

聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）瓶胚中乙醛测定

金 迁

（浙江福立分析仪器股份有限公司，浙江省温岭市 317500）

摘要：采用含有内标的乙醛溶液稀释样品，使用带有氢火焰离子化检测器的气相色谱仪测定，内标法定量，采用气相色谱-质谱确证阳性结果。

关键词：聚对苯二甲酸乙二醇酯；检测方法；乙醛

1 检测方法

《BB/T 0060-2012 包装容器 聚对苯二甲酸乙二醇酯（PET）瓶胚》

2 试剂及标准品

2.1 试剂

哈娃娃纯净水

2.2 标准品

1000mg/L 乙醛标准溶液（溶剂：水）

3 标准溶液及样品配制

3.1 标准溶液配制

取 5 个顶空瓶，用氮气置换瓶内空气后，迅速压盖密封，用 10 μ l 微量注射器准确分别吸取 2、3、4、5、6 μ l 乙醛标准溶液（2.2）至顶空瓶中，待测。

3.2 供试品的制备

将所需要的样品打碎成约 6mm 的小块。将样品置于液氮中冷冻约 10min。将冷冻样品立即放在粉碎机中，进行粉碎。然后用筛网进行过筛处理，使用停留在 40 目网上的样品。用分析天平迅速称入 0.2g 样品（参考称样量为 0.2-0.6g），精确到 0.0001g，加盖密封，待测。

4 使用仪器设备

1) 福立 GC9720Plus 气相色谱仪，附氢火焰检测器（FID）

2) HS-930 全自动顶空

3) CB-PLOT Q/30m*0.53mm*20 μ m 毛细柱

4) 10 μ L 微量注射器

- 5) 分析天平：精确到 0.0001g
- 6) 液氮容器
- 7) 粉碎机及筛网：筛网为 20 目及 40 目

5 测定

5.1 顶空条件

平衡温度 150°C，平衡时间 60min（标样 10min），取样针温度 160°C，阀箱温度 170°C，管路温度 180°C

5.2 色谱条件

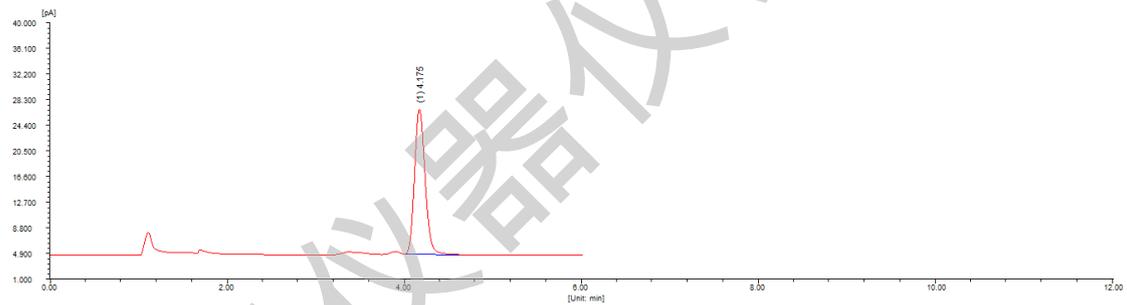
色谱柱：CB-PLOT Q/30m*0.53mm*20um 毛细柱

进样口 250°C，柱温 100°C，检测器 220°C

流量 5ml/min

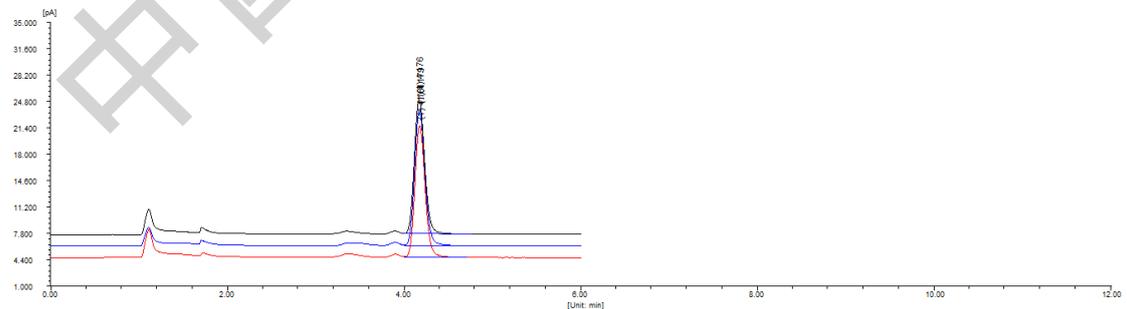
分流比 1:1

5.3 乙醛（4ug）标准品典型谱图



1、乙醛

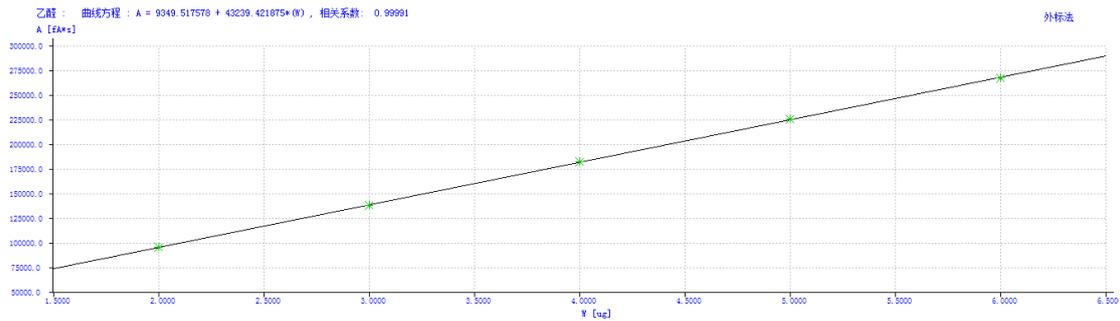
5.4 乙醛（3ug）重复性



序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	乙醛	4.179	0.064	141130.1	2.0366	17321.8	1.5393	100.0000	0.0000	3

5.5 校正曲线

曲线方程：A=-9349.51578+43239.421875*（W），相关系数：0.99991

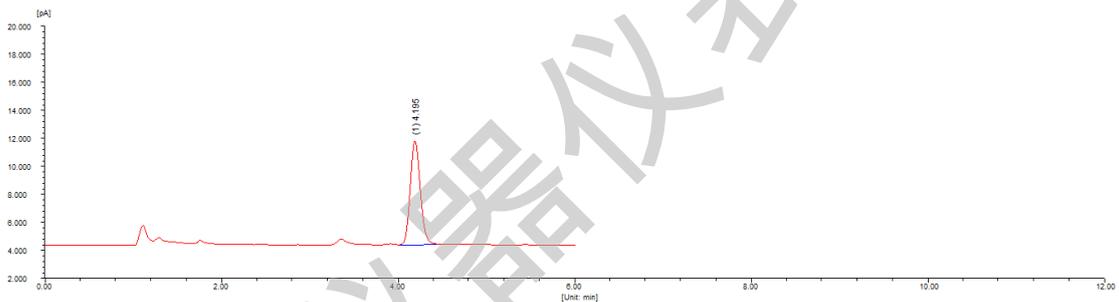


5.6 检出限

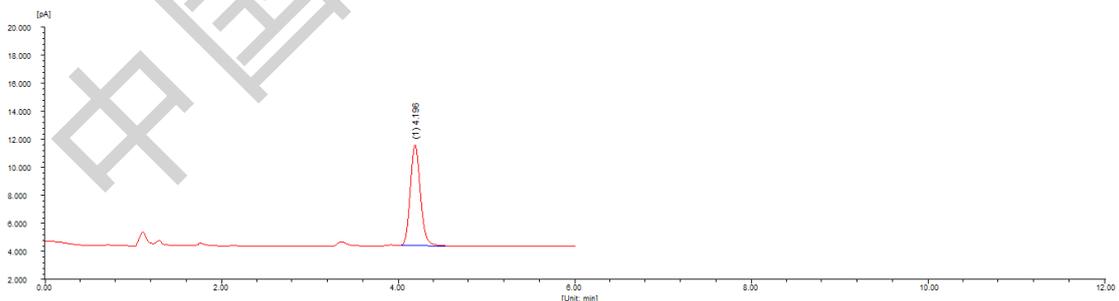
在称样量为 0.2g 时，方法检出限为 0.12ug/g，定量限为 0.36ug/g。

含量[ug]	含量[ug]	含量[ug]	含量[ug]	含量 [ug]	含量[ug]	含量[ug]	最低检出限 ug/g	最低定量限 ug/g
0.4044	0.3938	0.3947	0.4021	0.3948	0.4146	0.3955	0.12	0.36

5.7 样品测定结果



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	乙醇	4.195	0.121	7447.1	59190.6	100.0000	5.6010
总计:				7447.1	59190.6	100.0000	5.6010



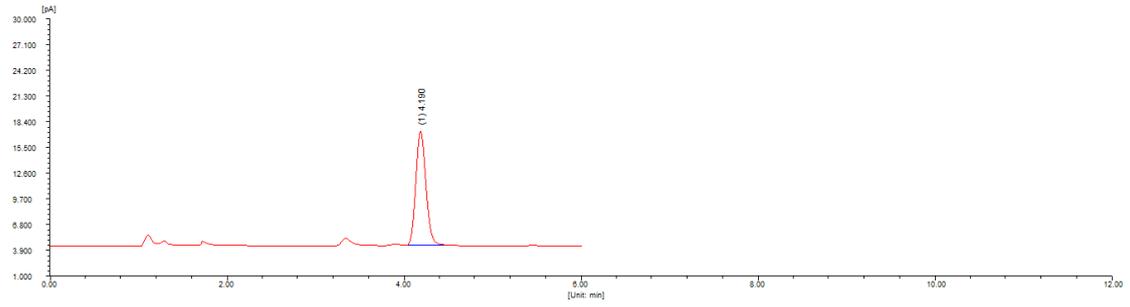
峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[mg/kg]
1	乙醇	4.196	0.122	7223.3	58021.9	100.0000	5.4590
总计:				7223.3	58021.9	100.0000	5.4590

结果：瓶坯中乙醇含量为 5.53ug/g < 15ug/g，符合要求。

5.8 加标回收率

称 0.2g (5.6) 的样品，精确至 0.0001g，加盖密封，用 10ul 微量注射器取 1ul 乙醇标准

溶液（2.2）至顶空瓶中，待测。



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	乙醛	4.190	0.122	12880.1	102429.3	100.0000	10.7472
总计:				12880.1	102429.3	100.0000	10.7472

称样量 g	样品中乙醛含量 ug/g	乙醛加标量 ug/g	乙醛测定值 ug/g	加标回收率%
0.2003	5.53	4.99	10.75	104.61
0.2001	5.53	5	10.99	109.2
0.2006	5.53	4.99	10.67	103.01

中国仪器仪表学会