

氯乙烯单体测定法

Lüyixi Danti Cedingfa

Tests for Determination of Vinyl Chloride Monomer

本标准适用于聚氯乙烯产品中残留氯乙烯单体的测定。

本法以气-液平衡为基础，试样在密封容器内，用合适的溶剂溶解。在一定温度下，氯乙烯单体向空间扩散，达到平衡后，取定量顶空气体注入气相色谱中测定，以保留时间定性，以峰面积定量。

本法照气相色谱法（中国药典 2010 年版二部附录 V E）测定。

色谱条件与系统适应性试验

1、填充柱：上试 407 有机担体，60~80 目，200℃老化 4 小时。

测定条件（供参考）：柱温 100℃，进样口温度 150℃，氮气 20ml/min，氢气 30ml/min，空气 300ml/min。

检测器：火焰离子化检测器（FID）

理论板数：不得低于 500。

2、毛细管柱：固定相为聚苯乙烯-二乙烯苯（如 HP-PLOT Q 0.53mm×40μm×30m）

测定条件（供参考）：柱温 150℃，进样口温度 200℃，检测器温度 210℃，氮气 5ml/min，氢气 40ml/min、空气 400ml/min、分流比 5:1。

检测器：火焰离子化检测器（FID）。

理论板数：不得低于 5000。

待测物质与相邻色谱峰的分离度应大于 1.5

测定所得待测物峰面积的相对标准偏差不大于 10%

供试品溶液的制备

将供试品剪成细小颗粒，取 0.5~1.0g，精密称定，置于 20ml 顶空瓶中，加 3ml N, N 二甲基乙酰胺（DMAC）后，立即压盖密闭，振摇使完全溶解或充分溶胀。

测定法

除另有规定外，测定方法一般采用第一法；当第一法测定结果不符合规定时，应采用第二法进行复验或测定。

第一法（外标法）

对照溶液的制备 精密量取氯乙烯标准物质适量，用标准物质用的稀释溶剂稀释，配制成适宜浓度的对照溶液，取适量注入预先已加入 3ml DMAC 的 20ml 顶空瓶中（通常对照溶液的色谱峰面积与供试品中对应的色谱峰面积比值不超过 2 倍），立即压盖密闭。

取对照溶液和供试品溶液，分别置于 70℃±1℃的条件下平衡 30 分钟（如手动进样，进样器预热至相同温度）。取 1ml 瓶内气体注入气相色谱仪中，记录色谱图，测量对照溶液和供试品溶液氯乙烯的峰面积，计算。

第二法（标准曲线法）

标准曲线对照溶液的制备 精密量取氯乙烯标准物质适量，用标准物质用的稀释溶剂稀释，配制成浓度为 0.2mg/ml 的对照溶液。取 20ml 顶空瓶数个，预先各加 3ml 的 DMAC，用微量注

射器吸取 5 μ l、10 μ l、15 μ l、20 μ l、25 μ l 的对照溶液分别注入各项空瓶，立即压盖密闭，配成 1 μ g、2 μ g、3 μ g、4 μ g、5 μ g 的氯乙烯标准曲线对照溶液（必要时可根据供试品实际情况调整线性范围），分别置于 70 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C 的条件下，平衡 30 分钟（如手动进样，进样器预热至相同温度）。取 1ml 瓶内气体注入气相色谱仪中，记录色谱图，测量峰面积，绘制峰面积标准曲线。

取供试品溶液，置于 70 $^{\circ}$ C \pm 1 $^{\circ}$ C 的条件下平衡 30 分钟（如手动进样，进样器预热至相同温度）。取 1ml 瓶内气体注入气相色谱仪中，记录色谱图，根据供试品溶液中氯乙烯峰面积，从标准曲线上求得供试品中氯乙烯质量，按下式计算出供试品中氯乙烯单体含量：

$$X = \frac{m_1}{m_2}$$

式中：X——供试品中氯乙烯单体含量， μ g/g；

m_1 ——标准曲线上求出的供试品溶液中氯乙烯质量， μ g；

m_2 ——供试品质量，g。