SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2276—2009

食品接触材料　纸浆、纸和纸板 水提取液中五氯苯酚的测定 气相色谱-质谱法

Food contact materials—Paper pulp, paper and cardboard—Determination of pentachlorophenol in water extraction—GC/MS method

2009-02-20 发布　　2009-09-01 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

本标准的附录A为资料性附录。

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：中华人民共和国北京出入境检验检疫局、中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国安徽出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李红、唐树田、韩深、韩振涛、陈冒骏、杨烨、刘鹤。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

食品接触材料　纸浆、纸和纸板 水提取液中五氯苯酚的测定 气相色谱-质谱法

1　范围

本标准规定了进出口食品接触材料纸浆、纸和纸板的水提取液中五氯苯酚的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于与食品接触材料纸浆、纸和纸板的水提取液中五氯苯酚的测定。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 6682　分析实验用水规格和实验方法(GB/T 6682—2008，ISO 3696:1987，MOD)

3　原理

用碳酸钠水溶液提取试样，提取液经乙酸酐乙酰化后以正己烷提取，用配有质量选择检测器的气相色谱仪(GC/MS)选择离子监测模式测定，外标法定量。

4　试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1　正己烷：HPLC 级。

4.2　乙酸酐。

4.3　无水碳酸钠。

4.4　氯化钠。

4.5　碳酸钠溶液(0.1 mol/L 水溶液)：称取无水碳酸钠 10.6 g(精确至 0.01 g)，用水定容至 1 000 mL，摇匀。

4.6　五氯苯酚(PCP)标准对照品：纯度≥99.5%，CAS 号：[87-86-5]。

5　仪器与设备

5.1　气相色谱仪：配有质量选择检测器(MSD)。

5.2　离心机：4 000 r/min。

5.3　旋涡混匀器。

5.4　超声波发生器：工作频率 40 kHz。

5.5　可调微量移液器：100 μL～1 000 μL；500 μL～5 000 μL。

5.6　具塞塑料离心管：50 mL。

5.7　具塞容量瓶：100 mL。

6　分析步骤

6.1　迁移试验

称取 20 g 代表性样品，将其剪碎至 5 mm×5 mm 以下，混匀。称取混匀的试样 2.0 g(精确至 0.01 g)，置于 50 mL 具塞塑料离心管中，加入 40 mL 碳酸钠溶液(4.5)，超声提取 30 min，将提取液过滤至另一

个 50 mL 具塞塑料离心管中。

6.2 乙酰化

取上述滤液 20.0 mL 于 50 mL 塑料离心管中，加入 1 mL 乙酸酐，振摇 1 min，用微量取样器准确加入 5.0 mL 正己烷，再加入 1 g 氯化钠，充分振摇 1 min，以 4 000 r/min 离心 5 min，取上层清液供气相色谱-质谱仪测定。

6.3 标准储备液的制备

准确称取五氯苯酚标准对照品(4.5)100 mg(精确至 0.001g)于 100 mL 具塞容量瓶中，以碳酸钠溶液(4.6)定容至刻度，摇匀，于 4 ℃冰箱中保存备用。

6.4 标准中间液的制备

准确量取 100 μL 标准储备液(6.3)于 100 mL 具塞容量瓶中，以碳酸钠溶液(4.6)定容至刻度，摇匀，于 4 ℃冰箱中保存备用。

6.5 标准曲线的制备

分别量取 100 μL、200 μL、300 μL、500 μL、1 000 μL 标准中间液(6.4)于 50 mL 具塞塑料离心管中，加入 1 mL 乙酸酐，振摇 1 min，用微量取样器准确加入 5.0 mL 正己烷，再加入 1 g 氯化钠，充分振摇1 min，以 4 000 r/min 离心 5 min，取上层清液供气相色谱-质谱仪测定。标准工作曲线的浓度分别为 20 ng/mL、40 ng/mL、60 ng/mL、100 ng/mL、200 ng/mL。

6.6 测定

气相色谱-质谱条件：

注：由于测试结果取决于所使用仪器，因此不可能给出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，下面给出的参数证明是可行的。

a) 色谱柱：DB-5MS 30 m×0.25 mn(内径)×0.25 μm，或相当者；
b) 色谱柱温度：50 ℃保持 2 min，以 30 ℃/min 升至 220 ℃，保持 1 min，再以 6 ℃/min 升至 260 ℃，保持 1 min；
c) 进样口温度：270 ℃；
d) 色谱-质谱接口温度：260 ℃；
e) 载气：氦气，纯度≥99.999%，1.4 mL/min；
f) 电离方式：EI；
g) 电离能量：70 eV；
h) 测定方式：选择离子监测方式；
i) 进样方式：无分流进样，1.2 min 后开阀；
j) 进样量：2 μL。

6.7 气相色谱-质谱测定及阳性结果确证

分别对标准工作溶液与样液等体积进样测定，并根据样液中被测物含量情况，调整样液中被测物浓度在标准曲线(6.5)线性范围内。标准工作溶液和待测样液中乙酰化五氯苯酚的响应值均应在仪器检测的线形范围内。

如果样液与标准工作溶液的选择离子色谱图中，在相同保留时间有色谱峰出现，并且扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，而且所选择的离子丰度与标准的丰度相一致，则可判断样品中存在五氯酚。乙酰化五氯苯酚的定性、定量离子及丰度比见表 1。

表 1 乙酰化五氯苯酚定量和定性选择离子表

中文名称	特征碎片离子(m/z)	
	定　量	定　性
乙酰化五氯苯酚	266	264、268、308
	丰度比(100∶64∶63∶14)	

在上述气相色谱-质谱条件下，乙酰化五氯苯酚的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 A 中图

A.1,气相色谱-质谱图参见附录 A 中图 A.2。

7 空白试验

除不称取试样外,均按第 6 章分析步骤进行空白试验。

8 结果计算

试样中五氯苯酚含量按式(1)计算,结果表示到小数点后两位:

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \times \frac{V_1}{V_2} \times 10^{-3} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中:

X_i——试样中五氯苯酚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i——样液中乙酰化五氯苯酚的峰面积;

c_i——标准工作液中五氯苯酚的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V——正己烷提取液的体积,单位为毫升(mL);

A_{is}——标准工作液中乙酰化五氯苯酚的峰面积;

m——称取试样的质量,单位为克(g);

V_1——量取滤液的体积,单位为毫升(mL);

V_2——加入浸泡液的体积,单位为毫升(mL)。

9 测定低限

本方法五氯苯酚的测定低限为 0.02 mg/L。

10 回收率

本方法的回收率见表 2。

表 2 回收率范围

添加水平/(mg/kg)	回收率范围/%	相对标准偏差 RSD/%
0.02	90.60～117.55	10.04
0.04	85.75～113.12	12.55
0.10	86.65～110.24	8.67

11 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

附　录　A
（资料性附录）
乙酰化五氯苯酚色谱图及质谱图

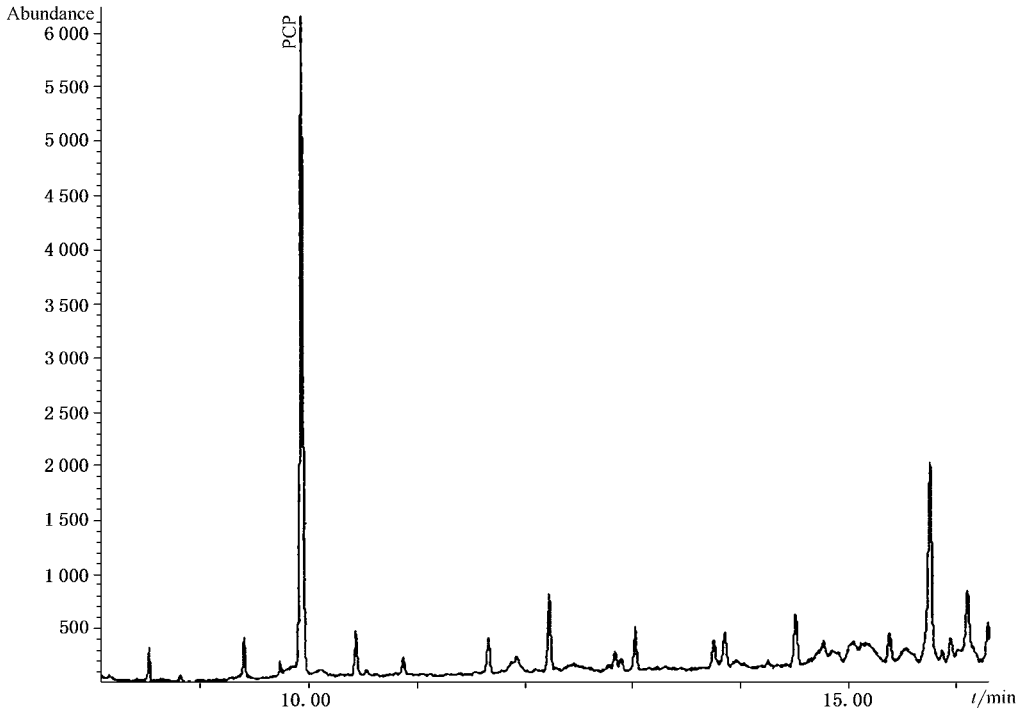


图 A.1　乙酰化五氯苯酚的选择离子气相色谱-质谱色谱图

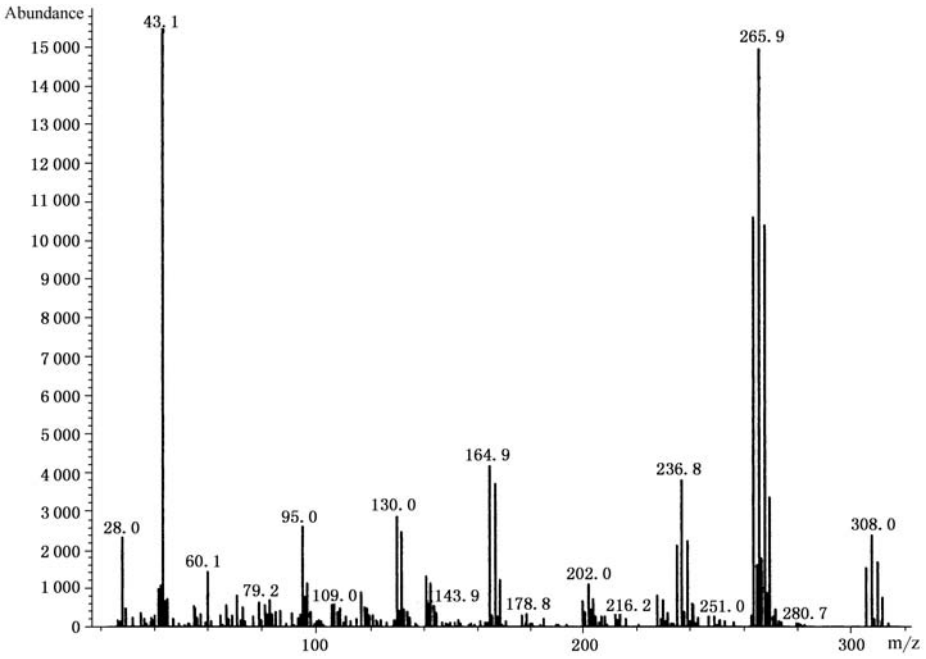


图 A.2　乙酰化五氯苯酚的气相色谱-质谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
**食品接触材料 纸浆、纸和纸板
水提取液中五氯苯酚的测定
气相色谱-质谱法**
SN/T 2276—2009
*
中 国 标 准 出 版 社 出 版
北京复兴门外三里河北街 16 号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009 年 5 月第一版 2009 年 5 月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·2-19661 定价 16.00 元

