



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4068—2014

食品接触材料 再生纤维素薄膜材料 涂层中溶剂残留量的测定 顶空-气相色谱/质谱法

Food contact materials—Regenerated cellulose film—
Determination of solvent residue in coating—
Headspace-gas chromatography-mass spectrometry

2014-11-19 发布

2015-05-01 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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李丹、许志钦、卓锦雪、王云玉、周明辉、刘莹峰、肖前、翟翠萍、郑建国。

食品接触材料 再生纤维素薄膜材料 涂层中溶剂残留量的测定 顶空-气相色谱/质谱法

1 范围

本标准规定了再生纤维素薄膜材料涂层中溶剂残留量的顶空-气相色谱/质谱测定方法。

本标准适用于与食品接触的再生纤维素薄膜材料的涂层中 18 种溶剂残留量的测定。18 种溶剂的英文名称和化学文摘编号见附录 A。

2 原理

采用顶空-气相色谱/质谱法对样品进行测定。根据各目标物的保留时间及质谱图定性,外标法定量。

3 试剂

3.1 三乙酸甘油酯:分析纯,纯度 $\geq 99.5\%$ 。

3.2 乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸异丙酯、乙酸丁酯、乙酸异丁酯、乙醇、正丙醇、异丙醇、正丁醇、2-丁醇、丙酮、丁酮(甲乙酮)、甲基异丁基酮、四氢呋喃、甲苯、环己烷、乙二醇丁醚、乙二醇丁醚醋酸酯:标准品,纯度 $\geq 99\%$ 。

3.3 标准贮备液:分别准确称取标准品 1 g(精确至 0.1 mg),置于 25 mL 容量瓶内,用三乙酸甘油酯稀释至刻度,充分摇匀。该贮备液中各组分浓度为 40 000 mg/L。

3.4 标准工作溶液:将标准贮备液用三乙酸甘油酯分别稀释 2 倍、5 倍、10 倍、20 倍,与标准贮备液一起,构成一组浓度分别为 2 000 mg/L、4 000 mg/L、8 000 mg/L、20 000 mg/L、40 000 mg/L 的标准工作溶液系列。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪(GC-MS):带电子轰击电离源(EI)。

4.2 顶空自动进样器,带 20 mL 顶空进样瓶。

4.3 天平:感量 0.1 mg。

5 分析步骤

5.1 制样

取 100 cm² 有代表性的样品作为试料,剪成 1 cm×2 cm 大小的条形碎片,放入顶空进样瓶内(尽量与瓶底呈垂直状态,使纸条立于瓶内)。用微量进样器向瓶内壁加入 10 μ L 三乙酸甘油酯(避免与样品

接触),立即用压盖器封好瓶口,待测定。

5.2 空白试验

除不加样品外,其他步骤同 5.1。

5.3 测定

5.3.1 顶空-气相色谱/质谱测定参考条件

参见附录 B。

5.3.2 标准工作曲线

将标准工作溶液各取 10 μL ,分别加入 5 个顶空进样瓶的底部,立即用压盖器密封好瓶口。按浓度从低到高的顺序,依次进行顶空-气相色谱/质谱测定。以顶空瓶内各组分的质量(20 μg 、40 μg 、80 μg 、200 μg 、400 μg)为横坐标,相对应的响应值为纵坐标,进行线性回归,绘制标准曲线。

5.3.3 顶空-气相色谱/质谱测定及阳性结果确证

用标准工作曲线对样品中的各组分进行校准,样品中各组分的响应值均应在仪器检测的线性范围内。

根据总离子流色谱图(参见附录 C)中色谱峰的保留时间和特征碎片离子及其丰度比进行阳性结果确证。如果试料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,则根据选择离子的种类和丰度比对其进行确证。

6 结果计算

6.1 单种溶剂残留量的计算

按式(1)计算样品中单种溶剂残留量:

$$X_i = \frac{m_{i1} - m_{i0}}{10S} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_i ——样品中单种溶剂残留量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

m_{i1} ——从校准曲线计算得出的样品中单种残留溶剂的质量,单位为微克(μg);

m_{i0} ——从校准曲线计算得出的空白样中单种残留溶剂的质量,单位为微克(μg);

10 ——单位由微克每平方厘米换算为毫克每平方分米的系数;

S ——试样面积,单位为平方厘米(cm^2)。

6.2 涂层中总溶剂残留量的计算

按式(2)计算样品中总溶剂残留量:

$$X = \sum X_i \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——样品中总溶剂残留量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

X_i ——样品中单种溶剂残留量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留 3 位有效数字。

7 测定低限

18 种溶剂残留量的测定低限见表 1。

表 1 18 种溶剂残留量的测定低限

序号	组分名称	测定低限/(mg/dm ²)
1	环己烷	0.01
2	丙酮	0.01
3	四氢呋喃	0.02
4	乙酸乙酯	0.01
5	乙酸异丙酯	0.01
6	丁酮	0.01
7	异丙醇	0.01
8	乙醇	0.02
9	乙酸丙酯	0.01
10	甲基异丁基酮	0.01
11	乙酸异丁酯	0.01
12	2-丁醇	0.01
13	正丙醇	0.02
14	甲苯	0.005
15	乙酸丁酯	0.01
16	正丁醇	0.02
17	乙二醇丁醚	0.02
18	乙二醇丁醚醋酸酯	0.02

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(规范性附录)

18 种溶剂的中文名称、英文名称和化学文摘编号

18 种溶剂的中文名称、英文名称和化学文摘编号(CAS 编号)见表 A.1。

表 A.1 18 种溶剂的中文名称、英文名称和化学文摘编号

序号	中文名称	英文名称	CAS 编号
1	环己烷	cyclohexane	110-82-7
2	丙酮	acetone	67-64-1
3	四氢呋喃	tetrahydrofuran	109-99-9
4	乙酸乙酯	ethyl acetate	141-78-6
5	乙酸异丙酯	isopropyl acetate	108-21-4
6	丁酮	methyl ethyl ketone	78-93-3
7	异丙醇	2-propanol	67-63-0
8	乙醇	ethanol	64-17-5
9	乙酸丙酯	propyl acetate	109-60-4
10	甲基异丁基酮	methyl isobutyl ketone	108-10-1
11	乙酸异丁酯	isobutyl acetate	110-19-0
12	2-丁醇	2-butanol	78-92-2
13	正丙醇	1-propanol	71-23-8
14	甲苯	toluene	108-88-3
15	乙酸丁酯	butyl acetate	123-86-4
16	正丁醇	1-butanol	71-36-3
17	乙二醇丁醚	ethyleneglycol monobutyl ether	111-76-2
18	乙二醇丁醚醋酸酯	ethyleneglycol monobutyl ether acetate	112-07-2

附 录 B

(资料性附录)

顶空-气相色谱/质谱(HS-GC/MS)测定参考条件

B.1 顶空条件

B.1.1 平衡温度:120 ℃。

B.1.2 平衡时间:45 min。

B.1.3 传输线温度:160 ℃。

B.1.4 定量环温度:170 ℃。

B.2 GC/MS 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 HS-GC/MS 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,下列给出的参数证明是可行的:

- a) 色谱柱:固定相聚乙二醇,60 m(柱长)×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚)。
- b) 进样口温度:250 ℃;分流比:5:1。
- c) 载气:氦气,纯度≥99.999%;控制方式:恒流;流量:1.0 mL/min。
- d) 色谱-质谱接口温度:260 ℃。
- e) 柱温:初始温度 40 ℃,保持 5 min;以 10 ℃/min 速率升至 250 ℃,保持 5 min。
- f) 离子源温度:230 ℃。
- g) 四级杆温度:150 ℃。
- h) 溶剂延迟:为保护质谱仪灯丝,在 19 min 后关闭质谱仪灯丝。
- i) 质量扫描方式:全扫描(SCAN 模式)和离子监测(SIM 模式)。
- j) SIM 模式下质量采集参数:见表 B.1。

表 B.1 SIM 模式下质量采集参数

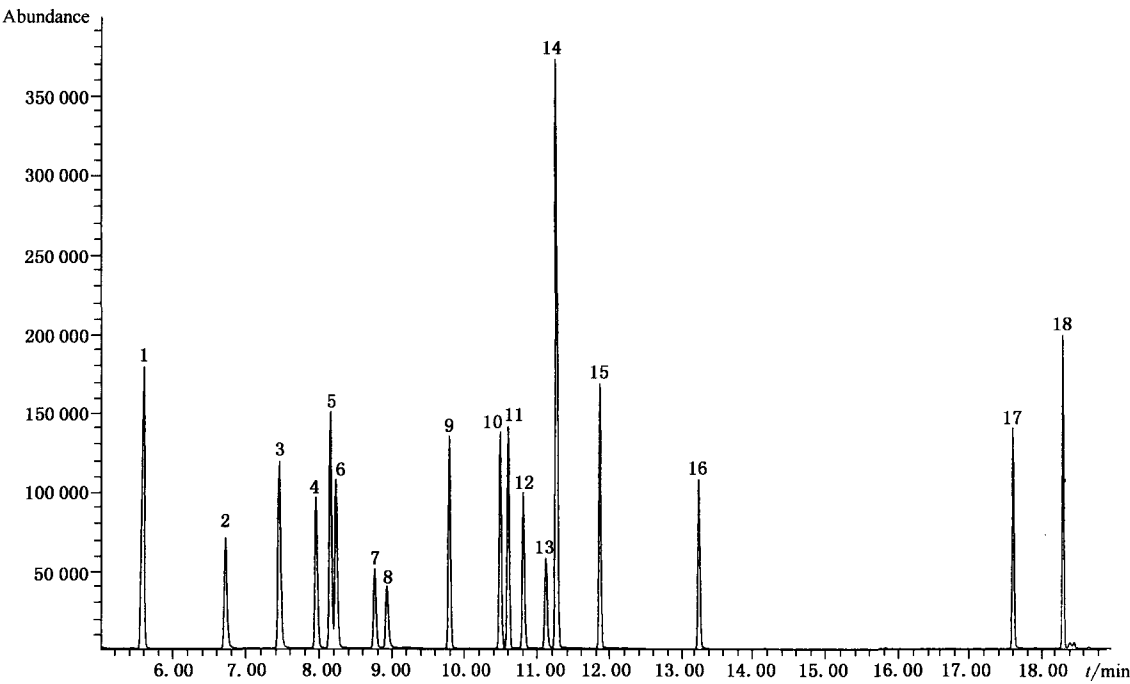
序号	组分名称	监测离子(m/z)	离子丰度比
1	环己烷	41,56,69,84*	7:10:2:7
2	丙酮	43*,58	3:2
3	四氢呋喃	41,42*,71,72	4:10:3:4
4	乙酸乙酯	43*,61,70,88	10:2:1:1
5	乙酸异丙酯	43*,61,87	10:2:1
6	丁酮	43*,57,72	10:1:3
7	异丙醇	45*,59	30:1
8	乙醇	31*,45	2:1
9	乙酸丙酯	43*,61,73	10:3:2
10	甲基异丁基酮	43*,58,85,100	10:3:1:1
11	乙酸异丁酯	43*,56,73	10:2:1

表 B.1 (续)

序号	组分名称	监测离子(m/z)	离子丰度比
12	2-丁醇	45*, 59	5 : 1
13	正丙醇	31*, 42, 59	10 : 1 : 1
14	甲苯	91*, 92	5 : 4
15	乙酸丁酯	43*, 56, 61, 73	10 : 4 : 1 : 1
16	正丁醇	31, 41, 56*	10 : 9 : 10
17	乙二醇丁醚	45, 57*, 87, 100	4 : 10 : 2 : 1
18	乙二醇丁醚醋酸酯	43*, 57, 87, 100	10 : 7 : 3 : 1
注：表中带*者为定量离子。			

附 录 C
(资料性附录)
标准溶液的总离子流色谱图

标准溶液的总离子流色谱图见图 C.1。



注：图中各数字对应的色谱峰所代表的组分同表 A.1,各组分的质量为 400 μg 。

图 C.1 标准溶液的总离子流色谱图