



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3877—2014

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2-氨基苯甲 酰胺的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymers—Determination of the 2-aminobenzamide
in food simulants—High performance liquid chromatography

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则编写起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：李宁涛、于艳军、张颖、韩伟、杜宇、熊中强。

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2-氨基苯甲 酰胺的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺的液相色谱方法。

本标准适用于水、3%(质量浓度)乙酸、10%(体积分数)乙醇溶液、橄榄油四种食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺含量的测定。

水、3%(质量浓度)乙酸、10%(体积分数)乙醇溶液三种水基食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺的测定底限为 0.003 mg/L,橄榄油中 2-氨基苯甲酰胺的测定底限为 0.004 mg/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。凡是注明日期的引用文件,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

GB/T 23296.1—2009 食品接触材料 塑料中受限物质 塑料中物质向食品及食品模拟物特定迁移试验和含量测定方法以及食品模拟物暴露条件选择的指南

3 方法提要

样品经食品模拟物浸泡后,取一定量食品模拟物试液(其中橄榄油试液需进行超声辅助液液萃取)通过液相色谱-荧光检测器测定,外标法定量。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级以上纯度的水。

4.1 冰乙酸。

4.2 无水乙醇。

4.3 乙腈:HPLC 级。

4.4 甲醇:HPLC 级。

4.5 食品模拟物。

根据要求从以下模拟物中选择若干种进行迁移试验:

a) 水。

b) 3%(质量-体积浓度)乙酸溶液:称取 30.0 g(精确到 0.1 g)冰乙酸(4.1),用水稀释并转移到 1 L 容量瓶中,水定容至刻度。

c) 10%(体积分数)乙醇溶液:量取 100 mL 无水乙醇(4.3)于 1 L 容量瓶中,水定容至刻度。

d) 精制橄榄油。

4.6 甲醇-水混合液(1+1):量取 100 mL 甲醇(4.5)和 100 mL 水,混匀。

4.7 2-氨基苯甲酰胺(anthranilamide),CAS:88-68-6,纯度>99.0%。

4.8 2-氨基苯甲酰胺标准储备液:称取 2-氨基苯甲酰胺 50.0 mg(精确至 0.1 mg),使用甲醇稀释并转移至 500 mL 棕色容量瓶中,甲醇定容至刻度,充分混匀,得到浓度为 100 mg/L 的标准储备液,4℃下避光保存,备用。

4.9 2-氨基苯甲酰胺标准中间液:移取 2-氨基苯甲酰胺标准储备液(4.8)10 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用甲醇定容至刻度,得到浓度为 10 mg/L 的标准中间液,4℃下避光保存,备用。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱仪:配置荧光检测器。

5.2 超声波萃取仪,功率 800 W,控温精度为 $\pm 3^{\circ}\text{C}$ 。

5.3 具塞试管:10 mL。

5.4 注射器:2 mL。

5.5 微量注射器:10 μL ,100 μL ,1 000 μL 。

5.6 分析天平,感量 0.1 mg。

5.7 微孔滤膜:水相,孔径 0.2 μm 。

6 试液的制备

6.1 标准工作溶液的制备

6.1.1 水基食品模拟物标准工作溶液

用微量注射器分别准确量取 0 μL 、20 μL 、50 μL 、100 μL 、200 μL 、500 μL 2-氨基苯甲酰胺标准中间液(4.9)于 6 个 10 mL 容量瓶中,分别用迁移试验中选用的水基食品模拟物定容,得到相应介质中 2-氨基苯甲酰胺浓度分别为 0.00 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L 的标准工作溶液。

6.1.2 橄榄油标准工作溶液

分别准确称取 2 g(精确至 0.01 g)橄榄油至 6 个具塞试管中,用微量注射器分别移取 0 μL 、10 μL 、20 μL 、40 μL 、100 μL 、200 μL 2-氨基苯甲酰胺标准中间液(4.9)于试管中,得到浓度分别为 0.00 mg/kg、0.05 mg/kg、0.10 mg/kg、0.20 mg/kg、0.50 mg/kg、1.00 mg/kg 的标准工作溶液。分别在每个试管中再加入 4 mL 甲醇-水混合液(4.7),40℃超声提取 30 min,静置分层后,用注射器吸取下层水溶液,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供高效液相色谱进样。

6.2 食品模拟物试液的制备

6.2.1 试样预处理

清洁剂洗净试样,用自来水冲洗干净,再用超纯水冲洗三遍后晾干,备用。

6.2.2 迁移实验

按照 GB/T 23296.1—2009 进行迁移试验。

6.2.3 食品模拟物试液的处理

对于水基食品模拟物试液,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供仪器检测。对于橄榄油试液,称取 2.0 g(精确至 0.01 g)橄榄油试液于 10 mL 具塞玻璃试管中,加入 4 mL 甲醇-水混合液,40 $^{\circ}\text{C}$ 超声提取 30 min,静置分层后,用注射器吸取下层水溶液,经 0.2 μm 滤膜过滤后,供高效液相色谱进样。

6.3 空白试液的制备

按照 6.2 的操作处理未与食品接触材料接触的食品模拟物。

7 定量测定

7.1 仪器参考条件

7.1.1 色谱柱: C_{18} 柱,柱长 150 mm,内径 4.6 mm,粒度 5 μm ,或相当者;

7.1.2 流动相:水-乙腈(95+5);

7.1.3 流速:1.0 mL/min;

7.1.4 柱温:室温;

7.1.5 荧光检测器:激发波长 359 nm,发射波长 410 nm。

7.1.6 进样量:5 μL 。

7.2 绘制标准工作曲线

按照 7.1 所列测定条件,对标准工作溶液(6.1)进行检测。以食品模拟物标准工作液中 2-氨基苯甲酰胺浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性方程。标准溶液色谱图参见附录 A。

按式(1)计算回归参数:

$$y = a \times x + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

y ——食品模拟物工作溶液中 2-氨基苯甲酰胺的峰面积;

a ——回归曲线的斜率;

x ——食品模拟物标准工作溶液中 2-氨基苯甲酰胺的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

b ——回归曲线的截距。

7.3 试液测定

对空白试液(6.3)和食品模拟物试液(6.2)按照 7.2 的步骤与标准工作溶液等体积进样,扣除空白值,得到 2-氨基苯甲酰胺色谱峰峰面积。

8 结果计算

8.1 水基食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺浓度的计算

水基食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺的浓度按式(2)计算:

$$c = (y - b) / a \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——食品模拟物试液中 2-氨基苯甲酰胺的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

y ——食品模拟物试液中 2-氨基苯甲酰胺的峰面积；
 b ——回归曲线的截距；
 a ——回归曲线的斜率。

8.2 橄榄油食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺浓度的计算

橄榄油模拟物中 2-氨基苯甲酰胺的浓度按式(3)计算：

$$x = (c \times V) / m \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中：

x ——食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺的浓度，单位为毫克每千克(mg/kg)；
 c ——甲醇-水试液中 2-氨基苯甲酰胺的浓度，单位为毫克每升(mg/L)；
 V ——甲醇-水提取试液的最终定容体积，单位为毫升(mL)；
 m ——用于提取的橄榄油的质量，单位为克(g)。

8.3 2-氨基苯甲酰胺浓度的计算

由 8.1 和 8.2 得到的 2-氨基苯甲酰胺浓度，根据迁移实验中所使用的食品模拟物的体积和测试试样与食品模拟物接触面积，通过数据换算计算出 2-氨基苯甲酰胺的特定迁移量，单位以“mg/kg 或 mg/dm²”表示。详见 GB/T 23296.1—2009 的第 13 章。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示，保留三位有效数字。

9 重复性

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 10%。

附录 A

(资料性附录)

食品模拟物中 2-氨基苯甲酰胺标准溶液色谱图

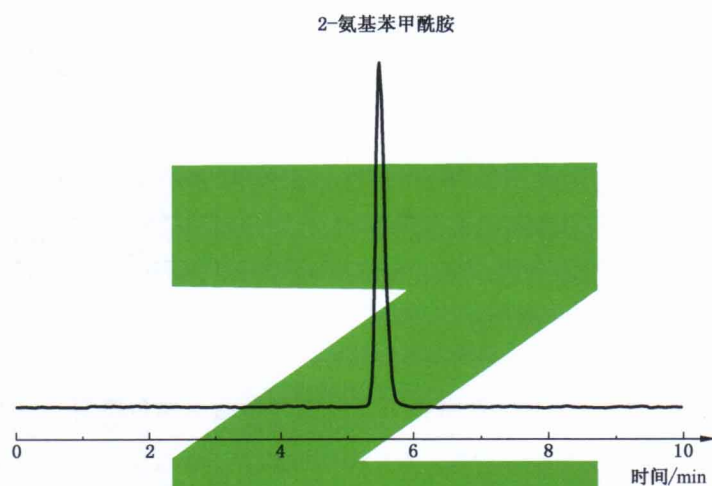


图 A.1 水中 2-氨基苯甲酰胺标准色谱图

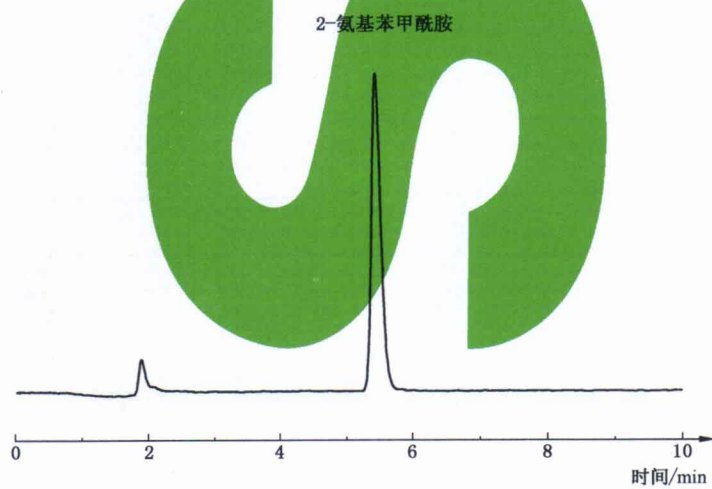


图 A.2 3%乙酸中 2-氨基苯甲酰胺标准色谱图

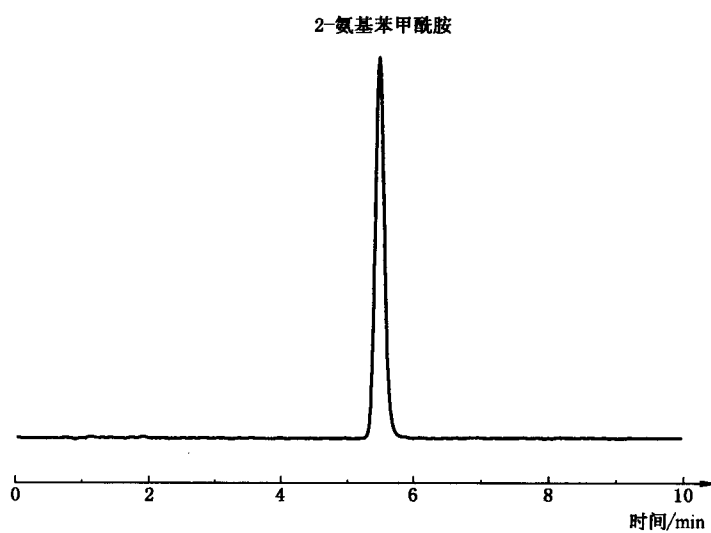


图 A.3 10%乙醇中 2-氨基苯甲酰胺标准色谱图

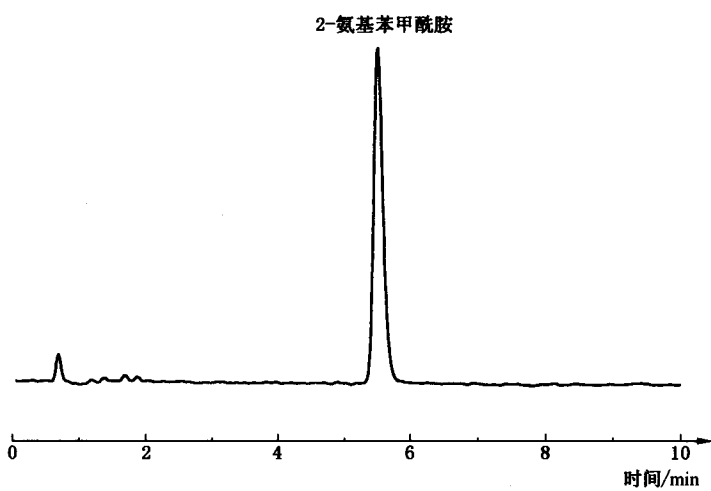


图 A.4 橄榄油中 2-氨基苯甲酰胺标准色谱图