

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3385—2012

食品接触材料 高分子材料 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)树脂及其制品中乙醛的测定 顶空气相色谱法

Food contact materials—Polymer—Determination of acetaldehyde in polyethylene terephthalate (PET) resin and article—Headspace gas chromatography

2012-12-12 发布

2013-07-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、常州进出口工业及消费品安全检测中心。

本标准主要起草人：周志荣、吴璟、王红松、张敏、黄晨阳。

食品接触材料 高分子材料 聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)树脂及其制品中乙醛的测定 顶空气相色谱法

1 范围

本标准规定了聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)树脂及其制品中乙醛的顶空气相色谱测定方法。本标准适用于聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)树脂及其制品中乙醛的测定。PET树脂及其制品中的乙醛测定低限为0.3 μg/g。

2 原理

在密闭容器和一定温度下,PET树脂及其制品中残留的乙醛在气相(顶空)和基质(固相)之间存在分配平衡。达到平衡后,将气相部分导入气相色谱进行分离,用氢火焰离子化检测器检测,以外标法定量。

3 材料和试剂

3.1 乙醛标准溶液:1 000 mg/L(乙腈为溶剂,纯度为色谱级)。

注:溶液应避光保存,建议保存在-20℃~-10℃的冰箱中,有效期为3个月。

3.2 氮气,纯度≥99.99%。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪:配有氢火焰离子化检测器。

4.2 自动顶空进样器。

4.3 顶空瓶:20 mL,带铝质盖及聚四氟乙烯膜硅橡胶垫。

4.4 微量注射器:1 μL。

4.5 分析天平:感量0.1 mg。

4.6 粉碎机,配有孔径筛。

4.7 液氮罐。

5 试样的制备

5.1 将PET树脂颗粒或预先剪成2 cm×2 cm块状的PET制品充分混合均匀后作为测试样品。称取约10 g测试样品置于液氮罐中冷却10 min左右。取出样品后立即用粉碎机粉碎至粒径约为1 mm~5 mm,粉碎时间不超过30 s。

5.2 称取1.0 g(精确至0.1 mg)经粉碎后的样品。用氮气吹扫20 mL顶空瓶,然后迅速将称好的试样放入顶空瓶中密封,待测。

6 标准溶液的制备

- 6.1 预先将 1 μL 微量注射器(4.4)放在 $-10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冰箱中冷藏 10 min。
- 6.2 将 6 个 20 mL 顶空瓶(4.3)用氮气吹扫干净后,迅速用带铝质盖及聚四氟乙烯膜硅橡胶垫密封。
- 6.3 用预先冷藏过的微量注射器分别准确吸取 1 000 mg/L 乙醛标准溶液(3.1)0.2 μL 、0.4 μL 、0.6 μL 、0.8 μL 、1.0 μL 以及 2.0 μL 注入 6 个 20 mL 密封好的顶空瓶中,该顶空瓶中分别含有 0.2 μg 、0.4 μg 、0.6 μg 、0.8 μg 以及 1.0 μg 的乙醛(整个操作最好在冰箱冷藏室中进行)。

7 测定

7.1 顶空气相色谱参考条件

7.1.1 气相色谱条件

- 7.1.1.1 色谱柱:聚乙二醇石英 WCOT 柱,30 m \times 0.32 mm(内径) \times 0.5 μm ,或相当者。
- 7.1.1.2 进样口温度:180 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.1.3 检测器温度:250 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.1.4 柱温箱:40 $^{\circ}\text{C}$ 下恒温 5 min,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 150 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.1.5 载气:氮气,纯度 $\geq 99.99\%$ 。
- 7.1.1.6 柱流速:1.0 mL/min。
- 7.1.1.7 进样模式:分流进样,分流比 1:1。

7.1.2 顶空进样器条件

- 7.1.2.1 顶空平衡温度:150 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.2.2 进样环温度:160 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.2.3 传输线温度:170 $^{\circ}\text{C}$ 。
- 7.1.2.4 顶空加热时间:60 min。
- 7.1.2.5 环平衡时间:0.05 min。
- 7.1.2.6 加压时间:0.2 min。
- 7.1.2.7 进样时间:1 min。

7.2 绘制标准工作曲线

按照 7.1 所列测定条件,将标准工作溶液(6.3)依次进样测定。以标准溶液中乙醛的含量为横坐标,单位为微克(μg);以对应的乙醛色谱峰面积比值为纵标,绘制标准曲线。标准色谱图参见附录 A。

按式(1)计算回归参数:

$$y_s = a \times x_s + b \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- y_s ——乙醛的色谱峰面积;
- a ——回归曲线的斜率;
- x_s ——标准工作溶液中乙醛的含量,单位为微克(μg);
- b ——回归曲线的截距。

注:在分析标准溶液时,顶空平衡时间可缩短至 15 min。

7.3 试样的测定

将制备好的测试样品(5.2)置于顶空进样器中,按照 7.1 所列顶空气相色谱条件进样分析,得样品中乙醛的色谱峰面积。

8 结果计算

PET 树脂或制品中乙醛的含量 x 按式(2)计算。

$$x = \frac{y - b}{a \times m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

x ——PET 树脂或制品中乙醛的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);

y ——PET 树脂或制品中乙醛的色谱峰面积;

b ——回归曲线的截距;

a ——回归曲线的斜率;

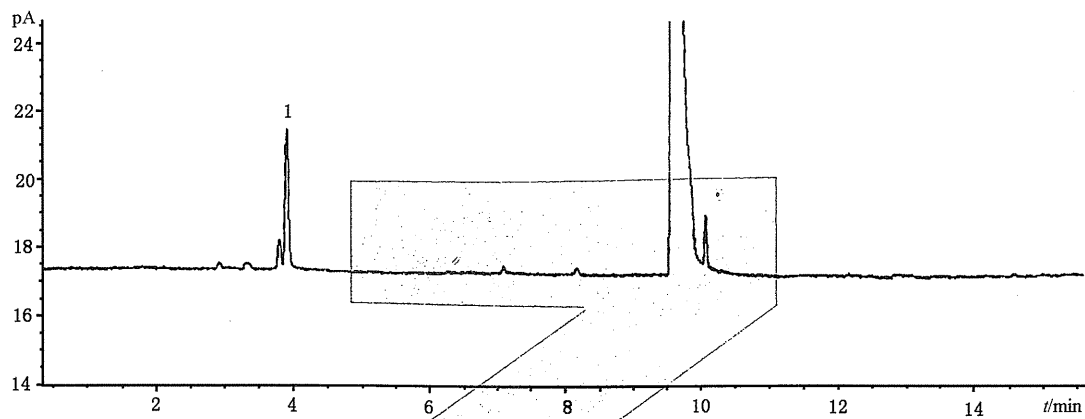
m ——称样量,单位为克(g)。

9 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

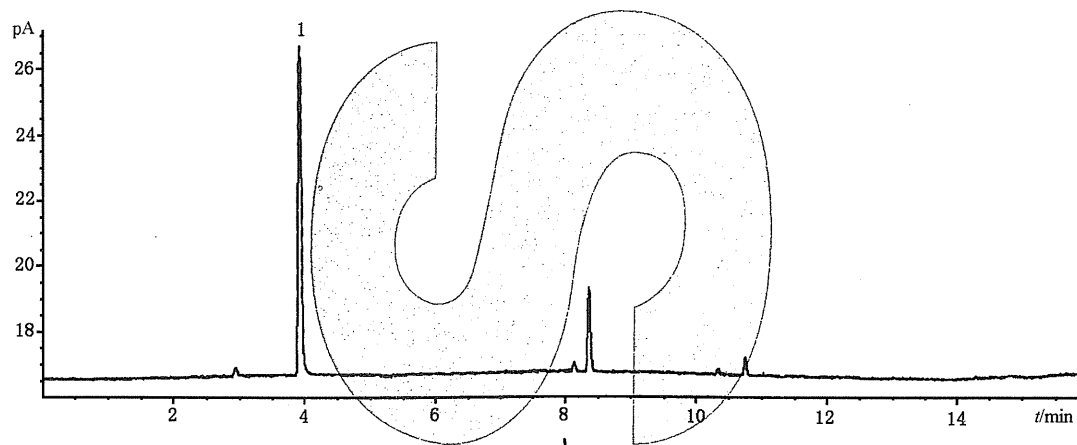
附录 A
(资料性附录)

乙醛标准溶液和 PET 树脂及制品的典型色谱图



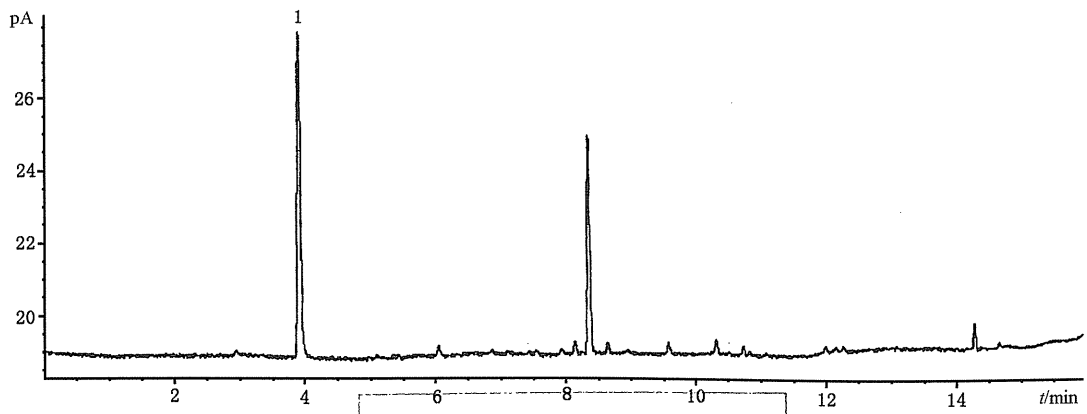
说明：
1——乙醛。

图 A.1 乙醛标准溶液的典型色谱图



说明：
1——乙醛。

图 A.2 PET 树脂的典型色谱图



说明：
1——乙醛。

图 A.3 PET 矿泉水瓶的典型色谱图

