

GC 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

GC-079

摘要：建立了气相色谱仪检测食品容器、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 GC 进行检测。1,1- 二氯乙烷在 0.1~5 mg/kg 浓度范围内，相关系数为 0.9994，5 份样品平行添加回收，平均回收率为 101.0%，相对标准偏差为 4.3%，该方法简单方便，能够有效的检测聚氯乙烯树脂及成型品中 1,1- 二氯乙烷的含量。

关键词：GC HS-20 聚氯乙烯 1,1- 二氯乙烷

二氯乙烷 (EDC) 是生产聚氯乙烯 (PVC) 单体氯乙烯 (VCM) 的重要原料，它由乙烯用氯直接氯化或在催化剂存在下乙烯用无水氯化氢氯化制得，其中工业上常用的方法是乙烯直接氯化法。因此聚氯乙烯树脂在生产食品容器、包装材料的过程中可能会有二氯乙烷残留。

1,1- 二氯乙烷属微毒类，但对中枢神经有抑制作用，刺激胃肠及引起肝、肾和肾上腺损害，皮肤接触者可引起皮炎。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 GC 顶空气相色谱法测定食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1 二氯乙烷，方法简单方便，能够满足日常检测要求。

实验部分

1.1 仪器

气相色谱仪：岛津 GC-2010 Plus

顶空仪：岛津 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

GC 分析条件：

色谱柱：Rtx-624，60m×0.32mm×1.8 μm

进样口温度：200°C

柱温程序：40°C (1min)_15°C /min_200°C (2min)

载气控制方法：恒线速度 (25.9 cm/sec)

分流比：5:1

FID 检测器温度：250°C

氢气流量：47 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹流量：30 mL/min

样品制备

精密称取 1g 左右样品，加入 10 mL 超纯水，加入 3g 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及保留时间

No.	中文名称	CAS号	英文名称	保留时间(min)
1	1,1-二氯乙烷	75-34-3	1,1-dichloroethane	7.755

■ 结果与讨论

3.1 标准样品谱图

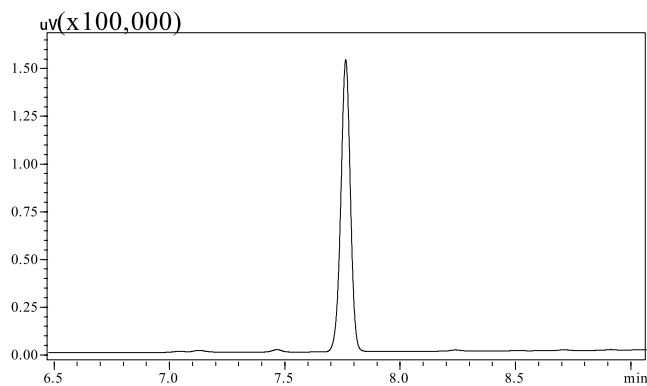


图1 1,1-二氯乙烷的标样色谱图

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0.1、0.2、0.5、1、2、5 mg/kg的1,1-二氯乙烷标准溶液,于60°C顶空恒温加热30 min,取1 mL进样,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0.1 ~ 5 mg/kg的浓度范围内,线性良好,相关系数为0.9994。

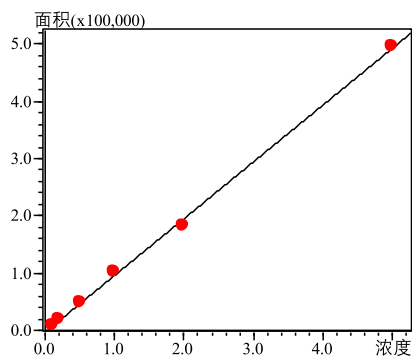


图2 1,1-二氯乙烷标准曲线

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°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 0.1 mg/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。

表2 1,1-二氯乙烷加标回收及检出限

No.	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 (mg/kg)
1	1,1-二氯乙烷	-	0.0980	0.1020	0.0980	0.1040	0.1040	0.1010	4.3	101.0	0.01

3.5 检出限

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。

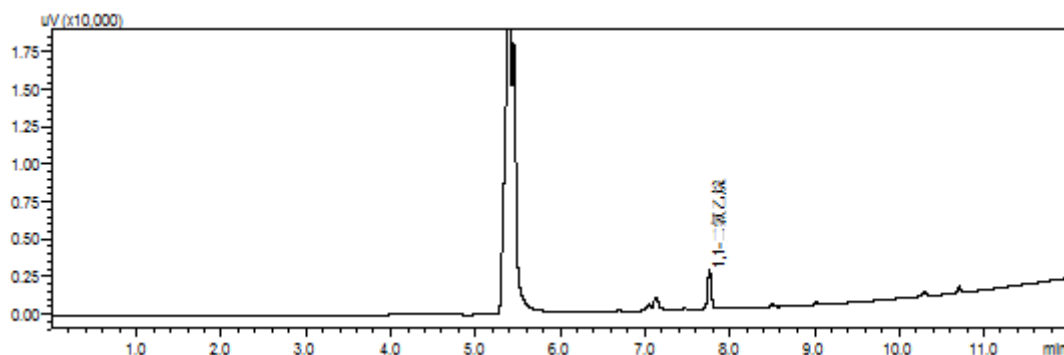


图3 样品色谱图

表3 样品测定结果

No.	化合物	保留时间(min)	含量 (mg/kg)
1	1,1-二氯乙烷	7.764	0.1110

结论

本方法采用岛津 GC-2010Plus 气相色谱仪结合 HS-20 顶空仪对食品容器、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 0.1~5 mg/kg 范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.9994，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 101.0%，峰面积的相对标准偏差为 4.3%，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。