

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3387—2012

食品接触材料 高分子材料 食品模拟 物中 2-(*N,N*-二甲基氨基)乙醇的测定 气相色谱法

Food contact materials—Polymer—
Determination of dimethylaminoethanol in food simulants—
Gas chromatography

2012-12-12 发布

2013-07-01 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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、常州进出口工业及消费品安全检测中心。

本标准主要起草人：钱苏华、徐炎、商贵芹、高翔、陈明。

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇的测定 气相色谱法

1 范围

本标准规定了食品模拟物中 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇的气相色谱测定方法。

本标准适用于水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液三种水基食品模拟物和橄榄油中 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇含量的测定。

水基食品模拟物中 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇的测定低限为 2.2 mg/L,橄榄油中 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇的测定低限为 2.2 mg/kg。

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

GB/T 23296.1—2009 食品接触材料 塑料中受限制物质 塑料中物质向食品及食品模拟物特定迁移试验和含量测定方法以及食品模拟物暴露条件选择指南

3 原理

食品模拟物中的 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇通过强/阳离子交换固相萃取柱吸附,经三乙胺甲醇溶液洗脱,在色谱柱中与内标物二乙基氨基乙醇及其他组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,以内标法定量。

4 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

- 4.1 2-(N,N-二甲基氨基)乙醇(DMAE)标准品:纯度大于 99.0%。
- 4.2 二乙基氨基乙醇(DEAE)标准品:纯度大于 99.0%。
- 4.3 冰醋酸。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 精制橄榄油,应符合 GB/T 23296.1—2009 中附录 B 的要求。
- 4.6 甲醇:色谱纯。
- 4.7 异丙醇:色谱纯。
- 4.8 正戊烷:纯度大于 95%。
- 4.9 三乙胺:纯度大于 99%。
- 4.10 3%(质量浓度)乙酸溶液:称取 30 g(精确至 0.1 g)冰醋酸(4.3)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

- 4.11 10%(体积分数)乙醇溶液:量取 100 mL 无水乙醇(4.4)于 1 L 容量瓶中,用水定容。
- 4.12 5%(体积分数)三乙胺的甲醇溶液:量取 2.5 mL 三乙胺(4.9)于 50 mL 容量瓶中,用甲醇定容。
- 4.13 2-(*N,N*-二甲基氨基)乙醇(DMAE)的标准储备液(2.22 mg/mL):准确称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)DMAE(4.1)于 100 mL 容量瓶中,用异丙醇(4.7)定容。根据实际加入的 DMAE 质量,计算所得溶液中 DMAE 的实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。溶液应避光保存,温度为-20℃~20℃,有效期为 3 个月。
- 4.14 2-(*N,N*-二甲基氨基)乙醇(DMAE)的标准中间溶液(0.222 mg/mL):移取 2.5 mL DMAE 标准储备液(4.13)于 25 mL 容量瓶中,用异丙醇(4.7)定容。计算溶液中 DMAE 的实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。溶液应避光保存,温度为-20℃~20℃,有效期为 3 个月。
- 4.15 二乙基氨基乙醇(DEAE)的标准储备液(2.22 mg/mL):准确称取 0.2 g(精确至 0.000 1 g)DEAE(4.2)于 100 mL 容量瓶中,用异丙醇(4.7)定容。根据实际加入的 DEAE 质量,计算所得溶液中 DEAE 的实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。溶液应避光保存,温度为-20℃~20℃,有效期为 3 个月。
- 4.16 二乙基氨基乙醇(DEAE)的标准中间溶液(0.222 mg/mL):移取 2.5 mL DEAE 标准储备液(4.15)于 25 mL 容量瓶中,用异丙醇(4.7)定容。计算溶液中 DEAE 的实际浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。溶液应避光保存,温度为-20℃~20℃,有效期为 3 个月。

5 仪器与设备

- 5.1 气相色谱仪,配有氢火焰离子化检测器。
- 5.2 固相萃取柱:填充 100 mg 强阳离子交换剂(丙基磺酸),容积为 3 mL。
- 5.3 振荡器:往复式。
- 5.4 微量注射器:10 μ L、50 μ L、1 000 μ L。
- 5.5 分析天平:感量 0.000 1 g、0.1 g。

6 试液的制备

6.1 食品模拟物试液的制备

6.1.1 总则

食品模拟物试液按照 GB/T 23296.1—2009 的要求从迁移试验中获取,在 0℃~4℃冰箱中避光保存。

6.1.2 水基食品模拟物试液的制备

移取 10 mL 从迁移试验中获得的水基食品模拟物于 25 mL 锥形瓶中,加入 0.5 mL 内标中间溶液(4.16)和 0.2 mL 冰醋酸(4.3),使溶液 pH 值在 2~3 范围内。如果食品模拟物为 3%(质量浓度)乙酸溶液(4.10),则不需要 0.2 mL 冰醋酸。

依次加入 2 mL 甲醇、2 mL 水活化固相萃取柱(5.2)。将酸化的食品模拟物过柱萃取,流速为 1 mL/min~2 mL/min。分别用 1 mL 水和 1 mL 甲醇洗涤萃取柱,并用真空泵抽干。用 1 mL 三乙胺的甲醇溶液(4.12)以 1 mL/min~2 mL/min 的速度进行洗脱,用 2 mL 的进样瓶收集洗脱液,供气相色谱进样分析。平行制样两份。

6.1.3 橄榄油试液的制备

称取 10.0 g $\pm$ 0.1 g 从迁移试验中获得的橄榄油介质食品模拟物至 25 mL 锥形瓶中,加入 0.5 mL

内标中间溶液(4.16)并混匀。将上述溶液转移至 250 mL 的分液漏斗,再加入 20 mL 正戊烷(4.8)和 50 mL 3%(质量浓度)乙酸溶液,混匀。于振荡器上振荡 10 min,静置待两相分离。将下层液体转移至固相萃取柱中,按 6.1.2 第二段所述方式过柱萃取。平行制样两份。

6.2 空白试液的制备

按 6.1 所述方法处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

6.3 食品模拟物介质标准工作溶液配制

6.3.1 水基食品模拟物标准工作溶液

分别移取 10 mL 水基食品模拟物(水,3%乙酸溶液或 10%乙醇溶液)于 6 个 25 mL 锥形瓶中,再分别加入 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.0 mL 和 2.0 mL DMAE 标准中间溶液(4.14),按 6.1.2“加入 0.5 mL 内标中间溶液(4.16)……供气相色谱进样分析”操作。

上述所配制的水基食品模拟物介质标准工作溶液的浓度大约分别为 0 mg/L、2.2 mg/L、11.0 mg/L、16.5 mg/L、22.0 mg/L、44.0 mg/L,内标 DEAE 的浓度为 11.0 mg/L。

计算所配制的标准溶液中 DMAE 的实际浓度。

6.3.2 橄榄油介质标准工作溶液

分别称取 $10.0\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ 橄榄油于 6 个 25 mL 锥形瓶中,分别加入 0 mL、0.10 mL、0.50 mL、0.75 mL、1.0 mL 和 2.0 mL DMAE 标准中间溶液(4.14),按 6.1.3“加入 0.5 mL 内标中间溶液(4.16)……供气相色谱进样分析”操作。

上述所配制的橄榄油介质标准工作溶液的浓度大约分别为 0 mg/kg、2.2 mg/kg、11.0 mg/kg、16.5 mg/kg、22.0 mg/kg、44.0 mg/kg,内标 DEAE 的浓度为 11.0 mg/kg。

计算所配制的标准溶液中 DMAE 的实际浓度。

7 测定

7.1 色谱参考条件

7.1.1 色谱柱:HP-INNOWAX 色谱柱,30 m×0.32 mm(内径)×0.5 μm,或相当者。

7.1.2 进样口温度:250 ℃。

7.1.3 检测器温度:260 ℃。

7.1.4 柱温箱:40 ℃下恒温 3 min,以 10 ℃/min 升至 130 ℃,恒温 1 min,再以 50 ℃/min 升至 230 ℃。

7.1.5 载气:氮气。

7.1.6 柱流速:1.7 mL/min。

7.1.7 进样量:1 μL。

7.1.8 进样模式:不分流进样,0.75 min 后开阀。

7.2 绘制标准工作曲线

按照 7.1 所列测定条件,依次将标准工作溶液(6.3)进样测定。以标准溶液中 DMAE 浓度为横坐标,单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);以对应的 DMAE/DEAE 峰面积比值为纵坐标,绘制标准曲线。标准色谱图参见附录 A。

按式(1)计算回归参数:

$$y = a \times x + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

y ——DMAE/DEAE 的峰面积比值；

a ——回归曲线的斜率；

x ——标准工作溶液中 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇的浓度，单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg)；

b ——回归曲线的截距。

标准曲线的相关系数应不小于 0.996。

7.3 试液的测定

将空白试液(6.2)和食品模拟物试液(6.1)依次进样，扣除空白值，得到 DMAE/DEAE 的峰面积比值。

8 结果计算

8.1 食品模拟物试液中 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇浓度的计算

食品模拟物试液中 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇的浓度 c 按式(2)计算：

$$c = \frac{y - b}{a} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

c ——食品模拟液中 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇的浓度，单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg)；

y ——DMAE/DEAE 的峰面积比值；

b ——回归曲线的截距；

a ——回归曲线的斜率。

8.2 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇特定迁移量的转换计算

由 8.1 得到的食品模拟物试液中 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇浓度，根据迁移试验中所使用的食品模拟物的体积和测试试样与食品模拟物接触面积，按 GB/T 23296.1—2009 的第 13 章的要求，计算出 2-(N,N -二甲基氨基)乙醇的特定迁移量。

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。

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)

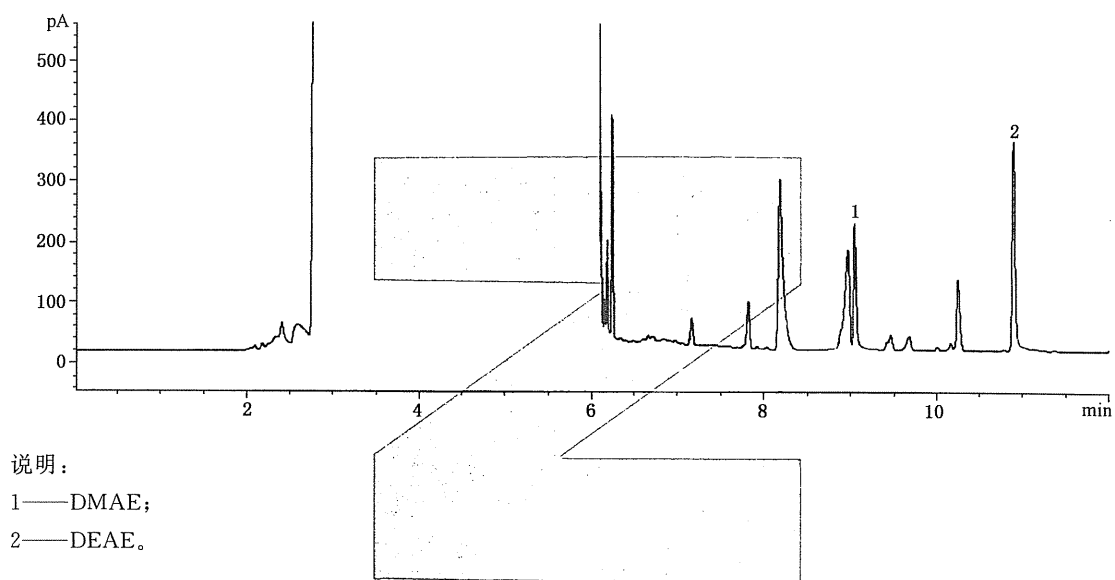
食品模拟液中 2-(*N,N*-二甲基氨基)乙醇标准色谱图

图 A.1 水中 DMAE 标准色谱图

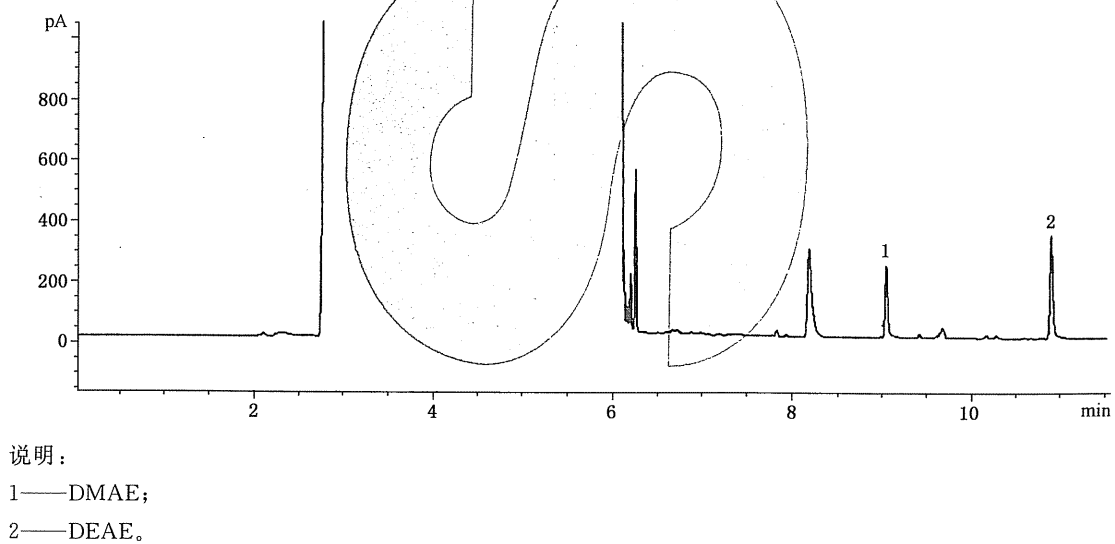
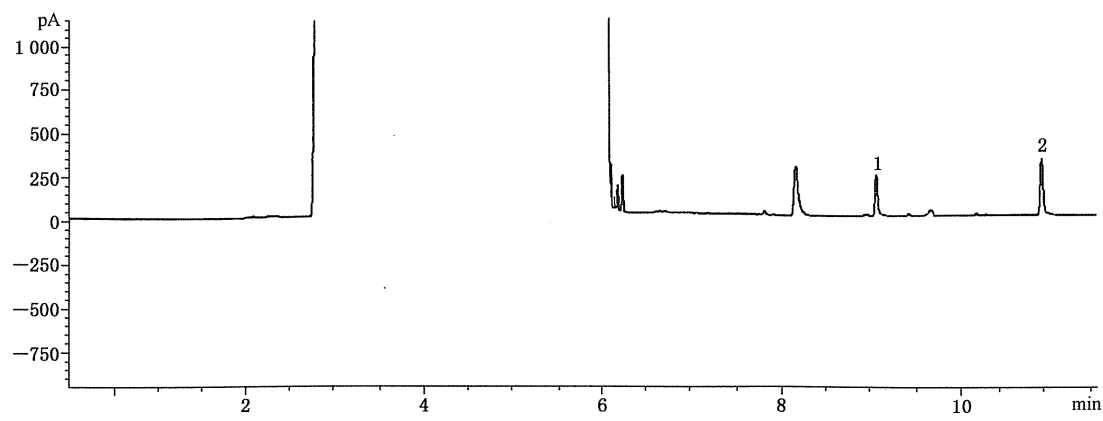
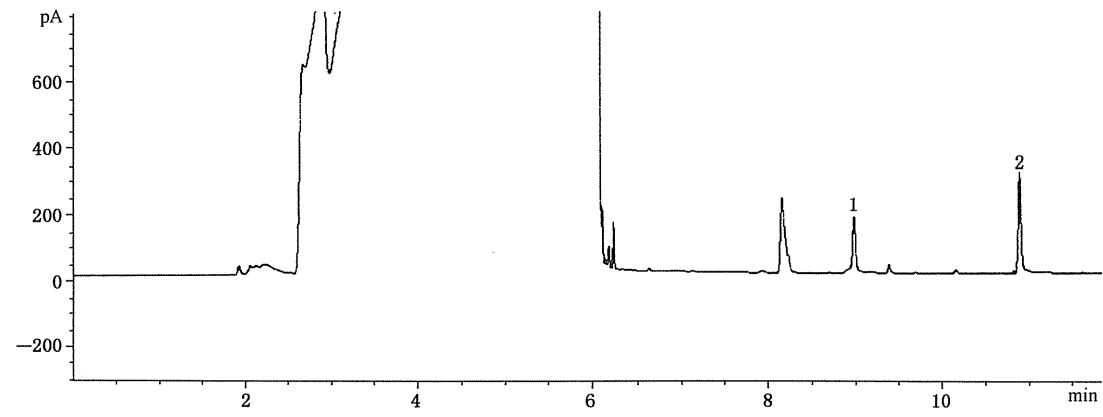


图 A.2 10%(体积分数)乙醇溶液中 DMAE 标准色谱图



说明：
1——DMAE；
2——DEAE。

图 A.3 3%(质量浓度)乙酸溶液中 DMAE 标准色谱图



说明：
1——DMAE；
2——DEAE。

图 A.4 橄榄油中 DMAE 标准色谱图