



中华人民共和国国家标准

GB/T 14943—94

食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂 及成型品中残留 1,1-二氯乙烷的 分析方法

**Method for determination of residual ethylidene
dichloride in polyvinyl chloride resin and product
for food container and packaging material**

1994-01-24 发布

1994-08-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布

中华人民共和国国家标准

食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂 及成型品中残留 1,1-二氯乙烷的 分 析 方 法

GB/T 14943—94

Method for determination of residual ethylidene
dichloride in polyvinyl chloride resin and product
for food container and packaging material

1 主题内容与适用范围

本标准规定了食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1-二氯乙烷的分析方法。

本标准适用于以乙炔法生产的食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,1-二氯乙烷的测定,或以乙烯法生产的食品容器、包装材料用聚氯乙烯树脂及成型品中残留 1,2-二氯乙烷的测定。也适用于氯乙烯和偏二氯乙烯共聚树脂及成型品中残留的氯乙烯、偏二氯乙烯、1,1-二氯乙烷的测定。

2 引用标准

- GB 5009.58 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准的分析方法
GB 5009.67 食品包装用聚氯乙烯成型品卫生标准的分析方法

3 取样方法

树脂按 GB 5009.58 取样方法进行操作。成型品按 GB 5009.67 取样方法进行操作。

4 样品中残留 1,1-二氯乙烷的测定

4.1 原理

本法以气固平衡为基础,在密封容器内,在一定的温度下,试样中残留的 1,1-二氯乙烷迅速地向空间扩散,达到平衡后,取定量顶空气注入色谱仪分析,以保留时间定性,峰高定量。

4.2 试剂

1,1-二氯乙烷,色谱纯。

4.3 仪器

- 4.3.1 带氢火焰离子检测器的气相色谱仪。
4.3.2 小型恒温干燥箱:80±1℃。
4.3.3 医用注射器:1,2,5,100 mL。
4.3.4 微量注射器:10 μL。
4.3.5 密封平衡瓶:25 mL,具配套的硅橡胶垫片和铜螺帽。
4.3.6 配气瓶:600 mL,具配套的硅橡胶垫片和铜螺帽。

中华人民共和国卫生部 1994-01-24 批准

1994-08-01 实施

4.4 色谱条件

4.4.1 色谱柱:不锈钢柱, $L2m \times \phi4mm$ 。

4.4.2 固定相:102 白色担体,60~80 目,涂 2.5%D.N.P. 和 2.5%有机皂土。

4.4.3 测定条件:柱温:70℃;汽化温度:130℃;检测温度:130℃;氮气:25 mL/min;氢气:30 mL/min;空气:400 mL/min。

4.5 操作步骤

4.5.1 1,1-二氯乙烷标准曲线

抽取 1,1-二氯乙烷标准液 10 μ L,注入已抽真空的配气瓶中,开关配气瓶阀平衡内外压力,振摇配气瓶,静置 10 min 后使用。取上述标准气 5 mL 注入装有 95 mL 洁净空气的 100 mL 注射器中,混匀。取稀释后的标准气 1,2,3,4,5 mL,分别注入装有 1.000 g 空白树脂的五只平衡瓶中,将平衡瓶放入 80℃ 恒温干燥箱中平衡 30 min,抽取 1 mL 顶空气进样。以组分含量为横坐标,组分峰高为纵坐标绘制标准曲线(可根据需要绘制不同含量范围的标准曲线)。

标准气浓度计算:

$$c = \frac{V_s \times d \times 1\,000}{V} \times \frac{5}{100} \dots\dots\dots(1)$$

式中: c —— 标准气浓度, μ g/mL;

V_s —— 注入配气瓶的组分体积, μ L;

V —— 配气瓶体积, mL;

d —— 组分比重(1 μ L1,1-二氯乙烷质量 1.176 mg);

$\frac{5}{100}$ —— 稀释倍数。

4.5.2 样品测定

称取样品 1.000 g(成型品应擦净、剪碎)放入平衡瓶中,具塞密封后于 80℃ 恒温干燥箱中平衡 30 min,抽取 1 mL 顶空气进样。测定组分的峰高,于标准曲线上查得含量。

4.5.3 计算

$$X = \frac{h_2 \times C}{h_1 \times m} \dots\dots\dots(2)$$

式中: X —— 样品中残留组分含量, mg/kg;

h_1 —— 标准组分峰高, mm;

h_2 —— 样品组分峰高, mm;

C —— 标准组分质量, μ g;

m —— 样品质量, g。

4.5.4 精密度

分析方法重复性: $CV = 9.2\%$

再现性: $CV = 2.1\%$

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由杭州市卫生防疫站、浙江省卫生防疫站、萧山市树脂厂负责起草。

本标准主要起草人陈筱君、徐振华、丁友昌、刘翠英、倪慧珠。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

(京)新登字 023 号

GB/T 14943—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 容 器、包 装 材 料 用 聚 氯 乙 烯 树 脂
及 成 型 品 中 残 留 1,1-二 氯 乙 烷 的
分 析 方 法

GB/T 14943—94

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
(北京复外三里河)

中 国 标 准 出 版 社 北 京 印 刷 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售
版 权 专 有 不 得 翻 印

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/2 字 数 5 千 字
1994 年 8 月 第 一 版 1994 年 8 月 第 一 次 印 刷
印 数 1—2 000

*

书 号：155066·1-10863 定 价 8.00 元

*

标 目 246—133



GB/T 14943-1994