

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4765—2017

### 食品接触材料 高分子材料中六氯-1,3-丁 二烯的测定 气相色谱-质谱法

Food contact materials—Polymers—Determination  
of hexachloro-1,3-butadiene—  
Gas chromatography-mass spectrometry

2017-05-12 发布

2017-12-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
食品接触材料  
高分子材料中六氯-1,3-丁  
二烯的测定 气相色谱-质谱法  
SN/T 4765—2017

\*

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](http://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 0.5 字数 10 千字  
2018年8月第一版 2018年8月第一次印刷  
印数 1—500

\*

书号: 155066 • 2-32795 定价 14.00 元

## 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：中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：方邢有、邵秋荣、林海、李菊、段兵、李云松、丁晓、周明辉、李全忠。

# 食品接触材料

## 高分子材料中六氯-1,3-丁二烯的测定 气相色谱-质谱法

### 1 范围

本标准规定了食品接触材料用高分子材料中六氯-1,3-丁二烯含量的气相色谱-质谱检测方法。

本标准适用于 PP、PE、硅橡胶、橡胶中六氯-1,3-丁二烯含量的测定。

### 2 方法提要

用二氯甲烷在超声波浴中提取试样中六氯-1,3-丁二烯,浓缩定容后,样液用气相色谱-质谱联用仪进行检测,采用全扫描检测进行定性,用选择离子进行外标法定量。

### 3 试剂与材料

除另有说明,所用试剂均匀分析纯或以上纯度试剂。

- 3.1 二氯甲烷:色谱纯。
- 3.2 六氯-1,3-丁二烯(Hexachloro-1,3-butadiene,CAS 号:87-68-3):纯度 $\geq 99\%$ 。
- 3.3 标准储备液:分别准确称取适量的六氯-1,3-丁二烯标准品,用二氯甲烷(3.1)配制成浓度为 1 000 mg/L 的标准储备液,装于棕色瓶中。
- 3.4 标准工作溶液:准确吸取六氯-1,3-丁二烯标准储备液,用二氯甲烷逐级稀释成浓度分别为 0.25 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.5 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的工作溶液。
- 3.5 滤纸:中速定量滤纸。
- 3.6 微孔滤膜:0.45  $\mu\text{m}$ ,有机相。

### 4 仪器与设备

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪:配有 EI 源。
- 4.2 分析天平:感量 0.1 mg。
- 4.3 超声波仪。
- 4.4 旋转蒸发仪。
- 4.5 液氮罐。
- 4.6 粉碎机。

## 5 分析步骤

### 5.1 样品处理

#### 5.1.1 样品制备

取代表性的样品,将样品经液氮冷冻后磨碎成小于 0.5 mm 的小颗粒,备用。

#### 5.1.2 样品测试液的制备

准确称取制备好的样品(5.1.1)2.0 g(精确至 0.1 mg),于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 25 mL 二氯甲烷(3.1)混匀后,室温下超声波提取 30 min,过滤,收集滤液。再加入 25 mL 二氯甲烷(3.1),重复提取一次,合并两次提取液,转移至 100 mL 旋转蒸发瓶中,于室温下旋转蒸发至近干,用二氯甲烷定容至 2.0 mL,经 0.45  $\mu\text{m}$  滤膜过滤后供气相色谱-质谱联用仪测定。

### 5.2 测定

#### 5.2.1 气相色谱-质谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出色谱分析的通用参数。下面给出的操作参数已被证明是可行的,仅作为测定时的参考:

- a) 色谱柱:HP-5MS 30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25  $\mu\text{m}$ ,或相当者;
- b) 进样口温度:230  $^{\circ}\text{C}$ ;
- c) 柱温:40  $^{\circ}\text{C}$  保持 1 min,然后以每分钟 10  $^{\circ}\text{C}$  升温至 270  $^{\circ}\text{C}$ ,保持 5 min;
- d) 质谱接口温度:300  $^{\circ}\text{C}$ ;
- e) 载气:氦气(纯度 $\geq 99.999\%$ ),流量:1.2 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 离子源温度:230  $^{\circ}\text{C}$ ;
- i) 四级杆温度:150  $^{\circ}\text{C}$ ;
- j) 进样方式:不分流进样;
- k) 进样量:1  $\mu\text{L}$ ;
- l) 测定方式:选择离子监测方式(SIM);
- m) 选择监测离子( $m/z$ ):(见表 1)。

表 1 选择监测离子( $m/z$ )允许相对偏差

选择监测离子( $m/z$ )	离子比/%	允许相对偏差/%
225	100	
223	63	$\pm 20$
227	65	$\pm 20$

#### 5.2.2 标准曲线的绘制

依次从标准工作溶液中取 1  $\mu\text{L}$  注入气相色谱仪质谱仪,记录色谱峰面积,并绘制六氯-1,3-丁二烯峰面积-浓度(mg/L)曲线,六氯-1,3-丁二烯的 GC/MS 选择离子色谱图参见附录 A 中的图 A.1。



### 5.2.3 定性测定

在相同测试条件下,样品中待测物质与相应的标准品保留时间一致,并且在扣除背景后样品质谱图中,所选择的离子均出现,而且所选择的离子比在标准品离子比允许范围内(参见表 1),则可判断样品中存在六氯-1,3-丁二烯。

### 5.2.4 定量测定

用配制的标准工作溶液(3.4)分别进样,绘制峰面积对标准溶液浓度的标准工作曲线,样品溶液中六氯-1,3-丁二烯的响应值应均在线性范围内。

### 5.3 空白试验

除不称取样品外,按 5.1~5.2 步骤进行空白试验。

## 6 结果计算

试样中六氯-1,3-丁二烯的含量按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X_i$  ——试样中六氯-1,3-丁二烯的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

$c_i$  ——从工作曲线查得的待测溶液中六氯-1,3-丁二烯的浓度,单位为微克每毫升(mg/L);

$c_0$  ——从工作曲线查得的空白溶液中六氯-1,3-丁二烯的浓度,单位为微克每毫升(mg/L);

$V$  ——样液定容体积,单位为毫升(mL);

$f$  ——样品溶液的稀释倍数,未稀释为 1;

$m$  ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

## 7 方法的测定低限

本方法的六氯-1,3-丁二烯测定低限为 0.01 mg/kg。

## 8 精密度

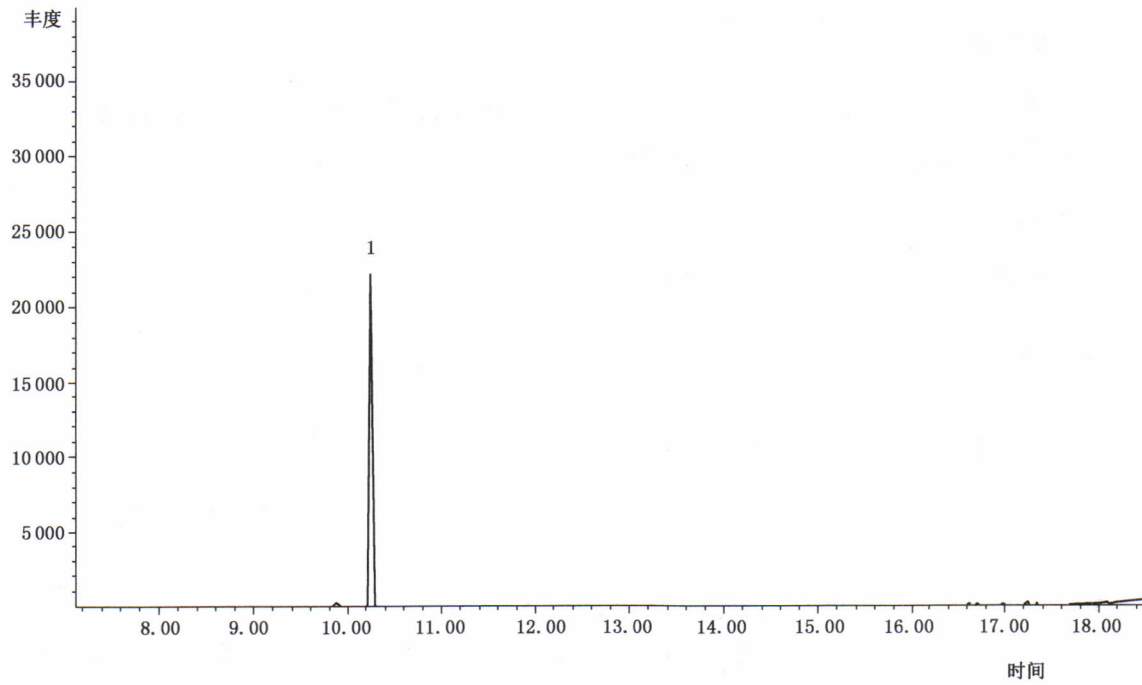
### 8.1 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备、按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测试结果的相对标准偏差不大于 10%。

### 8.2 再现性

在不同实验室,由不同操作者使用不同的设备、按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行的测试,获得测试结果的相对标准偏差不大于 15%。

附录 A  
(资料性附录)  
六氯-1,3-丁二烯选择离子色谱图



说明:

1——六氯-1,3-丁二烯。

图 A.1 六氯-1,3-丁二烯标准物质色谱图



SN/T 4765—2017

书号:155066 • 2-32795

定价: 14.00 元