



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3550—2013

食品接触材料 纸、再生纤维材料 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双 (二乙基氨基)二苯酮的测定 气相色谱-质谱法

Food contact materials—Paper, regenerated fibre—Determination of 4,4'-bis
(dimethylamino)-benzophenone and 4,4'-bis(diethylamino)-benzophenone—
Gas chromatography-mass spectrometry

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

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：中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：雷美康、彭芳、许菲菲、杨兰花、韩超、王栋。

食品接触材料 纸、再生纤维材料
4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双
(二乙基氨基)二苯酮的测定
气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了与食品接触的纸和再生纤维材料中 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮气相色谱-质谱仪的测定方法。

本标准适用于与食品接触的纸和再生纤维材料中 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮的测定。

2 方法提要

样品采用含三乙胺的乙醇溶液经超声提取,提取液经弗洛里硅土固相萃取柱净化,用气相色谱-质谱仪测定,外标法定量。

3 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯。

3.1 乙醇:色谱纯。

3.2 三乙胺:色谱纯。

3.3 乙酸乙酯:色谱纯。

3.4 标准品:4,4'-双(二甲氨基)二苯酮,CAS 号为 90-94-8,相对分子质量为 268.35,纯度大于等于 98%。

3.5 标准品:4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮,CAS 号为 90-93-7,相对分子质量为 324.46,纯度大于等于 98%。

3.6 标准储备液:准确称取适量的 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮标准品(精确至 0.1 mg),用乙醇(3.1)配制成浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备溶液,在 0℃~4℃下避光保存。

3.7 标准中间溶液:移取适量体积的标准储备液(3.6)用乙酸乙酯(3.3)配制成浓度为 10 μg/mL 的标准中间溶液,在 0℃~4℃下避光保存。

3.8 标准工作溶液的配制:移取适量的标准中间溶液(3.7),用乙酸乙酯(3.3)逐级稀释成所需浓度的混合标准工作溶液,在 0℃~4℃下避光保存。

3.9 弗洛里硅土固相萃取柱:100 mg,6 mL。使用前用 5 mL 乙酸乙酯活化。

3.10 滤膜:有机相,0.45 μm。

4 仪器

4.1 气相色谱-质谱仪:配电子轰击离子源(EI)。

- 4.2 真空旋转蒸发仪:配 150 mL 鸡心瓶。
- 4.3 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 4.4 超声波发生器。
- 4.5 氮吹仪。
- 4.6 具塞碘量瓶:250 mL。
- 4.7 涡旋振荡器。
- 4.8 带刻度离心管。

5 试样

取有代表性样品约 100 g,剪成约 1 cm×1 cm 的碎片,混匀并做好标识,于常温干燥处密封保存。

6 分析步骤

6.1 提取

称取 2 g 试样(精确至 0.01 g)于 250 mL 具塞碘量瓶中,加入 50 mL 乙醇(3.1)和 0.5 mL 三乙胺(3.2),置于超声波发生器中超声提取 15 min,充分振荡后,将提取液转移至 150 mL 鸡心瓶中,用 20 mL 乙醇分 3 次冲洗试样残渣,合并冲洗溶液于鸡心瓶中。在 55 °C 水浴中旋转蒸发至干,残渣用 4 mL 乙酸乙酯(3.3)涡旋振荡溶解,待净化。

6.2 净化

将待净化溶液(6.1)转移至已活化的固相萃取柱(3.9)中,用 2 mL 乙酸乙酯洗涤容器中残留物,并移至固相萃取柱中,收集流出液于离心管中;最后用 3 mL 乙酸乙酯淋洗,一并收集于离心管中,在 50 °C 下用氮吹浓缩至 2 mL 以下,用乙酸乙酯定容至 2.0 mL,过滤膜(3.10),待测。

6.3 测定

6.3.1 气相色谱条件

气相色谱条件如下:

- a) 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径),膜厚 0.25 μm,HP-5-MS 石英毛细管柱,或相当者;
- b) 柱温:70 °C 保持 2 min,以 20 °C/min 速率升至 285 °C,保持 12 min;
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 载气:氮气,纯度不低于 99.999 %;
- e) 流速为 1.0 mL/min;
- f) 进样量:1 μL;
- g) 进样方式:不分流,1.0 min 打开分流阀。

6.3.2 质谱条件

质谱条件如下:

- a) 离子源:电子轰击离子源(EI);
- b) 扫描方式:选择离子监测方式(SIM);
- c) 离子源温度:230 °C;
- d) GC-MS 接口温度:285 °C;

e) 电离能量:70 eV。

6.3.3 定性测定

按气相色谱-质谱条件测定待测液和标准工作溶液。如果待测液中的色谱峰保留时间与标准工作溶液一致(偏差在±2.5%之内),且在扣除背景后,所有特征离子均出现,同时特征离子的相对丰度与浓度相当的标准工作溶液的相对丰度相一致,相对丰度偏差不得超过表 1 的规定,则可判断待测液中存在目标化合物。

4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮的全扫描总离子流色谱图 and 全扫描质谱图参见附录 A,特征离子和定量离子参见附录 B。

表 1 气相色谱-质谱定性相对离子丰度最大允许误差

相对离子丰度/%	≥50	>20~50	>10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

6.3.4 定量测定

在仪器最佳工作条件下,根据样液中待测物的含量,选定浓度相近的标准工作溶液,对标准工作溶液和样液等体积参插进样测定,采用外标法进行定量,试样中待测物的响应值应在仪器检测的线性范围内,若其响应值超过线性范围,可调整定容体积使之满足测定要求。

6.3.5 空白试验

不加试样,随同试样做空白试验。

7 结果计算

试样中待测物的含量按式(1)计算。

$$X = \frac{(c_x - c_0) \times V}{m}$$

.....(1)

式中:

X—— 试样中 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮或 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_x—— 从工作曲线查得的待测液中 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮或 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

c₀—— 从工作曲线查得的空白溶液中 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮或 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V—— 待测液的定容体积,单位为毫升(mL);

m—— 试料质量,单位为克(g)。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示,保留两位有效数字。

8 测定低限

本方法对 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮的测定低限均为 0.1 mg/kg。

9 重复性

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

附录 A

(资料性附录)

标准品全扫描总离子流色谱图 and 全扫描质谱图

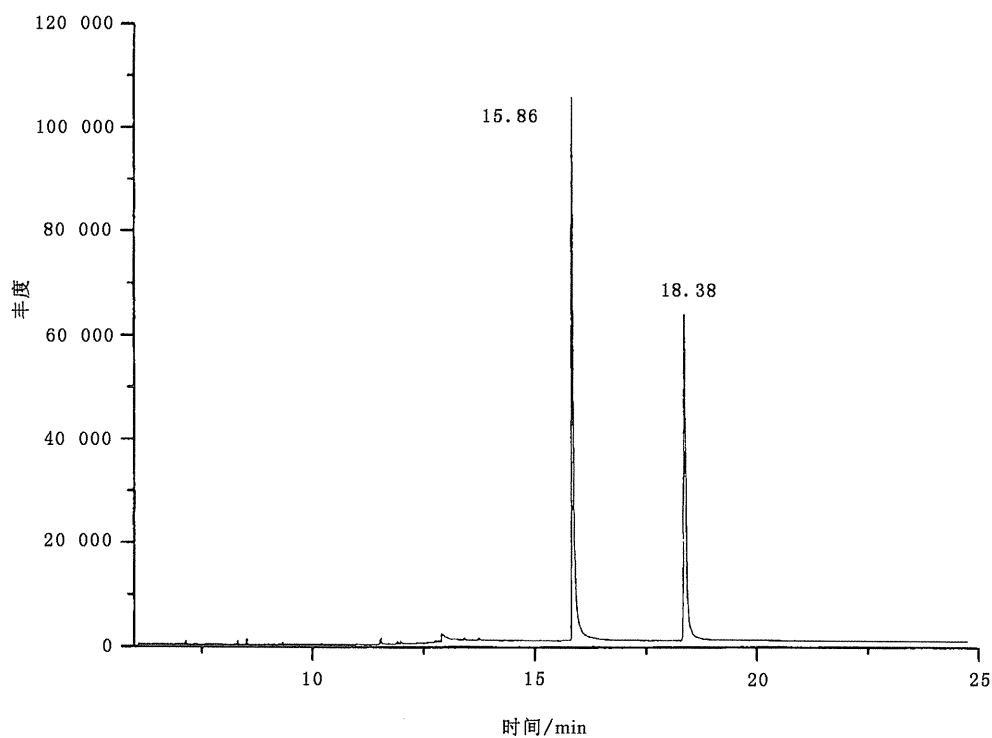


图 A.1 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮(15.86 min)和 4,4'-双(二乙氨基)二苯酮(18.38 min)

总离子流色谱图

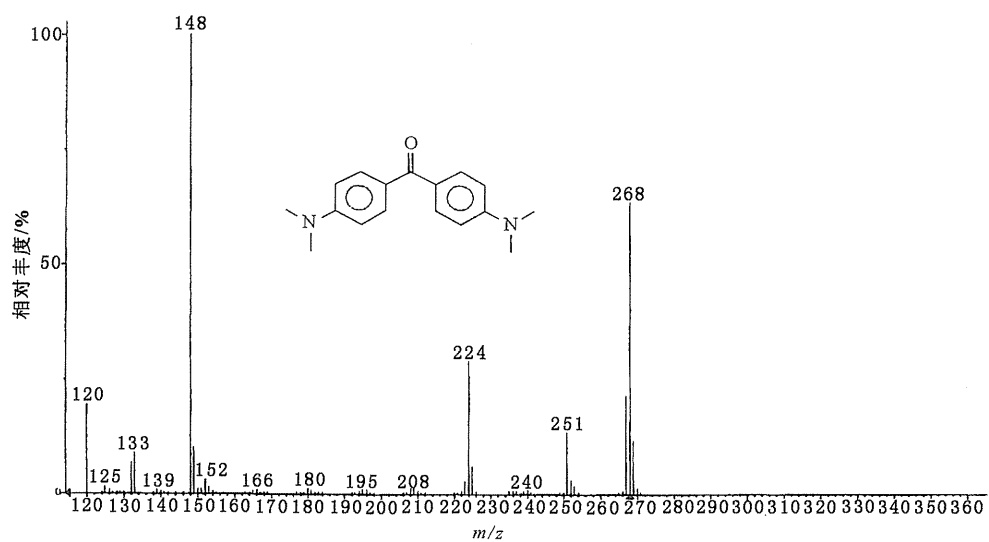


图 A.2 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮全扫描质谱图

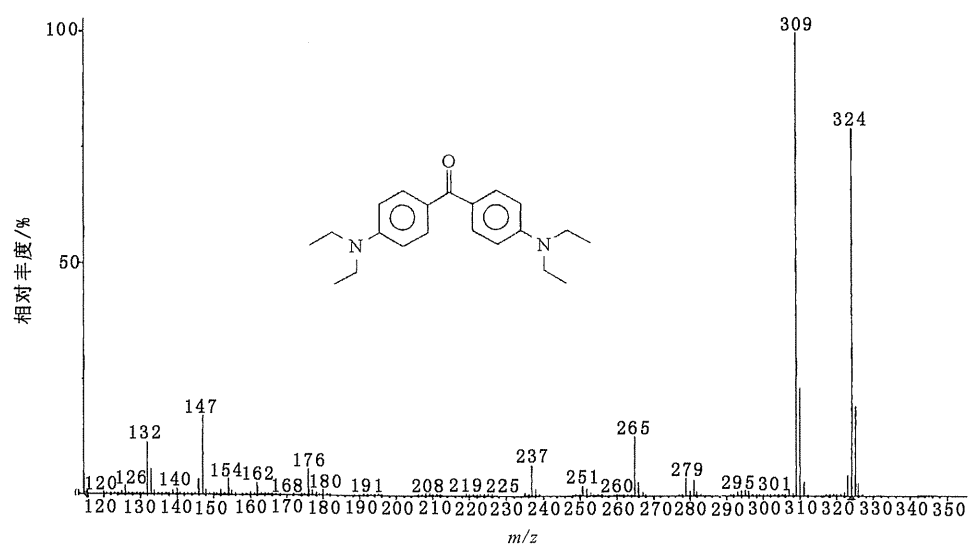


图 A.3 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮全扫描质谱图

附 录 B
(资料性附录)

4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮特征离子和定量离子

表 B.1 4,4'-双(二甲氨基)二苯酮和 4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮特征离子和定量离子

序号	化合物名称	特征离子	定量离子
1	4,4'-双(二甲氨基)二苯酮	148、268、224、251	148
2	4,4'-双(二乙基氨基)二苯酮	309、324、265、237	309