

1、适用范围

适用于食品接触用纸和纸板材料及制品两种氯丙醇的测定。（本实验样品为硅油纸）

参考标准《GB 4806.8-2022 食品安全国家标准 食品接触用纸和纸板材料及制品》

2、溶液的配置

- 1) 氯丙醇混合标准储备液：分别精确吸取 1mL 浓度为 100 μ g/mL 1,3-二氯-2-丙醇、3-氯-1,2-丙二醇用乙酸乙酯溶解并定容至 10mL，即 10 μ g/mL 储备液，0-4 $^{\circ}$ C 保存。
- 2) 氯丙醇混合标准工作液：精确吸取 1mL 氯丙醇混合标准储备液用乙酸乙酯溶解并定容至 10mL，即 1 μ g/mL 储备液，0-4 $^{\circ}$ C 保存。
- 3) 氯丙醇混合内标标准储备液：精确吸取 1mL 浓度为 1000 μ g/mL 1,3-DCP-D5、3-MCPD-D5 混合液用乙酸乙酯溶解并定容至 10mL，即 100 μ g/mL 储备液，0-4 $^{\circ}$ C 保存。
- 4) 氯丙醇混合内标标准中间液：精确吸取 1mL 氯丙醇混合内标标准储备液用乙酸乙酯溶解并定容至 10mL，即 10 μ g/mL 储备液，0-4 $^{\circ}$ C 保存。
- 5) 20%氯化钠溶液：称取 20g 氯化钠，加入 80mL 水并使氯化钠完全溶解，混合均匀。

3、提取步骤

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

称取样品 10g（精确到 0.01g）置于 250mL 的具塞三角烧瓶，加入 5mL 水，准确加入 200mL 沸水，盖上塞子，将烧瓶置于恒温水浴槽中，控制温度为 80℃，时间为 2h，不时振摇。将溶液过滤转移至 250mL 容量瓶中，用 80℃ 水冲洗试样 2 次，冷却后定容至刻度，准确移取 5mL，加入 0.05mL 氯丙醇混合内标标准中间液，再加入 1g 氯化钠，完全溶解后待净化。

4、净化步骤

SPE: Celite AZO, 5g/30mL

上样：将待净化液全部上样，平衡 10min

洗脱：18mL 乙酸乙酯

洗脱液中加入 4g 无水硫酸钠，静置 10min，过滤，滤液于 45℃ 水浴氮吹至近干（约 0.5mL，切忌浓缩至全干），加入 2mL 正己烷溶解，并转移至 15mL 具塞玻璃离心管中，待衍生化。

5、衍生化

快速向溶液中加入 0.04mL 七氟丁酰基咪唑，立即盖上盖子，涡旋 30s，于 70℃ 水浴 30min，取出冷却至室温，加入 2mL 氯化钠溶液，涡旋混合 1min，静置使水相和正己烷相分层。取上层有机相，加入 0.3g 无水硫酸钠进行干燥，经 0.22μm 微孔滤膜过滤后，上机测定。

6、注意事项

加标水平：在 5mL 样中加入 100μL 1μg/mL 的氯丙醇混合标准工作液，最终至 2mL 正己烷中，加标水平 0.02mg/L，机读数 50μg/L。

7、色谱条件

7.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 μ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 50 $^{\circ}$ C, 保持 1min; 以 2 $^{\circ}$ C/min 升温至 90 $^{\circ}$ C, 保持 1min; 再以 20 $^{\circ}$ C/min 升温至 300 $^{\circ}$ C, 保持 5min;
载气	高纯氦气 (纯度>99.999%)
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	2 μ L

7.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源 (EI)
电离能量	70eV
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	230 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描 (SIM)
溶剂延迟	8min

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

8、色谱图或者加标回收率结果

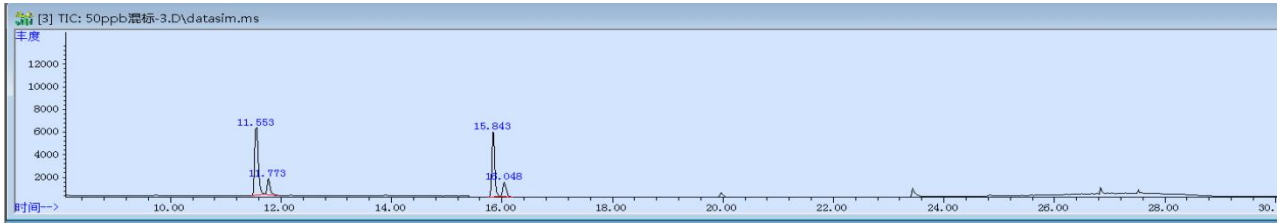


图 1. 50 μ g/L 标准图谱

峰名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
1, 3-DCP-D ₅ 衍生物	11.553	M	0.065	242182	11.464	11.698
1, 3-DCP 衍生物	11.773	M	0.068	58496	11.71	11.891
3-MCPD-D ₅ 衍生物	15.843	M	0.062	224895	15.742	15.962
3-MCPD 衍生物	16.048	M	0.064	48876	15.97	16.201

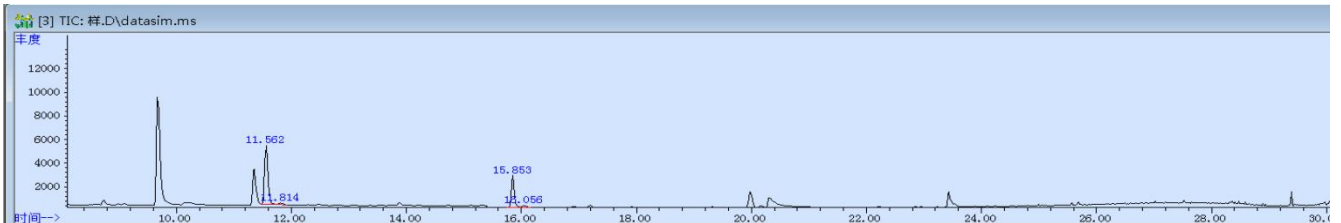


图 2. 样品图谱

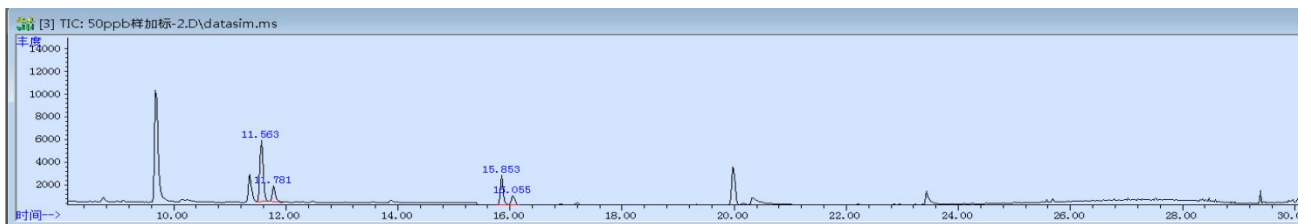


图 3. 硅油纸样加标 0.02mg/L 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

表 1.加标回收表

样品	名称	加标水平 mg/L	平均回收率%	RSD (N=2)
硅油纸	1, 3-DCP	0.02	103	1.54%
	3-MCPD		113	1.40%
	1, 3-DCP	0.04	101	0.73
	3-MCPD		99	1.30

9、相关产品信息

货号	名称	规格
00567-20035	Welchrom® Celite AZO	5g/30ml,10pk
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS 30m×0.25mm,0.25μm
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com