

上海市食品接触材料协会团体标准

食品接触材料 着色剂中多氯联苯含量的 测定

Test method for determination of polychlorinatedbiphenyl in coloring
agent of food contact materials

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

上海市食品接触材料协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由上海市食品接触材料协会提出。

本文件由上海市食品接触材料协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

食品接触材料 着色剂中多氯联苯含量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料用着色剂中多氯联苯含量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料用着色剂中多氯联苯含量的测定。

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，仅所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。
无。

3 原理

以正己烷作为提取溶剂，经超声波提取试样中的多氯联苯，离心后合并提取液，定容后采用气相色谱-质谱联用仪进行测定，采用特征选择离子监测扫描模式（SIM），峰面积外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 正己烷：色谱纯。

4.1.2 多氯联苯标准品：（见附录 A）。纯度 $\geq 98\%$ ；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.2 标准溶液

4.2.1 多氯联苯单一标准储备液（1000 mg/L）

准确称取 10 mg（精确到 0.01 mg）多氯联苯标准品（4.1.2）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷溶解，定容至刻度，摇匀。于 4 °C 避光保存，有效期 1 年。也可以直接购买有证书溶液，单一组分多氯联苯标准或多氯联苯混合标准溶液均可。

4.2.2 多氯联苯混合标准中间溶液（10 mg/L）

分别准确移取 0.10 mL 标准储备液（4.2.1）于 10 mL 容量瓶中，用正己烷定容至刻度，摇匀。于 4 °C 避光保存，有效期 3 个月。

4.2.3 混合标准系列溶液

准确移取 1.00 mL 的多氯联苯混合标准中间溶液（4.2.2）到 10 mL 容量瓶，正己烷定容摇匀得到浓度为 1.0 mg/L 的混合标准溶液；然后依次吸取 0.05 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL 和 2.00 mL 分别到 6 个 10 mL 容量瓶中，正己烷定容得到浓度为 0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.025 mg/L、0.050 mg/L、0.100 mg/L 和 0.200 mg/L 混合标准系列溶液。现配现用。

5 仪器和设备

- 5.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）：配置 EI 源和液体进样器。
 5.2 分析天平：感量为 0.1 mg、0.01 g。
 5.3 离心机：转速 ≥ 4000 r/min。
 5.4 超声波发生器。

6 样品溶液的制备

6.1 样品的提取

称取约 0.5 g 试样（精确至 0.1 mg），置于离心管中，加入约 10 mL 正己烷（4.1.1）后密封，室温下在超声提取约 30 min，将超声后的离心管置于离心机（5.3）中离心分离（如超声提取后的溶液能静置分层，可不用离心分层），收集上清提取溶液于 25 mL 的容量瓶中，沉降部分重复上述萃取过程一次，合并提取液，用正己烷定容至刻度待测。同时做空白实验。

6.2 分析步骤

6.2.1 色谱分析参考条件

- a) 色谱柱：5% 苯基-甲基聚硅烷填料毛细管柱，柱长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm 或相当者。
 b) 进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$ 。
 c) 升温程序：开始温度 80 $^{\circ}\text{C}$ ，以 15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 200 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 5 min；以 2.5 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 230 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 2 min；以 20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 290 $^{\circ}\text{C}$ ，保持 2 min。
 d) 离子源温度：300 $^{\circ}\text{C}$ 。
 e) 载气：高纯氦气（纯度 $\geq 99.999\%$ ），1.0 mL/min。
 f) 进样方式：不分流，进样量 1.0 μL 。
 g) 扫描方式：选择离子扫描（SIM），参数见附录 A。
 h) 溶剂延迟：5 min。

6.2.2 测定

按照色谱分析参考条件（6.2.1）分别对标准工作溶液（4.2.3）和样品溶液（6.1）进行测定，通过保留时间和特征离子（见附录 A）进行目标化合物的定性，使用峰面积外标法进行定量，按照该步骤对空白试样进行分析测定。若超出线性范围，试液稀释后进行测定，总离子流色谱图参见附录 B。

6.2.3 定性

试样待测液和标准品的选择离子在相同保留时间处（ $\pm 0.5\%$ ）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合表 1，可定性确证目标分析物。多氯联苯的 CAS 号、保留时间、定性离子和定量离子见附录 A 表 A.1。

表1 离子相对丰度比最大允许偏差

项目	要求			
相对离子丰度/%	>50	20-50	10-20	≤ 10
最大允许偏差/%	± 10	± 15	± 20	± 50

7 结果计算

7.1 试样中多氯联苯的含量以单位 mg/kg 表示时，按式（1）进行计算：

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

式中：

- X——试样中多氯联苯的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c——试样溶液中多氯联苯的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 c₀——空白溶液中多氯联苯的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 V——试样溶液定容体积，单位为升（mL）；
 m——试样的质量数值，单位为克（g）；
 f——试液的稀释倍数；
 结果至少保留2位有效数字。

7.2 试样中多氯联苯的含量以单位%表示时，按式（2）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V \times f}{m} \times 10^{-4} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- X——试样中多氯联苯的含量，单位为百分含量(%)；
 c——试样溶液中多氯联苯的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 c₀——空白溶液中多氯联苯的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；
 V——试样溶液定容体积，单位为升（mL）；
 m——试样的质量数值，单位为克（g）；
 f——试液的稀释倍数；
 结果至少保留2位有效数字。

8 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%。

9 其他

本方法对着色剂中各种多氯联苯的检出限为0.25 mg/kg，定量限为0.50mg/kg。

附录A

(规范性附录)

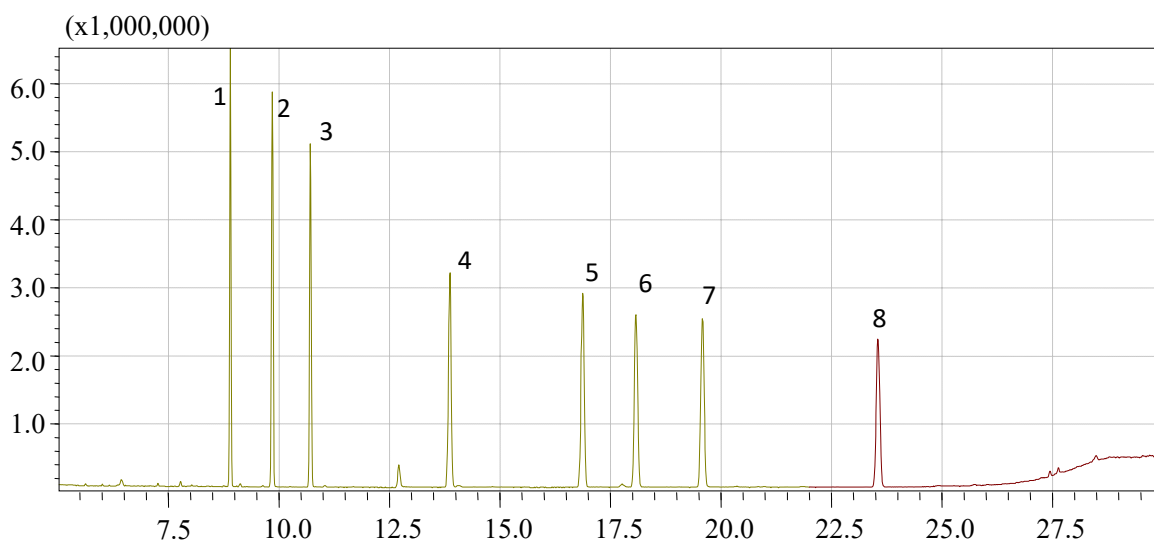
多氯联苯名称、CAS号、相对分子质量、分子式、特征离子和定量离子信息见表A.1。

表A.1 多氯联苯名称、CAS号、相对分子质量、分子式、特征离子和定量离子

序号	中文名称	IUPAC 编号	相对分子质量	CAS No.	分子式	特征离子 (m/z)	
						定量离子	定性离子
1	2,2',5-三氯联苯	PCB18	257.24	37680-65-2	C ₁₂ H ₇ Cl ₃	256	256,258,186
2	2,4,4'-三氯联苯	PCB28	257.54	7012-37-5	C ₁₂ H ₇ Cl ₃	256	256,258,186
3	2,2',5,5'-四氯联苯	PCB52	291.99	35693-99-3	C ₁₂ H ₆ Cl ₄	292	292,290,220
4	2,2',4,5,5'-五氯联苯	PCB101	326.43	37680-73-2	C ₁₂ H ₅ Cl ₅	326	326,328,254
5	2,3',4,4',5-五氯联苯	PCB118	326.43	31508-00-6	C ₁₂ H ₅ Cl ₅	326	326,328,254
6	2,2',3,4,4',5'-六氯联苯	PCB138	360.88	35065-28-2	C ₁₂ H ₄ Cl ₆	360	360,362,290
7	2,2',4,4',5,5'-六氯联苯	PCB153	360.88	35065-27-1	C ₁₂ H ₄ Cl ₆	360	360,362,290
8	2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯	PCB180	395.32	35065-29-3	C ₁₂ H ₃ Cl ₇	394	394,396,324

附录B
 (资料性附录)
 8种多氯联苯标准溶液气相色谱-质谱总离子色谱图

8种多氯联苯标准溶液气相色谱-质谱总离子流色谱图见图B.1



- | | |
|--------------------------|-------------------------------|
| 1—2,2',5-三氯联苯PCB18 | 5—2,3',4,4',5-五氯联苯PCB118 |
| 2—2,4,4'-三氯联苯PCB28 | 6—2,2',3,4,4',5'-六氯联苯PCB153 |
| 3—2,2',5,5'-四氯联苯PCB52 | 7—2,2',4,4',5,5'-六氯联苯PCB138 |
| 4—2,2',4,5,5'-五氯联苯PCB101 | 8—2,2',3,4,4',5,5'-七氯联苯PCB180 |

图B.1 8种多氯联苯标准溶液气相色谱-质谱总离子流色谱图 (浓度为0.2mg/L)