



# 中华人民共和国国家标准

GB 31604.23—2016

---

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

复合食品接触材料中二氨基甲苯的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

---

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.119—2003《复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定》。

本标准与 GB/T 5009.119—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 复合食品接触材料中二氨基甲苯的测定”;
- 修改了迁移试验条件;
- 修改了衍生试剂的选择;
- 修改了色谱柱的选择;
- 增加了气相色谱-质谱法。

# 食品安全国家标准

## 食品接触材料及制品

### 复合食品接触材料中二氨基甲苯的测定

#### 1 范围

本标准规定了复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定方法。  
本标准适用于复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定。

#### 第一法 气相色谱法

#### 2 原理

试样中二氨基甲苯用4%乙酸溶液浸出,将浸出液冷却后,在碱性条件下经二氯甲烷提取后,加七氟丁酸酐衍生化,然后将衍生物注入带有电子捕获检测器的气相色谱仪测定,以保留时间定性,外标法定量。

#### 3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为GB/T 6682规定的三级水。

##### 3.1 试剂

- 3.1.1 二氯甲烷( $\text{CH}_2\text{Cl}_2$ ):色谱纯。
- 3.1.2 叔丁基甲醚( $\text{C}_5\text{H}_{12}\text{O}$ ):色谱纯。
- 3.1.3 七氟丁酸酐( $\text{C}_8\text{F}_{14}\text{O}_3$ ):色谱纯。
- 3.1.4 无水硫酸钠( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ )。
- 3.1.5 氯化钠( $\text{NaCl}$ )。
- 3.1.6 冰乙酸( $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ )。
- 3.1.7 氢氧化钠( $\text{NaOH}$ )。

##### 3.2 试剂配制

- 3.2.1 乙酸溶液(4%):称取40 g冰乙酸溶于960 mL水中。
- 3.2.2 碳酸氢钠溶液(20 g/L):称取2 g碳酸氢钠溶于水中,定容至100 mL。
- 3.2.3 氢氧化钠溶液(500 g/L):称取50 g氢氧化钠溶于水中,定容至100 mL。

##### 3.3 标准品

2,4-二氨基甲苯( $\text{C}_7\text{H}_{10}\text{N}_2$ ,CAS号:95-80-7),纯度 $\geq 99\%$ 。或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 二氨基甲苯标准储备溶液:称取二氨基甲苯 10 mg(精确至 0.01 mg)于 50 mL 小烧杯中,加二氯甲烷溶解,用二氯甲烷转移到 100 mL 容量瓶中,定容,混匀,于 4 °C 保存,其中二氨基甲苯的质量浓度为 100  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

3.4.2 二氨基甲苯标准工作溶液:吸取标准储备溶液 0.50 mL 于 50 mL 容量瓶中,用二氯甲烷定容至刻度,混匀,于 4 °C 保存,其中二氨基甲苯的质量浓度为 1  $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

## 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:带电子捕获检测器。

4.2 分析天平:感量为 0.01 mg 和 0.01 g。

4.3 氮吹仪。

4.4 pH 计:精度为 0.1。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

5.1.1 未装过食品的包装袋:用水洗 3 次,淋干,按 2 mL/cm<sup>2</sup> 计算装入乙酸溶液,热封口。

5.1.2 装过食品的包装袋:剪口,将食品全部移出,用清水冲至无污物,再用水冲洗 3 次,淋干后按 2 mL/cm<sup>2</sup> 计算装入乙酸溶液,热封口。

### 5.2 迁移试验

将上述 5.1.1 或 5.1.2 热封口后的包装袋(使用温度为 60 °C~120 °C),置于预先调至 120 °C $\pm$ 5 °C 的烘箱内,恒温 40 min,取出自然放冷至室温,剪开封口,将提取液移入干燥的烧杯中备用。

使用温度低于 60 °C 的包装袋,置于预先调至 60 °C $\pm$ 5 °C 的烘箱内,恒温 2 h,取出自然放冷至室温,剪开封口,将水移入干燥的烧杯中备用。

### 5.3 衍生过程

量取试样 50.0 mL,置于分液漏斗中,用氢氧化钠溶液调节 pH 为 8.0,混匀,再加入 10 g 氯化钠混匀,然后用 10 mL 二氯甲烷分别萃取两次,每次萃取 5 min,静置 10 min。合并两次萃取液,经无水硫酸钠脱水后在 40 °C 下氮吹至近干,加入 2 mL 二氯甲烷,混匀,再加入 100  $\mu\text{L}$  七氟丁酸酐,轻轻混匀,置于室温下进行衍生化反应 15 min。

将上述反应液移入 60 mL 分液漏斗中,用 2 mL 二氯甲烷分数次洗净浓缩瓶,洗液并入分液漏斗中,加入 5 mL 碳酸氢钠溶液,轻轻摇动 2 min,静置 5 min,将二氯甲烷层移入到 10 mL 试管中,在 40 °C 下氮吹至近干,用叔丁基甲醚溶解并定容至 5.00 mL,注入气相色谱仪分析。

### 5.4 二氨基甲苯标准测定液的制备

分别吸取适量的二氨基甲苯工作液,加入 100  $\mu\text{L}$  七氟丁酸酐,轻轻混匀,置于室温下进行衍生化反应 15 min。将上述反应液移入 60 mL 分液漏斗中,用 2 mL 二氯甲烷分数次洗净浓缩瓶,洗液并入分液漏斗中,加入 5 mL 碳酸氢钠溶液,轻轻摇动 2 min,静置 5 min,将二氯甲烷层移入到 10 mL 试管中,在 40 °C 下氮吹至近干,用叔丁基甲醚溶解并定容至 5 mL。

## 5.5 气相色谱参考条件

- a) 色谱柱: HP-5 MS, 柱长 30 m, 内径 0.25 mm, 膜厚 0.25  $\mu\text{m}$  或同等性能的色谱柱;
- b) 柱温度程序: 初始温度 60  $^{\circ}\text{C}$  保持 2 min, 以 15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温至 240  $^{\circ}\text{C}$ , 保持 5 min;
- c) 进样口温度: 200  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 载气: 氮气, 纯度  $\geq 99.999\%$ , 1.0 mL/min; 尾吹气, 30 mL/min;
- e) 检测器: 电子捕获检测器 (ECD), 温度 300  $^{\circ}\text{C}$ ;
- f) 进样方式: 不分流进样;
- g) 进样量: 1.0  $\mu\text{L}$ 。

## 5.6 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱仪中, 色谱图见图 A.1, 得到峰高或峰面积, 以标准工作液的浓度为横坐标, 以色谱峰高或峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。根据标准曲线得到待测液中二氨基甲苯的浓度。

## 6 分析结果的表述

试样中二氨基甲苯的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times 1\,000} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- $X$  ——试样中二氨基甲苯的含量, 单位为毫克每升 (mg/L);
- $\rho$  ——由标准曲线求得试样溶液中二氨基甲苯的浓度, 单位为微克每毫升 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ );
- $V_2$  ——最终定容体积, 单位为毫升 (mL);
- $V_1$  ——试液体积, 单位为毫升 (mL);
- 1 000 ——换算系数。

结果保留两位有效数字。

## 7 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得超过算术平均值的 10%。

## 8 检出限及定量限

当取样量 50.0 mL, 定容体积为 5.00 mL 时, 本方法的检出限为 0.000 5 mg/L, 定量限为 0.001 mg/L。

## 第二法 气相色谱-质谱法

## 9 原理

试样中二氨基甲苯用 4% 乙酸溶液浸出, 将浸出液冷却后, 在碱性条件下经二氯甲烷提取后, 加七氟丁酸酐衍生化, 然后将衍生物注入气相色谱-质谱仪测定, 外标法定量。

## 10 试剂和材料

同 3。

## 11 仪器和设备

11.1 气相色谱-质谱仪。

11.2 分析天平:感量为 0.01 mg 和 0.01 g。

11.3 氮吹仪。

11.4 pH 计:精度为 0.1。

## 12 分析步骤

### 12.1 试样制备

同 5.1。

### 12.2 迁移试验

同 5.2。

### 12.3 衍生过程

同 5.3。

### 12.4 二氨基甲苯标准测定液的制备

同 5.4。

### 12.5 气相色谱-质谱参考条件

- a) 色谱柱:HP-5 MS,柱长 30 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$  或同等性能的色谱柱;
- b) 柱温度程序:初始温度 60  $^{\circ}\text{C}$  保持 2 min,以 15  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升温至 240  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 5 min;
- c) 进样口温度:200  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 色谱-质谱接口温度:280  $^{\circ}\text{C}$ ;
- e) 离子源温度:230  $^{\circ}\text{C}$ ;
- f) 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$ ,1.0 mL/min;
- g) 电离方式:EI;
- h) 电离能量:70 eV;
- i) 进样方式:不分流进样;
- j) 进样量:1.0  $\mu\text{L}$ ;
- k) 溶剂延迟:3 min;
- l) 选择特征监测离子( $m/z$ ):见表 1。

表 1 二氨基甲苯衍生物选择特征监测离子

中文名称	定量离子	定性离子 1	定性离子 2	定性离子 3	相对丰度比
二氨基甲苯衍生物	514	345	495	317	100 : 58 : 29 : 15

## 12.6 定性确证

如果样液与标准测定溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据表 1 中二氨基甲苯衍生物特征选择离子的种类及其丰度比进行确证。在上述气相色谱-质谱条件下,样品中二氨基甲苯衍生物保留时间与标准测定溶液中对应的保留时间的偏差在 $\pm 2.5\%$ ,且样品中被测物质的相对离子丰度与浓度相当标准测定溶液的相对离子丰度进行比较,相对丰度允许相对偏差不超过表 2 规定的范围,则可确定样品中存在对应的被测物。在 12.5 条件下,七氟丁酰化二氨基甲苯的保留时间为 12.095 min,其气相色谱-质谱选择离子色谱和全扫描谱图见图 A.2 和图 A.3。

表 2 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度 %	>50	>20~50	>10~20	$\leq 10$
允许的相对偏差 %	$\pm 10$	$\pm 15$	$\pm 20$	$\pm 50$

## 12.7 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱-质谱仪中,得到峰高或峰面积,以标准工作溶液的浓度为横坐标,以色谱峰高或峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。根据标准曲线得到待测液中二氨基甲苯的浓度。

## 13 分析结果的表述

同 6。

## 14 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得超过算术平均值的 10%。

## 15 检出限及定量限

当取样量 50.0 mL,定容体积为 5.00 mL 时,本方法的检出限为 0.000 5 mg/L,定量限为 0.001 mg/L。

附 录 A  
二氨基甲苯标准衍生物的色谱图

A.1 二氨基甲苯标准衍生物的色谱图(气相色谱法)

二氨基甲苯(0.01 mg/L)标准衍生物的色谱图(气相色谱法)见图 A.1。

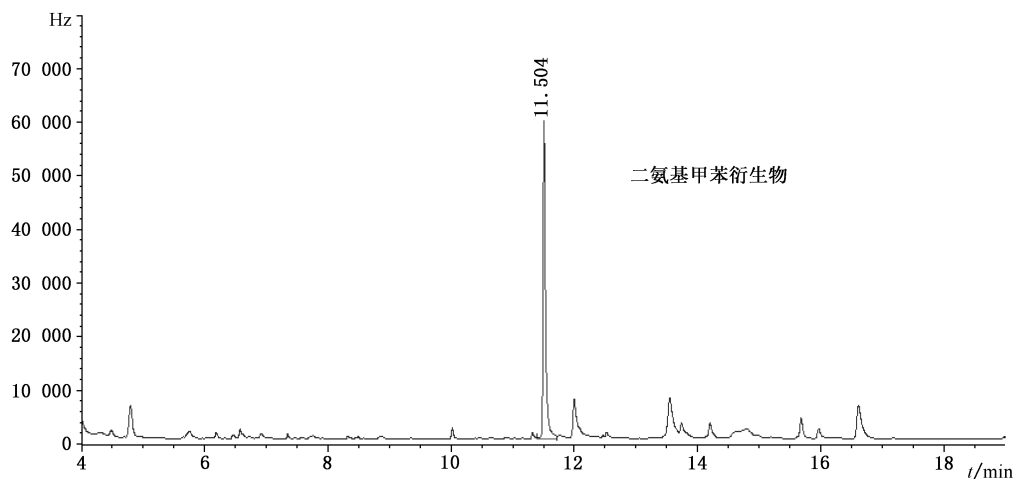


图 A.1 二氨基甲苯(0.01 mg/L)标准衍生物的色谱图(气相色谱法)

A.2 二氨基甲苯(0.01 mg/L)标准衍生物的色谱图(气相色谱-质谱法)

二氨基甲苯(0.01 mg/L)标准衍生物的色谱图(气相色谱-质谱法)见图 A.2。

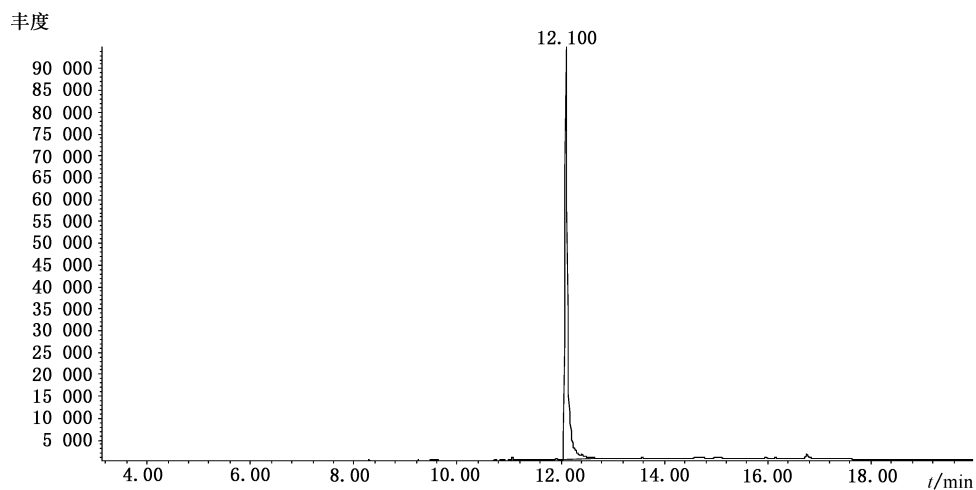


图 A.2 二氨基甲苯(0.01 mg/L)标准衍生物的色谱图(气相色谱-质谱法)



## A.3 二氨基甲苯标准衍生物的全扫描质谱图

二氨基甲苯标准衍生物的全扫描质谱图见图 A.3。

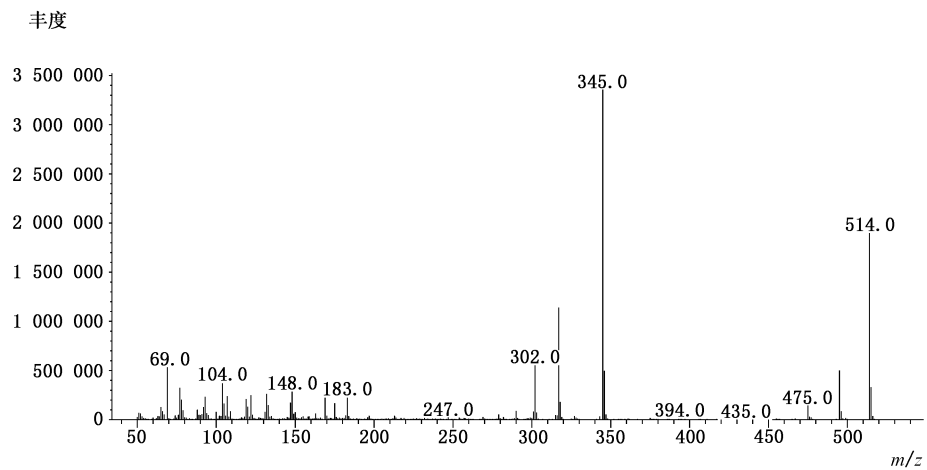


图 A.3 二氨基甲苯标准衍生物的全扫描质谱图

