

0861 残留溶剂测定法

兽药中的残留溶剂系指在原料药或辅料的生产中，以及在制剂制备过程中使用的，但在工艺过程中未能完全去除的有机溶剂。兽药中常见的残留溶剂及限度见附表 1，除另有规定外，第一、第二、第三类溶剂的残留限度应符合表 1 中的规定；对其他溶剂，应根据生产工艺的特点，制定相应的限度，使其符合产品规范、兽药生产质量管理规范（兽药 GMP）或其他基本的质量要求。

本法照气相色谱法（附录 0521）测定。

色谱柱

1. 毛细管柱 除另有规定外，极性相近的同类色谱柱之间可以互换使用。

(1) 非极性色谱柱 固定液为 100% 的二甲基聚硅氧烷的毛细管柱。

(2) 极性色谱柱 固定液为聚乙二醇（PEG-20M）的毛细管柱。

(3) 中极性色谱柱 固定液为（35%）二苯基-（65%）甲基聚硅氧烷、（50%）二苯基-（50%）二甲基聚硅氧烷、（35%）二苯基-（65%）二甲基聚硅氧烷、（14%）氰丙基苯基-（86%）二甲基聚硅氧烷、（6%）氰丙基苯基-（94%）二甲基聚硅氧烷的毛细管柱等。

(4) 弱极性色谱柱 固定液为（5%）苯基-（95%）甲基聚硅氧烷、（5%）二苯基-（95%）二甲基聚硅氧烷共聚物的毛细管柱等。

2. 填充柱 以直径为 0.18~0.25mm 的二乙烯苯-乙基乙烯苯型高分子多孔小球或其他适宜的填料作为固定相。

系统适用性试验

(1) 用待测物的色谱峰计算，毛细管色谱柱的理论板数一般不低于 5000；填充柱的理论板数一般不低于 1000。

(2) 色谱图中，待测物色谱峰与其相邻色谱峰的分度应大于 1.5。

(3) 以内标法测定时，对照品溶液连续进样 5 次，所得待测物与内标物峰面积之比的相对标准偏差（RSD）应不大于 5%；若以外标法测定，所得待测物峰面积的 RSD 应不大于 10%。

供试品溶液的制备

1. 顶空进样

除另有规定外，精密称取供试品 0.1~1g；通常以水为溶剂；对于非水溶性药物，可采用 *N,N*-二甲基甲酰胺、二甲基亚砷或其他适宜溶剂；根据供试品和待测溶剂的溶解度，选择适宜的溶剂且应不干扰待测溶剂的测定。根据各品种项下残留溶剂的限度规定配制供试品溶液，其浓度应满足系统定量测定的需要。

2. 溶液直接进样

精密称取供试品适量，用水或合适的有机溶剂使溶解；根据各品种项下残留溶剂的限度规定配制供试品溶液，其浓度应满足系统定量测定的需要。

对照品溶液的制备

精密称取各品种项下规定检查的有机溶剂适量，采用与制备供试品溶液相同的方法和溶剂制备对照品溶液；如用水作溶剂，应先将待测有机溶剂溶解在 50%二甲基亚砷或 N, N-二甲基甲酰胺溶液中，再用水逐步稀释。若为限度检查，根据残留溶剂的限度规定确定对照品溶液的浓度；若为定量测定，为保证定量结果的准确性，应根据供试品中残留溶剂的实际残留量确定对照品溶液的浓度；通常对照品溶液色谱峰面积不宜超过供试品溶液中对应的残留溶剂色谱峰面积的 2 倍，**同时应根据实际情况调整，并确保浓度在方法学验证的有效范围内**。必要时，应重新调整供试品溶液或对照品溶液的浓度。

测定法

第一法（毛细管柱顶空进样等温法）

~~当需要检查有机溶剂的数量不多，且极性差异较小时，可采用此法。~~

色谱条件 柱温一般为 40~100℃；常以氮气为载气，流速为每分钟 1.0~2.0ml（**一般适用于内径为 0.32mm 或 0.25mm 类的色谱柱**）；以水为溶剂时顶空瓶平衡温度为 70~85℃，顶空瓶平衡时间 30~60 分钟；进样口温度为 200℃；如采用火焰离子化检测器（FID），温度为 250℃。

测定法 取对照品溶液和供试品溶液，分别连续进样不少于 2 次，测定待测峰的峰面积。

对色谱图中未知有机溶剂的鉴别，可参考附表 2 进行初筛。

第二法（毛细管柱顶空进样系统程序升温法）

~~当需要检查的有机溶剂数量较多，且极性差异较大时，可采用此法。~~

色谱条件 柱温一般先在 40℃维持 8 分钟，再以每分钟 8℃的升温速率升至 120℃，维持 10 分钟；以氮气为载气，流速为每分钟 2.0ml；以水为溶剂时顶空瓶平衡温度为 70~85℃，顶空瓶平衡时间为**通常** 30~60 分钟；进样口温度为 200℃；如采用 FID 检测器，进样口温度为 250℃。

具体到某个品种的残留溶剂检查时，可根据该品种项下残留溶剂的组成调整升温程序。

测定法 取对照品溶液和供试品溶液，分别连续进样不少于 2 次，测定待测峰的峰面积。

对色谱图中未知有机溶剂的鉴别，可参考附表 3 进行初筛。

第三法（溶液直接进样法）

可采用填充柱，亦可采用适宜极性的毛细管柱。

测定法 取对照品溶液和供试品溶液，分别连续进样 2~3 次，测定待测峰的峰面积。

计算法（1）限度检查 除另有规定外，按各品种项下规定的供试品溶液浓度测定。以内标法测定时，供试品溶液所得被测溶剂峰面积与内标峰面积之比不得大于对照品溶液的相应比值。以外标法测定时，供试品溶液所得被测溶剂峰面积不得大于对照品溶液的相应峰面积。

（2）定量测定 按内标法或外标法计算各残留溶剂的量。

【附注】

(1)当需要检查有机溶剂的数量不多，且极性差异较小时，可采用等温法。当需要检查的有机溶剂数量较多，且极性差异较大时，可采用程序升温法。

(2)除另有规定外，顶空条件的选择：

①应根据供试品中残留溶剂的沸点选择顶空平衡温度。对沸点较高的残留溶剂，通常选择较高的平衡温度；但此时应兼顾供试品的热分解特性，尽量避免供试品产生的挥发性热分解产物对测定的干扰。

②顶空平衡时间一般为 30~45 分钟，以保证供试品溶液的气-液两相有足够的时间达到平衡。顶空平衡时间通常不宜过长，如超过 60 分钟，可能引起顶空瓶的气密性变差，导致定量准确性的降低。

③对照品溶液与供试品溶液必须使用相同的顶空条件。

(23)定量方法的验证 当采用顶空进样时，供试品与对照品处于不完全相同的基质中，故应考虑气液平衡过程中的基质效应（供试品溶液与对照品溶液组成差异对顶空气-液平衡的影响）。由于标准加入法可以消除供试品溶液基质与对照品溶液基质不同所致的基质效应的影响，故通常采用标准加入法验证定量方法的准确性；当标准加入法与其他定量方法的结果不一致时，应以标准加入法的结果为准。

(34)干扰峰的排除 供试品中的未知杂质或其挥发性热降解物易对残留溶剂的测定产生干扰。干扰作用包括在测定的色谱系统中未知杂质或其挥发性热降解物与待测物的保留值相同（共出峰）；或热降解产物与待测物的结构相同（如甲氧基热裂解产生甲醇）。当测定的残留溶剂超出限度，但未能确定供试品中是否有未知杂质或其挥发性热降解物对测定有干扰作用时，应通过试验排除干扰作用的存在。对第一类干扰作用，通常采用在另一种极性不同的色谱柱系统中对相同供试品再进行测定，比较不同色谱系统中测定结果的方法。如两者结果一致，则可以排除测定中有共出峰的干扰；如两者结果不一致，则表明测定中有共出峰的干扰。对第二类干扰作用，通常要通过测定已知不含该溶剂的对照样品来加以判断。

(45)含氮碱性化合物的测定 普通气相色谱仪中的不锈钢管路、进样器的衬管等对有机胺等含氮碱性化合物具有较强的吸附作用，致使其检出灵敏度降低，应采用惰性的硅钢材料或镍钢材料管路；采用溶液直接进样法测定时，供试品溶液应不呈酸性，以免待测物与酸反应后不易汽化。

通常采用弱极性的色谱柱或其填料预先经碱处理过的色谱柱分析含氮碱性化合物，如果采用胺分析专用柱进行分析，效果更好。

对不宜采用气相色谱法测定的含氮碱性化合物，如~~N-甲基吡咯烷酮等~~，可采用其他方法如离子色谱法等测定。

(56)检测器的选择 对含卤素元素的残留溶剂如三氯甲烷等，采用电子捕获检测器（ECD），易得到高的灵敏度。

(67)由于不同的实验室在测定同一供试品时可能采用了不同的实验方法，当测定结果处于合格与不合格边缘时，以采用内标法或标准加入法为准。

(78)顶空平衡温度一般应低于溶解供试品所用溶剂的沸点 10℃ 以下，能满足检测灵敏度即可；对于沸点过高的溶剂，如甲酰胺、2-甲氧基乙醇、2-乙氧基乙醇、乙二醇、N-甲基

吡咯烷酮等，用顶空进样测定的灵敏度不如直接进样，一般不宜用顶空进样方式测定。

(89) 利用保留值定性是气相色谱中最常用的定性方法。色谱系统中载气的流速、载气的温度和柱温等的变化都会使保留值改变，从而影响定性结果。校正相对保留时间(RART)只受柱温和固定相性质的影响，以此作为定性分析参数较可靠。应用中通常选用甲烷测定色谱系统的死体积 (t_0):

$$RART = \frac{t_R - t_0}{t'_R - t_0}$$

式中 t_R 为组分的保留时间;

t'_R 为参比物的保留时间。

附表 1 兽药中常见的残留溶剂及限度

溶剂名称	限度/%	溶剂名称	限度/%	溶剂名称	限度/%
第一类溶剂 (应该避免使用)		第二类溶剂 (应该限制使用)		第三类溶剂 (兽药 GMP 或其他质量要求限制使用)	
苯	0.0002	N-甲基吡咯烷酮	0.053	正庚烷	0.5
四氯化碳	0.0004	硝基甲烷	0.005	乙酸异丁酯	0.5
1,2-二氯乙烷	0.0005	吡啶	0.02	乙酸异丙酯	0.5
1,1-二氯乙烯	0.0008	四氢唑吩环丁砜	0.016	乙酸甲酯	0.5
1,1,1-三氯乙烷	0.15	四氢化萘	0.01	3-甲基-1-丁醇	0.5
第二类溶剂 (应该限制使用)		四氢呋喃	0.072	丁酮	0.5
乙腈	0.041	甲苯	0.089	甲基异丁基酮	0.5
氯苯	0.036	1,1,2-三氯乙烯	0.008	异丁醇	0.5
		二甲苯①	0.217		
		异丙基苯	0.007	正戊烷	0.5
		甲基异丁基酮	0.45		
三氯甲烷	0.006	第三类溶剂 (兽药 GMP 或其他质量要求限制使用)		正戊醇	0.5
环己烷	0.388	醋酸	0.5	正丙醇	0.5
1,2-二氯乙烯	0.187	丙酮	0.5	异丙醇	0.5
二氯甲烷	0.06			乙酸丙酯	0.5
				三乙胺	0.5
1,2-二甲氧基乙烷	0.01	甲氧基苯	0.5	第四类溶剂 (尚无足够 毒理学资料) ②	
N,N-二甲基乙酰胺	0.109	正丁醇	0.5		
N,N-二甲基甲酰胺	0.088	仲丁醇	0.5	1,1-二乙氧基丙烷	
二氧六环	0.038	乙酸丁酯	0.5	1,1-二甲氧基甲烷	
2-乙氧基乙醇	0.016	叔丁基甲基醚	0.5	2,2-二甲氧基丙烷	
乙二醇	0.062	异丙基苯	0.5	异辛烷	
甲酰胺	0.022	二甲基亚砷	0.5	异丙醚	
正己烷	0.029	乙醇	0.5	甲基异丙基酮	
甲醇	0.3	乙酸乙酯	0.5	甲基四氢呋喃	
2-甲氧基乙醇	0.005	乙醚	0.5	石油醚	
甲基丁基酮	0.005	甲酸乙酯	0.5	三氯醋酸	
甲基环己烷	0.118	甲酸	0.5	三氟醋酸	

① 通常含有 60%间二甲苯、14%对二甲苯、9%邻二甲苯和 17%乙苯。

② ②兽药生产企业在使用时应提供该类溶剂在制剂中残留水平的合理性论证报告。

附表2 常见有机溶剂在等温法测定时相对于丁酮的保留值参考值

非极性色谱柱			极性色谱柱			中等极性色谱柱		
溶剂名称	t _R (min)	RAR T	溶剂名称	t _R (min)	RART	溶剂名称	t _R (min)	RAR T
柱温 40℃			柱温 40℃			柱温 40℃		
甲醇	1.828	0.126	正戊烷	1.682	0.032	1,1,1-三氯乙烷	2.572	0.145
乙醇	2.090	0.268	正己烷	1.787	0.075	甲醇	2.574	0.145
乙腈	2.179	0.315	乙醚	1.842	0.097	正戊烷	3.285	0.260
丙酮	2.276	0.368	异辛烷	1.926	0.131	乙醇	3.466	0.289
异丙醇	2.356	0.411	异丙醚	1.943	0.138	乙醚	3.589	0.308
正戊烷	2.487	0.481	叔丁基甲基醚	2.005	0.163	1,1-二氯乙烯	3.941	0.365
乙醚	2.489	0.482	正庚烷	2.021	0.169	二甲氧基甲烷	4.049	0.382
甲酸乙酯	2.522	0.501	环己烷	2.159	0.225	丙酮	4.051	0.383
二甲氧基甲烷	2.584	0.534	1,1-二氯乙烯	2.209	0.245	甲酸乙酯	4.290	0.421
1,1-二氯乙烯	2.609	0.547	二甲氧基甲烷	2.243	0.259	异丙醇	4.292	0.422
乙酸甲酯	2.635	0.561	甲基环己烷	2.405	0.324	乙腈	4.550	0.463
二氯甲烷	2.655	0.572	丙酮	2.876	0.515	乙酸甲酯	4.606	0.472
硝基甲烷	2.807	0.654	甲酸乙酯	2.967	0.551	二氯甲烷	4.788	0.501
正丙醇	2.982	0.748	乙酸甲酯	3.000	0.564	叔丁基甲基醚	5.279	0.580
1,2-二氯乙烯	3.109	0.817	1,2-二氯乙烯	3.347	0.705	正己烷	5.835	0.670
叔丁基甲基醚	3.252	0.894	四氢呋喃	3.403	0.727	异丙醚	6.380	0.757
丁酮	3.449	1.000	甲基四氢呋喃	3.481	0.758	正丙醇	6.622	0.796
仲丁醇	3.666	1.117	四氯化碳	3.635	0.821	硝基甲烷	7.720	0.973
正己烷	3.898	1.242	1,1,1-三氯乙烷	3.653	0.828	1,2-二氯乙烯	7.771	0.981
异丙醚	3.908	1.247	乙酸乙酯	3.810	0.891	丁酮	7.889	1.000
乙酸乙酯	3.913	1.250	乙酸异丙酯	3.980	0.960	乙酸乙酯	8.107	1.035
三氯甲烷	3.954	1.272	甲醇	4.062	0.993	四氢呋喃	8.606	1.115
四氢呋喃	4.264	1.439	丁酮	4.079	1.000	仲丁醇	8.628	1.119
异丁醇	4.264	1.440	1,2-二甲氧基乙烷	4.604	1.212	三氯甲烷	8.844	1.154
1,2-二氯乙烷	4.517	1.576	甲基异丙基酮	4.716	1.257	环己烷	9.405	1.244
1,1,1-三氯乙烷	4.808	1.733	二氯甲烷	4.758	1.274	四氯化碳	9.880	1.320
甲基异丙基酮	4.976	1.823	异丙醇	4.822	1.300	苯	10.790	1.467
1,2-二甲氧基乙烷	4.985	1.828	乙醇	4.975	1.362	1,2-二氯乙烷	11.015	1.503
苯	5.281	1.988	苯	4.977	1.362	1,2-二甲氧基乙烷	11.064	1.511
乙酸异丙酯	5.311	2.004	乙酸丙酯	6.020	1.784	异丁醇	11.102	1.517
正丁醇	5.340	2.019	三氯乙烯	6.643	2.035	异辛烷	11.133	1.522
四氯化碳	5.470	2.089	甲基异丁基酮	7.202	2.261	甲基四氢呋喃	11.519	1.584
环己烷	5.583	2.150	乙腈	7.368	2.328	乙酸异丙酯	11.609	1.598
甲基四氢呋喃	5.676	2.201	乙酸异丁酯	7.497	2.380	甲烷	1.671	

三氯乙烯	6.760	2.785	三氯甲烷	7.985	2.577	柱温 80℃		
二氧六环	6.823	2.819	仲丁醇	8.390	2.740	丁酮	3.208	1.000
异辛烷	6.957	2.891	甲苯	8.746	2.884	正庚烷	4.091	1.533
正庚烷	7.434	3.148	正丙醇	9.238	3.083	甲基异丙基酮	4.178	1.586
乙酸丙酯	7.478	3.172	二氧六环	10.335	3.526	正丁醇	4.353	1.691
甲基环己烷	8.628	3.792	1,2-二氯乙烷	10.827	3.724	1,1,2-三氯乙烯	4.616	1.850
甲基异丁基酮	8.738	3.851	乙酸丁酯	11.012	3.799	甲基环己烷	4.869	2.003
3-甲基-1-丁醇	8.870	3.922	甲基丁基酮	11.486	3.990	乙酸丙酯	5.013	2.090
吡啶	9.283	4.145	甲烷	1.602		二氧六环	5.064	2.121
甲苯	11.180	5.168	柱温 80℃			甲基异丁基酮	6.278	2.854
正戊醇	11.382	5.276	异丁醇	3.577	3.045	3-甲基-1-丁醇	6.332	2.886
甲烷	1.594		正丁醇	4.460	4.334	吡啶	6.494	2.984
柱温 80℃			硝基甲烷	4.885	4.948	甲苯	6.694	3.105
乙酸异丁酯	3.611	2.099	异丙基苯	5.288	5.543	乙酸异丁酯	6.936	3.251
甲基丁基酮	3.859	2.345	吡啶	5.625	6.035	正戊醇	7.590	3.646
乙酸丁酯	4.299	2.778	3-甲基-1-丁醇	5.934	6.486	甲基丁基酮	8.382	4.124
氯苯	5.253	3.726	氯苯	6.439	7.223	乙酸丁酯	8.773	4.361
甲氧基苯	7.436	5.890	正戊醇	7.332	8.527	甲烷	1.552	
异丙基苯	8.148	6.589	丁酮	2.176	1.000	柱温 120℃		
丁酮	2.502	1.000	甲烷	1.491		丁酮	2.081	1.000
甲烷	1.493		柱温 120℃			氯苯	4.250	4.498
柱温 120℃			甲氧基苯	3.837	9.890	异丙基苯	5.492	6.502
四氢化萘	8.067	29.609	四氢化萘	7.427	24.484	甲氧基苯	5.642	6.744
丁酮	1.630	1.000	丁酮	1.650	1.000	四氢化萘	17.778	26.318
甲烷	1.405		甲烷	1.404		甲烷	1.461	

附表 3 常见有机溶剂在程序升温法测定时相对于丁酮的保留值参考值

非极性色谱柱			极性色谱柱			中等极性色谱柱		
溶剂名称	t_R (min)	RART	溶剂名称	t_R (min)	RART	溶剂名称	t_R (min)	RART
甲醇	1.846	0.127	正戊烷	1.691	0.033	1, 1, 1-三氯乙烷	2.572	0.145
乙醇	2.121	0.272	正己烷	1.807	0.076	甲醇	2.574	0.145
乙腈	2.201	0.314	乙醚	1.856	0.094	正戊烷	3.285	0.260
丙酮	2.303	0.367	异辛烷	1.957	0.131	乙醇	3.466	0.289
异丙醇	2.401	0.419	异丙醚	1.966	0.135	乙醚	3.589	0.308
正戊烷	2.512	0.477	叔丁基甲基醚	2.053	0.167	1, 1-二氯乙烯	3.941	0.365
乙醚	2.519	0.481	正庚烷	2.063	0.171	二甲氧基甲烷	4.049	0.382

甲酸乙酯	2.544	0.494	环己烷	2.217	0.228	丙酮	4.051	0.383
二甲氧基甲烷	2.611	0.529	1,1-二氯乙烯	2.267	0.246	甲酸乙酯	4.290	0.421
1,1-二氯乙烯	2.623	0.535	二甲氧基甲烷	2.303	0.260	异丙醇	4.292	0.422
乙酸甲酯	2.665	0.558	甲基环己烷	2.488	0.328	乙腈	4.550	0.463
二氯甲烷	2.674	0.562	丙酮	2.988	0.513	乙酸甲酯	4.606	0.472
硝基甲烷	2.839	0.649	甲酸乙酯	3.094	0.552	二氯甲烷	4.788	0.501
正丙醇	3.051	0.760	乙酸甲酯	3.126	0.564	叔丁基甲基醚	5.279	0.580
1,2-二氯乙烯	3.128	0.801	1,2-二氯乙烯	3.511	0.707	正己烷	5.835	0.670
叔丁基甲基醚	3.302	0.892	四氢呋喃	3.561	0.725	异丙醚	6.380	0.757
丁酮	3.507	1.000	甲基四氢呋喃	3.653	0.759	正丙醇	6.622	0.796
仲丁醇	3.756	1.131	四氯化碳	3.821	0.822	硝基甲烷	7.720	0.973
正己烷	3.966	1.241	1,1,1-三氯乙烷	3.833	0.826	1,2-二氯乙烯	7.771	0.981
异丙醚	3.971	1.244	乙酸乙酯	4.017	0.894	丁酮	7.889	1.000
乙酸乙酯	3.981	1.249	乙酸异丙酯	4.207	0.964	乙酸乙酯	8.113	1.036
三氯甲烷	4.005	1.262	甲醇	4.295	0.997	四氢呋喃	8.566	1.109
四氢呋喃	4.387	1.462	丁酮	4.303	1.000	仲丁醇	8.580	1.111
异丁醇	4.397	1.468	1,2-二甲氧基乙烷	4.875	1.212	三氯甲烷	8.762	1.140
1,2-二氯乙烯	4.6124	1.581	甲基异丙基酮	5.005	1.260	环己烷	9.202	1.211
1,1,1-三氯乙烷	4.843	1.702	二氯甲烷	5.041	1.273	四氯化碳	9.537	1.265
甲基异丙基酮	5.087	1.830	异丙醇	5.069	1.284	苯	10.104	1.356
1,2-二甲氧基乙烷	5.099	1.837	乙醇	5.275	1.360	异丁醇	10.218	1.375
苯	5.380	1.984	苯	5.275	1.360	1,2-二甲氧基乙烷	10.220	1.375
乙酸异丙酯	5.398	1.994	乙酸丙酯	6.437	1.790	1,2-二氯乙烷	10.227	1.376
正丁醇	5.402	1.996	三氯乙烯	7.108	2.039	异辛烷	10.284	1.385
四氯化碳	5.501	2.048	甲基异丁基酮	7.735	2.271	甲基四氢呋喃	10.493	1.419
环己烷	5.649	2.126	乙腈	7.892	2.329	乙酸异丙酯	10.498	1.420
甲基四氢呋喃	5.739	2.173	乙酸异丁酯	8.068	2.394	正庚烷	10.806	1.469
三氯乙烯	6.815	2.738	三氯甲烷	8.533	2.566	甲基异丙基酮	10.971	1.496
异辛烷	6.928	2.798	仲丁醇	8.848	2.683	1,1,2-三氯乙烯	11.650	1.605
二氧六环	6.928	2.798	甲苯	9.156	2.797	正丁醇	11.787	1.627
正庚烷	7.563	3.131	正丙醇	9.461	2.910	甲基环己烷	11.989	1.659
乙酸丙酯	7.583	3.142	二氧六环	10.183	3.177	二氧六环	12.508	1.743
甲基环己烷	8.581	3.666	1,2-二氯乙烷	10.446	3.274	乙酸丙酯	12.714	1.776
甲基异丁基酮	8.830	3.797	乙酸丁酯	10.543	3.310	甲基异丁基酮	14.116	2.001
3-甲基-1-丁醇	8.968	3.870	甲基丁基酮	10.801	3.406	吡啶	14.167	2.010
吡啶	9.178	3.980	异丁醇	11.606	3.704	甲苯	14.360	2.041
甲苯	10.259	4.548	正丁醇	13.046	4.237	3-甲基-1-丁醇	14.373	2.043
正戊醇	10.448	4.647	异丙基苯	13.258	4.315	乙酸异丁酯	14.801	2.112
乙酸异丁酯	10.638	4.747	硝基甲烷	13.396	4.367	正戊醇	15.374	2.204
甲基丁基酮	11.025	4.951	吡啶	13.949	4.571	甲基丁基酮	15.764	2.266
乙酸丁酯	12.175	5.555	3-甲基-1-丁醇	14.519	4.782			

氯苯	13.166	6.076	氯苯	14.562	4.798	乙酸丁酯	16.039	2.311
甲氧基苯	15.270	7.181	正戊醇	15.516	5.151	氯苯	17.053	2.474
异丙基苯	15.724	7.420	甲氧基苯	17.447	5.866	异丙基苯	19.011	2.789
四氢化萘	22.409	10.933	四氢化萘	21.708	7.444	甲氧基苯	2.823	19.226
甲烷	1.604		甲烷	1.602		四氢化萘	4.936	32.363
						甲烷	1.671	

注：附表 2、3 中数据为非极性的 SPB-1 柱 (30m×0.32mm, 1.0 μm) 和极性的 HP-INNOWAX 柱 (30m×0.32mm, 0.5 μm) 和中等极性 DB-624 柱 (30m×0.32mm, 1.8 μm) 测定的结果。