



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2201—2008

食品接触材料 辅助材料 油墨中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱联用法

Food contact materials—Auxiliary materials
Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHs) in ink—
Gas chromatography/mass spectrometry

2008-11-18 发布

2009-06-01 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

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准负责起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准参与起草单位：中华人民共和国福建出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：蒋一昕、汪蓉、商贵芹、秦蕾、梁鸣、张敏、费跃、陈小卫。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

食品接触材料 辅助材料 油墨中多环芳烃的测定 气相色谱-质谱联用法

1 范围

本标准规定了油墨中多环芳烃的气相色谱-质谱联用测定方法。
本标准适用于油墨中多环芳烃的测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

2.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs

含有两个或两个以上苯环的芳香烃。环上也可有短的烷基或环烷基取代基。本标准中的多环芳烃特指美国 EPA 方法指定的优先监测的 16 种多环芳烃,具体参见附录 A 中表 A.1。

3 试验原理

试样中多环芳烃经正己烷浸泡超声提取后,用 Florisil 柱固相萃取,取洗脱液进行气相色谱-质谱联用仪分析,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,水为二次蒸馏水。

4.1 正己烷:色谱纯。

4.2 二氯甲烷:色谱纯。

4.3 正己烷和二氯甲烷的混合溶剂(1+1)。

4.4 多环芳烃标准样品(含 16 种多环芳烃的混合物,Accustandard):16 种物质浓度均为 200 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.5 多环芳烃标准储备液:取 0.5 mL 多环芳烃标准样品至 10 mL 棕色容量瓶中,用适量正己烷(4.1)溶解后,再用正己烷稀释并定容到刻度。4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱冷藏避光保存。

4.6 多环芳烃标准溶液的配制:分别取多环芳烃标准储备液 0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL 至 10 mL 棕色容量瓶,1.0 mL、2.5 mL 至 5 mL 棕色容量瓶中,用正己烷稀释并定容到刻度,配制多环芳烃标准溶液,浓度分别为 0.10 $\mu\text{g/mL}$ 、0.20 $\mu\text{g/mL}$ 、0.50 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 、2.0 $\mu\text{g/mL}$ 、5.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

4.7 0.22 μm 有机相滤膜。

4.8 Florisil 萃取柱:Supelco 公司 SUPELLEAN LC-FLORISIL,6 mL。

5 仪器设备

5.1 气相色谱-质谱联用仪。

5.2 超声波清洗器。

5.3 棕色玻璃仪器。

6 试样制备与保存

6.1 试样制备

准确称取试样 0.5 g(称准至 0.000 2 g)于具塞锥形瓶中,加入正己烷(4.1)10 mL,避光,超声萃取 30 min。冷却,过滤,取滤液过 0.22 μm 有机相滤膜。取滤液上 Florisil 柱萃取。

6.2 固相萃取条件

用 10 mL 正己烷活化 Florisil 萃取柱,以去除填料中可能存在的干扰物。以小于 2 mL/min 的流速加入滤液(6.1),然后用 2 mL 正己烷+二氯甲烷(1+1)洗脱液,以小于 1 mL/min 的流速重复洗脱三次(洗脱前用此洗脱剂浸泡吸附剂 1 min),用 10 mL 的棕色量瓶收集洗脱液,并最后用洗脱液定容。

6.3 空白试样

随同试样进行空白试验,空白试样中不得含有被检测物或干扰物。

7 测定步骤

7.1 气相色谱条件

- a) 色谱柱:DB-5MS 色谱柱,30 m×0.25 mm×0.25 μm 或相当者;
- b) 柱温: $\begin{matrix} 100\text{ }^{\circ}\text{C} \\ 1\text{ min} \end{matrix} \xrightarrow{15\text{ }^{\circ}\text{C/min}} \begin{matrix} 300\text{ }^{\circ}\text{C} \\ 30\text{ min} \end{matrix}$
- c) 进样口温度:260 °C,不分流进样;
- d) 进样量:1 μL。

7.2 质谱操作条件

- a) 电离方式:EI⁺,电离能量 70 eV;
- b) 接口温度:250 °C;
- c) 扫描范围:45~300;
- d) 测定方式:SIM(选择离子监控方式)。

7.3 校准曲线的绘制

取多环芳烃标准溶液(4.6)和多环芳烃标准储备液(4.5),按上述分析条件(7.1 和 7.2)进样分析。以溶液浓度(μg/mL)为横坐标,特征碎片离子的峰面积为纵坐标绘制标准曲线,并得出回归方程。

8 样品测定

取 6.2 的萃取定容溶液,按上述分析条件(7.1 和 7.2)进样分析。根据标准样品的色谱峰保留时间和附录 B 中表 B.1 多环芳烃的定性离子进行定性分析,标准样品典型的气相色谱-质谱图参见附录 C 图 C.1。含多环芳烃 1、9、10 样品及样品加标气相色谱-质谱图分别参见附录 C 图 C.2 和图 C.3。根据附录 B 表 B.1 多环芳烃的定量离子,在标准曲线上查得样品中的多环芳烃的含量。

9 结果计算和表述

根据标准曲线(7.3)得到的多环芳烃的浓度,按式(1)计算样品中多环芳烃的含量:

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

式中:

- W——样品中多环芳烃的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- c——标准曲线上查得的试样的多环芳烃的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- c₀——标准曲线上查得的空白的多环芳烃的浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);
- V——样品定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品称样质量,单位为克(g)。

10 方法测定低限和精密度

10.1 方法测定低限

本标准对 16 种多环芳烃的测定低限参见附录 D 中表 D.1。

10.2 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%。

附录 A

(资料性附录)

16 种多环芳烃信息

表 A.1 16 种多环芳烃

序 号	中 文 名 称	英 文 名 称	CAS No.
1	萘	Naphthalene	91-20-3
2	苊烯	Acenaphthylene	208-96-8
3	苊	Acenaphthene	83-32-9
4	芴	Fluorene	86-73-7
5	菲	Phenanthrene	85-01-8
6	蒽	Anthracene	120-12-7
7	荧蒽	Fluoranthene	206-44-0
8	芘	Pyrene	129-00-0
9	苯并[a]蒽	Benzo[a]anthracene	56-55-3
10	屈	Chrysene	218-01-9
11	苯并[b]荧蒽	Benzo[b]fluoranthene	205-99-2
12	苯并[k]荧蒽	Benzo[k]fluoranthene	207-08-9
13	苯并[a]芘	Benzo[a]pyrene	50-32-8
14	茚并[1,2,3-cd]芘	Indeno[1,2,3-cd]pyrene	193-39-5
15	二苯并[a,h]蒽	Dibenzo[a,h]anthracene	53-70-3
16	苯并[g,h,i]芘(二苯并[a,h]芘)	Benzo[g,h,i]perylene	191-24-2

附 录 B
(资料性附录)

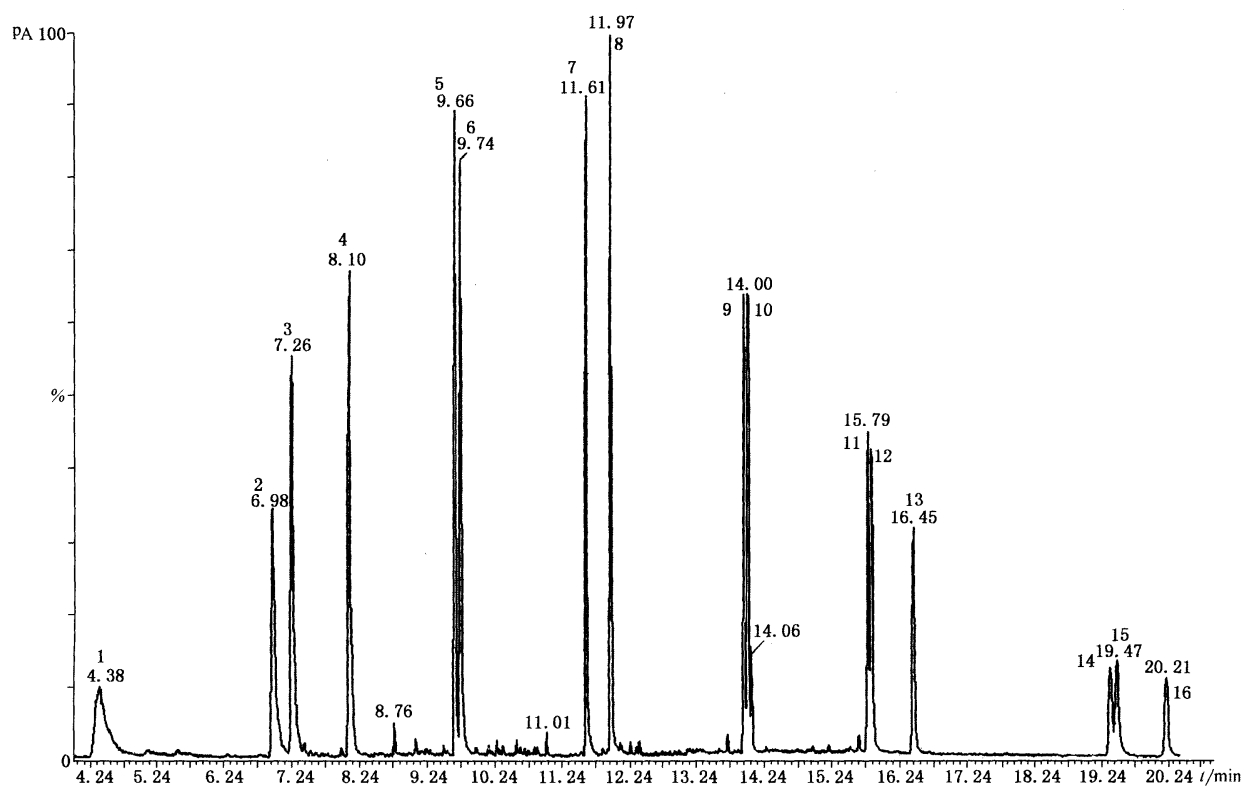
多环芳烃的保留时间、分子式、相对分子质量和特征碎片离子

表 B.1 多环芳烃的保留时间、分子式、相对分子质量和特征碎片离子

序 号	多环芳烃名称	保留时间/ min	分子式	相对分子 质量	特征碎片离子	
					定性	定量
1	萘	4.38	C ₁₀ H ₈	128	128,51,126	128
2	芴烯	6.98	C ₁₂ H ₈	152	153,152,151	152
3	芴	7.26	C ₁₂ H ₁₀	154	152,153,126	153
4	芘	8.10	C ₁₃ H ₁₀	166	139,166,165	165
5	菲	9.66	C ₁₄ H ₁₀	178	152,178,176	178
6	蒽	9.74	C ₁₄ H ₁₀	178	152,178,176	178
7	荧蒽	11.61	C ₁₆ H ₁₀	202	203,202,101	202
8	䓛	11.97	C ₁₆ H ₁₀	202	203,202,101	202
9	苯并[a]蒽	13.95	C ₁₈ H ₁₂	228	229,228,226	228
10	屈	14.00	C ₁₈ H ₁₂	228	229,228,226	228
11	苯并[b]荧蒽	15.79	C ₂₀ H ₁₂	252	253,252,126	252
12	苯并[k]荧蒽	15.83	C ₂₀ H ₁₂	252	253,252,126	252
13	苯并[a]䓛	16.45	C ₂₀ H ₁₂	252	253,252,126	252
14	茚并[1,2,3-cd]䓛	19.37	C ₂₂ H ₁₂	276	276,277,138	276
15	二苯并[a,h]蒽	19.47	C ₂₂ H ₁₄	278	276,277,278	278
16	苯并[g,h,i]䓛	20.21	C ₂₂ H ₁₂	276	276,277,138	276

附录 C
(资料性附录)

多环芳烃典型气相色谱-质谱选择离子色谱图



- 1——萘 Naphthalene;
- 2——芴烯 Acenaphthylene;
- 3——芴 Acenaphthene;
- 4——芴 Fluorene;
- 5——菲 Phenanthrene;
- 6——蒽 Anthracene;
- 7——荧蒽 Fluoranthene;
- 8——䓛 Pyrene;
- 9——苯并[a]蒽 Benzo[a]anthracene;
- 10——屈 Chrysene;
- 11——苯并[b]荧蒽 Benzo[b]fluoranthene;
- 12——苯并[k]荧蒽 Benzo[k]fluoranthene;
- 13——苯并[a]䓛 Benzo[a]pyrene;
- 14——茚并[1,2,3-cd]䓛 Indeno[1,2,3-cd]pyrene;
- 15——二苯并[a,h]蒽 Dibenzo[a,h]anthracene;
- 16——苯并[g,h,i]䓛 Benzo[g,h,i]perylene.

图 C.1 典型的气相色谱-质谱选择离子色谱图

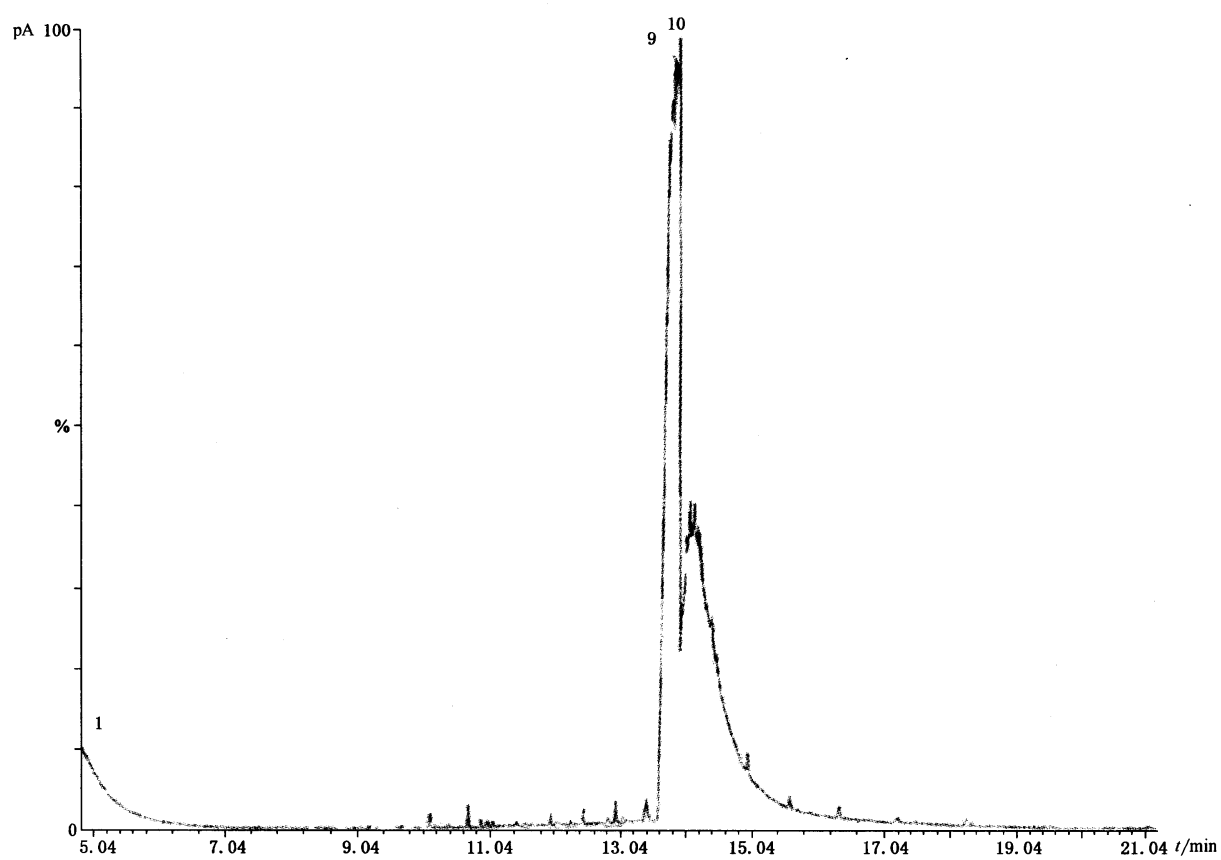


图 C.2 含 1、9、10 的样品谱图

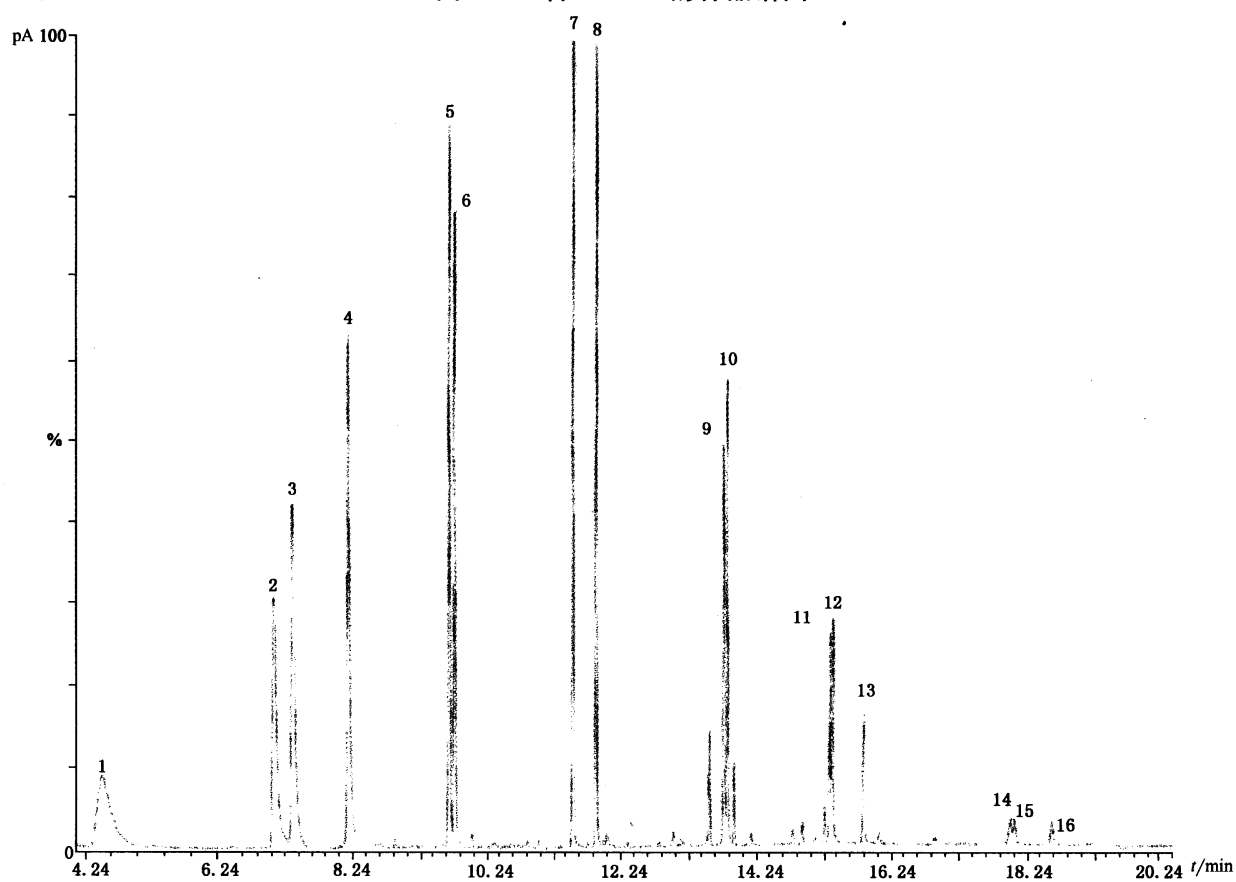


图 C.3 含 1、9、10 的样品加标谱图

附 录 D
(资料性附录)

16 种多环芳烃的测定低限

表 D.1 16 种多环芳烃的测定低限

序号	多环芳烃名称	检测限/($\mu\text{g/mL}$)
1	萘	0.085
2	苊烯	0.16
3	苊	0.19
4	芴	0.20
5	菲	0.17
6	蒽	0.12
7	荧蒽	0.16
8	芘	0.14
9	苯并[a]蒽	0.19
10	屈	0.15
11	苯并[b]荧蒽	0.17
12	苯并[k]荧蒽	0.17
13	苯并[a]芘	0.13
14	茚并[1,2,3-cd]芘	0.20
15	二苯并[a,h]蒽	0.11
16	苯并[g,h,i]芘	0.18