

ICS 67.050

CCS X83

团 体 标 准

T/GDFDTAEC 04-2022

植物提取物中二乙烯苯残留量的测定 气相色谱-质谱法

Determination of Divinylbenzene residue in Plant extract

Gas chromatography-Mass spectrometry

2022-07-06 发布

2022-07-06 实施

广东省食品药品审评认证技术协会 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。

本文件的附录A为资料性附录。

本文件由广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、华测检测认证集团股份有限公司提出。

本文件由广东省食品药品审评认证技术协会归口。

本文件主要起草单位：广东省科学院测试分析研究所（中国广州分析测试中心）、华测检测认证集团股份有限公司、无限极(中国)有限公司、广东省科学院生物与医学工程研究所。

本文件主要起草人：王李平、周漪波、林晨、刘涛、徐政慧、张竞雯、杨福兴、孙红梅、冯华业、邱富源、刘志鹏、黄敏兴、王志强、梁迪思。

本文件为首次发布。

植物提取物中二乙烯苯残留量的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了经大孔吸附树脂净化后的植物提取物中二乙烯苯残留量的气相色谱-质谱法。

本文件适用于经大孔吸附树脂净化后的植物提取物中二乙烯苯残留量的测定,其它植物提取物可参照执行。

当取样量为2.00 g, 定容体积为10.0 mL时, 二乙烯苯定量限为50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

样品经二氯甲烷提取,提取液经分散固相萃取净化后直接进样,用气相色谱-质谱法检测二乙烯苯残留量。根据保留时间和特征离子峰定性,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,本文件使用试剂均为分析纯,实验用水为符合GB/T 6682标准的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 二氯甲烷(CH_2Cl_2): 色谱纯。

5.1.2 分散固相萃取剂: N-丙基乙二胺(PSA), 无水硫酸镁。

5.2 标准品

5.2.1 二乙烯苯(CAS: 1321-74-0): 纯度 58.0%, 或经国家认证并授予标准物质证书的一定浓度标准溶液。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 二乙烯苯标准储备液：准确称取 0.0430 g 二乙烯苯于 25.0 mL 容量瓶，用二氯甲烷溶解，加二氯甲烷定容至刻度，混匀。此溶液二乙烯苯的质量浓度为 1000 mg/L。标准储备液在-10 °C以下避光保存，有效期 6 个月。

5.3.2 二乙烯苯标准使用液：取标准储备液 1.00 mL 于 100.0 mL 容量瓶中，二氯甲烷至刻度，混匀。此溶液二乙烯苯的质量浓度为 10.0 µg/mL。临用现配。

5.3.3 二乙烯苯标准系列工作溶液：分别吸取标准储备液 0 mL, 0.100 mL, 0.200 mL, 0.500 mL, 1.00 mL, 2.00 mL 于 100 mL 容量瓶中，加二氯甲烷至刻度，混匀。此系列溶液二乙烯苯的质量浓度分别为 0 µg/L, 10.0 µg/L, 20.0 µg/L, 50.0 µg/L, 100.0 µg/L, 200.0 µg/L。在仪器最佳工作条件下，对系列标准工作液分别进样，以峰面积之和为纵坐标，标准工作液浓度为横坐标绘制标准工作曲线。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中二乙烯苯的实际含量确定标准系列溶液中二乙烯苯的质量浓度。

6 仪器设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）：配有电子轰击源（EI）。

6.2 电子天平：精度 0.0001 g。

6.3 超声波发生器：功率≥800 W。

6.4 离心机：转速≥4000 r/min。

7 试验步骤

7.1 样品提取

准确称取植物提取物试样 2.00 g（精确到 0.0001 g）于 25 mL 具塞离心管，加入 10.0 mL 二氯甲烷，称定重量。超声提取 20 min，冷却后称定重量，加二氯甲烷补足减失重量，4000 r/min 离心 2 min。

7.2 样品净化

准确吸取 2.0 mL 上清液于 15 mL 具塞离心管，加入 150 mg N-丙基乙二胺（PSA）和 900 mg 无水硫酸镁，涡旋振荡 2 min，4000 r/min 离心 2 min，取上清液进样。

7.3 空白试样的制备

除不加试样外，按照与试样的制备相同的步骤（7.1和7.2）制备空白试样。

7.4 仪器参考条件

根据各自仪器性能调至最佳状态，仪器参考条件如下：

7.4.1 气相色谱参考条件

- a) 毛细管色谱柱：DB-624 柱，柱长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 1.4 µm，或等效柱；
- b) 进样口温度：260 °C；
- c) 色谱柱温度程序：初始温度 50 °C，保持 2 min；以 20.0 °C/min 升温到 250 °C，保持 3 min；

- d) 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速 1.0 mL/min；
- e) 进样量：1.0 μL ；
- f) 进样方式：脉冲分流进样；
- g) 分流比：5 : 1；
- h) 传输线温度：260 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.4.2 质谱参考条件

- a) 电子轰击源：70 eV；
- b) 离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 四级杆温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 监测方式：选择离子模式（SIM）；
- e) 监测离子（m/z）：定量离子：130（100）；定性离子：128（35）：115（30）；
- f) 溶剂延迟：6.0 min。

7.5 定性测定

样品溶液按7.4.1和7.4.2规定的条件进行测定，如果样液与标准溶液在二乙烯苯相同的保留时间处（ $\pm 0.5\%$ ）出现，则对其进行质谱确认，在扣除背景后的样品质谱图中，所有选择离子均出现，而且所选择的离子丰度与标准品的离子丰度比在允许误差范围内（见表 1），则可以判断样品中存在二乙烯苯残留。如果不能确证，应重新进样，以扫描方式（如果有足够的灵敏度）或采用增加其他确证离子的方式来进一步确证。

表 1 定性分析时相对离子丰度允许的最大偏差

相对离子丰度，%	允许偏差，%
> 50	± 20
20~50	± 25
10~20	± 30
≤ 10	± 50

7.6 定量测定

根据样液中二乙烯苯残留量的情况，选定峰面积相近的标准工作溶液，标准工作液和样液中二乙烯苯响应值在仪器测定的线性范围内。在仪器最佳工作条件下，标准工作溶液和样液等体积穿插进样测定；测定二乙烯苯的峰面积，查标准曲线得到试样测定液中二乙烯苯的质量浓度。在上述色谱质谱条件下，二乙烯苯标准溶液的色谱图见附录A.1。

8 数据处理

试样中二乙烯苯的含量按公式（1）计算：

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

式中：

- X ——样品中二乙烯苯的含量，单位为微克每千克（ $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）；
- c ——试样测定液中二乙烯苯的质量浓度，单位为微克每升（ $\mu\text{g}/\text{L}$ ）；
- V ——样品溶液最终定容体积，单位为毫升（mL）；
- m ——试样溶液所代表试样的质量，单位为克（g）。

计算结果以重复性下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，保留3位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

在重复性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

9.2 再现性

在再现性条件下获得的2次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的15%。

附录 A
(资料性)
二乙烯苯标准溶液选择离子质量色谱图

二乙烯苯标准溶液选择离子质量色谱图见图A.1。

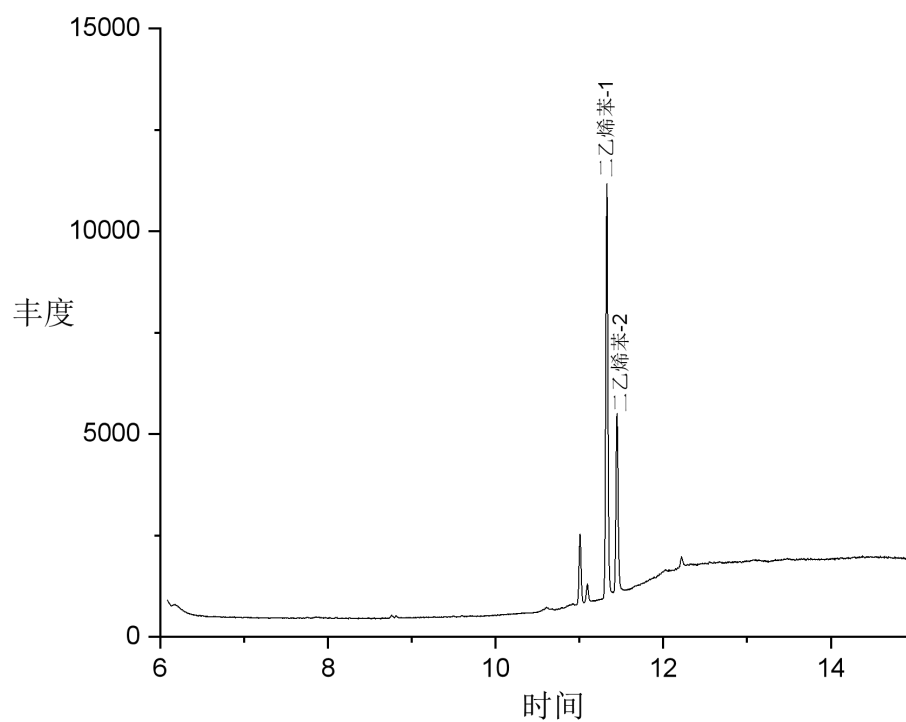


图 A.1 二乙烯苯标准溶液总离子流色谱图