

## 食品接触材料及制品芳香族伯胺迁移量的测定

SGLC-LC/MS-059

**摘要：** 本文建立了食品接触材料及制品 29 种芳香族伯胺迁移量的测定方法。参照国标 GB 31604.52-2021 的色谱条件并进行优化，采用岛津 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测分析。分别对化学模拟物 4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇，化学替代溶剂 95%乙醇，化学替代溶剂异辛烷，浓度为 3.0  $\mu\text{g/L}$  的标准工作液上机检测，结果显示，29 种化合物峰形良好，重现性好，一针分析时间 12 min，满足快速分析需求。该方法可为食品接触材料及制品 29 种芳香族伯胺迁移量的检测提供参考。

**关键词：** 食品接触材料及制品 29 种芳香族伯胺 Shim-pack Scepter C18-120 LC-MSMS

### 1. 实验部分

#### 1.1 实验仪器及耗材

Shimadzu LC-40B X3 与 LCMS-8060NX 联用系统；

色谱柱：Shim-pack Scepter C18-120 (3  $\mu\text{m}$ , 2.1 $\times$ 150 mm; P/N: 227-31014-06)；

纯水机：PR-FP-0120 $\alpha$ -MT1 (+ 60L 水箱 + 取水器)

SHIMSEN Arc Disc HPTFE 针式过滤器 (P/N: 380-00341-05)；

LC-MS 认证样品瓶 LabTotal Vial (P/N: 227-34001-01)；

SHIMSEN Pipet 移液枪：SHIMSEN Pipet PMII-10 (P/N: 380-00751-02)；

SHIMSEN Pipet PMII-100 (P/N: 380-00751-04)；

SHIMSEN Pipet PMII-1000 (P/N: 380-00751-06)。

#### 1.2 异辛烷标准工作液的制备

取 29 种芳香族伯胺混合标准母液 (浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ) 适量，加异辛烷稀释制成芳香族伯胺浓度为 3.0  $\mu\text{g/L}$  的标准工作溶液。移取 2 mL 异辛烷标准工作溶液至试管中，加入 2 mL 50% 甲醇水溶液，震荡 30 s，静置分层后，取下层水溶液，过滤，备用。

#### 1.3 其他食品模拟物、化学替代溶剂的标准工作溶液的制备

取 29 种芳香族伯胺混合标准母液 (浓度为 100  $\mu\text{g/mL}$ ) 适量，分别用 4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%乙醇稀释制成芳香族伯胺浓度为 3.0  $\mu\text{g/L}$  的标准工

作溶液。

#### 1.4 分析条件

##### UHPLC 条件:

色谱柱: Shim-pack Scepter C18-120 (3  $\mu$ m, 2.1 $\times$ 150 mm; P/N: 227-31014-06)

流速: 0.4 mL/min;

进样量: 2  $\mu$ L (CO-injection, 20  $\mu$ L 水)

柱温: 40  $^{\circ}$ C

流动相: A: 0.1% 甲酸水溶液 B: 乙腈

梯度洗脱程序如下:

时间(Min)	0	6	9	10	10.1	12
A (%)	95	70	5	5	95	95
B (%)	5	30	95	95	5	5

##### 质谱条件:

离子化模式: ESI, 正离子模式

扫描模式: 多反应监测 (MRM)

碰撞气: 氩气

加热气: 干燥空气 10 L/min

雾化气: 氮气 3 L/min

干燥气: 氮气 10 L/min

接口温度: 400  $^{\circ}$ C

DL 温度: 250  $^{\circ}$ C

加热模块温度: 400  $^{\circ}$ C

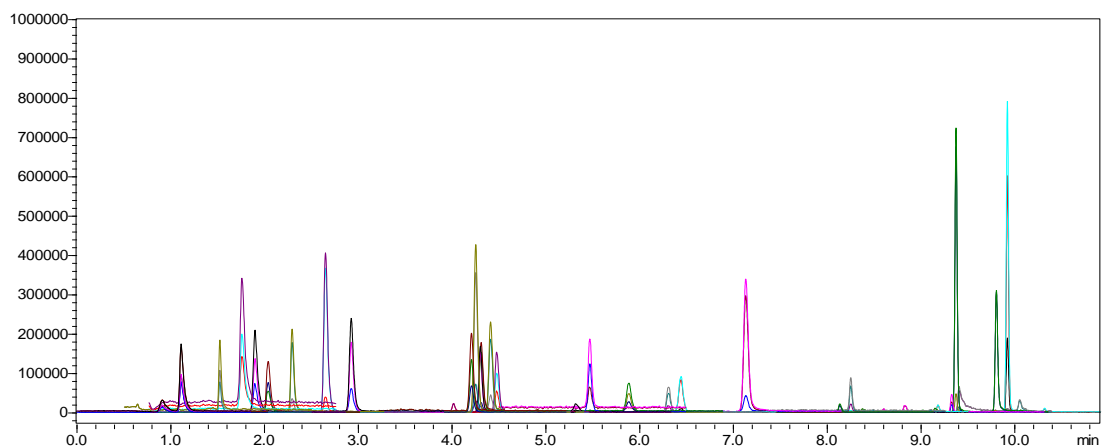
各化合物 MRM 参数见下表

序号	中文名	电离方式	保留时间 min	前体离子	定量离子	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias	定性离子	Q1 Pre Bias	CE	Q3 Pre Bias
1	对苯二胺	+	0.863	109.1	65	-12	-24	-27	92	-13	-18	-21
2	间苯二胺	+	1.046	109.1	65	-12	-23	-28	92	-22	-18	-22
3	2,4-二氨基甲苯	+	1.511	123.1	77	-14	-27	-18	106.1	-14	-19	-25
4	4,4'-二氨基二苯醚	+	1.872	201.2	108.1	-11	-21	-25	80	-11	-35	-19
5	联苯胺	+	2.026	185.2	168.2	-10	-19	-20	167.1	-14	-26	-14
6	4,4'-二氨基二苯甲烷	+	2.283	199.2	77	-22	-53	-18	106	-14	-23	-26
7	苯胺	+	1.772	94.2	77	-11	-20	-19	51	-11	-29	-22
8	邻甲氧基苯胺	+	2.658	124.1	109.1	-14	-20	-23	92.1	-14	-20	-21
9	邻甲苯胺	+	2.921	108.1	91	-12	-21	-20	93	-21	-20	-22
10	3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷	+	4.313	227.1	120.1	-24	-24	-28	178.1	-28	-24	-16
11	3,3'-二甲氧基联苯胺	+	4.416	245.2	213.2	-27	-19	-19	230.1	-18	-18	-19
12	3,3'-二甲基联苯胺	+	4.464	213.1	180.1	-11	-34	-15	196.1	-11	-20	-23

13	2,6-二甲基苯胺	+	4.228	122.1	107.1	-14	-20	-23	105.1	-13	-19	-26
14	2,4'-二氨基二苯甲烷	+	4.328	199.2	106	-14	-19	-22	77	-21	-47	-18
15	2,4-二氨基苯甲醚	+	4.274	139.1	124.1	-16	-19	-28	108.1	-26	-27	-21
16	3-氨基对甲苯甲醚	+	4.268	138.1	123.1	-15	-20	-27	106.1	-17	-21	-24
17	2,4,5-三甲基苯胺	+	5.501	136.1	121.1	-15	-19	-27	119.1	-15	-20	-11
18	4,4'-二氨基二苯硫醚	+	6.316	217.1	124.1	-26	-21	-15	200	-26	-22	-25
19	对氯苯胺	+	5.346	128.1	93.1	-11	-17	-27	111.1	-10	-24	-25
20	2,4-二甲基苯胺	+	5.896	122.1	107.1	-13	-20	-24	105.1	-13	-19	-22
21	2-萘胺	+	6.467	144.1	127	-16	-26	-25	117	-28	-19	-14
22	2,2'-二氨基二苯甲烷	+	7.157	199.2	77	-23	-49	-19	106	-22	-18	-26
23	4-氨基联苯	+	8.27	170.1	152.1	-19	-30	-13	153.1	-18	-20	-17
24	4-氯邻甲苯胺	+	8.142	142.1	107.1	-10	-19	-10	125	-17	-21	-27
25	2-氨基-4-硝基甲苯	+	8.513	153.2	90	-11	-25	-19	107.1	-11	-19	-26
26	3,3'-二氯联苯胺	+	9.324	253.1	182.1	-13	-29	-22	217	-13	-20	-18
27	对氨基偶氮苯	+	9.365	198.2	77.1	-10	-21	-20	93.2	-14	-20	-23
28	4,4'-次甲基-双-(2-氯苯胺)	+	9.401	267.1	140	-14	-27	-17	195.1	-14	-30	-16
29	邻氨基偶氮甲苯	+	9.924	226.3	91.1	-18	-20	-20	121.1	-10	-20	-15

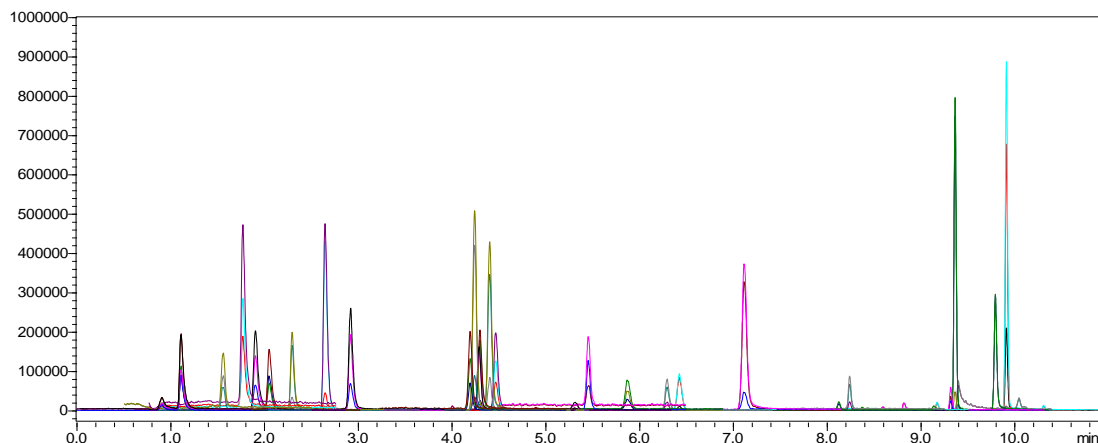
## 2. 实验结果及讨论

按照上述色谱条件（1.4）进行采集，芳香族伯胺混合标准工作溶液的 MRM 色谱图如下：

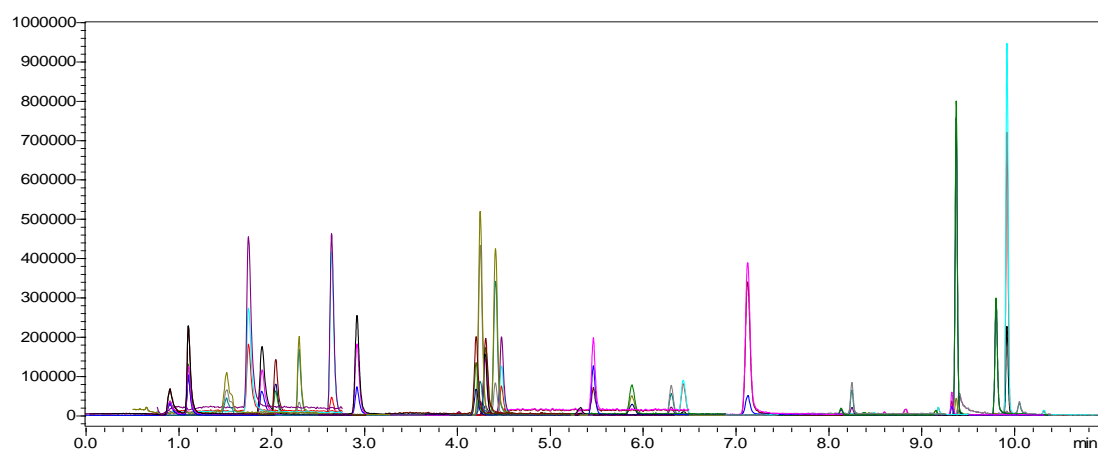


4%乙酸芳香族伯胺标准工作溶液（浓度：3.0 μg/L）

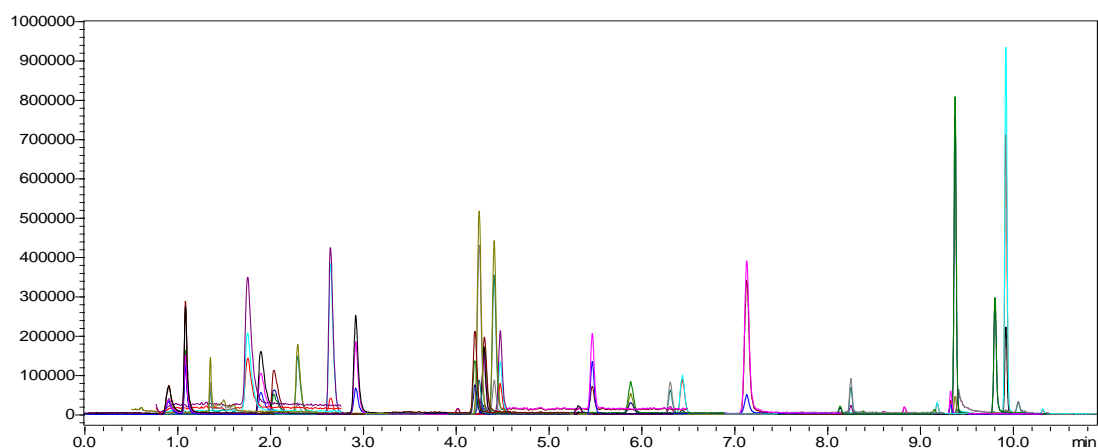
其他食品模拟物、化学替代溶剂的芳香族伯胺标准工作溶液 MRM 色谱图：



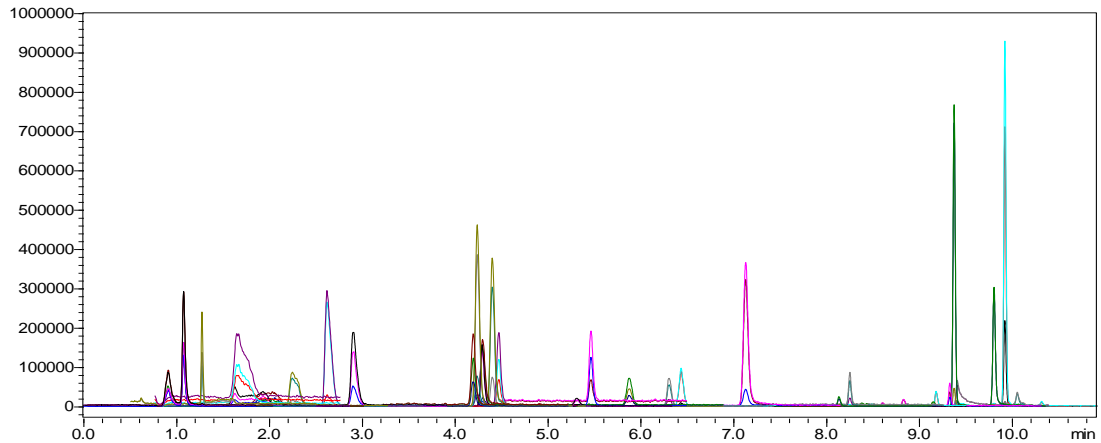
10%乙醇芳香族伯胺标准工作溶液（浓度：3.0 µg/L）



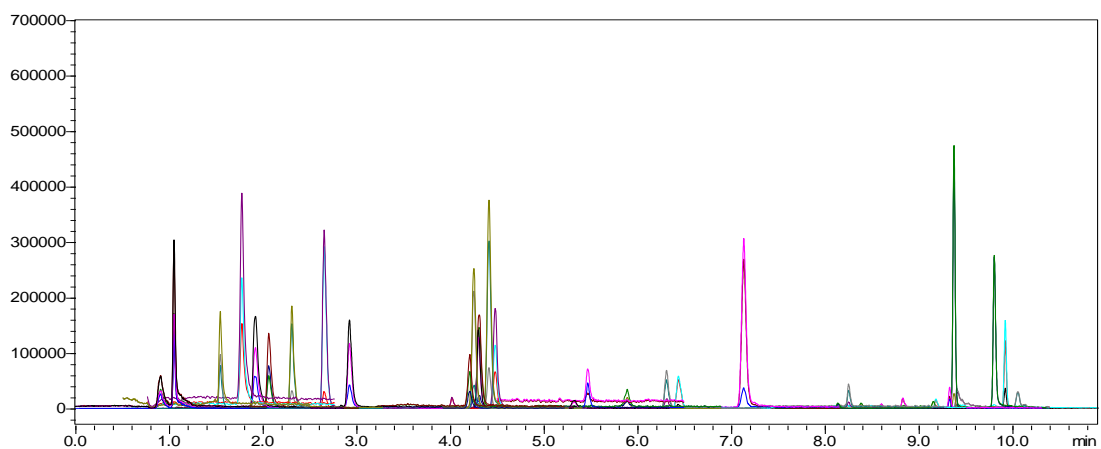
20%乙醇芳香族伯胺标准工作溶液（浓度：3.0 µg/L）



50%乙醇芳香族伯胺标准工作溶液（浓度：3.0 µg/L）



化学替代溶剂 95%乙醇芳香族伯胺标准工作溶液 (浓度: 3.0  $\mu\text{g/L}$ )



化学替代溶剂异辛烷芳香族伯胺标准工作溶液 (浓度: 3.0  $\mu\text{g/L}$ )

### 重现性

4%乙酸芳香族伯胺标准工作溶液

序号	化合物	峰面积 (Area, n=3)			RSD (%)
		数据 1	数据 2	数据 3	
1	对苯二胺	81086	88310	82476	4.57
2	间苯二胺	341144	313330	319864	4.48
3	2,4-二氨基甲苯	232079	239947	240611	2.00
4	4,4'-二氨基二苯醚	480252	477408	475912	0.46
5	联苯胺	196646	199201	187977	3.02
6	4,4'-二氨基二苯甲烷	82163	85950	83249	2.33
7	苯胺	703441	696731	696562	0.56
8	邻甲氧基苯胺	1117054	1098056	1098012	0.99
9	邻甲苯胺	558536	552131	553049	0.62
10	3,3'-二甲基-4,4'-二氨基二苯甲烷	404830	401720	394074	1.38
11	3,3'-二甲氧基联苯胺	132855	134517	133067	0.68

12	3,3'-二甲基联苯胺	316556	305220	300522	2.68
13	2,6-二甲基苯胺	380496	369974	385481	2.09
14	2,4'-二氨基二苯甲烷	484854	540498	497664	5.74
15	2,4-二氨基苯甲醚	82439	86742	84090	2.57
16	3-氨基对甲苯甲醚	1037431	1048367	1036994	0.62
17	2,4,5-三甲基苯胺	356608	332418	337437	3.73
18	4,4'-二氨基二苯硫醚	156609	142312	142029	5.67
19	对氯苯胺	67481	67061	56813	9.47
20	2,4-二甲基苯胺	97553	99371	97430	1.11
21	2-萘胺	284139	278099	280904	1.08
22	2,2'-二氨基二苯甲烷	148017	147024	147323	0.35
23	4-氨基联苯	137828	131063	120328	6.80
24	4-氯邻甲苯胺	38369	38786	36326	3.48
25	2-氨基-4-硝基甲苯	2196	2301	1974	7.74
26	3,3'-二氯联苯胺	34209	30965	33068	5.03
27	对氨基偶氮苯	1162137	1142354	1163582	1.03
28	4,4'-次甲基-双-(2-氯苯胺)	24357	23938	23893	1.06
29	邻氨基偶氮甲苯	1041463	1057300	1005981	2.54

### 3. 结论

本文建立了食品接触材料及制品 29 种芳香族伯胺迁移量的测定方法。参照国标 GB 31604.52-2021 的色谱条件并进行优化，采用岛津 Shim-pack Scepter C18-120 色谱柱进行分离，岛津液相色谱-质谱联用仪 LCMS-8060NX 进行检测分析。分别对化学模拟物 4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇，化学替代溶剂 95%乙醇，化学替代溶剂异辛烷，浓度为 3.0  $\mu\text{g/L}$  的标准工作液上机检测，结果显示，29 种化合物峰形良好，重现性好，一针分析时间 12 min，满足快速分析需求。该方法可为食品接触材料及制品 29 种芳香族伯胺迁移量的检测提供参考。