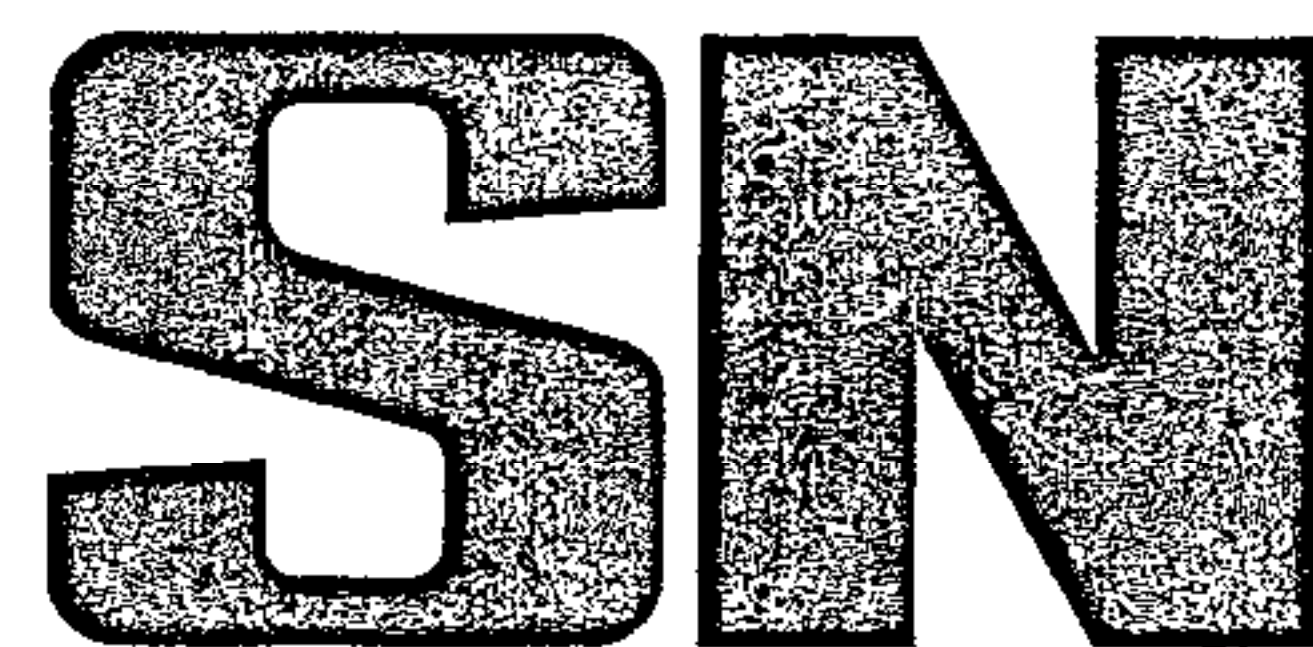




中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3940—2014

食品接触材料 木质材料 软木中 三氯苯甲醚和三溴苯甲醚的测定 气相色谱-质谱法

Food contact materials—Wood—Dertermination of 2,4,6-chloroanisole and
2,4,6-tribromoanisole in cork—
Gas chromatography-mass spectrometry method

2014-04-09 发布

2014-11-01 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：中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：唐熙、林华、唐泓、姜晓黎、梁鸣、李小晶、陈佳敏。

食品接触材料 木质材料 软木中 三氯苯甲醚和三溴苯甲醚的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了软木中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的气相色谱-质谱检测方法。
本标准适用于由软木制成的食品接触材料中 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的测定。

2 方法提要

采用甲醇对试样进行超声波提取,提取液经 *N*-丙基乙二胺(PSA)固相萃取柱净化,用气相色谱-质谱仪(GC-MS)测定和确证,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。

3.1 甲醇。

3.2 2,4,6-三氯苯甲醚标准品: CAS 号 87-40-1, 纯度大于或等于 99.0%。

3.3 2,4,6-三溴苯甲醚标准品: CAS 号 607-99-8, 纯度大于或等于 99.0%。

3.4 标准储备溶液: 分别准确称取 2,4,6-三氯苯甲醚(3.2)和 2,4,6-三溴苯甲醚标准品(3.3)(精确至 0.1 mg), 用甲醇溶解, 配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备溶液。

3.5 标准工作溶液: 吸取适量的 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚标准储备溶液(3.4), 用甲醇稀释成浓度为 0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.15 mg/L、0.20 mg/L 的标准工作溶液。

3.6 固相萃取柱: *N*-丙基乙二胺(PSA), (1 g/6 mL) 或相当者。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱仪: 配电子轰击离子源(EI)。

4.2 电子天平: 感量 0.1 mg 和 1 mg。

4.3 超声波发生器: 功率 500 W。

4.4 氮吹仪。

5 试样制备

取代表性样品 10 g, 将其制成粒径约为 5 mm 的颗粒, 混匀。

6 分析步骤

6.1 提取

称取 1 g~2 g 的试料, 精确到 1 mg。将称好的试料放入具塞三角瓶中。用 20 mL 甲醇, 超声萃取

20 min, 滤出提取液;再用 15 mL 甲醇超声 15 min。合并两次提取液,用氮吹仪浓缩至 5 mL 待净化。

6.2 净化

用 5 mL 甲醇活化 PSA 小柱。将提取液转移至已活化的 PSA 小柱,控制流速为每秒 1 滴~2 滴;用 2 mL 甲醇洗涤容器中残留物,并移至 PSA 小柱;最后用 5 mL 甲醇淋洗 PSA 小柱。收集洗脱液,用氮吹仪浓缩至近干,用甲醇定容至 2 mL,制成待测液供气相色谱-质谱联用仪测定。

6.3 气相色谱/质谱工作条件

6.3.1 气相色谱工作条件:

- 色谱柱:30 m×0.25 mm(外径)×0.25 μm(膜厚),HP-5 MS 石英毛细管柱或相当者;
- 升温程序:初始柱温 70 °C,保持 0.5 min;以 10 °C/min 升温至 200 °C,保持 2 min;再以 15 °C/min 升温至 280 °C,保持 5 min;
- 载气:氮气,纯度≥99.999%;
- 流速:1.0 mL/min;
- 进样口温度:280 °C;
- 进样方式:分流进样,分流比 5:1;
- 进样量:1 μL;
- 色谱-质谱接口温度:280 °C。

6.3.2 质谱工作条件:

- 离子源温度:230 °C;
- 电离方式:EI;
- 电离能量:70 eV;
- 测定方式:选择离子监测;
- 溶剂延迟:3 min。

注:上述工作条件是典型的,可根据不同仪器特点,对给定工作条件作适当调整,以获得最佳效果。

6.4 测定

6.4.1 定性

按气相色谱/质谱条件(6.3)对 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚标准工作溶液(3.5)及待测液进行测定。如果待测液中的色谱峰保留时间与标准工作溶液一致(变化范围在±2.5%之内);待测液中目标化合物的选择离子丰度比(见表 1)与标准工作溶液的丰度比一致,相对丰度偏差不超过表 1 的规定,则可判断待测液中存在目标化合物。2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的选择离子参见附录 A;选择离子色谱图参见附录 B。

表 1 相对丰度的最大允许偏差

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

6.4.2 定量

按气相色谱/质谱条件(6.3)对浓度分别为 0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.15 mg/L、0.20 mg/L 的标准工作溶液(3.5)进行工作曲线的绘制,以待测物定量离子提取色谱峰面积为纵坐标,

待测物浓度为横坐标进行线性回归。样品溶液中待测物的响应值均应在仪器测定的线性范围内,若超出线性范围,则应用甲醇稀释到线性范围所包含的浓度。

6.5 空白试验

除不加试样外,按 6.1~6.4 步骤进行空白实验。

7 结果计算

$$X = \frac{(c_x - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——试样中 2,4,6-三氯苯甲醚或 2,4,6-三溴苯甲醚的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_x ——从工作曲线查得的待测液中 2,4,6-三氯苯甲醚或 2,4,6-三溴苯甲醚的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

c_0 ——从工作曲线查得空白溶液中 2,4,6-三氯苯甲醚或 2,4,6-三溴苯甲醚的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

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)。

8 方法的测定低限

2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的测定低限均为 0.05 mg/kg。

9 重复性

以两次平行测定结果的平均值作为测定结果,两次平行测定结果的相对标准偏差不大于 10%。

附 录 A
(资料性附录)

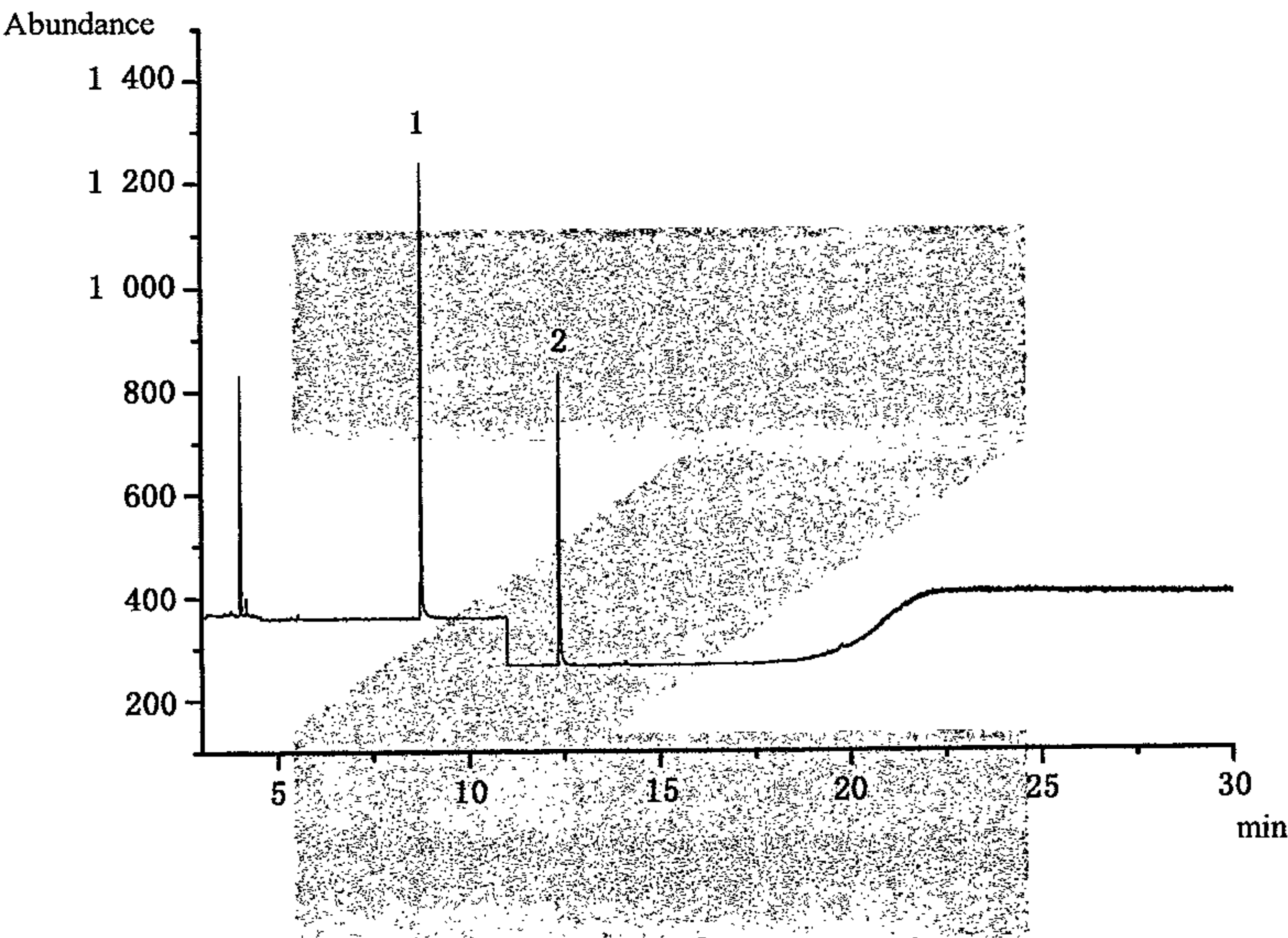
2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的相对分子质量,定性、定量离子

表 A.1 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的相对分子质量,定性、定量离子

化合物	相对分子质量	定性离子	定量离子
2,4,6-三氯苯甲醚	211.5	210,195,167	195
2,4,6-三溴苯甲醚	344.8	344,329,301	344

附录 B
(资料性附录)

2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的选择离子色谱图



说明：
1——2,4,6-三氯苯甲醚；
2——2,4,6-三溴苯甲醚。

图 B.1 2,4,6-三氯苯甲醚和 2,4,6-三溴苯甲醚的选择离子色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
食品接触材料 木质材料 软木中
三氯苯甲醚和三溴苯甲醚的测定
气相色谱-质谱法
SN/T 3940—2014

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

网址 www.spc.net.cn

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
2014 年 12 月第一版 2014 年 12 月第一次印刷
印数 1—1 300

*

书号: 155066 · 2-27510



SN/T 3940-2014