



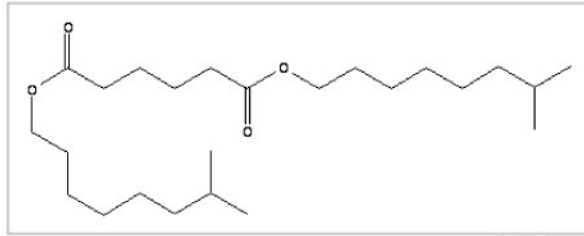
GCMS法测定PVC保鲜膜中 己二酸二异壬酯

No.GCMS-021

摘要： 利用正己烷超声萃取方法，使用GCMS对PVC保鲜膜中增塑剂己二酸二异壬酯进行了检测。

食品保鲜膜按材质主要分为聚乙烯（PE）、聚氯乙烯（PVC）、聚丙烯（PP）和聚偏二氯乙烯（PVDC）等。由于PVC保鲜膜具有透明性好、不容易破裂和粘性好等特点，目前在一些超市中用于生鲜食品如蔬菜、水果和熟食食品的包装。PVC保鲜膜中添加有大量的增塑剂如DEHA（己二酸二乙基己基酯）等，这些增塑剂在保鲜膜使用过程中会慢慢往外渗透并进入食品中。研究表明，大部分增塑剂对人体内分泌系统有干扰作用，具有较大的危害性。因此一些发达国家已经禁止将PVC作为食品包装材料。我国自2005年底禁止在PVC保鲜膜中添加DEHA增塑剂，许多生产企业因而改用DINA（己二酸二异壬酯）作为增塑剂大量添加于PVC中。

DINA的化学结构式如下：



和DEHA一样，DINA同属于己二酸酯类增塑剂，中国出入境检验检疫标准SN/T 1778-2006中使用GCMS法对PVC保鲜膜中包括DEHA在内的5种己二酸酯类增塑剂进行了检测，但没有包括DINA。对DINA的检测目前还未见标准方法，本文采用超声溶剂萃取结合GCMS法对PVC保鲜膜中DINA增塑剂进行了检测。

关键词： GCMS DINA PVC保鲜膜

■ 样品处理

0.5g样品，加入50mL正己烷，超声萃取20min，0.5um滤膜过滤后，1uL进样。

■ 仪器条件

仪器：岛津GCMS-QP2010 Plus

色谱柱：

Rtx-5MS, 30m × 0.25mmID × 0.25um

柱温：

120°C(1min)_10°C/min_270°C(3.5min)
_30°C/min_2800°C(5min)

柱流量：1.0 mL/min (He)

流速控制方式：恒线速度方式

进样口温度：260°C

进样方式：不分流（1min）

高压进样：250Kpa (1min)

离子源温度：200°C

接口温度：280°C

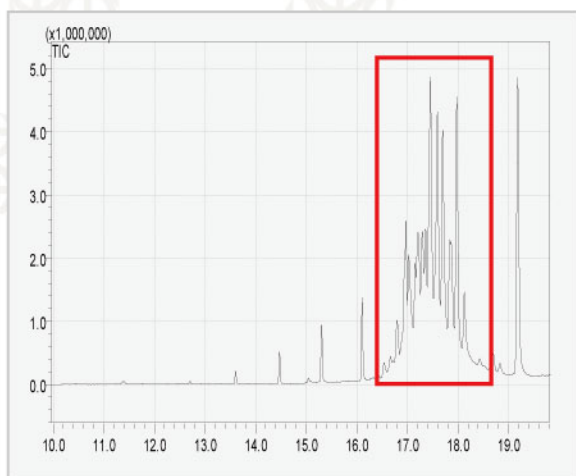
扫描质量范围：80 ~ 500amu

定量采用SIM方式：

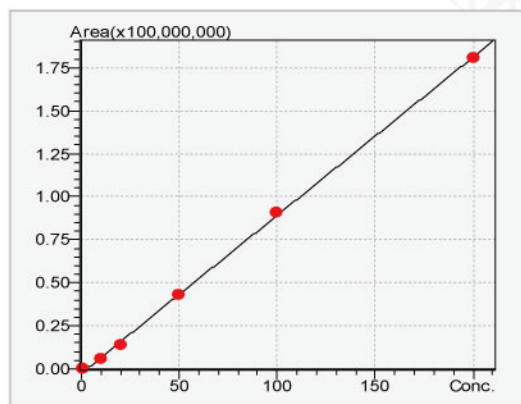
定量离子：129，参考离子：255，273

实验结果

1、DINA标准溶液（50ppm）扫描总离子流图如下所示，DINA出峰为一组峰，下图红色方框标出。



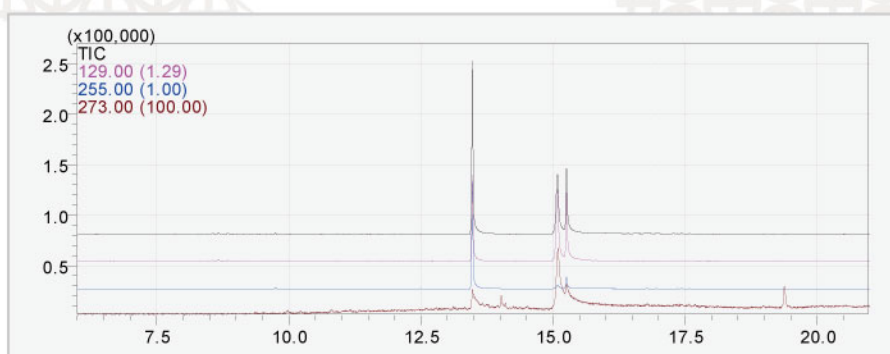
2、配置6个浓度点标准溶液，浓度分别为：1，10，20，50，100和200ppm，得到标准曲线如下图所示，曲线公式 $Y = 918692.4X - 2658670$ ，相关系数 $R = 0.9997604$



3、对20ppm浓度标样平行进样5次，考察重复性，得到RSD为0.973%，数据如下表所示：

| Title | Sample Name | DINA |
|---------------------|----------------|--------|
| STD-20ppm-Rep01.qgd | DINA STD-20ppm | 20.303 |
| STD-20ppm-Rep02.qgd | DINA STD-20ppm | 20.468 |
| STD-20ppm-Rep03.qgd | DINA STD-20ppm | 20.540 |
| STD-20ppm-Rep04.qgd | DINA STD-20ppm | 20.795 |
| STD-20ppm-Rep05.qgd | DINA STD-20ppm | 20.734 |
| Average | | 20.568 |
| %RSD | | 0.973 |

4、实际PVC样品测试，取PVC保鲜膜按上述前处理方法制备样品，进样得到如下谱图，此样品中无DINA检出。



结论

使用GCMS法测定PVC保鲜膜中DINA具有样品前处理简单、灵敏度高、重现性好和结果更可靠的优点。