

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4321—2015

### 食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 N,N'-二 (2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Food contact materials—Polymer—Determination of bis  
(2,6-diisopropylphenyl) carbodiimide in food simulants—  
Liquid chromatography-tandem mass spectrometry

2015-09-02 发布

2016-04-01 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：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：韩伟、于艳军、熊中强、胡新功、张颖、杜宇。

# 食品接触材料 高分子材料

## 食品模拟物中 N,N'-二 (2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的测定

### 液相色谱-质谱/质谱法

#### 1 范围

本标准规定了食品模拟物中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于 3%(质量浓度)乙酸、10%(体积分数)乙醇溶液、20%(体积分数)乙醇溶液、50%(体积分数)乙醇溶液和橄榄油五种食品模拟物中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺含量的测定。

#### 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 食品接触材料 塑料中受限物质 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的指南

#### 3 方法提要

样品经食品模拟物浸泡后,取一定量食品模拟物试液(其中橄榄油试液需进行超声辅助液液萃取),在弱酸性条件下 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺与水反应生成相应的脲衍生物,通过采用液相色谱-质谱/质谱仪测定脲衍生物的含量来间接测定 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的含量,外标法定量。

#### 4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

4.1 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺[bis(2,6-diisopropylphenyl) carbodiimide]标准品, CAS 号:[2162-74-5],纯度 $\geq 98.0\%$ 。

4.2 冰乙酸。

4.3 无水乙醇。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 甲醇:色谱纯。

4.6 甲酸:色谱纯。

4.7 食品模拟物,根据要求从以下模拟物中选择若干种进行迁移试验:

a) 3%(质量-体积浓度)乙酸溶液:称取 30.0 g(精确到 0.1 g)冰乙酸(4.2),用水稀释并转移到 1 L



容量瓶中,水定容至刻度。

- b) 10%(体积分数)乙醇溶液:量取 100 mL 无水乙醇(4.3)于 1 L 容量瓶中,水定容至刻度。
- c) 20%(体积分数)乙醇溶液:量取 200 mL 无水乙醇(4.3)于 1 L 容量瓶中,水定容至刻度。
- d) 50%(体积分数)乙醇溶液:量取 500 mL 无水乙醇(4.3)于 1 L 容量瓶中,水定容至刻度。
- e) 精制橄榄油。

4.8 甲醇-水混合液(1+1,体积比):量取 100 mL 甲醇(4.5)和 100 mL 二级水,混匀。

4.9  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺标准储备液:准确称取  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺 0.05 g(精确至 0.1 mg),使用甲醇溶解并转移至 500 mL 棕色容量瓶中后用甲醇(4.5)定容至刻度,充分混匀,得到浓度为 100 mg/L 的标准储备液,4 °C 下保存,备用。

4.10  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺标准中间液:移取  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺标准储备液(4.9)10 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇(4.5)定容至刻度,得到浓度为 10 mg/L 的标准中间液,4 °C 下保存,备用。

4.11 微孔滤膜:孔径 0.2  $\mu\text{m}$ 。

## 5 仪器和设备

5.1 液相色谱串联四级杆质谱仪(LC-MS/MS):配有电喷雾离子源(ESI 源)。

5.2 超声波萃取仪。

5.3 具塞试管:10 mL。

5.4 注射器:2 mL。

5.5 微量注射器:10  $\mu\text{L}$ ,100  $\mu\text{L}$ ,1 000  $\mu\text{L}$ 。

5.6 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。

## 6 试液的制备

### 6.1 标准工作溶液的制备

#### 6.1.1 水基食品模拟物标准工作溶液

用微量注射器分别准确量取 10  $\mu\text{L}$ 、20  $\mu\text{L}$ 、50  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ 、500  $\mu\text{L}$ 、1 000  $\mu\text{L}$  的  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺标准中间液(4.10)于 6 个 10 mL 容量瓶中,分别在每个容量瓶中加入 0.1 mL 的甲酸(4.6),再分别用迁移试验中选用的水基食品模拟物定容,摇匀后室温下静置 24 h,得到相应介质中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的浓度分别为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L 的标准工作溶液。

#### 6.1.2 橄榄油标准工作溶液

分别准确称取 2 g(精确至 0.01 g)橄榄油至 6 个具塞试管中,用微量注射器分别移取 2  $\mu\text{L}$ 、4  $\mu\text{L}$ 、10  $\mu\text{L}$ 、20  $\mu\text{L}$ 、40  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$  的  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺标准中间液(4.10)于试管中,得到浓度分别为 0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.05 mg/kg、0.10 mg/kg、0.20 mg/kg、0.50 mg/kg 的标准工作溶液。分别在每个试管中加入 4 mL 甲醇-水混合液(4.8)和 40  $\mu\text{L}$  的甲酸(4.6),40 °C 超声提取 30 min 后,静置分层,用注射器吸取下层水溶液,得到不同浓度的脲衍生物标准工作溶液,经 0.2  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后,供液相色谱-质谱/质谱测定。



## 6.2 食品模拟物试液的制备

### 6.2.1 试样预处理

清洁剂洗净试样,用自来水冲洗干净,再用超纯水冲洗三遍后晾干,备用。

### 6.2.2 迁移实验

根据待测样品的预期用途和使用条件,按 GB/T 23296.1 的迁移试验方法及试验条件,用适当的模拟物(4.7)进行 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的迁移试验。

### 6.2.3 食品模拟物试液的处理

对于水基食品模拟物试液,根据模拟液实际体积加入适量甲酸(4.6),使其浓度为 1%,然后摇匀静置 24 h。取适量模拟液经 0.2  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后,供液相色谱质谱仪检测。对于橄榄油试液,称取 2.0 g (精确至 0.01 g)橄榄油试液于 10 mL 具塞玻璃试管中,加入 4 mL 甲醇-水混合液(4.8)和 40  $\mu\text{L}$  的甲酸(4.6),在 40  $^{\circ}\text{C}$  超声提取 30 min 后,静置分层,用注射器吸取下层水溶液,经 0.2  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后,供液相色谱-质谱/质谱仪测定。

## 6.3 空白试液的制备

按照 6.2 的操作处理未与食品接触材料接触的食品模拟物。

## 7 定量测定

### 7.1 仪器参考条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出液相色谱-质谱/质谱分析的通用参数。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:

- 色谱柱:  $\text{C}_{18}$  柱,柱长 50 mm,内径 2.1 mm,填料粒径 1.9  $\mu\text{m}$  或相当者。
- 流动相: 水(0.1 甲酸)+乙腈(30+70,体积比)。
- 流速: 0.2 mL/min。
- 柱温: 25  $^{\circ}\text{C}$ 。
- 进样量: 5  $\mu\text{L}$ 。
- 离子源: 电喷雾离子源(ESI)。
- 离子模式: 正离子模式。
- 检测方式: 多反应监测(MRM)。
- 定性离子对: 380.99 $\rightarrow$ 296.71。
- 定量离子对: 380.99 $\rightarrow$ 254.85。
- 其他质谱参数参见附录 A。

### 7.2 绘制标准工作曲线

按照 7.1 所列测定条件,对标准工作溶液(6.1)进行检测。以食品模拟物标准工作液中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物浓度为横坐标,单位以毫克每千克或毫克每升(mg/kg 或者 mg/L)表示,以对应的峰面积平均值为纵坐标,绘制标准工作曲线。食品模拟物中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的总离子流图参见附录 B。

### 7.3 液相色谱质谱分析及阳性结果确证

按照上述液相色谱-质谱/质谱条件测定样品和标准工作溶液,如果样品的质量色谱峰保留时间与标准品一致,所有选择离子均应出现,则根据定性选择离子对的种类及其相对丰度比,对其进行阳性确证。定性时,其相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围,则可判定样品中存在对应的被测物。

表 1 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	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

对标准样品和食品模拟物试液依次进样,得到  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物色谱峰面积,每个溶液平行进样两次,计算峰面积平均值。在检测标准样品与测试样品的整个过程中确保操作条件一致。采用外标法定量。

### 7.4 试液测定

对空白试液(6.3)和食品模拟物试液(6.2)按照 6.2~7.3 的步骤等体积进样进行测定。

## 8 结果计算

### 8.1 水基食品模拟物中 $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺浓度的计算

水基食品模拟物中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的含量可由计算机工作站直接计算,也可由式(1)计算:

$$X = \frac{(A - A_0) \times c}{A_s} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$  ——食品模拟物中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的含量,单位为毫克每升(mg/L);

$A$  ——试液中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的峰面积;

$A_0$  ——空白液中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的峰面积;

$A_s$  ——标准工作溶液中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的峰面积;

$c$  ——标准工作溶液中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的浓度,单位为毫克每升(mg/L)。

### 8.2 橄榄油食品模拟物中 $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺浓度的计算

橄榄食品模拟物中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的含量可由计算机工作站直接计算,也可由式(2)计算:

$$X = \frac{(A - A_0) \times c \times m_2}{A_s \times m_1} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$X$  ——食品模拟物中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$A$  ——试液中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的峰面积;

$A_0$  ——空白液中  $N,N'$ -二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的峰面积;



$A_s$ ——标准工作溶液中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的峰面积;

$c$  ——标准工作溶液中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的浓度,单位为毫克每千克(mg/kg);

$m_1$ ——称取待验样品橄榄油食品模拟物的质量,单位为克(g);

$m_2$ ——配制橄榄油标准工作溶液时称取橄榄油食品模拟物的质量,单位为克(g)。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示,保留三位有效数字。

9 测定低限

不同模拟物中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的测定低限如表 2 所示。

表 2 水基食品模拟物和橄榄油中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺的测定低限

食品模拟物种类	10%(体积分数) 乙醇	3%(质量浓度) 乙酸	20%(体积分数) 乙醇	50%(体积分数) 乙醇	橄榄油
测定低限	0.03 mg/L	0.03 mg/L	0.008 mg/L	0.003 mg/L	0.03 mg/kg

10 重复性

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%。



SN/T 4321—2015

附 录 A  
(资料性附录)

Thermo TSQ Quantum Access 质谱条件<sup>1)</sup>

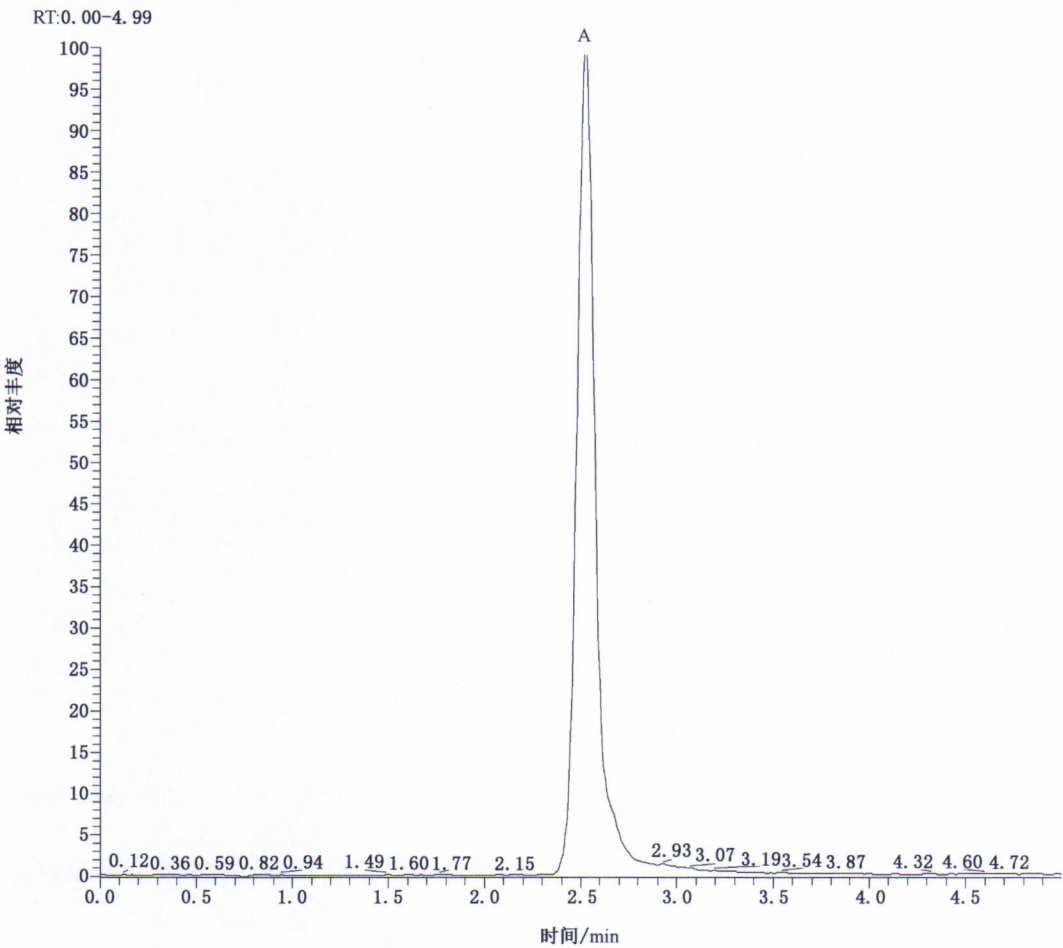
- A.1 喷雾电压:4 000 V。
- A.2 鞘气气流:30 psi。
- A.3 辅气气流:45 L/min。
- A.4 离子传输杆温度:350 ℃。
- A.5 碰撞能量(380.99→296.71):21 V。
- A.6 碰撞能量(380.99→254.85):26 V。

---

1) 非商业性声明:附录 A 所列参数是在 Thermo TSQ Quantum Access 质谱仪上完成的,此处列出的试验用仪器型号仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或型号的仪器。

附录 B  
(资料性附录)

食品模拟物中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的总离子流图



说明：  
A——N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物。

图 B.1 食品模拟物中 N,N'-二(2,6-二异丙基苯基)碳二亚胺脲衍生物的总离子流图