



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3547—2013

食品接触材料 高分子材料 苯乙烯单体的测定 气相色谱法

Food contact materials—Polymers determination of
styrene monomer—Gas chromatography

2013-03-01 发布

2013-09-16 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。

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：中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：于一茫、赵雪蓉、徐伟、李军、刘守强、陈伟。

食品接触材料 高分子材料 苯乙烯单体的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了聚苯乙烯中残留苯乙烯单体的气相色谱测定方法。

本标准适用于聚苯乙烯制品中残留苯乙烯单体的测定。

本方法中残留苯乙烯单体检出限为 10 mg/kg。

2 方法提要

用 *N,N*-二甲基乙酰胺将样品溶解,在溶解的样品中加入一定量的沉淀剂甲醇,使高聚物沉淀完全,并与苯乙烯单体分离,取上清液进行分析,氢火焰离子化检测器检测,以内标法进行定量。

3 试剂和材料

除另有说明外,所使用试剂均为色谱纯。

3.1 苯乙烯标准品,纯度大于 99.0%。

3.2 正十一烷,纯度大于 99.0%。

3.3 *N,N*-二甲基乙酰胺,分析纯。

3.4 甲醇。

3.5 内标溶液:准确称取内标物正十一烷(3.2)100 mg(精确至 0.1 mg)至 100 mL 容量瓶(4.3)中,用少量 *N,N*-二甲基乙酰胺(3.3)溶解后,定容至 100 mL,盖紧瓶塞摇匀。此溶液为 1 000 mg/L 内标溶液。

3.6 苯乙烯标准贮备溶液:在 100 mL 容量瓶(4.3)中先加入 *N,N*-二甲基乙酰胺(3.3)90 mL,再准确加入苯乙烯标准品(3.1)100 mg(精确至 0.1 mg),用 *N,N*-二甲基乙酰胺(3.3)定容,摇匀。此溶液为 1 000 mg/L 苯乙烯标准贮备溶液。以上的稀释过程应在室温中进行,温度不超过 25 ℃。该标准贮备液于 4 ℃ 保存,可放置 1 个月。

3.7 苯乙烯标准工作溶液:在 5 个 50 mL 容量瓶(4.3)中分别加入 0.5 mL、2.5 mL、5 mL、7.5 mL、10 mL 苯乙烯标准贮备溶液(3.6),再分别加入 5 mL 内标溶液(3.5),用 *N,N*-二甲基乙酰胺(3.3)定容至 50 mL,配制成浓度分别为 10 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、150 mg/L、200 mg/L 的苯乙烯标准工作溶液(内含内标物正十一烷各 100 mg/L)。标准工作溶液应当天配制。以上的稀释过程应在室温中进行,温度不超过 25 ℃。

4 仪器

4.1 气相色谱仪:配有自动微量进样器、分流进样口及氢火焰离子化检测器。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3 具塞玻璃容量瓶:50 mL,100 mL。

4.4 移液管。

5 试样制备

为确保样品称量准确,大片的样品应切碎变小,面积不大于 0.5 cm^2 。

6 分析步骤

6.1 标准溶液测定

按照 6.3 所列测定条件,依次将苯乙烯标准溶液(3.7)进样测定。标准色谱图参见附录 A。

6.2 样品溶液的制备

准确称取 1 g 样品(精确至 0.1 mg)于 50 mL 容量瓶中,加入约 35 mL N,N -二甲基乙酰胺(3.3),盖紧瓶塞混合直至完全溶解(必要时,可剧烈摇动)。待样品完全溶解后,用滴管逐滴缓慢滴加甲醇沉淀剂(3.4),每加一滴甲醇都应剧烈摇晃,直至恰好出现细小均匀沉淀,用移液管(4.4)加入 5 mL 内标溶液(3.5),然后用 N,N -二甲基乙酰胺(3.3)定容至 50 mL,静置 30 min 以上,使沉淀完全沉降后,取上清液进行分析。

6.3 气相色谱参考条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离,下列给出的参数已被证明是可行的:

- a) 色谱柱:HP-Innowax 柱, $30\text{ m} \times 0.32\text{ mm}$ (内径) $\times 0.25\text{ }\mu\text{m}$,或相当者。使用前充分老化。
- b) 进样口温度: $200\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- c) 检测器温度: $250\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- d) 柱温箱: $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温 3 min,以 $20\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 $110\text{ }^{\circ}\text{C}$,恒温 1 min,再以 $50\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 $180\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- e) 载气:氦气;
- f) 柱流速: $1.5\text{ mL}/\text{min}$;
- g) 氢气流速: $30\text{ mL}/\text{min}$;
- h) 空气流速: $400\text{ mL}/\text{min}$;
- i) 进样量: $1\text{ }\mu\text{L}$;
- j) 进样模式:分流进样, $20:1$ 。

7 结果计算

7.1 绘制标准工作曲线

以标准溶液中苯乙烯、正十一烷质量比为横坐标,以对应的苯乙烯、正十一烷峰面积比值为纵坐标,绘制标准曲线。

按式(1)计算回归参数:

$$y = a \times x + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

y —— 苯乙烯、正十一烷的峰面积比值;

a —— 回归曲线的斜率;

x —— 苯乙烯、正十一烷的质量比值;

b ——回归曲线的截距。

标准曲线的相关系数应不小于 0.995。

7.2 样品的结果计算

按照 6.3 所列测定条件进样品溶液进行测试。如溶液中待测物浓度过高,则适当稀释后再进样。
按式(2)计算样品中苯乙烯的含量:

$$X = \frac{m_{is} \times A_i \times R}{m \times A_{is}} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——样品中含苯乙烯的量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_{is} ——样品中含正十一烷的质量,单位为毫克(mg);

m ——样品质量,单位为克(g);

A_i ——样品中苯乙烯的峰面积;

A_{is} ——样品内标物的峰面积;

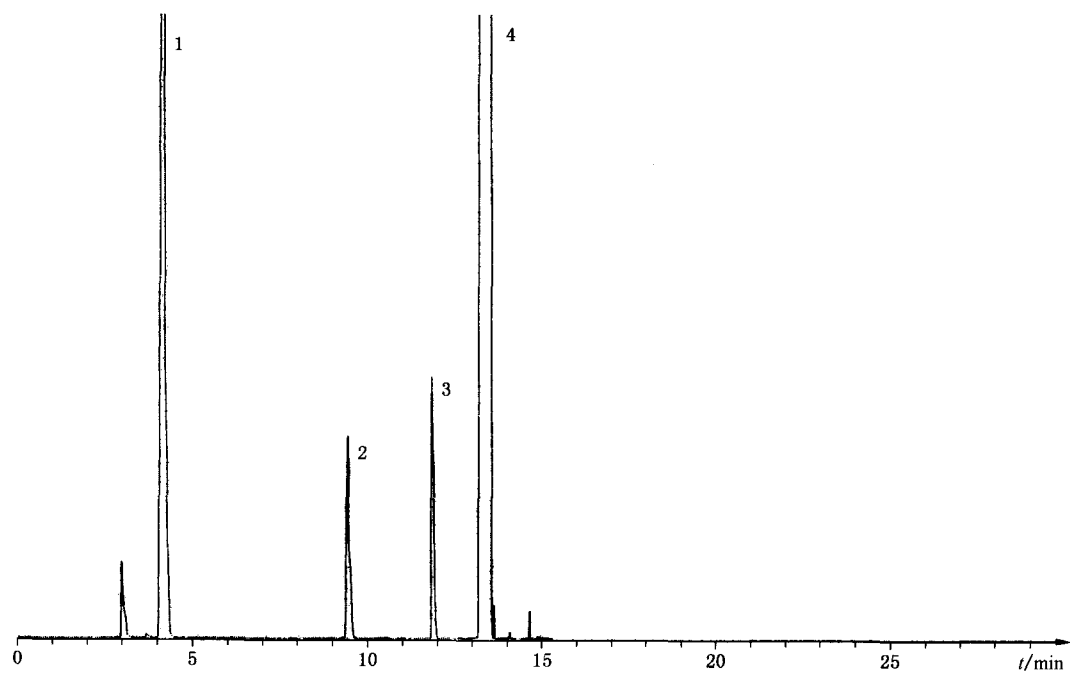
R ——由标准曲线得出的苯乙烯的相对校正因子;

所得结果有效数字表示至整数。

7.3 结果的误差

样品中苯乙烯的两次独立测定结果的绝对差值不超过其算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
聚苯乙烯中苯乙烯单体标准色谱图



说明：

- 1——甲醇；
- 2——苯乙烯；
- 3——正十一烷；
- 4——溶剂。

图 A.1 聚苯乙烯中苯乙烯单体标准色谱图