5	88.5	90.5	90.1	88.8	
	丝	90.8	89.3	88.6	90.5	89.9	86.7	89.9	91.4	89.4	
	皮革	85.6	86.2	86.7	83.6	87.7	89.1	83.7	84.2	85.5	
丙酮	棉涤	86.7	90.2	91.3	82.5	90.0	88.8	93.4	90.6	89.0	6.8~7.9
	麻	88.1	86.3	90.1	85.3	85.7	90.2	85.1	88.9	84.6	
	丝	90.0	87.2	86.7	83.4	82.6	88.9	87.3	86.3	84.9	
	皮革	85.2	86.8	82.5	87.1	85.3	87.1	82.9	85.2	84.2	
乙酸乙酯	棉涤	41.0	38.4	65.2	69.3	70.1	65.3	67.4	70.1	68.9	4.3~5.8
	麻	43.5	41.2	67.1	70.2	69.9	67.8	69.9	69.4	69.8	
	丝	40.3	39.4	66.3	67.3	71.0	66.6	63.6	71.5	70.3	
	皮革	39.2	38.8	62.1	64.5	65.9	63.5	60.8	65.3	68.5	
正己烷	棉涤	32.4	35.1	59.3	55.8	63.1	66.5	59.9	60.3	65.6	4.7~6.0
	麻	36.2	37.3	61.4	58.9	60.8	67.3	59.2	63.9	67.4	
	丝	35.9	36.2	58.3	58.3	62.5	64.8	54.8	61.2	65.8	
	皮革	33.0	33.9	53.8	55.1	59.9	64.2	52.9	59.8	63.8	

2.1.2 提取方法的选择 本实验比较了索氏提取、加速溶剂萃取、超声提取测定纺织品和皮革中9种有机溶剂。索式提取需要使用大量溶剂,为了不影响检出,必须通过旋转蒸发浓缩,即将一定体积的混合标准溶液溶于100 mL甲醇中,然后旋转蒸发浓缩至1 mL,结果表明,9种有机溶剂均有一定程度的损失,特别是CET和2-ME损失明显;在空白棉涤、麻、丝、皮革中添加浓度为5 mg/kg的混合标准溶液,比较加速溶剂萃取和超声提取两种方法的提取效率,结果表明,两种方法的提取效率相差不大,回收率均在85.9%~92.7%之间,但加速溶剂萃取仪的价格比较昂贵,因此选用超声提取法进行样品前处理。

2.1.3 提取温度的优化 9种待分析物均属于易挥发性有机溶剂,所以合适的提取温度是保证提取效率的重要条件。在空白棉涤、麻、丝和皮革中添加浓度为5 mg/kg的混合标准溶液,比较常温、30 °C、50 °C、70 °C四种不同温度下各分析物的回收率情况。实验结果表明,随着温度的升高,9种分析物的回收率逐渐降低,特别是沸点较低CET和2-ME,主要原因可能是高温使分析物挥发。常温和30 °C时,分析物的回收率较为理想,但30 °C的平行性稍差。因此,选择常温作为本实验的提取温度。

2.2 GC/MS 检测条件的优化

2.2.1 色谱柱的选择 由9种有机溶剂的化学结构可知,它们的极性相差较大,且以极性为主,所以选择DB-5(弱极性)和DB-WAX(强极性)两种型号的色谱柱进行分离效果比较。在同一进样和分析条件下,对同一浓度的混合标准溶液进行检测。结果表明,弱极性色谱柱的

分离结果不仅峰形差,而且响应值低,所以本实验选用强极性的DB-WAX色谱柱。

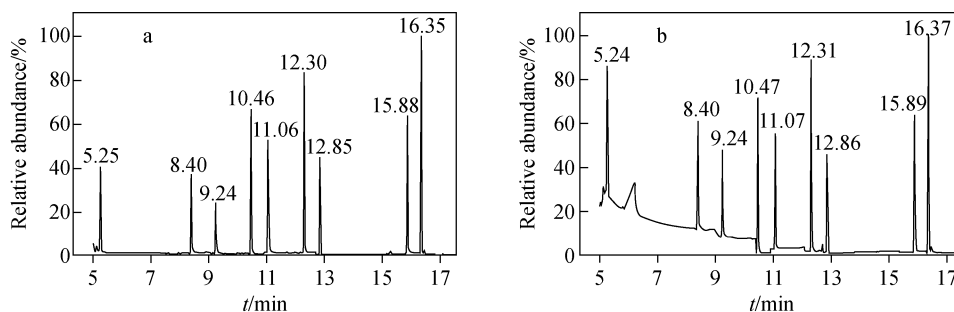
2.2.2 定性离子的选择 对混合标准溶液进行全扫描分析,从每种有机溶剂中选出丰度最高的4个离子,然后做选择离子扫描分析。从色谱图可以看出,前3个峰的基线较高,即乙二醇二乙醚、乙二醇单甲醚和乙二醇单乙醚,上述3种分析物的选择离子中都包含了 m/z 31,这个离子可能是色谱柱或氮气中的杂质,所以将 m/z 31去掉,然后再次进行选择离子扫描分析,此时的基线趋于正常,两次实验的色谱图示于图1。

2.3 方法的线性范围和检出限

按1.2.1和1.2.2中所述的方法对1.3中的系列标准工作液进行测试,9种有机溶剂均采用外标法定量分析,配制不同浓度范围的有机溶剂混合标准溶液,分别在优化好的GC/MS上测试,以各分析物的浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,线性相关系数均不小于0.999 5,线性关系良好,以3倍信噪比计算方法的检出限(LODs)为0.12~0.23 mg/kg,结果列于表3。由表3中数据可见,DMF、DMAc和NMP完全能够满足OEKO-TEX® Standard 100的检测要求(1 000 mg/kg)。

2.4 方法的回收率及精密度

选择阴性的棉涤、麻、丝和皮革样品进行加标回收率和精密度实验。在上述4种基质中分别做2.5、5、10 mg/kg三个水平添加,每个添加水平做6次平行实验,回收率和精密度结果列于表4,加标样品的色谱图示于图2。9种有机溶剂的平均回收率均在81.5%~97.1%之间,相对标准偏差在2.5%~5.1%之间。



注:a. 不含 m/z 31离子;b. 含 m/z 31离子

图1 不同定性离子的色谱图

Fig. 1 Chromatograms of different qualitative ions

表3 9种有机溶剂的回归方程及相关系数

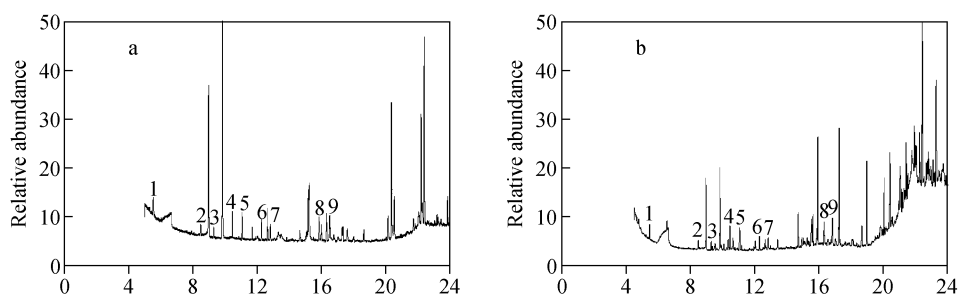
Table 3 Regression equations and correlation coefficients of 9 organic solvents

名称	线性范围/(mg/kg)	线性方程	相关系数 r	检出限/(mg/kg)
CET	1~20	$y=283.48x-2839.4$	0.999 5	0.23
2-ME	1~20	$y=559.40x+297.06$	0.999 6	0.21
2-EE	1~20	$y=160.34x-665.74$	0.999 7	0.22
CAC	0.5~10	$y=163.76x+308.63$	0.999 5	0.14
DMF	1~20	$y=381.59x-1265.10$	0.999 7	0.21
DMAc	0.5~10	$y=501.03x-215.70$	0.999 9	0.15
TCP	1~20	$y=358.05x-2746.50$	0.999 5	0.20
NMP	1~20	$y=268.60x-1880.20$	0.999 8	0.22
TCE	0.5~10	$y=725.83x-1761.00$	0.999 8	0.12

表4 9种有机溶剂在不同基质中的回收率和精密度

Table 4 Recoveries and precisions of 9 organic solvents in different matrices

样品名称	添加量/ (mg/kg)	平均回收率/%									相对标准 偏差/%
		CET	2-ME	2-EE	CAC	DMF	DMAc	TCP	NMP	TCE	
棉涤	2.5	88.3	90.3	85.9	88.3	94.8	89.9	85.8	87.7	95.3	4.3~5.1
	5.0	91.2	89.5	89.9	94.3	93.5	92.1	91.0	89.0	93.4	2.8~4.1
	10.0	90.3	93.1	96.7	91.5	94.2	89.9	91.2	96.3	97.1	3.2~3.8
麻	2.5	90.9	89.6	87.9	90.4	93.8	89.7	90.9	93.7	90.4	3.1~4.8
	5.0	89.9	90.4	88.2	93.2	95.3	89.4	88.5	94.1	93.2	3.0~4.2
	10.0	92.1	91.3	89.3	94.2	96.3	92.6	94.2	94.2	96.1	2.9~4.5
丝	2.5	88.3	94.5	89.6	88.4	92.4	93.5	88.2	90.3	92.6	3.2~4.5
	5.0	91.3	93.5	90.3	93.5	90.0	95.2	90.0	92.4	96.1	2.5~4.0
	10.0	91.6	95.3	93.2	95.1	93.6	94.2	89.9	95.2	94.5	2.7~4.4
皮革	2.5	82.1	80.3	83.2	83.4	81.0	84.7	82.5	81.9	83.4	2.9~5.0
	5.0	87.2	81.5	85.2	86.5	86.8	90.7	82.6	90.9	84.7	3.0~4.1
	10.0	87.5	90.4	87.8	84.7	88.1	87.9	86.4	91.2	85.8	2.8~4.7



注:1. 乙二醇二乙醚;2. 乙二醇单甲醚;3. 乙二醇单乙醚;4. 乙二醇乙醚醋酸酯;5. N,N -二甲基甲酰胺;
6. N,N -二甲基乙酰胺;7. 1,2,3-三氯丙烷;8. N -甲基吡咯烷酮;9. 三甘醇二甲醚

图2 纺织品(a)和皮革(b)加标样品中9种有机溶剂的色谱图(加标量为5.0 mg/kg)

Fig. 2 Chromatograms of 9 organic solvents in spiked sample of textile(a) and leather(b) (spiked with 5.0 mg/kg)

2.5 实际样品检测

应用本方法对实验室现有的 35 个纺织品和 23 个皮革制品进行测试,在其中 3 个纺织品和 2

个皮革制品中检测出 DMF,含量分别在 145.6~327.4 mg/kg 和 104.4~203.3 mg/kg 之间。典型阳性纺织品和皮革制品的色谱图示于图 3。

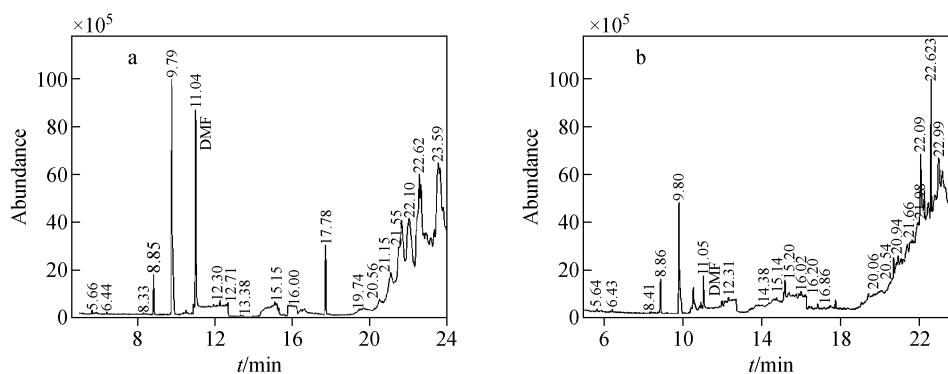


图 3 纺织品(a)和皮革制品(b)阳性样品的色谱图

Fig. 3 Chromatograms of positive samples of textile (a) and leather (b)

3 结论

本研究建立了同时测定纺织品及皮革中 9 种有机溶剂的气相色谱-质谱方法。该方法具有操作简单、分析时间短、灵敏度高、稳定性好等优点,方法的回收率和精密度均能满足检测要求。从 58 个实验室样品中检测出 5 个样品含有有机溶剂(DMF)。由于纺织品及皮革制品广泛应用于日常生活,直接影响人们的身体健康,因此,该方法可为产品的质量监管提供重要依据。

参考文献:

- [1] 连秋燕,刘贵. 气质联用法测定纺织品中乙二醇单甲醚和乙二醇单乙醚的含量[J]. 质量技术监督研究,2012,24(6):12-16.
LIAN Qiuyan, LIU Gui. Determination of the content of ethyleneglycol-monomethyl ether in textile via GC-MS Method[J]. Quality and Technical Supervision Research, 2012, 24(6): 12-16 (in Chinese).
- [2] 康学军,朱志刚,周金培,等. 气相色谱法测定脱羧氯雷他定中有机溶剂残留量[J]. 分析测试学报,2003,22(5):94-96.
KANG Xuejun, ZHU Zhigang, ZHOU Jinpei, et al. Determination of residual organic solvents in desloratadine by gas chromatography [J]. Journal of Instrumental Analysis, 2003, 22(5): 94-96(in Chinese).

- [3] 胡慧廉. 顶空气相色谱法测定氟尼辛葡甲胺原料药中有机溶剂残留量[J]. 色谱,2012,30(1): 99-102.
HU Huilian. Determination of residual organic solvents in flunixin meglumine raw material by headspace gas chromatography[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2012, 30(1): 99-102(in Chinese).
- [4] 胡慧廉,丁乃力,吴莲珍. 顶空气相色谱法测定盐酸托莫西汀中有机溶剂残留量的研究[J]. 分析实验室,2007,26(10):76-79.
HU Huilian, DING Naili, WU Lianzhen. Determination of residual organic solvents in tomoxetine hydrochloride by headspace gas chromatography[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2007,26(10):76-79(in Chinese).
- [5] 洪萍,李峰,韩见龙. 活性炭固相萃取-气相色谱-质谱法检测人尿中 N,N-二甲基甲酰胺和 N-甲基乙酰胺[J]. 分析化学,2013,41(9):1 396-1 400.
HONG Ping, LI Feng, HAN Jianlong. Determination of N,N-Dimethylacetamide and N-methylacetamide in human urine by activated carbon solid phase extraction-gas chromatographic-mass spectrometry[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2013, 41(9): 1 396-1 400 (in Chinese).
- [6] DECONINCK E, CANFYN M, SACRÉ P Y, et al. A validated GC-MS method for the determination

- and quantification of residual solvents in counterfeit tablets and capsules[J]. *J Pharm Biomed Anal*, 2012, 70(1): 64-70.
- [7] 张霞, 翟玉俊, 谢玉龙, 等. 高效液相色谱法测定卷烟醋酸纤维滤棒中甲醛、乙醛和丙酮的含量[J]. *分析测试技术与仪器*, 2011, 17(2): 118-122. ZHANG Xia, ZHAI Yujun, XIE Yulong, et al. HPLC determination of formaldehyde acetaldehyde and acetone in acetate fiber filter rod of cigarettes[J]. *Analysis and Testing Technology and Instruments*, 2011, 17(2): 118-122 (in Chinese).
- [8] 许瑛华, 朱炳辉, 钟秀华, 等. 顶空气相色谱法测定化妆品中15种挥发性有机溶剂残留[J]. *色谱*, 2010, 28(1): 73-77. XU Yinghua, ZHU Binhui, ZHONG Xiuhua, et al. Determination of 15 volatile organic compound residues in cosmetics by headspace gas chromatography[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2010, 28(1): 73-77 (in Chinese).
- [9] 肖丹. 气相色谱顶空进样法测定防晒霜中有机溶剂残留量[J]. *安徽医药*, 2007, 11(3): 216-217. XIAO Dan. Determination of the residual organic volatile solvents in block cream by gas chromatography with headspace sampling[J]. *Anhui Medical and Pharmaceutical Journal*, 2007, 11(3): 216-217 (in Chinese).
- [10] 刘永明, 葛娜, 王飞, 等. 顶空气相色谱-质谱法同时测定蜂蜜中57种挥发性有机溶剂残留[J]. *色谱*, 2012, 30(8): 782-791. LIU Yongming, GE Na, WANG Fei, et al. Simultaneous determination of 57 residual volatile organic solvents in honey by head space gas chromatography-mass spectrometry[J]. *Chinese Journal of Chromatography*, 2012, 30(8): 782-791 (in Chinese).
- [11] 王锡宁, 张燕, 王艳. 毛细管气相色谱法同时测定保健食品中的12种有机溶剂残留量[J]. *中国卫生检验杂志*, 2008, 18(4): 580-581. WANG Xining, ZHANG Yan, WANG Yan. Simultaneous determination of 12 kinds of residual organic solvents in health food by capillary gas chromatography[J]. *Chinese Journal of Health Laboratory Technology*, 2008, 18(4): 580-581 (in Chinese).
- [12] 刘志光, 何珊. 食品中多种有机溶剂残留顶空-气相色谱快速检测[J]. *实用预防医学*, 2011, 18(1): 143-144. LIU Zhiguang, HE Shan. Quick determination of residual organic solvents in food by headspace gas chromatography[J]. *Practical Preventive Medicine*, 2011, 18(1): 143-144 (in Chinese).
- [13] CHENG C, LIU S, MUELLER B J, et al. A generic static headspace gas chromatography method for determination of residual solvents in drug substance[J]. *J Chromatogr A*, 2010, 1217(41): 6413-6421.
- [14] JOSÉE ROCHELEAU M, TITLEY M, BOLDOC J. Measuring residual solvents in pharmaceutical samples using fast gas chromatography techniques[J]. *J Chromatogr B*, 2004, 805(1): 77-86.
- [15] 卫荣, 汪仕韬, 邵卫卫, 等. 顶空-气相色谱法同时测定包装材料中18种有机溶剂残留[J]. *科学学报*, 2013, 29(2): 248-252. WEI Rong, WANG Shitao, SHAO Weiwei, et al. Simultaneous determination of 18 kinds of organic solvent residues in packing materials by head-space gas chromatography[J]. *Journal of Analytical Science*, 2013, 29(2): 248-252 (in Chinese).
- [16] 魏琳琳. 顶空-气相色谱法测定食品用复合材料包装袋中23种有机溶剂残留量[J]. *质量技术监督研究*, 2012, 19(1): 21-23. WEI Linlin. Determination of 23 kinds of solvent residues in plastic food packing material by headspace gas chromatography[J]. *Quality and Technical Supervision Research*, 2012, 19(1): 21-23 (in Chinese).
- [17] 潘晓新, 孙姝琦, 杜振霞, 等. GC-MS法测定纺织品中的乙二醇醚[J]. *分析实验室*, 2013, 32(7): 52-57. PAN Xiaoxin, SUN Shuqi, DU Zhenxia, et al. Determination of 2 glycol ethers in textiles by GC-MS[J]. *Chinese Journal of Analysis Laboratory*, 2013, 32(7): 52-57 (in Chinese).
- [18] 孔祥威, 林琼秋. 纺织品中N,N-二甲基乙酰胺和N-甲基吡咯烷酮顶空-相色谱检测法探讨[J]. *印染助剂*, 2013, 30(5): 48-50. KONG Xiangwei, LIN Qiongqiu. Discussion on determination of N,N-dimethylacetamide and 1-methyl-2-pyrrolidinone in textiles by head-space gas chromatography[J]. *Textile Auxiliaries*, 2013, 30(5): 48-50 (in Chinese).