



中华人民共和国国家标准

GB/T 14937—94

复合食品包装袋中二氨基甲苯 测定方法

Method for analysis of diaminomethylbenzen
of complex for food packaging material

1994-01-24 发布

1994-08-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布



中华人民共和国国家标准

复合食品包装袋中二氨基甲苯 测定方法

GB/T 14937—94

Method for analysis of diaminomethylbenzen
of complex for food packaging material

1 主题内容与适用范围

本标准规定了复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定。本标准适用于复合食品包装袋中二氨基甲苯的测定,最低检出浓度为 0.002 mg/L。

2 原理

样品中二氨基甲苯用沸水浸出后,放冷,加三氟乙酸酐进行衍生化,然后将衍生物注入气相色谱仪中,用电子捕获检测器测定,其响应值在一定浓度范围内与二氨基甲苯含量成正比,可定性定量。

3 试剂

- 3.1 二氯甲烷 (分析纯)。
- 3.2 三氟乙酸酐 (纯度 98%)。
- 3.3 无水硫酸钠。
- 3.4 20 g/L 碳酸氢钠溶液:称取 2 g 碳酸氢钠溶于蒸馏水中成 100 mL。
- 3.5 二氨基甲苯(2,4-二氨基甲苯,纯度 98%)标准贮备溶液:准确称取 2,4-二氨基甲苯 10 mg(10±0.01 mg)移入 100 mL 容量瓶中,加二氯甲烷至刻度,此溶液每毫升含 2,4-二氨基甲苯 100 μg,贮于冰箱中保存备用。

4 仪器

- 4.1 气相色谱仪:具电子捕获检测器(ECD)。
- 4.2 恒温烘箱。
- 4.3 浓缩器(KD)。

5 操作方法

5.1 实验室样品取样方法

5.1.1 每批样品按 10%取样,小批量时取样数应不小于 10 只(以 500 mL/只计,小于 500 mL/只时样品应相应加取样)其中 1/3 供化验用,1/3 供复验,另 1/3 样品保存两个月供仲裁分析用,并注明产品名称,批号,取样日期。

5.2 试样制备

- 5.2.1 未装过食品的包装袋:用蒸馏水洗三次,淋干,按 2 mL/cm² 计算装入蒸馏水,热封口。
- 5.2.2 装过食品的包装袋:剪口,将食品全部移出,用清水冲洗至无污物,再用蒸馏水冲洗三次,淋干按

中华人民共和国卫生部 1994-01-24 批准

1994-08-01 实施

2 mL/cm² 计算装入蒸馏水,热封口。

5.2.3 将上述 5.2.1 或 5.2.2 热封口后的包装袋,置于预先调至 100±5℃ 烘箱内,恒温 60 min,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 试料制备

5.3.1 量取备用试样 50.0 mL,置于分液漏斗中,用 10 mL 二氯甲烷分别萃取二次,每次萃取 5 min,静置 10 min 合并二次萃取液,在分液漏斗下口放干燥滤纸,以便除去萃取液中水分将萃取液移入 KD 浓缩器中,在 40℃ 水浴中浓缩至约 2 mL,放冷,加入 60 μL 三氟乙酸酐,轻轻混匀,置 30℃ 烘箱中恒温进行衍生化反应 30 min,取出放冷至室温后,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 2% 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 5 mL 比色管中,补加二氯甲烷成 5 mL 供测定用。

5.4 标准曲线绘制

5.4.1 2,4-二氨基甲苯衍生化处理:取 2,4-二氨基甲苯标准贮备液一定量,用二氯甲烷准确稀释成每毫升含 2,4-二氨基甲苯 0.1 μg 标准工作液。取工作液 25.00 mL 置于 60 mL 分液漏斗中,加入 250 μL 三氟乙酸酐,轻轻摇动,密塞后放在 30℃ 恒温箱中衍生化反应 30 min,取出冷却至室温,加入 2% 碳酸氢钠溶液 10 mL,轻轻摇动 2 min,静置分层,将 2,4-二氨基甲苯衍生物的二氯甲烷层通过预先装有约 5 g 无水硫酸钠的漏斗过滤,收集滤液,即为 2,4-二氨基甲苯-三氟乙酸酐标准工作液,此溶液每毫升含 2,4-二氨基甲苯为 0.1 μg。

5.4.2 标准曲线绘制根据仪器灵敏度,临用时用二氯四烷将 2,4-二氨基甲苯-三氟乙酸酐标准工作液稀释成不同浓度,抽取 1 μL 注入气相色谱仪中,按 5.5.1 色谱条件测定 2,4-二氨基甲苯浓度对峰高绘制标准曲线。

5.5 测定

5.5.1 色谱条件

色谱柱:玻璃柱 φ3×2 m;固定相:2%OV-17,60~80 目硅藻土。

柱温:170℃;汽化室温度:280℃。

载气:氮气,流速 40 mL/min。

检测器:电子捕获检测器。

进样量:1 μL。

5.5.2 测定

抽取 1 μL 试液注入气相色谱仪中按 5.5.1 色谱条件测定量取峰高,与标准曲线比较定量。

5.6 计算

$$X = \frac{c \times V_2 \times 1\,000}{V_1 \times 1\,000}$$

式中: X——样品中二氨基甲苯的含量,mg/L;

c——试液相当标准曲线 2,4-二氨基甲苯含量,μg/mL;

V₁——试液体积,mL;

V₂——萃取液总体积,mL。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由辽宁省食品卫生监督检验所、鞍钢卫生防疫站、沈阳市和平卫生防疫站、沈阳市卫生防疫负责起草。

本标准主要起草人翟永信、李学明、王义珠、张维民、吴百禄。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。

(京)新登字 023 号

GB/T 14937—94

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
复 合 食 品 包 装 袋 中 二 氨 基 甲 苯
测 定 方 法

GB/T 14937—94

*

中 国 标 准 出 版 社 出 版
(北京复外三里河)

中 国 标 准 出 版 社 北 京 印 刷 厂 印 刷
新 华 书 店 北 京 发 行 所 发 行 各 地 新 华 书 店 经 售
版 权 专 有 不 得 翻 印

*

开 本 880×1230 1/16 印 张 1/2 字 数 6 千 字
1994 年 9 月 第 一 版 1994 年 9 月 第 一 次 印 刷
印 数 1—1 500

*

书 号：155066·1-10992 定 价 8.00 元

*

标 目 247—40



GB/T 14937-1994