SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2828—2011

出口食品接触材料　木质材料
软木中杂酚油的溶出测定
气相色谱-质谱法

Food contact materials for export—Wood materials—Determination of cresol in cork—Gas chromatography-mass spectrometry method

2011-02-25 发布　　2011-07-01 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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙忠松、王境堂、张清智、王新、张文浩。

出口食品接触材料　木质材料
软木中杂酚油的溶出测定
气相色谱-质谱法

1　范围

本标准规定了木质食品接触材料软木中杂酚油的气相色谱-质谱测定方法。

本标准适用于木质食品接触材料软木中杂酚油的测定。

2　规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682　分析实验室用水规格和试验方法

3　方法原理

用无水乙醇在索氏(Soxhlet)抽提器中对试样中的杂酚油进行提取，将提取液浓缩定容。提取液过0.45 μm有机系微空滤膜后，用气相色谱/质谱联用仪(GC-MS)测定。

4　试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为去离子水，符合GB/T 6682要求。

4.1　无水乙醇。

4.2　正己烷。

4.3　杂酚油标准品：纯度均不低于98%，见附录A。

4.4　标准储备液：分别准确称取25.0 mg的杂酚油标准品(4.3)于25 mL容量瓶中，用无水乙醇(4.1)定容，此标准储备液浓度为1 000 μg/mL。

4.5　标准工作液：用无水乙醇(4.1)逐级稀释成0.05 μg/mL、0.1 μg/mL、0.5 μg/mL、1 μg/mL、5 μg/mL的系列标准工作液。

4.6　有机系微空滤膜：孔径0.45 μm。

注：标准储备液在0 ℃～4 ℃冰箱中保存有效期6个月。

5　仪器与设备

5.1　气相色谱/质谱联用仪。

5.2　索氏抽提器：150 mL，参见附录B。

5.3　旋转蒸发器。

5.4　切割研磨机。

5.5　分析天平：感量0.1 mg。

6 试样制备

取至少 100 g 样品，用切割研磨机(5.4)将样品切割并研磨成粒径不超过 1 mm 的粉末，充分混匀并贮存于密闭容器中，避光保存。

7 测定步骤

7.1 提取

用分析天平(5.5)准确称取 2 g(精确至 1 mg)试样于 150 mL 索氏抽提器(5.2)的纸筒中，在圆底烧瓶中加入 80 mL 无水乙醇(4.1)，80 ℃～95 ℃进行 4 h 提取，1 h 内回流次数不少于 4 次。冷却后，用旋转蒸发器(5.3)50 ℃旋转蒸发，直到剩下约 5 mL，用无水乙醇转移定容至 10 mL，试液经有机系滤膜(4.7)过滤后，待气相色谱-质谱测定。

7.2 测定

7.2.1 气相色谱-质谱工作条件

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。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的：

a) 色谱柱：HP-INNOWax 石英毛细管柱 30 m×0.25 mm×0.25 μm，或相当者；
b) 载气：He，纯度为≥99.999%；
c) 程序升温：初温 80 ℃，保持 2 min；以 10 ℃/min 程序升温至 240 ℃，保持 15 min；
d) 进样口温度：260 ℃；
e) 进样方式：不分流进样，1 min 后开阀；
f) 进样量：1 μL；
g) 质谱接口温度：280 ℃；
h) 离子化方式：电子电离源(EI)，离子源温度：230 ℃；
i) 离子化电压：70 eV；
j) 测定方式：选择离子监测(SIM)，见表 1。

表 1 9 种杂酚化合物的保留时间和特征离子

序号	名称	保留时间 min	选择离子 m/z	丰度比
1	2,3-二甲基苯酚	10.48	107,122,77,121	100∶80∶29∶27
2	邻甲基苯酚	11.12	108,107,79,77	100∶92∶44∶42
3	2-乙基苯酚	11.59	107,122,77,79	100∶39∶18∶9
4	2,4-二甲基苯酚	11.69	107,122,121,77	100∶88∶50∶29
5	对甲基苯酚	11.74	107,108,77,79	100∶86∶27∶20
6	间甲基苯酚	11.80	108,107,79,77	100∶95∶35∶32
7	2,6-二甲基苯酚	12.23	122,107,121,77	100∶92∶33∶29
8	4-乙基苯酚	12.45	107,122,77,108	100∶25∶23∶7
9	4-丙基苯酚	13.20	107,136,77,108	100∶24∶8∶7
注：选择离子中的数字带下划线的为定量离子。				

7.2.2 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，按 7.2.1 相同条件下，分别对标准工作液与样液等体积参插进样测定。标准工作溶液和待测样液中目标物的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选离子均出现，并且其丰度比与标准品的丰度比值在允许范围内（允许范围见表 2），则可判定样品中存在相应的目标物。

表 2 气相色谱-质谱定性确证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

注：在上述气相色谱-质谱条件下，9 种杂酚油标准物的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 B。

7.3 结果计算

样品中每种杂酚油的含量按式(1)计算：

$$X_i = \frac{c_{i,s} \times A_i \times V}{A_{i,s} \times m} \quad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X_i ——试样中杂酚油 i 的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

$c_{i,s}$ ——标准工作溶液中杂酚油 i 的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

A_i ——样液中杂酚油 i 的峰面积；

V ——样液定容体积，单位为毫升(mL)；

$A_{i,s}$ ——标准工作溶液中杂酚油 i 的峰面积；

m ——试样质量，单位为克(g)。

8 测定低限和精密度

8.1 精密度

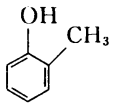
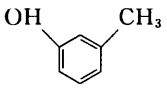
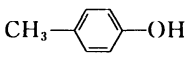
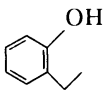
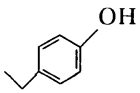
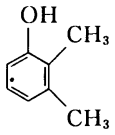
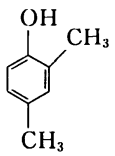
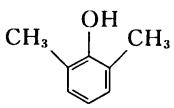
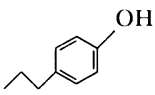
在重复性条件下，获得两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

8.2 测定低限

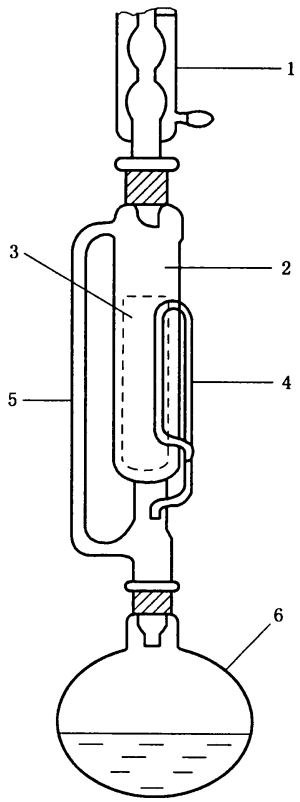
本方法测定低限为 0.5 mg/kg。

附 录 A
（规范性附录）
9种杂酚化合物

表 A.1 9种杂酚化合物

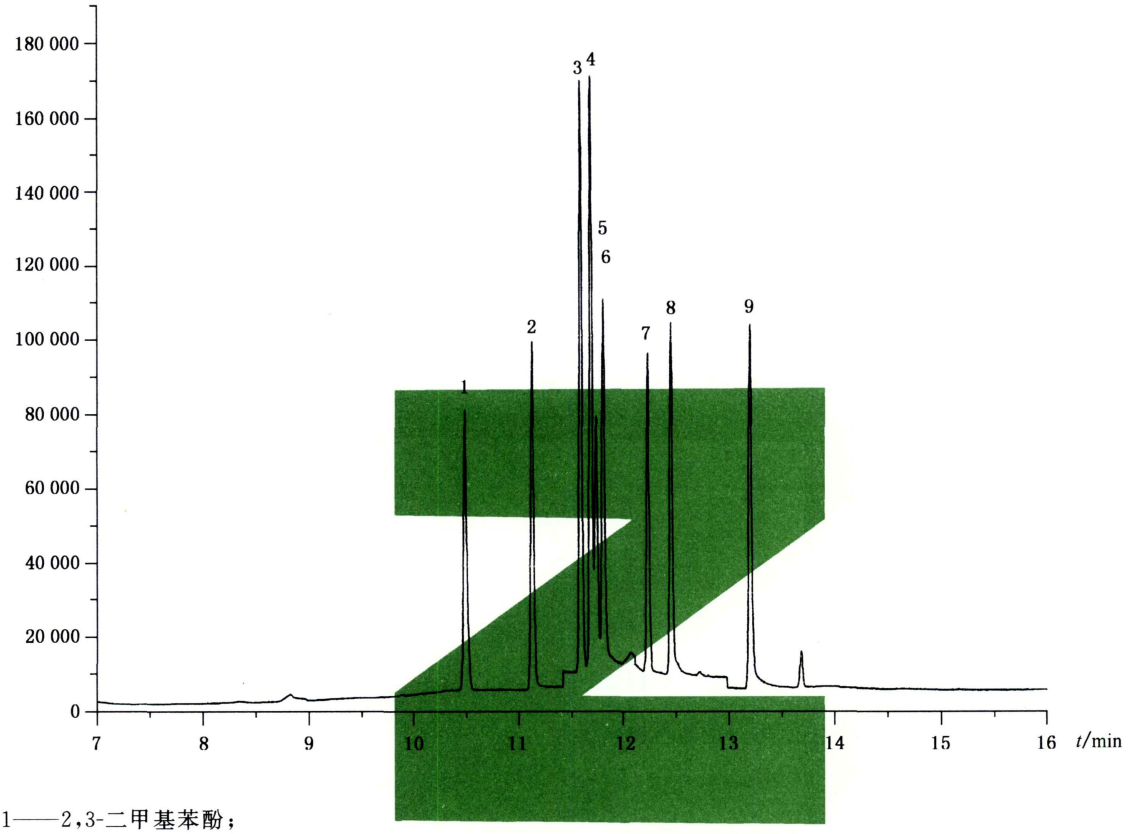
序号	中文名称	英文名称	CAS编号	化学结构式	化学分子式
1	邻甲基苯酚	*o*-methylphenol	95-48-7		C_7H_8O
2	间甲基苯酚	*m*-methylphenol	108-39-4		C_7H_8O
3	对甲基苯酚	*p*-mehtylphenol	106-44-5		C_7H_8O
4	2-乙基苯酚	2-ethylphenol	90-00-6		$C_8H_{10}O$
5	4-乙基苯酚	4-ethylphenol	123-07-9		$C_8H_{10}O$
6	2,3-二甲基苯酚	2,3-dimethylphenol	526-75-0		$C_8H_{10}O$
7	2,4-二甲基苯酚	2,4-dimethylphenol	15-67-9		$C_8H_{10}O$
8	2,6-二甲基苯酚	2,6-dimethylphenol	576-26-1		$C_8H_{10}O$
9	4-丙基苯酚	4-propylphenol	645-56-7		$C_9H_{12}O$

附 录 B
（资料性附录）
索氏抽提器装置图



1——冷凝器；
2——提取器；
3——样品纸筒；
4——虹吸管；
5——连接管；
6——圆底烧瓶。

图 B.1 索氏抽提器装置图



1——2,3-二甲基苯酚；
2——邻甲基苯酚；
3——2-乙基苯酚；
4——2,4-二甲基苯酚；
5——对甲基苯酚；
6——间甲基苯酚；
7——2,6-二甲基苯酚；
8——4-乙基苯酚；
9——4-丙基苯酚。

图 B.2　9 种杂酚化合物的选择离子监测图