

GC-MS 法同时快速测定食品包装纸中的 5 种有害物质

朱怀远, 庄亚东, 尤晓娟, 刘献军, 张媛, 曹毅, 沈晓晨

(江苏中烟工业有限责任公司技术研发中心, 南京 210019)

摘要:建立了食品包装纸中乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇、乙二醇乙醚乙酸酯和二乙二醇 5 种成分的同时快速测定方法。样品用甲醇超声提取, 提取液过滤膜后, 采用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)在选择离子监测模式下进行分析, 内标法定量, 并对样品前处理条件及色谱质谱条件进行优化。结果表明: 5 种化合物在其质量浓度范围内呈良好线性关系, 相关系数均大于 0.999, 方法检出限为 1.52 ~ 2.76 mg/kg; 在低、中、高 3 个加标水平时, 回收率为 84.47% ~ 105.01%, 日内、日间重复性的相对标准偏差(RSD)均小于 4%。该方法操作简便、快速、准确, 可用于食品包装纸中 5 种成分的批量检测。

关键词: GC-MS; 食品包装纸; 乙二醇单甲醚; 乙二醇单乙醚; 乙二醇; 乙二醇乙醚乙酸酯; 二乙二醇

中图分类号: TB487; TS206 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2013)05-0020-05

Simultaneous Determination of 5 Harmful Ingredients in Food Packaging Paper by Gas Chromatography-Mass Spectrometry

ZHU Huai-yuan, ZHUANG Ya-dong, YOU Xiao-juan, LIU Xian-jun, ZHANG Yuan, CAO Yi, SHEN Xiao-chen

(Technology and Research Center, China tobacco Jiangsu industrial Co., Ltd., Nanjing 210019, China)

Abstract: A gas chromatography-mass spectrometric (GC-MS) method was established for simultaneous determination of 2-methoxyethanol, 2-ethoxyethanol, glycol, 2-ethylene acetate and diglycol in food packaging paper. The samples were extracted with methanol assisted by ultrasound and filtered by 0.22 μm filter membrane. The target analytes were confirmed and quantified by GC-MS under selected ion monitor (SIM) mode with the internal standard method. The procedure of sample pretreatment and the instrument conditions were also optimized. The results showed that there are good linear relationships in the range for 5 compounds with correlation coefficients not less than 0.999; the limits of detection of the above 5 compounds are range from 1.52 mg/kg to 2.76 mg/kg; the spiked recoveries at three levels are in the range of 84.47% ~ 105.01%, and the relative standard deviations (RSDs) of intra-day and inter-day repeatability are less than 4%. The method is simple, rapid and accurate, and can be used for batch analysis of the 5 compounds in food packaging paper.

Key words: GC-MS; food packaging paper; 2-methoxyethanol; 2-ethoxyethanol; glycol; 2-ethylene acetate; diglycol

乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇乙醚乙酸酯、乙二醇及二乙二醇(二甘醇)等 5 种物质的沸点较高, 溶解聚合物的性能较好, 被广泛应用于油墨、醇溶性染料、合成树脂、纤维素以及涂料的溶剂、分散剂及处理剂等^[1]。乙二醇单甲醚能引起贫血症、巨红血球症, 出现新生颗粒性白血球, 导致中枢神经障碍。乙二醇单乙醚除对眼和呼吸道有刺激性外, 还可引起

肝、肾、肺损害, 并有生殖毒性和致畸性^[2]。乙二醇乙醚乙酸酯可能会导致生殖功能紊乱^[3]。吸入、摄入或经皮肤吸收乙二醇后会对身体造成伤害^[4], 而二乙二醇经口服或皮肤进入人体后, 会导致代谢性酸中毒、无尿症、急性肾功能衰竭、肝细胞损害及严重的神经学后遗症等^[5-6], 已在世界范围内多次引起集体急性中毒事件。2010 年、2011 年, 乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚及乙二醇乙醚乙酸酯先后被欧盟法规《化学品

收稿日期: 2013-01-09

作者简介: 朱怀远(1980-), 男, 江苏人, 硕士, 江苏中烟工业有限责任公司工程师, 主要研究方向为烟草化学。

通讯作者: 庄亚东(1972-), 男, 硕士, 江苏中烟工业有限责任公司高级工程师, 主要研究方向为烟草化学。

注册、评估、许可和限制》(REACH)列入第 4 批、第 5 批高度关注度物质(SVHC)清单,归为 2 类生殖系统毒性物质^[7]。

目前,这 5 种化合物一般采用气相色谱-质谱联用仪或者液相色谱仪检测,多集中于环境气体^[8]、污水^[9]、涂料^[10]、牙膏^[11]、化妆品^[12]、药品^[13]以及血液、尿液^[14]等样品的分析,且多是分析 5 种化合物中的 1 种或者 2 种成分。王君^[15]对食品包装用 PET 容器中二甘醇残留量进行了分析,采用氢火焰离子化检测器(FID)检测,外标法定量,方法操作较为简便,但只检测了二甘醇一种成分,检测中也容易出现假阳性等问题。乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇乙醚乙酸酯 3 种化合物与乙二醇及二甘醇的理化性质有较大差异,而且油墨印刷类食品包装纸中一般含有抗氧化剂、着色剂等干扰成分,能否同时实现 5 种化合物准确分析尚未可知,关于同时测定 5 种化合物在食品包装纸中含量的研究也较少。

笔者以甲醇为萃取溶剂,采用超声萃取的方式,建立了同时、快速测定食品包装纸中乙二醇单甲醚等 5 种化合物含量的气相色谱-质谱联用方法,并对多种市售商品所用的食品包装纸中的 5 种化合物含量进行了检测。

1 实验

1.1 仪器与试剂

Agilent 6890N-5975C 气相色谱质谱联用仪;配电离子电离轰击源(EI);HP-Innowax(30 m×0.25 mm×0.25 μm)、DB-Wax(30 m×0.25 mm×0.25 μm)、DB-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)、DB-17MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)和 DB-624(60 m×0.32 mm×1.80 μm)石英毛细管色谱柱;KQ-500DE 超声波发生器(昆山市超声仪器有限公司);L-600 离心机(湘仪集团);电子天平(METTLER TOLEDO 公司,感量 0.1 mg)。

甲醇、乙醇、乙腈(色谱纯,美国 Fluka 公司);正己烷、乙酸乙酯、二氯甲烷、乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇乙醚乙酸酯、乙二醇、二乙二醇(分析纯,南京化学试剂有限公司);内标:丙酸苯乙酯(CAS:122-70-3),纯度≥99%(色谱纯,美国 Fluka 公司)。

1.2 仪器工作条件

色谱条件:色谱柱为 DB-624(60 m×0.32 mm×

1.80 μm)石英毛细管色谱柱;载气为氦气(纯度≥99.999%),恒流模式,流速为 1.0 mL/min;进样口温度为 250 ℃;进样量为 1 μL;分流进样,分流比为 10:1;升温程序为初始温度 120 ℃,保持 5 min,以 30 ℃/min 升至 240 ℃,保持 8 min;后运行温度 250 ℃,后运行时间 5 min。

质谱条件:离子源温度为 230 ℃;四极杆温度为 150 ℃;传输线温度为 250 ℃;电离方式为电子轰击源(EI),电子电压为 70 eV;溶剂延迟为 5 min,选择离子监测模式(SIM)。

1.3 标准曲线绘制

一级标准储备液:分别称取 0.2 g(精确至 0.1 mg)的乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇乙醚乙酸酯,1.0 g 的乙二醇、0.6 g(精确至 0.1 mg)二乙二醇,置于烧杯中,用甲醇溶解,转移至 100 mL 容量瓶中定容,配制成各目标物质的一级标准储备液。

二级标准溶液:准确移取 2.5 mL 一级标准储备液,置于 50 mL 容量瓶中,以甲醇定容,配制成各目标物质的二级标准溶液。

内标溶液:准确称取 20 mg(精确至 0.1 mg)的丙酸苯乙酯于烧杯中,用甲醇溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,以甲醇定容。

标准工作溶液:准确移取 0.1,0.25,0.5,1.0,2.5,5.0 mL 的二级标准溶液及 250 μL 内标溶液,置于 100 mL 容量瓶中,分别用甲醇定容,得系列标准工作溶液。

1.4 提取方法

称取约 0.25 g(精确至 0.1 mg)食品包装纸试样,将其制成不大于 5 mm×5 mm 的碎片,混合均匀,置于 50 mL 三角瓶中,准确加入内标溶液 50 μL,再加入 10 mL 甲醇,室温下超声萃取 30 min,提取液于 3000 r/min 离心 5 min 后,取上清液经 0.22 μm 有机相滤膜过滤后进行检测。

1.5 数据计算方法

对系列标准工作溶液进行气相色谱-质谱选择离子测定,以目标物浓度与内标浓度之比为横坐标,以色谱图中目标物峰面积与内标峰面积之比为纵坐标,绘制标准曲线,并得到回归方程,然后在相同条件下对样品进行检测,将得到的 5 种目标物质与内标的峰面积比值代入方程中,计算得到目标分析物的含量。

2 结果与讨论

2.1 色谱质谱条件的选择

2.1.1 质谱参数设置

在 30 ~ 200 amu 范围内进行全扫描,确定各组分的保留时间和特征离子。为提高灵敏度并降低干扰,采用选择离子监测模式。5 种化合物及内标物的保留时间、定性与定量离子参见表 1。

表 1 5 种化合物及内标物的保留时间、定性和定量离子
Tab.1 Retention times, qualitative ions and quantitative ions of the 5 compounds and internal standard

化合物	保留时间/min	定性离子和丰度比	定量离子
乙二醇单甲醚	6.001	45,76(100 : 8)	45
乙二醇单乙醚	6.846	59,45(100 : 50)	59
乙二醇	7.106	31,43(100 : 15)	31
乙二醇乙醚乙酸酯	8.980	43,59,72(100 : 38 : 35)	43
二乙二醇	10.502	45,75(100 : 30)	45
苯丙酸	14.659	104,91(100 : 20)	104

2.1.2 色谱柱的选择

5 种目标分析物均为强极性,因此可以考虑选择非极性或者强极性毛细管色谱柱作为分离色谱柱。考察了 HP-Innowax, DB-Wax, DB-5MS, DB-17MS 和 DB-624 几种色谱柱的分离效果。使用固定相为(5%-苯基)-聚甲基硅氧烷的 DB-5MS 色谱柱时,色谱柱的极性较弱,5 种目标分析物与固定相间的作用较弱,出峰时间较早,沸点稍低的乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚出峰时间小于 3 min,且 5 种物质色谱峰严重拖尾;采用 DB-17MS 色谱柱时,乙二醇及二甘醇拖尾严重;HP-Innowax 和 DB-Wax 的固定相均为聚乙二醇,两根色谱柱的极性相当,若柱箱初始温度低于 100 ℃,乙二醇和二甘醇 2 种成分的重复性较差,方法回收率亦不理想,推测为乙二醇和二甘醇均含有两个羟基,易与强极性的聚乙二醇固定相发生较强的相互作用,导致在色谱柱柱头残留严重,而柱箱的初始温度高于 100 ℃时,乙二醇单甲醚及乙二醇单乙醚的出峰时间又较短,无法实现 5 种物质的同时检测分析。使用 DB-624 色谱柱时,5 种物质在该色谱柱上的响应较强,在柱上没有残留,5 种物质能够完全实现基线分离,且峰形对称,分析时间较短,可以同时实现 5 种目标物的检测。按照设定的色谱质谱条件,5 种化合

物及内标丙酸苯乙酯的选择离子流图见图 1。

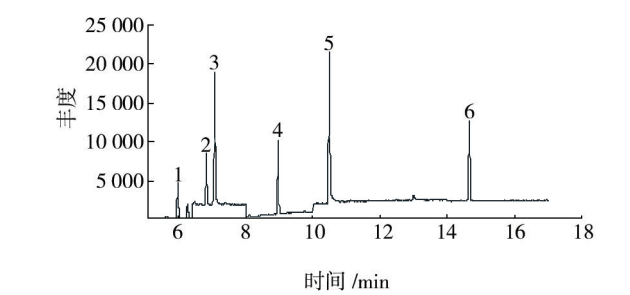


图 1 5 种化合物及内标的 SIM 图
Fig.1 SIM chromatography of the 5 compounds and internal standard

2.2 前处理条件的优化

考察了甲醇、乙醇、乙腈、正己烷、乙酸乙酯、二氯甲烷 6 种不同极性的溶剂与乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇、乙二醇乙醚乙酸酯及二乙二醇 5 种目标提取物的溶解性能及提取效率。结果表明,6 种溶剂中只有甲醇、乙醇和乙腈可以与 5 种目标物互溶,因此,初步确定乙醇、甲醇、乙腈作为萃取溶剂。使用乙醇作为萃取溶剂时,色谱峰的基线较高,且含有与待测组分相同的干扰离子(m/z 45),而甲醇的萃取效率明显高于乙腈,因此最终选定色谱级的甲醇为萃取溶剂。

以某食品包装纸为研究对象,考察了超声萃取和振荡提取 2 种前处理方式的萃取效率,提取时间分别为 10,20,30,40,50,60 min,每个水平平行测定 2 次(见表 2)。超声萃取 30 min 时提取量达到最高值,振

表 2 2 种萃取方式的萃取效率
Tab.2 Extraction efficiency of 2 extraction methods

提取时间/min	超声提取/(mg · kg ⁻¹)		振荡提取/(mg · kg ⁻¹)	
	乙二醇	二乙二醇	乙二醇	二乙二醇
10	35.09	25.77	35.43	25.62
20	35.82	26.95	35.77	25.16
30	36.67	27.55	35.81	25.43
40	36.35	26.92	36.12	26.83
50	36.64	27.07	35.46	26.71
60	36.60	27.20	35.79	26.99

荡提取 40 min 时提取量达到最高值,却仍低于超声萃取的最高值,因此,最终确定超声萃取 30 min 作为提取条件。

2.3 方法的线性范围与检出限

在优化条件下对配制的标准溶液进行分析测定,

以 5 种待测物与内标的定量离子峰面积的比值为横坐标,对应的浓度比值为纵坐标,进行加权线性回归分析(权重为 $1/x$),结果见表 3。

在相应的浓度范围内,5 种待测组分均呈现良好

表 3 5 种化合物的线性回归方程、相关系数及检出限

Tab.3 Regression equations, correlation coefficients and detection limits of the 5 compounds

化合物	线性范围	回归方程	相关系数 (R^2)	LOD/ ($\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1}$)
	$/(\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1})$			
乙二醇单甲醚	0.2 ~ 10	$y=0.202\ 7x-0.000\ 9$	0.999 3	1.58
乙二醇单乙醚	0.2 ~ 10	$y=0.112\ 0x+0.000\ 2$	0.999 1	1.52
乙二醇	0.5 ~ 50	$y=0.124\ 6x-0.056\ 2$	0.999 8	3.45
乙二醇乙醚乙酸酯	0.2 ~ 10	$y=0.177\ 7x+0.000\ 7$	0.999 4	1.60
二乙二醇	0.3 ~ 30	$y=0.223\ 7x-0.053\ 6$	0.999 9	2.76

的线性关系,相关系数均大于 0.9991,满足定量要求。

用最低浓度的标样重复进样 10 次,由测得的浓度值统计出标准偏差,LOD 以 3 倍标准偏差求得,数据见表 3。表 3 的结果显示本方法对于 5 种待测组分均具有较好的灵敏度。

2.4 方法的回收率

以某食品包装纸为实验本底,向其中准确加入一定量的 5 种待测组分的标样。按优化条件检测,测得低、中、高 3 个加标水平下的 5 种待测组分含量值。每个水平平行测定 3 次,取平均值进行加标回收率的计算,结果见表 4。结果表明,5 种待测组分回收率均在 84% 以上,相对标准偏差(RSD)小于 3%,满足定量分析要求。

表 4 5 种化合物的加标回收率

Tab.4 Recoveries and RSDs of the 5 compounds

Analyte	添加水平	Matrix $/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	添加量 $/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	检出量 $/(\text{mg}\cdot\text{kg}^{-1})$	平均回收率 $/\%$	RSD $/\%$
乙二醇单甲醚	低	—*	69.61	64.38	92.48	1.82
	中		104.23	107.47	103.11	0.37
	高		156.88	140.05	89.27	2.01
乙二醇单乙醚	低	—	69.49	67.77	97.52	2.11
	中		104.04	105.61	101.51	0.22
	高		156.60	141.35	90.26	2.27
乙二醇	低	33.93	17.04	48.32	84.47	2.05
	中		35.83	65.06	86.87	2.09
	高		52.88	83.01	92.82	1.18
乙二醇乙醚乙酸酯	低	—	121.62	111.32	91.53	2.84
	中		182.09	189.90	104.29	1.06
	高		274.08	245.49	89.57	2.13
二乙二醇	低	23.25	12.37	34.91	94.22	2.66
	中		25.82	48.35	97.23	0.57
	高		37.22	62.33	105.01	1.06

* 未检出

2.5 方法的重复性

将某食品包装纸按照建立的方法每天测定 3 次,连续检测 3 d,测定结果见表 5。由表 5 可知,方法的日内重复性、日间重复性的 RSD 均小于 4%,显示方法具有较高的精密度和准确性。

2.6 实际样品的测定

采用建立的方法测定了 20 种食品包装纸(含糖果包装纸、冰棍包装纸、普通食品包装纸)中 5 种成分的含量,结果见表 6。

表 5 方法的重复性
Tab.5 Repeatability of the method

Parallel number	乙二醇/(mg·kg ⁻¹)			二乙二醇/(mg·kg ⁻¹)		
1	35.70	33.53	32.54	25.27	25.55	24.51
2	34.54	32.41	31.92	24.90	26.81	26.34
3	33.59	33.78	32.91	24.79	25.83	25.28
平均/(mg·kg ⁻¹)	34.61	33.24	32.46	24.99	26.06	25.38
日内标准偏差/(mg·kg ⁻¹)	1.06	0.73	0.50	0.25	0.66	0.92
日内 RSD/%	3.06	2.20	1.53	1.01	2.54	3.62
General Average/(mg·kg ⁻¹)	33.44			25.48		
日间标准偏差/(mg·kg ⁻¹)	1.17			0.75		
日间 RSD/%	3.49			2.94		

表 6 样品分析结果
Tab.6 Analysis results of the sample

试样编号	乙二醇/(mg·kg ⁻¹)	二乙二醇/(mg·kg ⁻¹)
1	—*	27.46
2	—	17.19
3	—	15.45
4	—	17.67
5	25.67	18.19
6	49.67	21.92
7	31.53	32.33
8	21.10	18.67
9	29.28	26.26

* 未检出

有 9 种包装纸中检出二乙二醇,质量浓度为 15.45~32.33 mg/kg,5 种包装纸中检出乙二醇,质量浓度为 21.20~49.67 mg/kg,所有食品包装纸中均未检出乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚和乙二醇乙醚乙酸酯等 3 种成分。

3 结论

以甲醇超声提取,GC-MS 检测,内标法定量,建立了食品包装纸中乙二醇单甲醚、乙二醇单乙醚、乙二醇、乙二醇乙醚乙酸酯、二乙二醇 5 种成分的分析方法,对样品前处理方式、条件以及色谱条件进行了优化。方法的回收率较高,准确度与精密度较好,大量实际样品的测定结果表明,该方法稳定性较好,无须烦琐的预处理或者柱后处理,操作简便,适合于大批量食品包装纸样品的快速检测和分析。

参考文献:

[1] YOSHIKAWA M,TANI C.Sensitive Determination of Alkoxyethanols by Pre-column Derivatization with 1-Anthrolynitrile and Reversed-Phase High Performance Liquid Chromatography[J].J Chromatogr A,2003,1005(1):215-221.

[2] FOSTER P M D,LLOYD S C,BLACKBURND M. Comparison of the in Vivo and in Vitro Testicular Effects Produced by Methoxy-, Ethoxy- and N-butoxy Acetic Acids in the Rat [J]. Toxicol,1987,43(1):17-30.

[3] SWEENEY L M,TYLER T R,KIRMANC R,et al. Proposed Occupational Exposure Limits for Select Ethylene Glycol Ethers Using PBPK Models and Monte Carlo Simulations[J]. Toxicol Sci,2001,62(1):124-139.

[4] AMATHIEU R,MEROUANI M,BORRON S W. Prehospital Diagnosis of Massive Ethylene Glycol Poisoning and Use of an Early Antidote [J]. Resuscitation,2006,70(2):285-286.

[5] 田富饶,陈勇,叶旭炎.气相色谱法检测牙膏中的二甘醇[J].香料香精化妆品,2011,6(3):14-16.

TIAN Fu-rao, CHEN Yong, YE Xu-yan. Determination of Diethylene Glycol in Toothpaste by Gas Chromatography [J]. Flav Fragr Cosmet,2011,6(3):14-16.

[6] KRAUL H, JAHN F, BRAMNLICH H. Nephrotoxic Effects Diethylene Glycol(DEG) in Rats[J]. Exp Pathol,1991,42(1):27-32.

[7] ECHA. Candidate List of Substances of Very High Concern for Authorisation [EB/OL]. [2012-12-19]. <http://echa.europa.eu/web/guest/candidate-list-table>.

[8] SEO Y K,BAEK S O. Determination of Glycol Ethers in Ambient Air by Adsorption Sampling and Thermal Desorption with GC/MS Analysis: Performance Evaluation and Field Application[J]. E J Chem,2012,9(2):970-979.

- CHU Zhen-hui, LU Li-xin. Moisture Sorption Isotherm Characteristics and Model Characterization of Tough Biscuit[J]. Packaging Engineering, 2011, 32(3): 12-16.
- [4] 曹悦, 陆利霞, 熊晓辉. 食品货架期预测新技术进展[J]. 食品研究与开发, 2009, 30(5): 165-168.
- CAO Yue, LU Li-xia, XIONG Xiao-hui. Advances on Prediction for Shelf-life of Food[J]. Food Research and Development, 2009, 30(5): 165-168.
- [5] 谢利, 潘松年, 于江, 等. 计算机辅助预测(CAP)湿敏性产品的包装储存期[J]. 包装工程, 2007, 28(7): 41-43.
- XIE Li, PAN Song-nian, YU Jiang, et al. Computer Aided Prediction of Shelf Life of Damp Sensitive Products[J]. Packaging Engineering, 2007, 28(7): 41-43.
- [6] HERNANDEZ R J. Determination and Prediction of Shelf Life of Moisture-sensitive Post Shredded Wheat Cereal [EB/OL]. LI Xiong, eds. School of Packaging Michigan State University, 2002.
- [7] TAOUKIS P S. Moisture Transfer and Shelf Life of Packaged Foods[J]. American Chemical Society, 1988: 244-261.
- [8] MAROULIS Z B, TSAMI E, MARINOS-KOURIS D, et al. Application of the GAB Model to Sorption Isotherm of Fruits [J]. Food Engineering, 1988(7): 63-78.
- [9] FERRO-FONTAN C, CHIRIFE Sancho E, IGLESIAS H A. Analysis of a Model for Water Sorption Phenomena in Foods [J]. Food Science, 1982(47): 1590-1594.
- [10] BEAUCOUR P, DAUDIN J D. Development of a New Method for Fast Measurement of Water Sorption Isotherms in The High Humidity Range: Validation on Gelatine Gel[J]. Food Engineering, 2000(44): 97-107.
- [11] 王晓兰, 张晓鹏, 王亚琦, 等. 食品货架期的预测模型[J]. 内蒙古石油化工, 2008, 34(12): 46-47.
- WANG Xiao-lan, ZHANG Xiao-peng, WANG Ya-qi, et al. Predicting Modeling of Packaged Food[J]. Inner Mongolia Petrochemical Industry, 2008, 34(12): 46-47.
- [12] 潘松年. 包装工艺学[M]. 北京: 印刷工业出版社, 2007.
- PAN Song-nian. Packaging Technology[M]. Beijing: Printing Industry Press, 2007.
- [13] 文奇, 卢立新, 黄祥飞. 基于VB与SQL的路谱管理系统设计与开发[J]. 包装工程, 2012, 33(3): 81-84.
- WEN Qi, LU Li-xin, HUANG Xiang-fei. Design and Development of Road Spectrum Management System Based on VB and SQL[J]. Packaging Engineering, 2012, 33(3): 81-84.

(上接第24页)

- [9] SHIN H S, JUNG D G. Determination of Icing Inhibitors (Ethylene Glycol Monomethyl Ether and Diethylene Glycol Monomethyl Ether) in Ground Water by Gas Chromatography-Mass Spectrometry[J]. Bull Korean Chem Soc, 2004, 25(6): 806-808.
- [10] 聂伟安, 龙立平, 熊文高. 毛细管气相色谱法同时测定油漆液中二甲苯和乙二醇乙醚乙酸酯[J]. 化学分析计量, 2006, 15(4): 48-49.
- NIE Wei-an, LONG Li-ping, XIONG Wen-gao. Simultaneous Determination of Xylene and Ethylene Glycol Monoethyl Ether Acetate by GC[J]. Chem Anal Meter, 2006, 15(4): 48-49.
- [11] 郑建国, 王瓚, 余雯静. 用负APCI源的液相色谱-质谱联用法测定牙膏中二甘醇的方法研究[J]. 检验检疫学刊, 2011, 21(1): 45-47.
- ZHENG Jian-guo, WANG Zan, YU Wen-jing. Study of the Method of Determination of DEG in Teeth Paste by Negative APCI Source LC/MS/MS[J]. J Inspect Quarant, 2011, 21(1): 45-47.
- [12] MARIANI E, VILLA C, NEUHOFF C, DORATO S. Derivatization Procedure and HPLC Determination of 2-Ethoxyethanol in Cosmetic Samples[J]. Int J Cosmet Sci, 1999, 21(3): 199-205.
- [13] 杜碧莹. 气相色谱法测定依托泊苷注射液中乙二醇与二甘醇的量[J]. 药物鉴定, 2010, 19(1): 29-30.
- DU Bi-ying. Determination of Ethylene Glycol and Diethylene Glycol in Etoposide Injection by GC[J]. Chin Pharm, 2010, 19(1): 29-30.
- [14] WILLIAMS R H, SHAH S M, MAGGIORE J A. Simultaneous Detection and Quantitation of Diethylene Glycol, Ethylene Glycol, and the Toxic Alcohols in Serum Using Capillary Column Gas Chromatography[J]. J Anal Toxicol, 2000, 24(10): 621-626.
- [15] 王君, 王微山, 杨学军. 食品包装用PET容器中二甘醇的检测及迁移研究[J]. 包装工程, 2011, 32(19): 28-32.
- WANG Jun, WANG Wei-shan, YANG Xue-jun. Study on Detection and Migration of Diethylene Glycol in PET Food Packaging Containers[J]. Packaging Engineering, 2011, 32(19): 28-32.