

气相色谱-质谱联用内标法测定干性食品包装纸中的 N-甲基吡咯烷酮

廖惠云, 王珂清, 庄亚东, 刘英杰, 沈晓晨, 曹毅, 李朝建, 朱龙杰

(江苏中烟工业有限责任公司, 江苏 210019)

摘要: 建立了气相色谱-质谱联用内标法测定干性食品包装纸中 N-甲基吡咯烷酮的分析方法。采用超声提取为前处理方式, 使用乙醇为溶剂, 目标物用 GC-MS 进行了测定, 内标法定量。探讨了不同萃取溶剂对目标物的提取效率, 优选了合适的提取溶剂用量, 比较了不同样品的提取方式及条件; 甄选出合适的内标物, 确定了较佳的特征离子及其丰度比, 分析了色谱柱流量、进样量及分流比对目标物分离的影响, 得到了合适的色谱分析条件。在优化的实验条件下, 目标物 N-甲基吡咯烷酮在 0.02745 ~ 2.196 mg/L 范围内具有良好的线性关系, 相关系数(R^2)为 0.9999, 平均回收率为 98.36 % ~ 108.29 %, 相对标准偏差为 3.71 % ~ 6.05 %, 检出限为 0.058 mg/kg, 定量下限为 0.194 mg/kg。该方法简便、快速、灵敏、准确, 适合于干性食品包装纸中 N-甲基吡咯烷酮的测定。

关键词: 气相色谱-质谱; 食品包装纸; N-甲基吡咯烷酮

中图分类号: TS206.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1001-3563(2013)21-0006-06

Determination of N-Methyl Pyrrolidone in Dry Food Wrappings by Gas Chromatography-Mass Spectrometry Based on Internal Standard

LIAO Hui-yun, WANG Ke-qing, ZHUANG Ya-dong, LIU Ying-jie, SHEN Xiao-chen, CAO Yi, LI Chao-jian, ZHU Long-jie

(Jiangsu Tobacco Industry Co., Ltd., Nanjing 210019, China)

Abstract: A gas chromatography-mass spectrometry method (GC-MS) based on internal standard was developed for rapid determination of N-methyl pyrrolidone (NMP) in dry food wrappings. The NMP was extracted from the sample by ultrasonic extraction. The final product was determined by GC-MS based on internal standard. Extraction efficiency of different solvents on target object was discussed; suitable solvent dosage was determined; extraction modes and conditions for different samples were compared; suitable internal standard object was selected; the characteristic ions and its abundance were determined; the influence of column flow, injection volume, and split ratio on separation of target object was analyzed and suitable chromatography conditions were obtained. The result showed that under the optimal conditions, the calibration range of NMP was 0.02745 ~ 2.196 mg/L with a correlation coefficient of 0.9999; the average recoveries were in the range of 98.36 % ~ 108.29 %; with relative standard deviations of 3.71 % ~ 6.05 %, the detection limit and quantitation limit of NMP were 0.058 mg/kg and 0.194 mg/kg respectively. The method was simple, rapid, sensitive, accurate, and suitable for rapid determination of NMP in dry food wrappings.

Key words: GC-MS; N-methyl pyrrolidone; dry food wrappings

N-甲基吡咯烷酮(N-Methyl Pyrrolidone, 简称为 NMP), 又称 1-甲基-2-吡咯烷酮, 是一种优良的抽提溶剂, 广泛用作芳烃抽提、乙炔提浓、丁二烯分离和合

成气的脱硫等过程中的萃取剂, 同时也是涂料、农药、工程塑料、合成纤维、集成电路等生产中采用的溶剂, 亦可作工业用洗涤剂、分散剂、染色剂、润滑油抗冻剂

收稿日期: 2013-01-29

作者简介: 廖惠云(1979-), 男, 江西临川人, 硕士, 工程师, 主要从事色谱分析检测及应用研究。

通讯作者: 刘英杰(1970-), 男, 江苏泰兴人, 学士, 工程师, 主要从事卷烟生产工艺管理及应用研究。

等^[1-2]。基于 N-甲基吡咯烷酮产生的蒸气对皮肤、眼睛和呼吸道有刺激作用,美国工业卫生学会(AIHA)研究认为它能导致出生缺陷和其他生殖毒性, N-甲基吡咯烷酮被美国有毒物质控制法案(TSCA)进行详细目录登记^[2]。2011 年 6 月,欧洲化学品管理署(ECHA)发布公告,正式将 N-甲基吡咯烷酮列入 SVHC 清单,并规定其最大限量为 1000 mg/kg,限定用于涂层溶剂、纺织品和树脂的表面处理及金属面塑料^[2-3]。

关于 N-甲基吡咯烷酮的分析研究报道主要集中在生物样品、水样品、气体样品及环境样品等方面,采用的方法主要分为气相色谱法和液相色谱法^[4-13]。作为一种被常用的有机溶剂,鲜有对干性食品包装纸中 N-甲基吡咯烷酮的检测进行相关针对性研究的报道。基于对食品包装材料质量安全性的考量,非常有必要对其使用情况进行监控。为此,笔者在以往研究的基础上,建立了以超声萃取为前处理手段,气相色谱/质谱选择离子扫描法分析,内标法定量测定纸中 N-甲基吡咯烷酮的含量。该方法简便、灵敏、准确,适用于干性食品包装纸中 N-甲基吡咯烷酮的快速筛查、确认和定量测定。

1 实验

1.1 仪器与试剂

实验仪器:6890N/5975 气相色谱-质谱仪,美国 Agilent 公司,配备 7683 自动进样器、增强型化学工作站;HP-INNOWax 毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm×0.25 μm);KQ-500DE 超声波发生器,昆山市超声仪器有限公司;振荡器,国华电器有限公司;TDZ4A-WS 离心机,湘仪实验室仪器开发有限公司;电子天平,METTLER TOLEDO 公司,感量为 0.1 mg;50 mL 离心管,Corning 公司,PP 材质。

实验试剂:乙醇、环己烷、正己烷、二氯甲烷、甲醇(色谱纯,德国 Merck 公司)和异丙醇、甲苯(分析纯,南京化学试剂公司),N-甲基吡咯烷酮(标样,纯度≥98%),正十七碳烷(纯度大于 99%),反式茴香脑(纯度大于 99%),萘(纯度大于 99%),丙酸苯乙酯(纯度大于 98.0%)。以上标样及备选内标均由 Dr Ehrenstorfer 公司提供。

1.2 分析方法

1.2.1 标准工作溶液的配制

内标储备液:称取 0.2 g(精确至 0.1 mg)正十七

碳烷,用乙醇溶解并定容至 100 mL,质量浓度为 2000 μg/mL。内标溶液:准确移取 0.1 mL 内标储备液,用乙醇定容至 100 mL,质量浓度为 2 μg/mL。

一级标样储备液:准确称取 0.1 g(精确至 0.1 mg) N-甲基吡咯烷酮标样,用乙醇定容至 100 mL,质量浓度为 1000 μg/mL。二级标样储备液:准确移取 1 mL 一级标样储备液,用乙醇定容至 100 mL,质量浓度为 10 μg/mL。标准系列溶液:分别准确移取二级标样储备液 25, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000 μL 和内标溶液各 1 mL,用乙醇定容至 10 mL 的容量瓶中。该系列标准溶液质量浓度分别为 0.025, 0.05, 0.1, 0.2, 0.5, 1.0, 2.0 μg/mL,内标质量浓度为 0.2 μg/mL。

1.2.2 样品处理

准确称取 0.5 g(精确至 0.1 mg)干性食品包装纸,并用剪刀将样品剪成不大于 5 mm×5 mm 的碎片,放置于 50 mL 离心管中。准确移入 1 mL 内标溶液,再加入 9 mL 乙醇溶剂,置于超声波发生器内超声萃取 30 min。然后于离心机内在 4000 r/min 的转速下离心 5 min,取上层清液过 0.45 μm 有机相滤膜,然后进行 GC-MS 分析。

1.2.3 色谱和质谱条件

样口温度为 250 ℃,进样量为 1 μL,分流方式,不分流进样,色谱柱为 DB-5MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)。升温程序:初始温度为 80 ℃,以升温速率 20 ℃/min 至 150 ℃,再以升温速率 5 ℃/min 至 200 ℃。传输线温度为 280 ℃,电离方式为 EI,电离能量为 70 eV,离子源温度为 230 ℃,四极杆温度为 150 ℃。

定量分析:采用选择性离子扫描模式,以特征离子进行定量分析,N-甲基吡咯烷酮的特征离子为 99, 44, 71, 39(其中 99 为定量离子),正十七碳烷的特征离子为 57, 71, 85, 240(其中 57 为定量离子),对每个离子的监测时间为 50 ms。

定性确证:试样待测液和标准品的选择离子色谱峰在相同保留时间处(±0.2 min)出现,并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致,其丰度比与标准品相比应符合,相对丰度>50%时,允许±10%偏差;相对丰度 20%~50%时,允许±15%偏差;相对丰度 10%~20%时,允许±20%偏差;相对丰度≤10%时,允许有±50%偏差,此时可定性确证目标分析物。

2 结果与讨论

2.1 样品前处理条件的优化

2.1.1 萃取溶剂的选择

考虑到萃取溶剂的萃取效率是影响纸张样品中 N-甲基吡咯烷酮提取的主要因素,并且该物质在多种溶剂中有较好的溶解度。由此,在参考相关文献的基础上^[14],依据有机溶剂的不同极性,选取了正己烷、环己烷、甲苯、二氯甲烷、异丙醇、乙醇及甲醇(极性强度逐步增大,极性系数分别为 0.06,0.10,2.40,3.40,3.90,4.30 和 6.60)为萃取溶剂,以某样品为分析对象,按照前述分析方法,每个样品平行测定 2 次,取平均值作为提取效率的考察指标。检测结果见表 1。从表 1 可以看出,随着溶剂极性的逐步增强,目标物的提取结果也逐步增大,当使用强极性的乙醇、甲醇时,目标物的提取结果相差不大。参考各种溶剂的毒性强弱及提取结果,该次实验选择乙醇作为萃取溶剂。

表 1 萃取溶剂对加标样品中目标物提取效率的影响
Tab.1 Extraction efficiency of N-methyl pyrrolidone by use of different solvents

编号	萃取溶剂	萃取结果/(mg·kg ⁻¹)
1	正己烷	2.62
2	环己烷	3.13
3	甲苯	3.51
4	二氯甲烷	4.76
5	异丙醇	5.10
6	乙醇	8.10
7	甲醇	8.18

2.1.2 提取方式及条件

影响纸张样品中目标物提取有一个重要因素,即提取方式。为此,以一纸样品为分析对象,分别考察“超声提取”和“振荡提取”2 种提取方式对目标物的提取效率,其中超声器功率设为 300 W,振荡器频率调为 160 r/min,将提取时间分别设定为 15,20,30,40,45 min,检测结果见表 2。从表 2 可以看出,随着提取时间的延长,采用超声提取时,目标物的提取结果先逐渐增大,再稍微减少,其中提取时间为 30 min 时,提取结果较好;采用振荡提取时,除了提取时间为 15 min 以外,其余提取结果相差不大。综合提取结果和操作效率,该次实验选用超声提取方式,提取时间

为 30 min。

表 2 提取方式及时间对样品中目标物提取效率的影响
Tab.2 Extraction efficiency of N-methyl pyrrolidone under different extraction method

编号	时间/min	提取结果/(mg·kg ⁻¹)	
		超声提取	振荡提取
1	15	0.85	0.87
2	20	0.90	0.94
3	30	1.01	0.96
4	40	0.97	0.93
5	45	0.96	0.91

2.1.3 萃取溶剂体积的确定

在不同萃取体积的条件下,以某纸样品为分析对象进行提取效果试验。检测结果见表 3。从表 3 可以看出,随着萃取体积的增加,除了萃取体积为 4 mL 之外,样品中 N-甲基吡咯烷酮的提取结果整体变化不大,其结果重复性也较好,测量结果的相对标准偏差都小于 5%,因此综合提取效果及溶剂用量的经济性,项目组选取萃取溶剂体积用量为 10 mL。

表 3 萃取体积对样品中目标物提取效率的影响(n=3)
Tab.3 Extraction efficiency of N-methyl pyrrolidone under different amount of solvents(n=3)

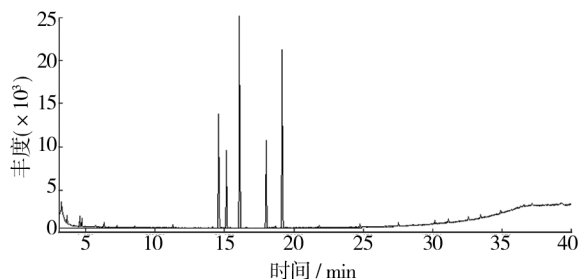
编号	萃取体积	提取结果	相对标准偏差
	/mL	/(mg·kg ⁻¹)	/%
1	4	0.99	6.05
2	9	1.05	4.96
3	14	1.07	4.13
4	19	1.06	4.87
5	24	1.09	4.32

2.2 检测条件的优化

2.2.1 内标的选择

基于干性纸张样品基质属性,在参考相关文献的基础上^[14],实验考察了正十七烷、萘、茴香脑和苯甲酸苯甲酯作为备选内标对检测结果的影响,结果见图 1。通过对图 1 进行分析可以发现,各备选内标物都能够与目标组分完全分离,保留时间依次为正十七烷、萘、茴香脑和苯甲酸苯甲酯渐近增大,其中正十七烷的峰宽最小;拖尾因子都位于 0.95~1.05 之间,不存在脱尾或前伸现象,说明峰形对称情况良好,峰纯度分析未发现杂质组分,其中正十七烷的拖尾因子为 1;从仪器定量限分析来看^[15],萘的灵敏度最高,丙酸苯乙酯次之,茴香脑和十七烷最差。由此,基于内

标物的峰位置应尽可能与待测组分的峰位靠近,但依据能与待测组分完全分开的原则,该次实验推荐采用正十七烷作为首选内标物。



(按照时间递增顺序,依次为 N-甲基吡咯烷酮、正十七烷、萘、茴香脑和苯甲酸苯甲酯)

图1 目标物和内标物色谱

Fig. 1 TIC chromatogram of N-methyl pyrrolidone and internal standard

2.2.2 特征离子的选择

基于干性食品包装纸样品来源广泛,基体背景较复杂及目标物含量较低等因素考虑,在使用 GC/MS 时,选择 SIM 模式对样品进行分析。目标物 N-甲基吡咯烷酮的 CAS 号为 872-50-4,其质谱图见图 2,从 m/z 大小可以看出,分子离子就是其基峰离子,即为 99,丰度紧随其后的特征离子为 44,71,39;内标物正十七烷的 CAS 号为 629-78-7,其质谱图见图 3,分子离子为 240,但是其丰度太小,基峰离子为 57,紧随其后的特征离子为 71,85。

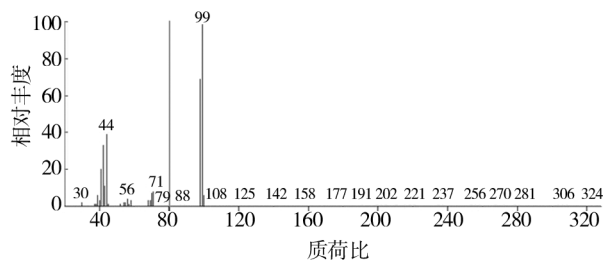


图2 N-甲基吡咯烷酮质谱图

Fig. 2 Mass chromatogram of N-methyl pyrrolidone

2.2.3 色谱柱流量的设定

在保持其余色谱条件不变的情况下,通过调整柱流量,对同一标准试样进行检测。同时,为便于采用质谱进行样品的测定和剖析,限定柱流量不超过 1.8 mL/min。不同流量(流量分别为 0.8, 1.0, 1.2, 1.5, 1.8 mL/min)下内标和目标物色谱图见图 4。通过对其进行分析,可以发现如下所述。

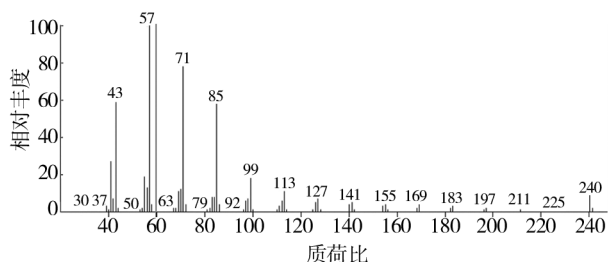


图3 内标正十七烷质谱图

Fig. 3 Mass chromatogram of heptadecane

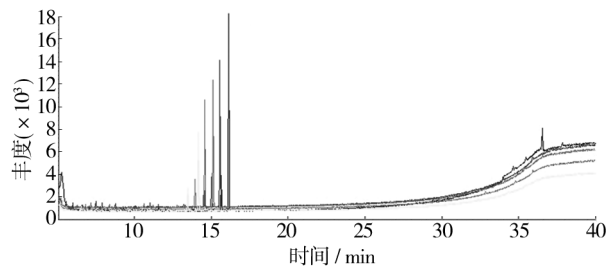


图4 不同流量下内标和目标物色谱图

Fig. 4 TIC chromatogram of N-methyl pyrrolidone and heptadecane under different column flow

1) 在小范围内调整柱流量,对目标物的拖尾因子影响较小,变异系数小于 5%;峰宽影响稍大,相对标准偏差大于 10%;仪器定量限的影响介于两者之间,相对标准偏差为 5.98%。

2) 在小范围内调整柱流量,对内标的拖尾因子和峰宽的影响较小,变异系数都小于 5%;对仪器定量限的影响较大,相对标准偏差为 22.94%,随着流量的逐渐增大,仪器定量限也逐步增加。

3) 柱流量越大,内标物和目标物组分的保留时间提前,完成检测所需时间越短,但总耗气量也越大。

为此,基于色谱图峰形、耗气量及检测灵敏度的综合考虑,实验选定柱流量为 1.2 mL/min。

2.2.4 进样量与分流比的设定

在保持其余色谱条件不变的情况下,通过调整进样量与分流比(进样量与分流比分别为 20 μ L 和 10 : 1, 10 μ L 和 10 : 1, 10 μ L 和 20 : 1, 10 μ L 和 30 : 1, 10 μ L 和 40 : 1),对同一标准试样进行检测,以此考察内标物和各目标物的出峰情况,具体色谱图见图 5。通过对其进行分析可以发现:进样量由 2 μ L 变为 1 μ L 时,内标物和目标物的峰宽、拖尾因子变化不大,而在进样量不变、改变分流比时,内标物和目标物的峰宽变化不大,峰宽、拖尾因子变化也不太明显;减

少进样量或提高分流比,内标物和目标物的拖尾因子变化不大,但仪器的检测灵敏度下降。为此,基于优先保障内标物和目标物检测灵敏度的考量,设定仪器进样量为 1.0 μL ,分流比为 10 : 1。

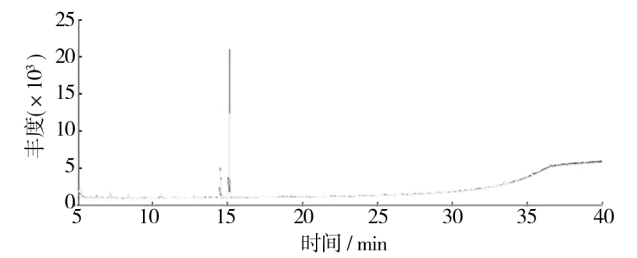


图5 不同进样量与分流比条件下目标物和内标物色谱图
Fig. 5 TIC chromatogram of N-methyl pyrrolidone and heptadecane under different injection volume and split ratio

2.3 方法评价

2.3.1 线性关系、检出限和定量限

按照上述方法配制 N-甲基吡咯烷酮系列工作标准溶液,然后进行 GC-MS 分析,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,进行线性回归分析,得回归方程及其相关参数,具体情况见表 4。从表 4 可以看出,目标物的质量浓度在 0.027 45 ~ 2.196 mg/L 范围之内,工作曲线的相关系数 R^2 大于 0.999。用最低浓度标样当未知样品,重复进样 10 次,由测得的浓度值统计出标准偏差,方法的检出限以 3 倍标准偏差换算求得,方法的定量限以 10 倍的标准偏差换算求得。

表4 方法的线性情况、检出限和定量限

Tab.4 Linear equation, correlation coefficients, detection limit and quantitation limit				
线性方程	浓度范围 $/(\text{mg} \cdot \text{L}^{-1})$	R^2	检出限/ $(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	定量限/ $(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$
$y=0.9528x-0.023$	0.027 45 ~ 2.196	0.9999	0.058	0.194

2.3.2 精密度试验

以一纸张样品为分析对象,分别进行了日内精密度实验和日间精密度实验,日内精密度实验为相同样品在同一条件下平行测定 6 次(同一批次处理);日间精密度实验为相同样品在同一条件下测定,每隔一天测定一次,共测定 6 次,分别计算 6 次平行测定结果的相对标准偏差,测定结果见表 5。表 5 显示,该实验方法的日内重复性的相对标准偏差 < 4%,日间重复性的相对标准偏差 < 7%,表明方法具有良好的精密度。

表5 方法的精密度
Tab.5 precision of the method

编号	日内重复性	日间重复性
	$/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	$/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$
1	1.32	1.36
2	1.24	1.25
3	1.26	1.18
4	1.19	1.30
5	1.22	1.16
6	1.21	1.22
相对标准偏差/%	3.71	6.05

2.3.3 回收率试验

分别以不同基质的 3 个干性食品包装纸为对象,进行低、中、高 3 个不同浓度水平的加标处理,然后按照上述标准前处理步骤进行处理,再进行 GC/MS 分析,计算其加标回收率,结果见表 6。从表 6 可以看出,在低水平加标时,目标物的回收率在 103.20% ~ 108.20% 之间;在中水平加标时,目标物的回收率在 99.39% ~ 106.53% 之间;在高水平加标时,目标物的回收率在 98.36% ~ 108.29% 之间。总体而言,该方法具有较好的回收率。

表6 方法的回收率
Tab.6 Recoveries of the method

样品编号	加标水平 $/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	检测结果 $/(\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1})$	回收率 $/\%$
1	0.878	0.950	108.20
	3.294	3.274	99.39
	21.96	21.60	98.36
2	0.878	0.908	103.42
	3.294	3.509	106.53
	21.96	22.42	102.09
3	0.878	0.945	107.63
	3.294	3.330	101.09
	21.96	23.78	108.29

2.4 实际样品的测定

采用该方法对市场上销售物品所用到的 85 个干性食品包装纸(主要包含速食包装纸、糖果用纸、面食用纸等)进行测定,共计 11 个样品检测出含有 N-甲基吡咯烷酮,含量在 0.58 ~ 737.76 mg/kg 范围内。

3 结语

采用超声波提取方式,建立了气相色谱-质谱联用

内标法测定干性食品包装纸中的 N-甲基吡咯烷酮含量的方法,具有前处理简单、效率高、时间短,选择性好、重复性好、定量准确等特点。通过 SIM 条件能有效地消除复杂基体干扰,方法快速、准确,适合于干性食品包装纸中 N-甲基吡咯烷酮的定性确证和定量测定。

参考文献:

- [1] 徐兆瑜. 聚乙烯吡咯烷酮和 N-甲基吡咯烷酮的应用进展[J]. 化工技术与开发, 2004, 33(3): 19-23.
XU Zhao-yu. New Application Advances of Polyvinyl Pyrrolidone and N-methyl-pyrrolidone[J]. Technology and Development of Chemical Industry, 2004, 33(3): 19-23.
- [2] 项尚林, 项小东. N-甲基吡咯烷酮对复合薄膜用水性聚氨酯性能的影响[J]. 包装工程, 2007, 28(1): 7-9.
XIANG Shang-lin, XIANG Xiao-dong. Effects of N-methyl Pyrrolidinone on Capability of Aqueous Polyurethane for Laminated Films[J]. Packaging Engineering, 2007, 28(1): 7-9.
- [3] VANATTA L E. Determination of N-vinyl-2-pyrrolidone and N-methyl-2-pyrrolidone in Drugs Using Polypyrrole-based Headspace Solid-phase Microextraction and Gas Chromatography-nitrogen-phosphorous Detection[J]. Journal of Chromatography A, 2008, 1213: 70-76.
- [4] 邱立勤, 米镇涛, 张香文. N-甲基吡咯烷酮、吡咯烷酮合成物系气相色谱分析[J]. 色谱, 1995, 13(4): 301-302.
QIU Li-qin, MI Zhen-tao, ZHANG Xiang-wen. Application of Gas Chromatographic (GC) Analysis in the Synthesis of N-Methyl Pyrrolidone or a-Pyrrolidone[J]. Chinese Journal of Chromatography, 1995, 13(4): 301-302.
- [5] MEHDINIA A, GHASSEMPOUR A, RAFATI H, et al. Determination of N-vinyl-2-pyrrolidone and N-methyl-2-pyrrolidone in Drugs Using Polypyrrole-based Headspace Solid-phase Microextraction and Gas Chromatography-nitrogen-phosphorous Detection Analytica Chimica Acta, 2007, 587: 82-88.
- [6] KUBOTA R, ENDO Y, TAKEUCHI A, et al. SPE-GC/FTD Determination of N-methyl-2-pyrrolidone and Its Metabolites in Urine[J]. Journal of Chromatography B, 2007, 854: 204-210.
- [7] BADER M, WRBITZKY R, BLASZKEWICZ M, et al. Review of Pharmaceutical Applications of N-methyl-2-pyrrolidone[J]. Arch Toxicol, 2007, 81: 335-346.
- [8] 古小明, 钟学飘, 刘双喜, 等. 1 起急性 N-甲基吡咯烷酮中毒的调查[J]. 中国职业医学, 2010, 37(4): 358-358.
GU Xiao-min, ZHONG Xue-piao, LIU Shuang-xi, et al. Investigation on a Case of Acute Poisoning of N-methyl Pyrrolidone[J]. China Occupation Medicine, 2010, 37(4): 358-358.
- [9] 杨慧. N-甲基吡咯烷酮纯度检测法之我见[J]. 化工技术与开发, 2011, 40(6): 43-44, 76.
YANG Hui. Purity Determination Method of N-methyl Pyrrolidone[J]. Technology and Development of Chemical Industry, 2011, 40(6): 43-44, 76.
- [10] SUZUKI Y, ENDO Y, OGAWA M, et al. Direct Determination of N-methyl-2-pyrrolidone Metabolites in Urine by HPLC-electrospray Ionization-MS/MS Using Deuterium-labeled Compounds as Internal Standard[J]. Journal of Chromatography B, 2009, 877: 3743-3747.
- [11] 马慧贤, 李长波, 赵国峰. HPLC 测定润滑油中的 NMP[J]. 辽宁化工, 2009(8): 593-594.
MA Hui-xian, LI Chang-bo, ZHAO Guo-zheng. Determination of NMP in Lubricating Oil by HPLC[J]. Liaoning Chemical industry, 2009(8): 593-594.
- [12] 程小艳, 杨坪, 张丹, 等. 高效液相色谱-串联四极杆质谱联用测定水样和气样中的 1-甲基-2-吡咯烷酮[J]. 中国环境检测, 2009, 25(5): 24-26, 34.
CHEN Xiao-yan, YANG Ping, ZHANG Dan, et al. Determination of 1-Methyl-2-pyrrolidinone in Water or Gas Sample by HPLC-Tandem Mass Spectrometry[J]. Environmental Monitoring in China, 2009, 25(5): 24-26, 34.
- [13] LOKAJOVA J, PORRAS S, ELOVAARA E, et al. Determination of N-methyl-2-pyrrolidone and Its Metabolites in Urine by Micellar Electrokinetic Chromatography[J]. Central European Journal of Chemistry, 2011, 9(5): 825-833.
- [14] 韩云辉. 烟用材料生产技术与应用[M]. 北京: 中国标准出版社, 2012.
HAN Yun-hui. Cigarette Material Production Technology and Application[M]. Beijing: China Standards Press, 2012.
- [15] 田强兵. 分析化学中检出限和测定下限的探讨[J]. 化学分析计量, 2007, 16(3): 72-73.
TIAN Qiang-bin. Detection Limit and Determination of the Lower Limit of the Analytical Chemistry[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2007, 16(3): 72-73.