

HPLC 法同时测定食品接触橡胶密封垫圈中 3 种醛类化合物迁移量

Simultaneous determination on migration of three aldehydes in food
contact rubber gaskets by HPLC

符灵梅 王玉健 徐 莉

FU Ling-mei WANG Yu-jian XU Li

(海口海关技术中心, 海南海口 570311)

(The Technology Center of Haikou Customs, Haikou, Hainan 570311, China)

摘要:目的:建立一种利用 HPLC 同时测定食品接触橡胶密封垫圈中甲醛、乙醛和丙烯醛迁移量的分析方法。方法:以 4% 乙酸水溶液、10% 乙醇水溶液、20% 乙醇水溶液、50% 乙醇水溶液及橄榄油作为食品模拟物,按 GB 5009.156—2016 进行迁移试验,经衍生化反应后,采用 Accucore RP-MS 色谱柱分离,以乙腈—水溶液为流动相等度洗脱,紫外检测器检测。结果:3 种醛类化合物在 0.05~5.00 mg/L 内呈良好的线性关系,相关系数 $R^2 \geq 0.998$ 。甲醛、乙醛和丙烯醛检出限分别为 0.58, 0.62, 1.68 mg/kg;定量限分别为 0.98, 0.99, 2.93 mg/kg,在 1.0~15.0 mg/kg 添加水平范围内,3 种醛类化合物回收率为 81.0%~103.3%;相对标准偏差为 0.78%~7.05%。结论:该方法适用于食品接触橡胶密封垫圈中醛类化合物迁移量的检测。

关键词: HPLC; 柱前衍生化; 食品接触橡胶密封垫圈; 醛类化合物

Abstract: Objective: A HPLC method was established for simultaneous determination of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein in food contact rubber gaskets. **Methods:** The migration test was carried out according to GB 5009.156—2016 by using 4% acetic acid aqueous solution, 10% ethanol aqueous solution, 20% ethanol aqueous solution, 50% ethanol aqueous solution and olive oil as food stimulants. After derivatization reaction, the samples were separated on Accucore RP-MS column with acetonitrile-water solution as mobile phase and detected by UV detector. **Results:** The results showed that the three aldehydes showed

good linear relationship in the mass concentration range of 0.05~5.0 mg/L, with the correlation coefficients $R \geq 0.998$. The detection limits of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein were 0.57, 0.62 and 1.68 mg/kg, respectively. The limits of quantification were 0.96, 0.99 and 2.93 mg/kg, respectively. In the range of 1.0~15.0 mg/kg, the recoveries of the three aldehydes were 81.0%~103.3%, respectively. The relative standard deviations were 0.78%~7.05% respectively. **Conclusion:** This method is suitable for the detection of the migration of aldehydes in food contact rubber gaskets.

Keywords: HPLC; pre-column derivatization; rubber gasket for food contact; aldehyde compounds

密封垫圈是食品加工机械中常用的零部件,主要材料为硅胶、丁腈橡胶、氟橡胶和其他橡胶,其中三元乙丙橡胶垫圈被广泛应用于食品加工行业。为增加橡胶的各种性能,一般在橡胶制品加工过程中添加橡胶助剂,如硫化剂、粘合剂等,这些助剂在生产过程可能会产生危害的醛类物质。有研究^[1-2]表明,醛类化合物能刺激人的眼睛和呼吸道,长期高浓度接触会对神经系统、免疫系统、肝脏器官等产生毒害。据报道^[3],甲醛已经被世界卫生组织定为致癌和致畸形物质;乙醛、丙烯醛分别被列入“2017 年 10 月 27 日世界卫生组织国际癌症研究机构公布的 2 类及 3 类致癌物清单”中。

目前,国内外对醛类化合物定量分析方法主要有分光光度法^[4-6]、气相色谱法^[7-8]、气相色谱—质谱联用法^[9]和高效液相色谱法^[10-13]等。分光光度法灵敏度较低,不能同时测定多种醛类化合物;气相色谱法和气相色谱—质谱联用法分析时间较长且重现性相对较差;而高效液相色谱法主要用于水质、水性胶黏剂、水性涂料和聚酯纤维等基质中的甲醛、乙醛和丙烯醛的测定,有关于食

基金项目:国家重点研发计划项目(编号:2018YFC1603200, 2018YFC1603202)

作者简介:符灵梅,女,海关海口技术中心工程师,学士。

通信作者:徐莉(1981—),女,海关海口技术中心高级工程师,硕士。E-mail:klppt1026@126.com

收稿日期:2021-06-16

品加工机械材料橡胶密封垫圈中醛类化合物的研究尚未见报道。研究拟建立一种同时测定食品接触橡胶密封垫圈基质中醛类化合物的分析方法, 以期为进口密封橡胶垫圈零部件产品的监管及保障食品加工质量安全提供技术基础。

1 材料与方法

1.1 仪器与材料

高效液相色谱仪: ACQUITY UPLC H-Class 型, 配有 Waters EmpowerTM 3 数据处理系统, 美国 Waters 公司;

旋涡混合器: MS3 Digital 型, 德国 IKA 公司;

冷冻离心机: 320R 型, 德国 Hettich Universal 公司;

移液枪: Finnpiptette™ F1 型, 美国 Thermo Electron 公司;

pH 计: PT162 型, 英国百灵达有限公司;

超纯水机: milli-Q Direct 型, 默克密理博公司;

甲醇: 色谱纯, 美国天地有限公司;

水中甲醛标准品: 10 mg/mL, CAS 号 50-00-0, 中国计量科学研究院;

水中乙醛标准品: 1 000 μg/mL, CAS 号 75-07-0, 上海安谱科学仪器有限公司;

水中丙烯醛标准品: 1 000 μg/mL, CAS 号 107-02-8, 坛墨质检科技股份有限公司;

2,4-二硝基苯肼: 分析纯, 纯度≥99.0%, 国药集团化学试剂有限公司;

磷酸: 优级纯, 纯度≥85.0%, 天津市科密欧化学试剂有限公司;

丁腈橡胶: W404 型, 宁波普瑞橡胶工业有限公司;

三元乙丙橡胶: W359 型, 宁波普瑞橡胶工业有限公司;

氟橡胶: O 型, 汉升密封科技(上海)有限公司。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液配制

(1) 标准中间溶液: 分别准确移取 50 μL 10 mg/mL 甲醛, 500 μL 1 000 μg/mL 乙醛, 500 μL 1 000 μg/mL 丙烯醛于 10 mL 容量瓶中, 用水稀释并定容至刻度, 得到质量浓度为 50 mg/L 的标准中间溶液, 保存期限为 1 个月。

(2) 模拟物标准工作溶液: 分别准确吸取上述标准中间溶液 0, 10, 20, 40, 100, 200, 400, 1 000 μL 于 10 mL 比色管中, 用含有体积分数为 10% 乙醇和 0.6% 磷酸水溶液定容至 5 mL, 再用 0.6 g/L 2,4-二硝基苯肼衍生化试剂定容至 10 mL, 得到质量浓度分别为 0.00, 0.05, 0.10, 0.20, 0.50, 1.00, 2.00, 5.00 mg/L 的标准工作溶液。按照 GB 31604.1—2015 要求, 选择 4% 乙酸水溶液、10% 乙醇水溶液、20% 乙醇水溶液、50% 乙醇水溶液及橄榄油作为食品模拟物。食品模拟物的标准工作溶液同样采用上述方式进行配制, 而橄榄油食品模拟物标准工作液直接使

用 0.6% 磷酸水溶液定容至 5 mL, 再用 0.6 g/L 2,4-二硝基苯肼衍生化试剂溶液定容至 10 mL, 将比色管放入振荡器于 60 °C 下衍生化反应 1 h, 冷却至室温, 经 0.22 μm 滤膜过滤后直接进样测定。

1.2.2 样品前处理

(1) 样品提取: 称取 1.0 g 橡胶密封垫圈样品(精确至 0.001 g)于 50 mL 具塞试管中, 加入 10 mL 水, 40 °C 震荡萃取 1 h, 过滤, 收集待测滤液。

(2) 衍生化反应: 准确移取滤液 1 mL 于 10 mL 比色管中, 用 0.6% 磷酸水溶液定容至 5 mL, 再用 0.6 g/L 2,4-二硝基苯肼衍生化试剂定容至 10 mL, 放入振荡器进行衍生化反应(60 °C, 1 h), 冷却至室温, 0.22 μm 滤膜过滤, 进样检测。

1.2.3 迁移试验 按照 GB 5009.156—2016 执行, 获得食品模拟物待测液。

1.2.4 待测模拟液前处理

(1) 水基模拟液: 移取 1.0 mL 水基模拟液试样于 10 mL 比色管中, 按照 1.2.2(2) 方法衍生化反应。

(2) 橄榄油模拟液: 称取 10.0 g 橄榄油模拟物试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 离心管中, 加入 10 mL 去离子水, 涡旋 3 min, 4 °C 冷冻 30 min, 冷冻离心(9 000 r/min, 4 °C), 上清液经 0.22 μm 滤膜过滤后收集待测滤液。准确移取 1.0 mL 滤液于 10 mL 比色管中, 按照 1.2.2(2) 方法衍生化反应。

1.2.5 色谱条件

色谱柱为 Accucore RP-MS(3.0 mm × 150 mm, 2.6 μm); 柱温 30 °C; 流动相 A 为乙腈, 流动相 B 为水; 等度洗脱条件为流动相 A: 流动相 B=65%: 35%; 柱流量 0.5 mL/min; 进样量 10 μL。采用三波段同时扫描, 甲醛、乙醛、丙烯醛的检测波长分别为 353, 364, 372 nm, 采用二极管阵列检测器。

1.2.6 数据处理 检测数据由 Waters EmpowerTM 3 系统进行采集, 使用软件 IBM SPSS Statistics 19 处理数据。

2 结果与讨论

2.1 橄榄油模拟物提取液的选择

选择水、甲醇、乙腈、乙酸乙酯、丙酮和正己烷作提取液, 以加标回收的方式考察上述提取液对橄榄油模拟物中醛类化合物提取率的影响, 结果见图 1。使用水、甲醇、乙酸乙酯和丙酮作为提取液时, 甲醛提取率均达 80% 以上; 6 种提取液对乙醛和丙烯醛的提取效果差别较大, 除水外其他 4 种提取液提取率均 < 60%, 无法满足试验要求。这可能与提取液的极性有关, 且使用丙酮作为提取液时, 目标物附近有杂质干扰峰, 而使用水作为提取液时, 采用冷冻除脂, 提取回收率效果更佳且环保, 由此, 选择水作为橄榄油模拟物的提取液。

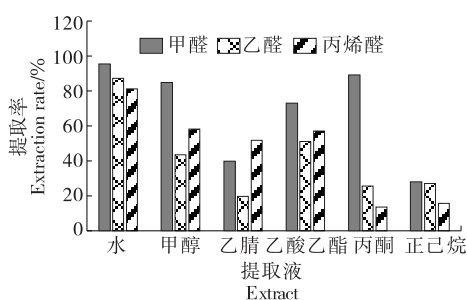


图 1 提取液种类对橄榄油模拟物中 3 种醛提取率的影响

Figure 1 Effects of extract types on extraction rates of three aldehydes in olive oil simulant

2.2 衍生试剂浓度选择

为考察衍生试剂对衍生化的影响,向质量浓度为 10 mg/L 的甲醛、乙醛和丙烯醛混合标准溶液中分别加入不同质量浓度的 2,4-二硝基苯肼(DNPH)衍生试剂进行衍生化反应,试验结果表明 3 种醛类化合物的峰面积随着衍生试剂质量浓度增加而增大,如图 2 所示。当质量浓度 >0.4 g/L 时,甲醛和乙醛衍生物峰面积基本达到最大值;当质量浓度 >0.6 g/L 时,丙烯醛衍生物峰面积基本保持不变,可能是由于目标物衍生化趋于饱和状态,同时,DNPH 响应值过高导致峰拖尾严重会干扰低浓度邻近目标物的定性定量。综合考虑,选择 0.6 g/L 2,4-二硝基苯肼(DNPH)衍生试剂作为衍生试液浓度。

2.3 酸度调节剂的选择

为考察酸性条件下,醛类化合物与 2,4-二硝基苯肼的衍生化效果,分别配制体积分数为 0.1%,0.2%,0.4%,0.5%,0.6%,0.7%,0.8%,1.0% 的甲酸、乙酸和磷酸水溶液作为酸度调节剂。由图 3~图 5 可知,当 3 种酸的体积分数达 0.2% 以上,甲醛和乙醛的衍生化反应均趋于稳定,而丙烯醛则在 0.6% 磷酸水溶液条件下衍生化效果最佳。这 3 种溶液中,pH 值大小为乙酸 $>$ 甲酸 $>$ 磷酸,磷酸水溶液 pH 值最小,酸性最强,可能更有利于丙烯醛

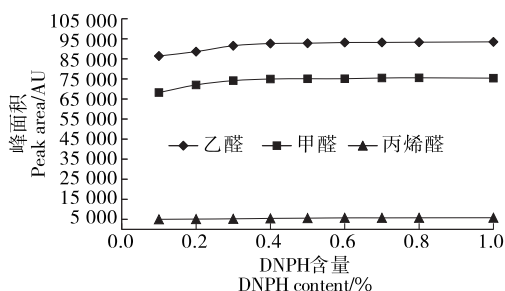


图 2 甲醛、乙醛和丙烯醛衍生物峰面积随衍生试剂量的变化曲线

Figure 2 The variation curve of peak area of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein derivatives with the amount of derivative reagents

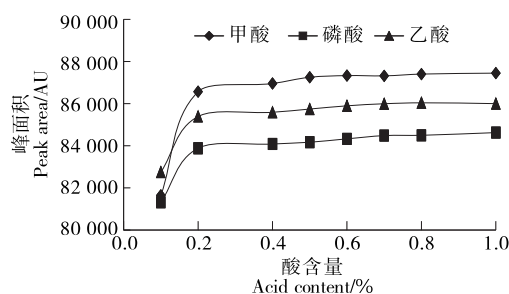


图 3 甲醛衍生物峰面积与酸含量的变化曲线

Figure 3 Curve of peak area and acid content of formaldehyde derivatives

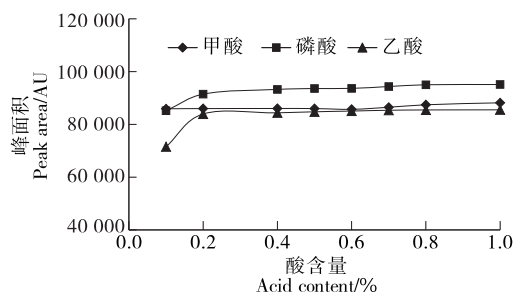


图 4 乙醛衍生物峰面积与酸含量的变化曲线

Figure 4 Curve of peak area and acid content of acetaldehyde derivatives

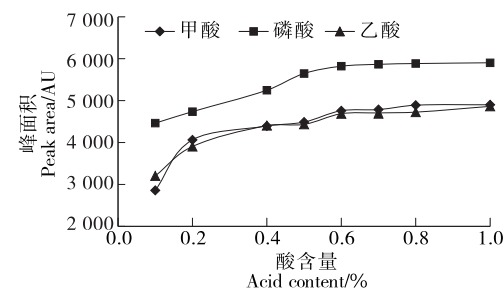


图 5 丙烯醛衍生物峰面积与酸含量的变化曲线

Figure 5 Curve of peak area and acid content of acrolein derivatives

的衍生化反应。因此,最终确定 0.6% 磷酸水溶液作为酸度调节剂。

2.4 衍生化产物的稳定性

为了考察方法中衍生化产物的稳定性,分别移取 10 份质量浓度为 10 mg/L 甲醛、乙醛和丙烯醛混合标准溶液,按上述试验方法进行衍生化试验。获得衍生化产物分别放置 0,2,6,12,24,48,72,120,168 h 后上机测定,试验结果显示放置 48 h 的 3 种醛类衍生化产物响应值无明显变化,但放置 72 h 时,响应值迅速下降,尤其是丙烯醛的衍生化产物仅为最初测定值的 87.2%。因此,衍生化产物应尽可能在 72 h 内完成上机检测分析。

2.5 检测波长的选择

采用二极管阵列检测器 PDA 3D 对甲醛、乙醛和丙烯醛 DNPH 衍生物进行全波长扫描,发现甲醛 DNPH 衍

生物在 353 nm 和 364 nm 处均有吸收,但前者较强;乙醛 DNPH 衍生物在 364 nm 处有最大紫外吸收;丙烯醛 DNPH 衍生物最大的紫外吸收则在 372 nm 处。为了获得目标物最佳灵敏度,试验采取各目标物最大吸收波长,分段扫描的方式进行定性和定量。

2.6 线性范围、检出限及定量限

将质量浓度为 0.05,0.10,0.20,0.50,1.00,2.00,5.00 mg/L 的 3 种醛类混合标准溶液按上述色谱条件进行测定,绘制标准曲线(横坐标为样品浓度,mg/L;纵坐标为峰面积,AU),进行线性回归。试验结果显示,该方法在 0.05~5.00 mg/L 范围内有较好的线性关系,3 种醛类化合物的线性相关系数 $R^2 \geq 0.998$ 3,见表 1。根据 GB/T 27417—2017,采用空白标准偏差评估法确定方法的检出限和定量限,以加入最低可接受浓度的样品空白独立测定 10 次,计算出结果的标准偏差(s),以(空白平均值+4.65 s)作为检出限,以(空白平均值+10 s)作为定量限,试验结果见表 2。由表 2 可知,甲醛、乙醛和丙烯醛的检出限分别为 0.57,0.62,1.68 mg/kg,定量限分别为 0.96,0.99,2.93 mg/kg。

2.7 回收率和精密度

为考察试验方法的回收率,对 5 种食品模拟物进行 3 种醛类化合物的三水平六平行添加回收试验,甲醛和乙醛添加水平均为 1.00,2.00,15.00 mg/kg;丙烯醛添加水平为 3.00,6.00,15.00 mg/kg,按上述前处理方法及色谱条件进行测定。由表 3 可知,回收率为 81.0%~103.3%,RSD 为 0.78%~7.05%。试验方法重现性好、精密度和准确性较高。

表 1 甲醛、乙醛和丙烯醛衍生物线性回归方程和相关系数
Table 1 Linear regression equation and correlation coefficient of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein derivatives

样品	线性回归方程	R^2
甲醛-DNPH	$y=7.05e+005x$	0.999 2
乙醛-DNPH	$y=4.70e+005x$	0.998 3
丙烯醛-DNPH	$y=6.20e+004x$	0.999 7

表 2 方法的检出限和定量限

化合物	空白平均值/ (mg · kg ⁻¹)	最低可接受浓 度添加水平 的标准偏差	检出限/ (mg · kg ⁻¹)	定量限/ (mg · kg ⁻¹)
甲醛	0.23	0.073	0.57	0.96
乙醛	0.29	0.070	0.62	0.99
丙烯醛	0.60	0.233	1.68	2.93

表 3 3 种醛类化合物在 5 种食品模拟物中
加标回收率和 RSD

Table 3 The recoveries and RSD of three aldehydes in five food simulants($n=6$)

食品模拟物	目标物	添加量/ (mg · kg ⁻¹)	平均回收 率/%	RSD/ %
10%乙醇 水溶液	甲醛	1.00	91.0	5.13
		2.00	90.5	0.78
		15.00	103.3	1.91
	乙醛	1.00	89.0	3.75
		2.00	88.0	1.05
		15.00	91.3	1.02
	丙烯醛	3.00	89.3	3.05
		6.00	90.2	5.03
		15.00	90.7	4.13
20%乙醇 水溶液	甲醛	1.00	95.0	3.03
		2.00	92.5	2.35
		15.00	96.7	3.29
	乙醛	1.00	87.0	3.95
		2.00	90.5	0.90
		15.00	88.0	3.11
	丙烯醛	3.00	88.7	4.20
		6.00	89.2	3.46
		15.00	86.7	4.20
50%乙醇 水溶液	甲醛	1.00	90.0	2.11
		2.00	91.5	1.27
		15.00	88.7	2.91
	乙醛	1.00	92.0	2.35
		2.00	89.0	2.30
		15.00	89.3	1.29
	丙烯醛	3.00	85.7	1.19
		6.00	88.8	3.44
		15.00	85.3	2.26
4%乙酸 溶液	甲醛	1.00	88.0	5.51
		2.00	91.5	3.45
		15.00	102.0	2.17
	乙醛	1.00	91.0	3.44
		2.00	90.5	4.13
		15.00	88.0	2.36
	丙烯醛	3.00	88.7	5.57
		6.00	89.3	4.71
		15.00	95.3	2.41
橄榄油	甲醛	1.00	87.0	5.44
		2.00	89.0	3.39
		15.00	87.3	5.14
	乙醛	1.00	81.0	4.11
		2.00	82.5	7.05
		15.00	83.3	4.24
	丙烯醛	3.00	85.3	6.54
		6.00	87.2	4.98
		15.00	86.0	4.01

3 实际样品检测

按试验方法对市售 W404 型丁腈橡胶、W359 型三元乙丙橡胶和 O 型氟橡胶密封垫圈样品进行检测,均未检出甲醛、乙醛和丙烯醛。

4 结论

通过对橄榄油模拟物提取液、衍生剂的浓度以及酸度调节剂等前处理条件进行优化,同时确定目标物最佳检测波长,建立 HPLC 柱前衍生化法测定食品接触橡胶密封垫圈中醛类化合物的检测方法。研究结果表明该方法操作简便,灵敏度高,重现性好,可用于对进口食品加工机械材料的监管及日常质量监测。

参考文献

- [1] 贺春霞, 蒋腊梅, 戴云辉, 等. 高效液相色谱法同时测定烟用水基胶中的甲醛和乙醛[J]. 分析实验室, 2010, 29(5): 69-72.
HE Chun-xia, JIANG La-mei, DM Yun-hui, et al. Determination of formaldehyde and acetaldehyde in cigarette adhesives by high performance liquid chromatography[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2010, 29(5): 69-72.
- [2] 陈喜凤, 陶宁萍, 许长华, 等. 食品中甲醛清除剂研究进展[J]. 食品与机械, 2017, 33(2): 211-215.
CHEN Xi-fen, TAO Ning-ping, XU Chang-hua, et al. Research progress of new formaldehyde scavengers in food products[J]. Food & Machinery, 2017, 33(2): 211-215.
- [3] 李慧勇, 郑艳明, 谭建华, 等. 食品纸包装产品中微量甲醛的测定研究[J]. 现代食品科技, 2009, 25(3): 324-326.
LI Hui-yong, ZHENG Yan-ming, TAN Jian-hua, et al. Determination of formaldehyde residues in paper-made food containers[J]. Modern Food Science and Technology, 2009, 25(3): 324-326.
- [4] 邢书才, 岳亚萍, 赵彦辉, 等. 三种分光光度法测定水中甲醛的对比分析与方法评价[J]. 应用化工, 2020, 49(4): 1 054-1 058.
XING Shu-cai, YUE Ya-ping, ZHAO Yan-hui, et al. Comparative analysis and evaluation of three spectrophotometric methods for determination of formaldehyde in water [J]. Applied Chemical Industry, 2020, 49(4): 1 054-1 058.
- [5] 高明慧, 周仕林, 杨卓圆, 等. 氨基酸-乙酰丙酮分光光度法测定水样中甲醛[J]. 理化检验: 化学分册, 2014, 50(1): 50-53.
GAO Ming-hui, ZHOU Shi-lin, YANG Zhuo-yuan, et al. Spectrophotometric determination of formaldehyde in water sample with amino acid-Acetylacetone[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2014, 50(1): 50-53.
- [6] 杨晓风, 罗玲, 张义蓉. 分光光度法测定水发产品中的甲醛[J]. 西南农业学报, 2008, 21(5): 1 480-1 481.
YANG Xiao-feng, LUO Ling, ZHANG Yi-rong. Photometric determination of formaldehyde content in water ishlogged product[J]. Southwest China Journal of Agricultural Sciences, 2008, 21(5): 1 480-1 481.
- [7] 吕桂宾, 陈勇, 黄龙, 等. 吹扫捕集-气相色谱法同时测定水中的乙醛、丙烯醛和甲醛[J]. 中国环境监测, 2011, 27(6): 20-21.
LU Gui-bin, CHEN Rong, HUANG Long, et al. Determination of acetaldehyde, acrolein and formaldehyde in water by gas chromatography with purge and trap [J]. Environmental Monitoring in China, 2011, 27(6): 20-21.
- [8] 王伟. 顶空-大口径毛细管柱气相色谱法测定水中乙醛、丙烯醛、丙烯腈、吡啶[J]. 山西科技, 2018, 33(5): 44-46.
WANG Wei. Determination of acetaldehyde, acrolein, acrylonitrile and pyridine in water by headspace-wide bore capillary gas chromatography[J]. Shanxi Science and Technology, 2018, 33(5): 44-46.
- [9] 李杏华, 潘婉筠, 白卫滨, 等. 气质联用检测食品接触材料纸和纸板的甲醛含量[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(1): 117-122.
LI Xing-hua, PAN Wan-jun, BAI Wei-bin, et al. Gas chromatography-mass spectrometry determination of food contact materials-formaldehyde content of paper and board[J]. Food Research and Development, 2017, 38(1): 117-122.
- [10] 张玲玲, 顾耀秦. 高效液相色谱法同时测定生活饮用水中甲醛、乙醛、丙烯醛三种醛类化合物[J]. 生物技术世界, 2015(5): 35-36.
ZHANG Ling-ling, GU Yao-qin. Simultaneous determination of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein in drinking water by high performance liquid chromatography[J]. Biotech World, 2015(5): 35-36.
- [11] 李响丽, 刘巍, 范多青, 等. 超高效液相色谱(UPLC)同时测定水性胶黏剂中甲醛、乙醛、丙烯醛[J]. 西南农业学报, 2013, 26(3): 1 231-1 234.
LI Xiang-li, LIU Wei, FAN Duo-qing, et al. Determination of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein in water-borne adhesives by ultra performance liquid chromatography(UPLC)[J]. Southwest China Journal of Agricultural Sciences, 2013, 26(3): 1 231-1 234.
- [12] 陈潜, 周宇艳, 程欲晓, 等. 柱前衍生高效液相色谱法同时测定水性涂料中 6 种醛类化合物[J]. 色谱, 2014(3): 230-234.
CHEN Qian, ZHOU Yu-yan, CHENG Yu-xiao, et al. Simultaneous determination of six aldehydes in water-based coatings by high performance liquid chromatography with Pre-column derivatization[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2014(3): 230-234.
- [13] 王建娥, 夏峰伟, 周丽华, 等. 高效液相色谱法测定聚酯纤维中甲醛、乙醛和丙烯醛含量[J]. 合成技术及应用, 2019, 34(4): 48-53.
WANG Jian-e, XIA Feng-wei, ZHOU Li-hua, et al. Determination of formaldehyde, acetaldehyde and acrolein in polyester fibers by high performance liquid chromatography[J]. Synthetic Technology & Application, 2019, 34(4): 48-53.