SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2277—2009

食品接触材料
复合包装袋中二氨基甲苯的测定
气相色谱-质谱法

Food contact materials—Determination of diaminomethylbezen for packaging material—Gas chromatography/mass spectrometry

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

中华人民共和国出入境检验检疫
行　业　标　准
食品接触材料
复合包装袋中二氨基甲苯的测定
气相色谱-质谱法
SN/T 2277—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 0.5　字数 8 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:155066·2-19662　定价 14.00 元

前　言

本标准附录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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙忠松、李杰、王境堂、王建华、高永刚。

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
复合包装袋中二氨基甲苯的测定
气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了复合包装袋中二氨基甲苯的气相色谱质谱测定方法。

本标准适用于复合包装袋中二氨基甲苯的测定。

2 原理

试样中二氨基甲苯用沸水浸出，将浸出液冷却后过聚苯乙烯/二乙烯苯固相萃取柱，被填料吸附的二氨基甲苯与七氟丁酸酐进行柱上衍生化反应，用叔丁基甲醚洗脱，供GC-MS进行测定。

3 试剂和材料

除有特殊说明以外，所用试剂均为分析纯，水为去离子水。

3.1 叔丁基甲醚。

3.2 七氟丁酸酐：$C_8F_{14}O_3$，纯度≥98%。

3.3 乙酸乙酯。

3.4 丙酮。

3.5 甲醇。

3.6 磷酸氢二钾水溶液：0.5 mol/L。取86克磷酸氢二钾，用水溶解后，定容至1 000 mL。

3.7 二氨基甲苯标准物质(2,4-diaminotoluene)：CAS号为：95-80-7；纯度≥99%。

3.8 二氨基甲苯标准储备溶液：准确称取二氨基甲苯25.0 mg(4.7)于25 mL容量瓶中，加入少量甲醇(4.5)溶解后，用水定容至刻度，4 ℃保存备用。

3.9 二氨基甲苯标准中间溶液：准确移取1 mL储备溶液(4.8)于100 mL容量瓶中，用水定容到刻度，4 ℃保存备用。

3.10 二氨基甲苯标准工作溶液：吸取适量标准中间溶液(4.9)于100 mL容量瓶中，用水配制成不同浓度的标准工作液。

3.11 聚苯乙烯/二乙烯苯固相萃取柱：100 mg，6 mL，或相当者。

4 仪器与设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪：配电子轰击电离(EI)源。

4.2 固相萃取装置。

4.3 烘箱。

5 分析步骤

5.1 迁移试验

5.1.1 未装过食品的包装袋：用蒸馏水洗三次，淋干，按2 mL/cm^{2}计算装入蒸馏水，热封口。

5.1.2 装过食品的包装袋：剪口，将食品全部移出，用清水冲至无污物，再用蒸馏水冲洗三次，淋干按2 mL/cm^{2}计算装入蒸馏水，热封口。

5.1.3 将上述5.1.1或5.1.2热封口后的包装袋，置于预先调至100 ℃±5 ℃烘箱内，恒温60 min，取出自然放冷至室温，剪开封口，将水移入干燥的烧杯中，以磷酸氢二钾水溶液调节pH值至12备用。

5.2 衍生过程

依次以乙酸乙酯、丙酮与甲醇各5 mL活化固相萃取柱，取50 mL水样以10 mL/min～15 mL/min的流速过柱，再将固相萃取小柱除水5 min。取200 μL七氟丁酸酐加在固相萃取柱上，进行柱上衍生化30 min，用10 mL叔丁基甲醚(4.1)洗脱，控制流速小于等于2 mL/min。收集全部洗脱液于50 mL浓缩瓶中，于40 ℃水浴中浓缩至近干。用叔丁基甲醚(4.1)溶解并定容至2.0 mL，再加入2 mL的磷酸氢二钾水溶液洗两次，取叔丁基甲醚层，以供气相色谱-质谱仪测定。

5.3 气相色谱-质谱条件

5.3.1 气相色谱条件

a) 色谱柱：HP-5MS，30.0 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm，或相当者；
b) 载气：He，纯度为≥99.999%；
c) 载气流速：0.6 mL/min；
d) 进样口温度：180 ℃；
e) 进样量：1 μL；
f) 进样方式：不分流进样，1.0 min后开阀；
g) 柱温：初始温度为60 ℃保持2 min，以15 ℃/min程序升温至240 ℃保持10 min。

5.3.2 质谱条件

a) EI源温度：250 ℃；
b) 四极杆温度：150 ℃；
c) 传输线温度：280 ℃；
d) 离子化方式：EI；
e) 离子化电压：70 eV；
f) 溶剂延迟：4.0 min；
g) 选择特征监测离子(m/z)：见表1。

表1 二氨基甲苯衍生产物选择特征监测离子

中文名称	定量离子		定性离子1		定性离子2		定性离子3	
二氨基甲苯衍生产物	质荷比	相对丰度	质荷比	相对丰度	质荷比	相对丰度	质荷比	相对丰度
	514	100	345	57.80	495	29.39	317	15.40

5.4 气相色谱-质谱检测及确证

根据样品中被测物含量情况，选定浓度相近的标准工作溶液，进行柱上衍生化，并对其与样品浸提液的衍生化产物提取液进行等体积进样测定，标准工作溶液和待测样液中二氨基甲苯的衍生化产物响应值均应在仪器检测的线性范围内。

在样液与标准工作溶液的衍生化产物选择离子色谱图中，如果有相同保留时间的色谱峰出现，在扣除背景后的样品质谱图中，所选离子均出现，并且选择离子的丰度比与标准工作溶液的衍生化产物对应离子的丰度比值在允许范围内(允许范围见表2)。在6.3条件下，七氟丁酰化二氨基甲苯保留时间为12.24 min，其气相色谱-质谱总离子流色谱图和全扫描质谱图参见附录A中图A.1和图A.2。

表2 使用定性气相色谱-质谱时相对离子丰度最大容许误差

相对丰度(基峰)/%	>50	>20～50	>10～20	≤10
GC-MS相对离子丰度最大允许误差/%	±10	±15	±20	±50

5.5 结果计算

试样中二氨基甲苯含量按式(1)计算。

$$X = \frac{c \times A \times V_s}{A_s \times V} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X——试样中二氨基甲苯含量，单位为毫克每升(mg/L)；

c——标准溶液的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；

A——样液中二氨基甲苯衍生产物的峰面积；

V_s——标准溶液的过柱体积，单位为毫升(mL)；

A_s——标准溶液中二氨基甲苯衍生产物的峰面积；

V——样液的过柱体积，单位为毫升(mL)。

5.6 方法测定低限与精密度

5.6.1 测定低限

本方法的测定低限为 0.000 5 mg/L($S/N \geqslant 10$)。

5.6.2 精密度

在重复性条件下，获得两次独立测试结果绝对值的相对标准偏差≤10%。

5.7 回收率

回收率为 80%～99%。

SN/T 2277—2009

附 录 A
（资料性附录）
七氟丁酰化二氨基甲苯的气相色谱-质谱总离子流色谱图和全扫描质谱图

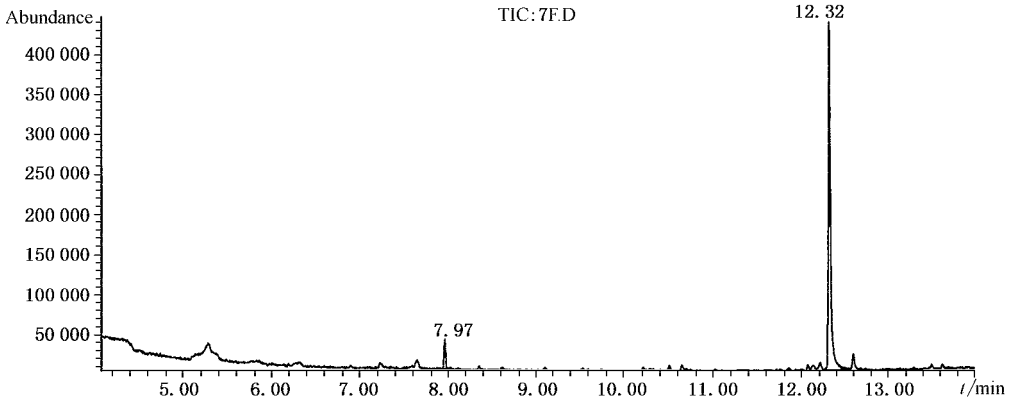


图 A.1 七氟丁酰化二氨基甲苯的气相色谱-质谱总离子流色谱图

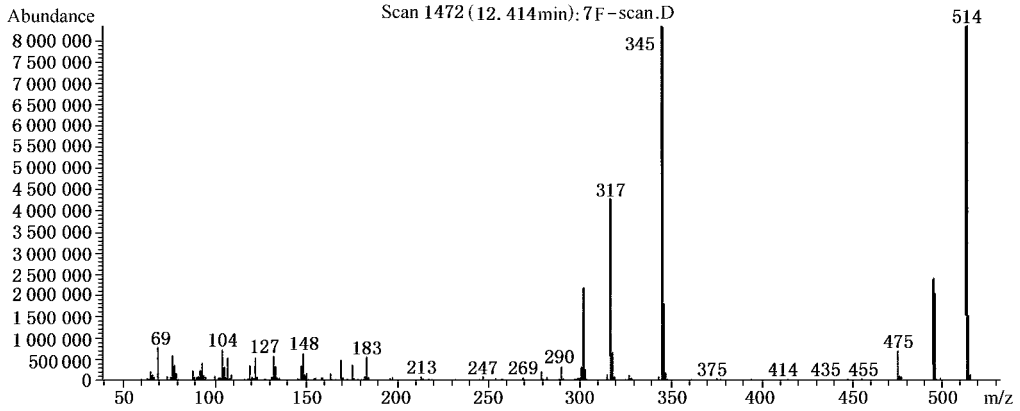


图 A.2 七氟丁酰化二氨基甲苯气相色谱-质谱全扫描质谱图

SN/T 2277-2009

书号：155066 • 2-19662

定价： 14.00 元