

# GCMS 结合 HS-20 测定食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1 二氯乙烷含量

GCMS-198

**摘要：**建立了气质联用仪检测食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1- 二氯乙烷含量的分析方法，样品经 HS-20 顶空处理后，用 GCMS 进行检测。1,1- 二氯乙烷在 1~100  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内，相关系数为 0.9999，5 份样品平行添加回收，平均回收率为 93.2 %，相对标准偏差为 4.6 %，该方法简单方便，能够有效的检测食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1- 二氯乙烷的含量。

**关键词：**GCMS HS-20 聚氯乙烯树脂 1,1- 二氯乙烷

近年来，随着人们生活水平的提高，不仅食品，食品包装材料的安全问题也越来越受到重视。二氯乙烷 (EDC) 是生产聚氯乙烯 (PVC) 单体氯乙烯 (VCM) 的重要原料。据报道，残留在食品包装材料中的有害单体会通过包装材料向食品迁移，从而造成食品的污染，影响人们的健康。

1,1- 二氯乙烷属微毒类，长期吸入低浓度二氯乙烷可有头晕、头痛、乏力、睡眠障碍等神经衰弱综合征的

表现，并可有消化道或呼吸道出血及中毒性肝病的表现。GB 4803-94 食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂卫生标准规定 1,1- 二氯乙烷的限量标准是 150 mg/kg，因而，对于它的安全卫生性检测显得十分必要。

本文采用 GCMS 气质联用仪结合 HS-20 顶空仪测定食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1 二氯乙烷含量，定性比气相色谱法更准确，方法简单方便，能够满足日常检测要求。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津气质联用仪：GCMS-QP 2010 Ultra  
顶空仪：HS-20 顶空进样器

### 1.2 分析条件

HS-20 条件：  
顶空瓶平衡温度：60°C  
定量环温度：70°C  
传输线温度：80°C  
恒温时间：30 min  
进样时间：1 min

GCMS 分析条件：

色谱柱：Rtx-624 ms, 60 m $\times$ 0.32 mm $\times$ 1.8  $\mu\text{m}$   
进样口温度：200°C  
柱温程序：40°C (1 min)\_15°C /min\_200°C (2 min)  
线速度：25.9 cm/sec ( 恒线速度方式 )  
分流比：5:1  
离子源：200°C  
色谱质谱接口温度：240°C  
采集方式：FASST ( SIM/SCAN 同时采集 )

## 样品制备

精密称取 1 g 左右样品，加入 10 mL 超纯水，加入 3 g 氯化钠后密封，置于 60°C 顶空恒温加热 30 min，待测。

表1 1,1-二氯乙烷组分名称、保留时间及选择离子

No.	化合物名称	CAS号	英文名称	保留时间(min)	定量离子	定性离子
1	1,1-二氯乙烷	75-34-3	1,1-dichloroethane	7.940	63	65、98

## 结果讨论

### 3.1 标准样品谱图

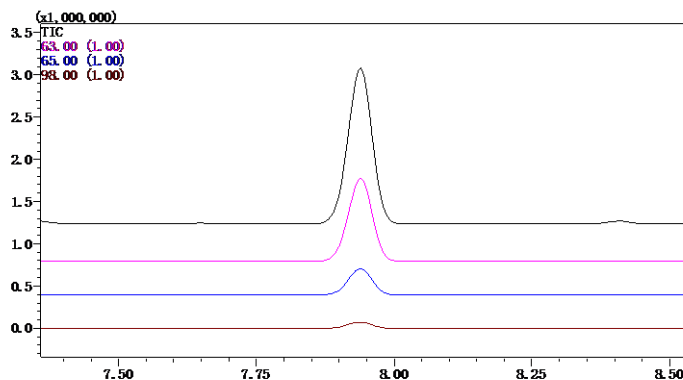


图1 1,1-二氯乙烷的TIC图

### 3.2 标准曲线

准备5个20 mL顶空瓶,分别往瓶中加入10 mL超纯水、3 g NaCl和适量的1,1-二氯乙烷标准溶液,配制浓度为1、5、10、50、100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的1,1-二氯乙烷标准溶液,于60 $^{\circ}\text{C}$ 顶空恒温加热30 min,取1 mL进样,以SIM&SCAN方式采集(监测离子见表1),以峰面积为纵坐标,浓度为横坐标绘制工作曲线(图2)。结果表明:1,1-二氯乙烷在1~100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的浓度范围内,线性良好,相关系数为0.9999。

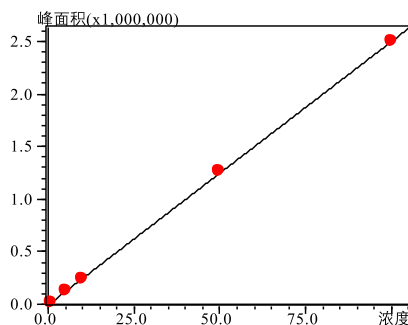


图2 1,1-二氯乙烷标准曲线

表2 1,1-二氯乙烷加标回收率及检出限

化合物名称	空白值	测试值 1	测试值 2	测试值 3	测试值 4	测试值 5	平均值	峰面积RSD (% n=5)	平均回收率 (%)	检出限 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
1,1-二氯乙烷	-	0.9680	0.9128	0.9871	0.8899	0.9011	0.9318	4.6	93.2	0.2

### 3.3 回收率测试

准确称取5份样品,分别往瓶中加入10 mL超纯水、3 g NaCl和适量的1,1-二氯乙烷标准溶液,添加浓度为0.1 mg/kg,于60 $^{\circ}\text{C}$ 顶空恒温加热30 min,取1 mL进样,样品加标回收率结果见表2。

### 3.4 检出限

根据1  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 标样数据,以3倍信噪比计算1,1-二氯乙烷的检出限,计算结果如表2所示。

### 3.5 样品测试

精密称取1 g左右样品,按照2.前处理步骤对样品进行处理,取1 mL进样。该样品色谱图见图3,测定结果见表3。

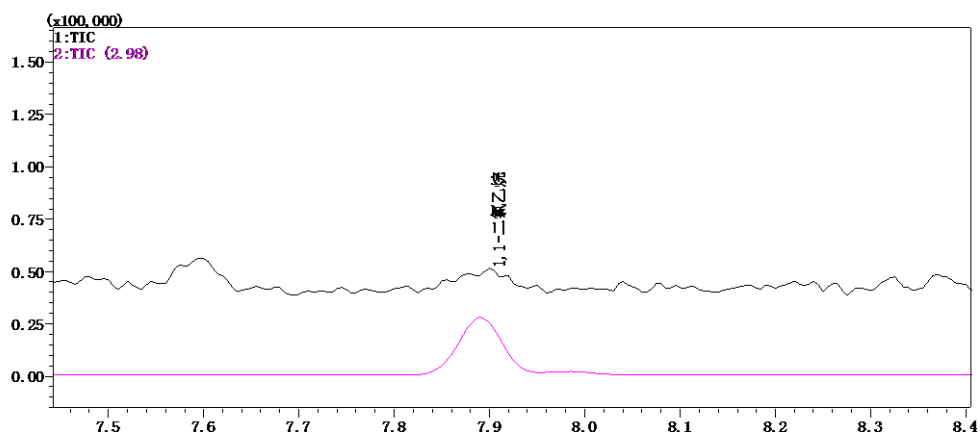


图3 样品TIC色谱图

表3 样品测定结果

No.	化合物	保留时间(min)	含量 (μg/kg)
1	1,1-二氯乙烷	7.940	1.0626

## 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2010 Ultra 气质联用仪结合 HS-20 顶空进样器对食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品样品中残留 1,1- 二氯乙烷进行分析。在 1~100 μg/kg 范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.9999，平行处理 5 份加标样品，1,1- 二氯乙烷的平均加标回收率为 93.2 %，峰面积的相对标准偏差为 4.6 %，能够有效的检测聚氯乙烯树脂及成型品样品中残留 1,1- 二氯乙烷的含量。