

气相色谱法测定PET碳酸饮料瓶中乙醛含量

No.GC-016

摘要： 本文建立了一种测定PET碳酸饮料瓶中乙醛含量的气相色谱方法。样品经顶空处理后，用气相色谱进行定性和定量分析。乙醛在1.2~12 mg/kg浓度范围内线性良好，相关系数为0.9997。对1000 μg/L乙醛标准样品进行精密度实验，3次分析保留时间及峰面积的相对标准偏差分别为0.0068%、2.16%，系统精密度良好，样品添加回收率为100.7%，能够有效的检测PET碳酸饮料瓶中乙醛的含量。

关键词： 气相色谱 PET 乙醛

聚丁二醇对苯二甲酸(PolyethyleneTerephthalate, PET)是一种热塑性线性聚酯，是典型的高结晶性聚合物。PET具有无毒、无味、重量轻、透明度高、强度高、不易碎、耐压性能良好、气密性能良好、化学性能稳定等优点，主要用于碳酸饮料、茶饮料、果汁、矿泉水、食用油、药品、酒类、调味品、化妆品、农药与洗涤剂液体的包装。但PET加工成型过程中容易产生乙醛残留，放置过程中也会产生乙醛，从而影响瓶装饮料的口味和质量，并会对人们的神系统和幼儿发育造成不利影响。

QBT 1868-2004 《聚对苯二甲醇乙二醇酯(PET)碳酸饮料瓶》标准明确规定了食品包装材料中乙醛的残留量。可口可乐、达能、雀巢等公司均要求检测PET瓶胚种乙醛含量。

本文采用GC-2010/AOC-5000顶空自动进样器对PET碳酸饮料瓶中的残留乙醛进行定性定量分析，能够有效检测PET碳酸饮料瓶中乙醛的含量。

■ 实验部分

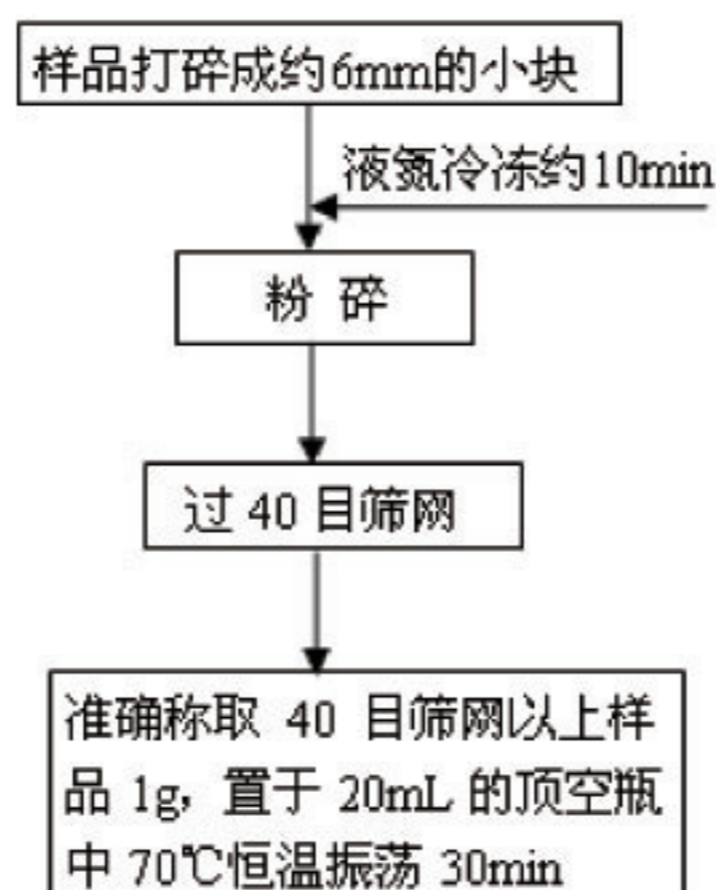
1、仪器与试剂

GC-2010气相色谱仪，配AOC-5000顶空自动进样器，GC-Solution工作站。乙醛标准品，石油醚。

2、标准溶液的配制及样品前处理

准确称取一定量的乙醛标准品，用二次蒸馏水定容，配制成浓度约为1000 μg/mL的乙醛标准储备液，放于冰箱冷藏保存。

样品前处理示意图：



3、色谱条件

色谱柱: Stabil-wax 30m x 0.25mm x 0.25 μ m

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C

升温程序: 50 $^{\circ}$ C(1min)-5 $^{\circ}$ C/min-70 $^{\circ}$ C(0min)
-30 $^{\circ}$ C/min-150 $^{\circ}$ C(2min)

载气控制方式: 恒线速度

载气: 氮气

线速度: 26.1 cm/sec

分流比: 30

FID检测器温度: 250 $^{\circ}$ C

H₂流量: 40 mL/min

空气流量: 400 mL/min

尾吹气流量: 30 mL/min

顶空平衡温度: 70 $^{\circ}$ C

注射器温度: 80 $^{\circ}$ C

顶空平衡时间: 30 min

振荡速度: 250 rpm

冲洗时间: 2 min

进样量: 1 mL

结果与讨论

1、乙醛标准谱图

用微量注射器将6 μ L 1000 μ g/mL的乙醛标液快速注入20mL的顶空瓶中, 按1.2方法进行处理、1.3中的分析条件进行测定, 取1mL进样, 得到标准色谱图如下:

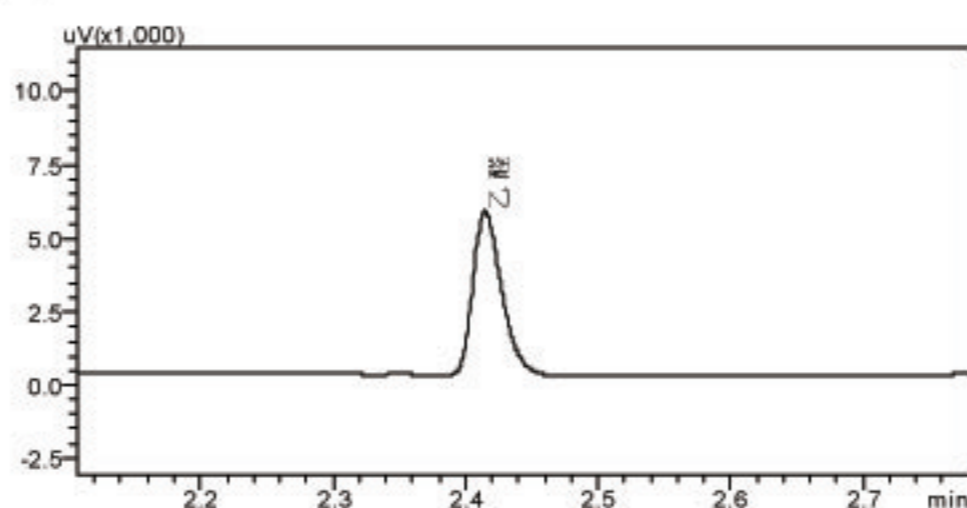


图1 乙醛标样色谱图

2、标准曲线

用微量注射器分别将0.6、1、2、4、6 μ L 1000 μ g/mL的乙醛标液快速注入20mL的顶空瓶中, 并用铝盖封好, 按1.2方法进行处理、1.3中的分析条件进行测定, 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: 乙醛在1.2~12 mg/kg的浓度范围内, 浓度与峰面积有良好的线性关系, 相关系数为0.9997(表1)。

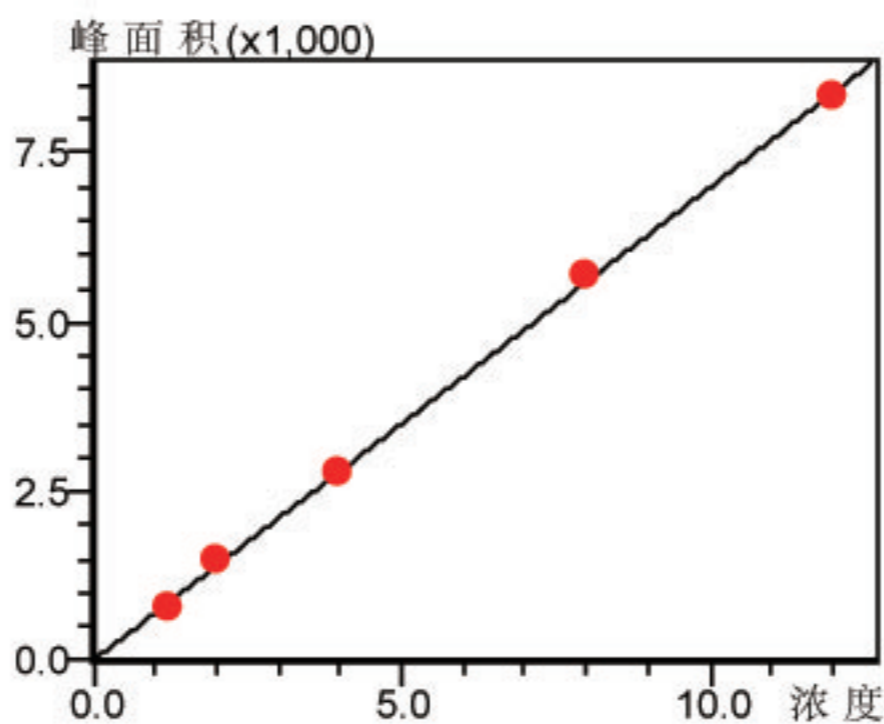


图2 乙醛标准曲线

3、精密度实验

用微量注射器分别移取2 μ L 1000 μ g/mL的乙醛标液快速注入3个20mL的顶空瓶中, 并用铝盖封好, 平行进行3次试验, 考察仪器精密度。保留时间和峰面积的RSD%分别为0.0068%、2.16%, 结果如表1所示:

表1乙醛保留时间和峰面积重现性

序号	保留时间	峰面积
1	2.4152	2766
2	2.4148	2887
3	2.4150	2819
平均值	2.4150	2824
RSD%	0.0068	2.16

4、检测限

以1.2mg/kg标样数据为基础，以3倍信噪比计算，乙醛最低检出限为0.29mg/kg。

5、实际样品分析

准确称取0.5g样品，按1.2方法对PET碳酸饮料瓶进行样品处理，取1mL进样，得到色谱图及分析结果如下：

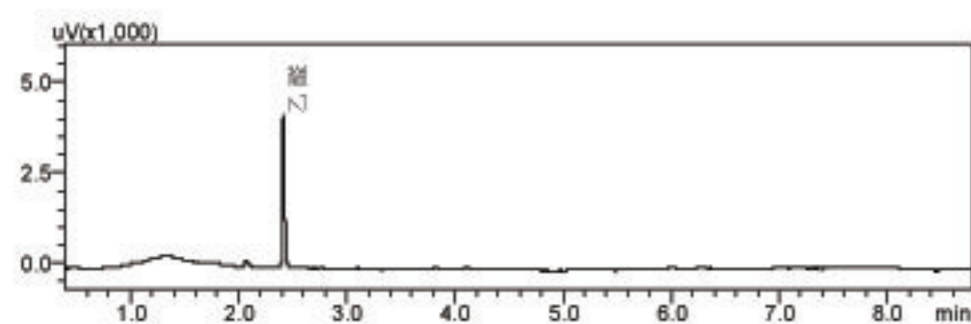


图3 PET碳酸饮料瓶样品色谱图

表2 PET碳酸饮料瓶样品定量结果

化合物名称	含量 (mg/kg)
乙醛	8.96

6、回收率实验

准确称取样品0.5g于20mL的顶空瓶中，再往样品中添加1 μ L 1000 μ g/mL的乙醛标液，平行进行3次实验，考察方法回收率，得到平均回收率为100.7%，得到色谱图见图3。

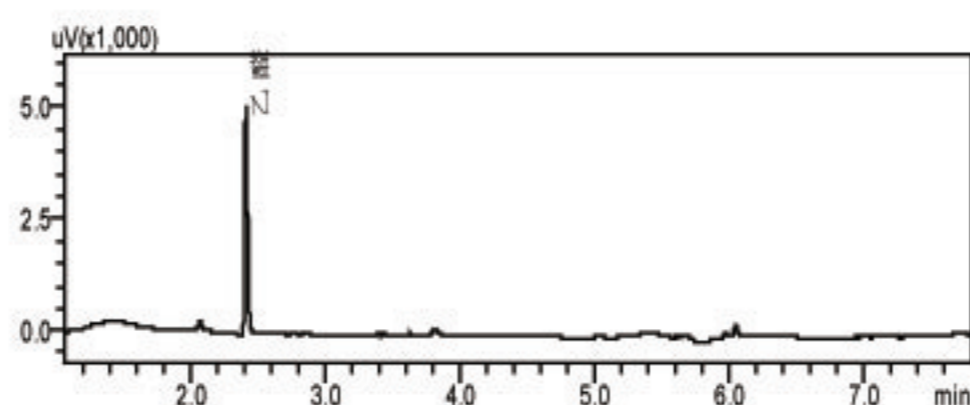


图4 PET碳酸饮料瓶样品加标色谱图

结论

本文建立了GC-2010 配合AOC-5000顶空自动进样器测定PET碳酸饮料瓶中乙醛的分析方法，标准曲线线性关系良好，相关系数达到0.9997；对1000 μ g/L的乙醛标样进行精密度实验，3次分析保留时间和峰面积相对标准偏差分别为0.0068%、2.16%，系统精密度良好；样品添加回收率为100.7%，能够用于PET碳酸饮料瓶中乙醛的分析。