

团 体 标 准

T/SATA 092—2025

食品中环氧乙烷及其代谢物 2-氯乙醇和二 氧六环、环氧丙烷的测定 气相色谱-质谱/ 质谱法

Determination of ethylene oxide and its metabolites 2-chloroethanol, 1,4-dioxane,
and propylene oxide in foods—Gas chromatograph- tandem mass spectrometry
method

2025 – 12 – 30 发布

2025 – 12 – 31 实施

深圳市分析测试协会 发 布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器 2

7 试样制备与贮存 2

8 分析步骤 2

9 回收率 4

10 精密度 4

11 其他 4

附录 A（资料性） 4 种化合物名称、CAS 号、保留时间、离子对、碰撞电压 5

附录 B（资料性） 4 种化合物 (MRM) 色谱图 6

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，本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由深圳市分析测试协会提出并归口。

本文件起草单位：华测检测认证集团股份有限公司、天津天狮学院。

本文件主要起草人：陈仁熙、严杏、蒙嘉鹏、潘瑞珍、夏进、江建华、林芳、蒋研、郭晓雷、张秀芹、张丽芬。

本文件为首次制定。

食品中环氧乙烷及其代谢物 2-氯乙醇和二氧六环、环氧丙烷的测定 气相色谱-质谱/质谱法

1 范围

本文件规定了食品中环氧乙烷、2-氯乙醇、二氧六环、环氧丙烷残留量的气相色谱-质谱/质谱测定方法。

本文件适用于大米、花椒、方便面中环氧乙烷、2-氯乙醇、二氧六环、环氧丙烷残留量的测定，其它食品可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

GB/T 27404 实验室质量控制规范 食品理化检测

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

试样用乙腈提取，冷冻离心后提取液经PSA和C₁₈粉末分散固相萃取净化，再冷冻离心后取上清液，气相色谱-质谱/质谱检测，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，在分析中仅使用分析纯的试剂，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 乙腈（CH₃CN，CAS 号：75-05-8）：色谱纯。

5.1.2 氯化钠（NaCl，CAS 号：7647-14-5）。

5.2 标准品

5.2.1 环氧乙烷（C₂H₄O，CAS 号：75-21-8）。

5.2.2 2-氯乙醇（C₂H₅OC₂H₄Cl，CAS：107-07-3）。

5.2.3 环氧丙烷（C₃H₆O，CAS：75-56-9）：纯度≥99.9%。

5.2.4 二氧六环（C₄H₈O₂，CAS：123-91-1）：纯度≥99.8%。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 环氧乙烷标准储备溶液（100 μg/mL）：准确吸取适量环氧乙烷的二甲亚砜溶液，置于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，混匀。-18℃ 以下保存 3 个月。

5.3.2 2-氯乙醇标准储备溶液（100 μg/mL）：准确吸取适量 2-氯乙醇水溶液，置于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，混匀。-18℃ 以下保存 3 个月。

5.3.3 环氧丙烷标准储备溶液（100 μg/mL）：准确称取适量环氧丙烷标准品（精确至 0.1 mg）于 100 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并定容至刻度，混匀。-18℃ 以下保存 3 个月。

5.3.4 二氧六环标准储备溶液 (100 $\mu\text{g/mL}$)：准确称取适量二氧六环标准品 (精确至 0.1 mg) 于 100 mL 容量瓶中，用乙腈溶解并定容至刻度，混匀。 -18°C 以下保存 3 个月。

5.3.5 混合标准中间溶液 (10 $\mu\text{g/mL}$)：准确吸取环氧乙烷准储备溶液 (5.3.1)、2-氯乙醇准储备溶液 (5.3.2)、环氧丙烷准储备溶液 (5.3.3)、二氧六环准储备溶液 (5.3.4) 各 1.0 mL，置于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，混匀。现用现配。

5.3.6 混合标准工作溶液：分别准确吸取适量混合标准中间溶液 (10 $\mu\text{g/mL}$) 于 10 mL 容量瓶中，用乙腈定容至刻度，获得质量浓度为 20 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 、500 $\mu\text{g/L}$ 的标准系列浓度工作液。现用现配。

5.3.7 基质混合标准工作溶液：空白基质溶液氮气吹干，加入 1 mL 相应质量浓度的混合标准工作溶液复溶，过微孔滤膜 (5.4.3)。现用现配。

5.4 材料

5.4.1 乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶 (PSA)：40 μm ~60 μm 。

5.4.2 十八烷基硅烷键合硅胶 (C_{18})：40 μm ~60 μm 。

5.4.3 微孔滤膜 (有机相)：0.22 μm 。

5.4.4 聚丙烯离心管：15 mL、50 mL。

6 仪器

6.1 气相色谱-质谱/质谱仪，配电子轰击源 (EI)。

6.2 分析天平：感量 0.1 mg 和 10 mg。

6.3 冷冻离心机：转速不低于 10000 r/min。

6.4 组织捣碎机。

6.5 水平振荡器。

6.6 涡旋混合器。

6.7 氮吹仪。

7 试样制备与贮存

7.1 试样制备

取适量试样，用组织捣碎机粉匀浆，混合均匀后装入洁净容器内密封并做好标识。

7.2 试样贮存

将制备好的试样置于冰箱中， -18°C 以下保存。

8 分析步骤

8.1 前处理

称取 10 g (精确至 0.01 g) 试样，置于 50 mL 聚丙烯离心管中，加入 10 mL 乙腈 (5.1.1)，涡旋振荡 30 s，振荡提取 30 min，10000 r/min 冷冻离心 5 min 后，取 4 mL 上层清液至装有 100 mg PSA 和 100 mg C_{18} 粉末的 15 mL 聚丙烯离心管中，涡旋振荡 2 min，10000 r/min 冷冻离心 5 min 后，取 2 mL 上层清液过 0.22 μm 滤膜 (5.4.3)，待分析。

注：上述处理中净化前的上清液吸取量可根据需要调整，净化材料 (PSA、 C_{18}) 用量按比例增减。

8.2 测定

8.2.1 气相色谱-质谱/质谱仪参考条件

- 色谱柱：聚乙二醇 (PEG) 石英毛细管柱；30 m、0.25 mm、0.25 μm ，或者相当；
- 色谱柱温度： 40°C 保持 6 min，然后以 $30^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至 255°C ，保持 1 min。
- 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速 1.5 mL/min；

- d) 进样口温度：120℃；
- e) 进样量：2.00 μL；
- f) 进样方式：分流进样，分流比 10:1；
- g) 电子轰击源：70 eV；
- h) 离子源温度：270℃；
- i) 传输线温度：250℃；
- j) 溶剂延迟，1 min；
- k) 多反应监测：每种化合物分别选择一对定量离子、一对定性离子。每组所需要检测的离子对按照出峰顺序，分时段分别检测。每种化合物的保留时间、定量离子对、定性离子对和碰撞电压，参见附录 A 中表 A.1。

8.2.2 定性及定量

8.2.2.1 保留时间

被测试样中目标化合物色谱峰的保留时间与相应基质匹配标准色谱峰的保留时间相比较，相对误差应在± 0.5%之内。

8.2.2.2 定量离子、定性离子及子离子丰度比

在相同实验条件下进行样品测定时，如果检出的色谱峰的保留时间与标准样品相一致，并且在扣除背景后的样品质谱图中，目标化合物的质谱定量和定性离子均出现（信噪比大于等于3），而且同一检测批次，对同一化合物，样品中目标化合物的定性离子和定量离子的相对丰度比与质量浓度相当的基质匹配标准工作溶液相比，其允许偏差不超过表1规定的范围，则可初步判断样品中存在目标化合物。若检出目标化合物的含量超过筛查限浓度，则可判定样品中该目标化合物的检测结果为阳性结果。

表 1 定性时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	> 50%	> 20%至 50%	> 10%至 20%	≤ 10%
允许相对偏差	± 20%	± 25%	± 30%	± 50%

8.2.2.3 定量检测

本方法采用基质匹配标准工作溶液外标法定量，基质匹配标准工作溶液的浓度应与待测化合物的浓度相近。

8.3 空白试验

除不加试料外，采用完全相同的测定步骤进行平行操作。

8.4 平行测定

按照8.1的规定对同一试样进行平行测定。

8.5 结果计算

试样中被测化合物残留量以质量分数X计，单位以毫克每千克 (mg/kg)表示，按照按公式(1) 计算。

$$X = \frac{C_s \times V}{m \times 1000} \quad (1)$$

式中：

C_s ——由基质标曲线计算或根据仪器软件上读取的被测化合物浓度，单位为微克每毫升 (μg/L)；

V ——样品溶液定容体积，单位为毫升 (mL)；

m ——试样的质量，单位为克 (g)；

1000 ——单位换算系数；

计算结果保留保留三位有效数字。

9 回收率

本方法添加回收率应在60%~120%范围内。

10 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15%。

11 其他

本方法中，环氧乙烷、2-氯乙醇、二氧六环和环氧丙烷的检出限均为 0.01 mg/kg，定量限均为 0.02 mg/kg。

附 录 A
(资料性)

4 种化合物名称、CAS 号、保留时间、离子对、碰撞电压

4种化合物中英文名称、CAS号、保留时间、离子对及碰撞电压相关信息见表A.1。

表 A.1 4 种化合物中英文名称、CAS 号、保留时间、离子对、碰撞电压

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	定性离子对 (<i>m/z</i>)	定量离子对 (<i>m/z</i>)	碰撞电压 (eV)
1	环氧乙烷	ethylene oxide	75-21-8	1.318	44.0/29.0	44.0/29.0	5
					44.0/14.1		20
2	环氧丙烷	propylene oxide	75-56-9	1.426	58.0/43.0	58.0/43.0	5
					58.0/28.1		10
3	二氧六环	dioxide	123-91-1	6.345	88.0/57.0	88.0/57.0	10
					88.0/58.0		10
4	2-氯乙醇	2-chloroethanol	107-07-3	9.507	31.1/29.0	31.1/29.0	15
					80.0/31.0		10

附录 B
(资料性)
4 种化合物(MRM) 色谱图

4种化合物多反应监测 (MRM)色谱图见图 B.1。

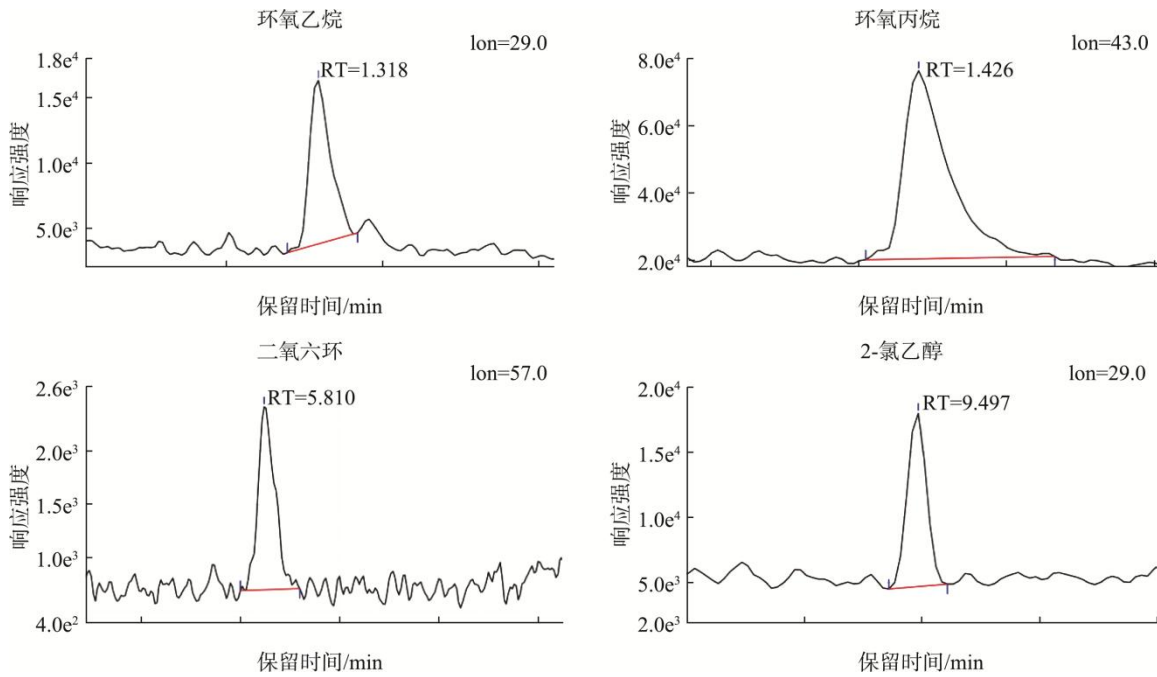


图 B. 1 4 种化合物(MRM) 色谱图