

塑料瓶用聚对苯二甲酸乙二醇酯(PE/T)树脂中

残留乙醛含量的测定

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: 气相色谱法; 检测方法; 聚对苯二甲酸乙二醇酯

1 检测方法

《SH/T 1817-2017 塑料瓶用聚对苯二甲酸乙二醇酯(PE/T)树脂中残留乙醛含量的测定顶空气相法》

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

1) 乙醛标准溶液 (502.2813mg/kg): 精密称取娃哈哈纯净水 0.5018g 至样品瓶中, 再精密称取乙醛标准溶液 (2.2) 0.5064g 至样品瓶中, 加盖摇匀, 待测。

2) 乙醛标准溶液 (401.4380mg/kg): 精密称取娃哈哈纯净水 0.2997g 至样品瓶中, 再精密称取乙醛标准溶液 (2.2) 0.2010g 至样品瓶中, 加盖摇匀, 待测。

3) 乙醛标准溶液 (251.6425mg/kg): 精密称取娃哈哈纯净水 0.2497g 至样品瓶中, 再精密称取乙醛标准溶液 (502.2813mg/kg) 0.2507g 至样品瓶中, 加盖摇匀, 待测。

4) 乙醛标准溶液 (202.8676mg/kg): 精密称取娃哈哈纯净水 0.2971g 至样品瓶中, 再精密称取乙醛标准溶液 (502.2813mg/kg) 0.2013g 至样品瓶中, 加盖摇匀, 待测。

5) 乙醛标准溶液 (99.8456mg/kg): 精密称取娃哈哈纯净水 0.3954g 至样品瓶中, 再精密称取乙醛标准溶液 (502.2813mg/kg) 0.0981g 至样品瓶中, 加盖摇匀, 待测。

6) 乙醛标准溶液 (51.2614mg/kg)：精密称取娃哈哈纯净水 0.4452g 至样品瓶中，再精密称取乙醛标准溶液 (502.2813mg/kg) 0.0506g 至样品瓶中，加盖摇匀，待测。

取 5 个顶空瓶用氮气置换瓶中空气后，加盖密封，用 10ul 微量注射器取 4ul (3.1.1-3.1.5) 至顶空瓶中，精密称定，待测。

3.2 供试品的制备

将约 50g 的样品置于装有液氮的液氮容器中冷却约 10min。取出样品后立即用样品粉碎机粉碎，将样品全部粉碎成直径 $g1.0mm$ 以下，粉碎时间不超过 30s。用氮气吹扫顶空瓶，然后加入 0.5g (精确至 0.0001g) 的试样，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*20um 毛细柱
- 4) 10uL 微量注射器
- 5) 分析天平：精确到 0.0001g
- 6) 液氮容器
- 7) 粉碎机

5 测定

5.1 顶空条件

平衡温度 150°C，平衡时间 60min (标样 5min)，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

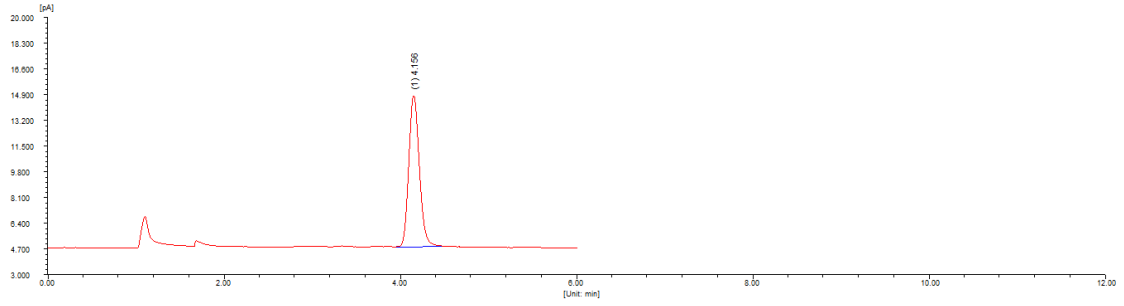
色谱柱：CB-PLOT Q/30m*0.53mm*20um 毛细柱

进样口 250°C，柱温 100°C，检测器 220°C

流量 5ml/min

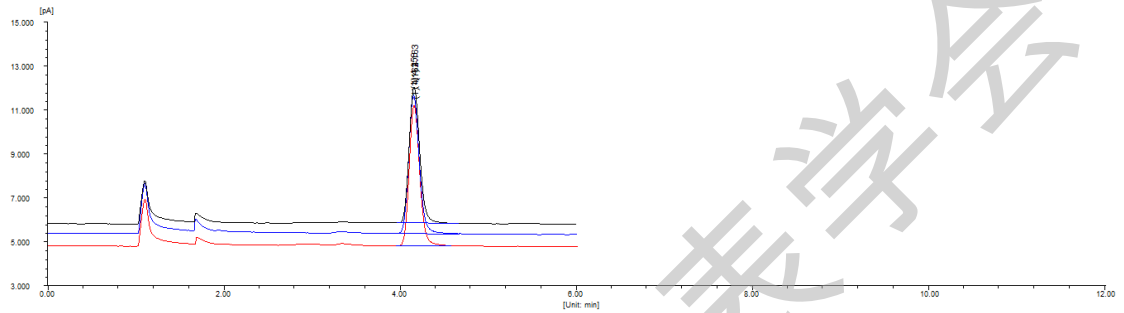
分流比 1:1

5.3 乙醛 (1.5255ug) 标准品典型谱图



1、乙醛

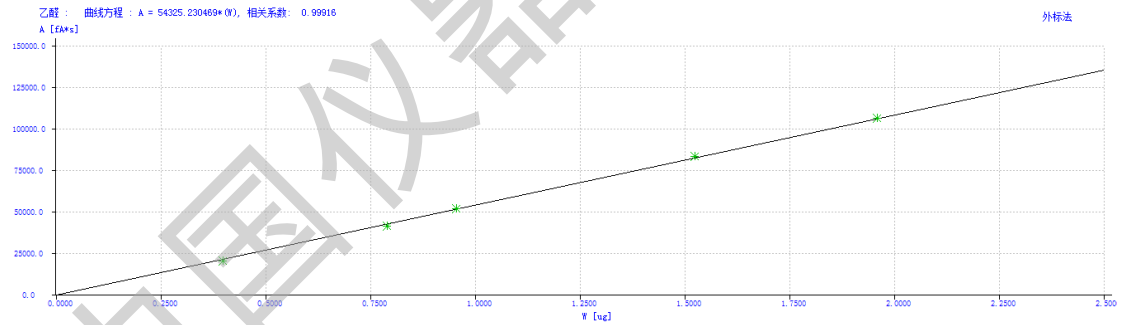
5.4 乙醛 (0.9562ug) 重复性



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		4.161	0.070	52841.8	0.9636	6304.8	1.6466	100.0000	0.0000	3

5.5 校正曲线

曲线方程: $A=54325.230469*(W)$, 相关系数: 0.99916



5.6 检出限

在称样量为 0.5g 时, 方法检出限为 0.03ug/g, 最低定量限为 0.09ug/g。

含量[ug]	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	最低定量限
								ug/g	ug/g
0.2112	0.2123	0.2032	0.2065	0.2002	0.2109	0.204	0.2037	0.03	0.09