

纱布中残留 2-氯乙醇的测定

罗丹

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

摘要: 取 1g 纱布样品剪碎置于 20mL 顶空瓶中, 加入 5mL 纯净水, 密封, 在一定的温度下, 顶空瓶内样品中的 2-氯乙醇向液上空间挥发, 在气液两相达到热力学动态平衡。气相中的 2-氯乙醇经色谱柱分离, 用氢火焰检测器检测, 以保留时间定性, 外标法定量, 2-氯乙醇的线性相关系数为 0.99937。

关键词: 气相色谱法; 检测方法; 2-氯乙醇

1 检测方法

参照《一次性使用聚氯乙烯输注器具中 2-氯乙醇残留量测定方法》征求意见稿

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 标准溶液: 水中 2-氯乙醇溶液 1000ug/mL

2.1.2 水: 纯净水

2.1.3 载气: 氮气, 纯度 99.999%

2.1.4 燃烧气: 氢气, 纯度 99.999%

2.2 仪器设备

2.2.1 GC9720Plus 气相色谱仪, 附宽量程氢火焰检测器 (FID)

2.2.2 HS 930 全自动顶空进样器

2.2.3 RBX-624/30m*0.32mm*1.8um

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

分别准确吸取不同体积的 2-氯乙醇标准溶液 (2.1.1), 用水定容, 配制浓度分别为 4ug/mL、6ug/mL、8ug/mL、10ug/mL、12ug/mL 的标准系列溶液, 分别准确移取上述 5mL 标准系列溶液置 5 个顶空瓶, 加盖密封, 待测。

3.2 样品溶液配制

取 1g 纱布样品剪碎置于 20mL 顶空瓶中, 加入 5mL 纯净水, 密封, 待测。

4 测定

4.1 顶空条件

- (1) 加热箱温度：90°C；
- (2) 取样针温度：100°C；
- (3) 阀箱温度：110°C；
- (4) 传输管温度：120°C；
- (5) 加热时间：30min。

4.2 色谱条件

- (1) 进样口：250°C；
- (2) 柱温：50°C保持 3min，以 10°C/min 升至 100°C，保持 4min；
- (3) 检测器：230°C；
- (4) 恒流：2mL/min；
- (5) 分流比：5:1；
- (6) 进样量：1mL。

4.3 典型谱图

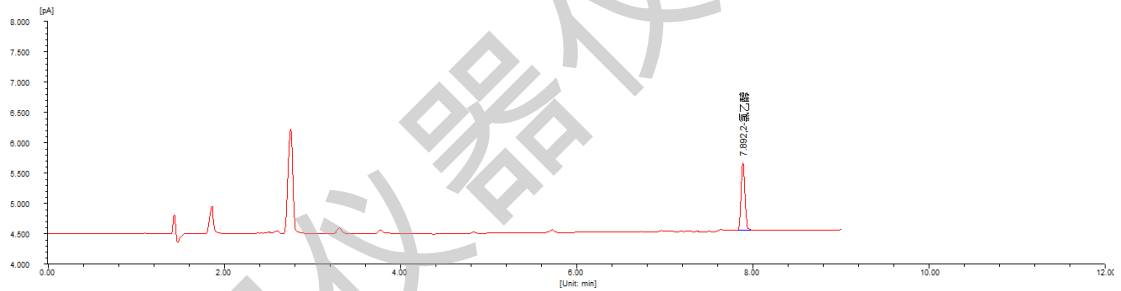
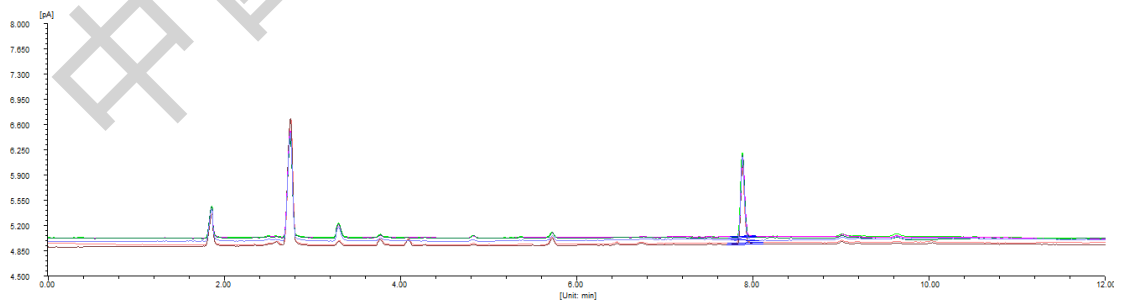


图 1 12ug/mL 2-氯乙醇标样谱图

4.4 重复性实验



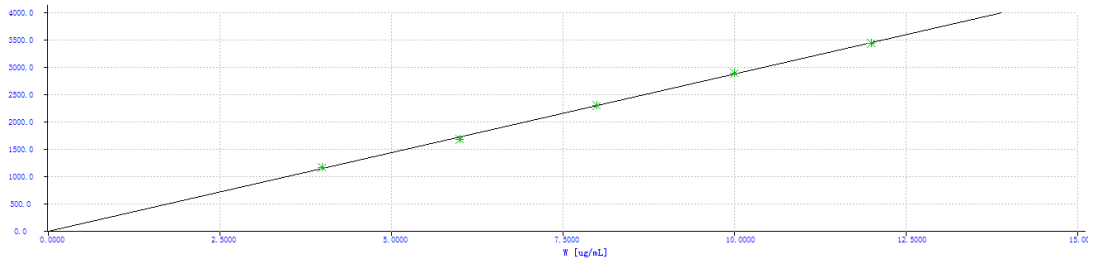
序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[ug/mL]	含量RSD%	谱图数
1	2-氯乙醇	7.887	0.028	3532.5	1.0713	1150.6	1.3630	12.2732	1.0713	6

图 2 12ug/mL 2-氯乙醇标样重复性谱图

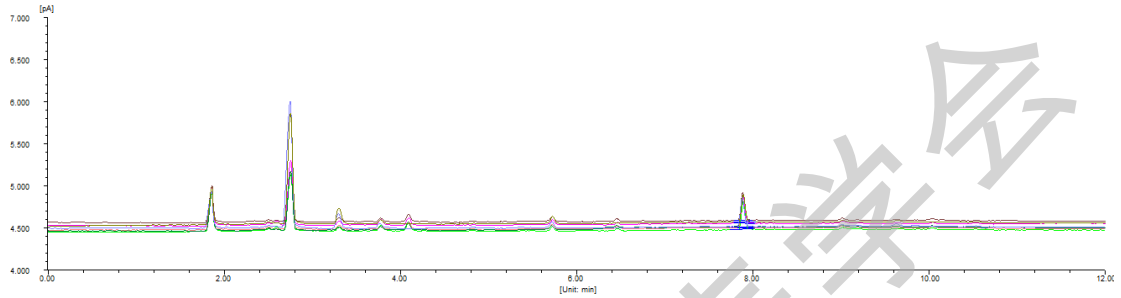
4.5 标准曲线

2-氯乙醇： 曲线方程： $A = 287.819092 \times W$ (R), 相关系数： 0.99937
A [fA*s]

外标法



4.6 检出限

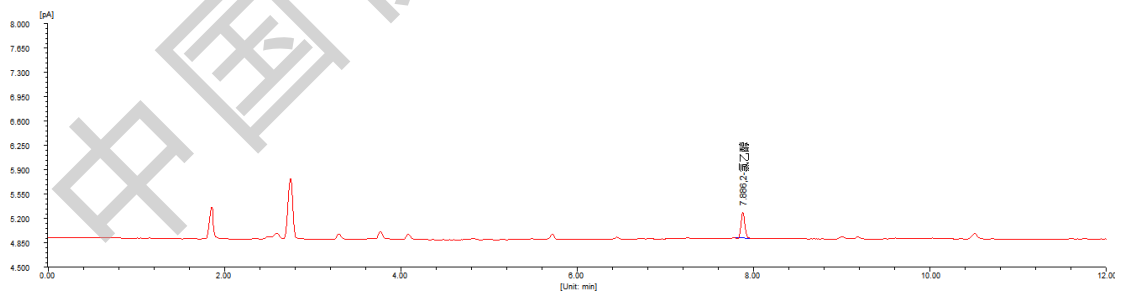


序号	组分名	平均时间[min]	时间RSD%	平均面积[fA*s]	面积RSD%	平均峰高[fA]	峰高RSD%	平均含量[ug/mL]	含量RSD%	谱图数
1	2-氯乙醇	7.891	0.057	1038.1	4.8971	332.9	3.2395	3.6069	4.8971	7

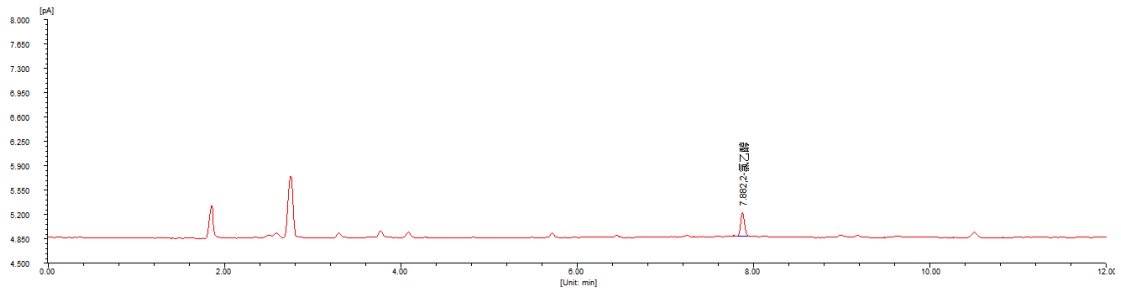
以取样 1g 计，本方法的检出限、定量限如下表所示：

组分名	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	含量 [ug/mL]	检出限 [ug/mL]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]
2-氯乙醇	3.9267	3.6359	3.5120	3.6165	3.3387	3.5702	3.6484	0.5552	2.7759	11.1036

4.7 样品 1 两针典型谱图及分析结果



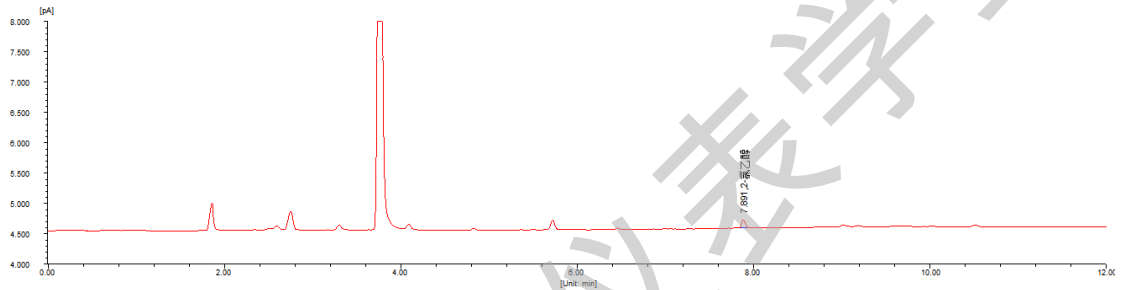
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	2-氯乙醇	7.886	0.046	374.2	1108.6	100.0000	20.8741
			总计:	374.2	1108.6	100.0000	20.8741



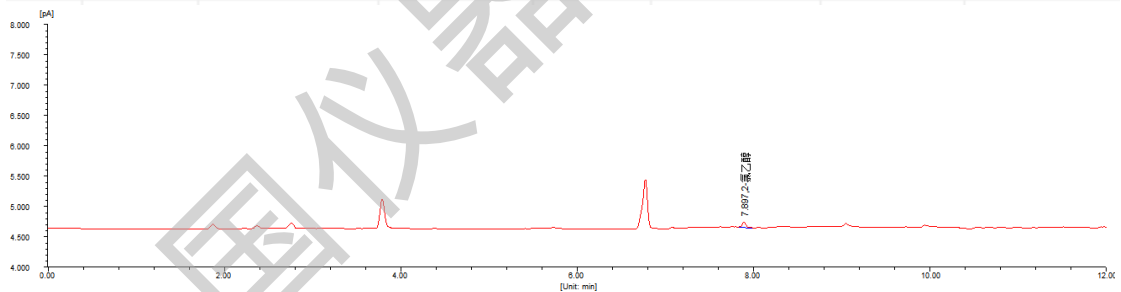
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	2-氯乙醇	7.882	0.046	349.9	1090.2	100.0000	19.6914
			总计:	349.9	1090.2	100.0000	19.6914

图3 样品1谱图

4.8 样品2 两针典型谱图及分析结果



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	2-氯乙醇	7.891	0.047	139.8	429.6	100.0000	8.1743
			总计:	139.8	429.6	100.0000	8.1743



峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	2-氯乙醇	7.897	0.048	88.4	277.5	100.0000	5.0949
			总计:	88.4	277.5	100.0000	5.0949

图4 样品2谱图