



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4268—2015

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2,4-二羟基二苯甲酮的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymer materials—
Determination of 2,4-dihydroxybenzophenone in food simulants—
High performance liquid chromatography

2015-05-26 发布

2016-01-01 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这些专利的责任。

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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：张敏、刘君峰、陈明、赵敏、周志荣、钱凯、罗世鹏。

食品接触材料 高分子材料

食品模拟物中 2,4-二羟基二苯甲酮的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品模拟物中 2,4-二羟基二苯甲酮的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液、20%(体积分数)乙醇溶液、50%(体积分数)乙醇溶液水基模拟物和橄榄油六种食品模拟物中 2,4-二羟基二苯甲酮含量的测定。

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

GB/T 23296.1 食品接触材料 塑料中受限制物质 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指南

3 方法提要

食品模拟物中的 2,4-二羟基二苯甲酮通过高效液相色谱进行分离,采用紫外检测器进行检测。水基食品模拟物直接进样,橄榄油模拟物通过甲醇漩涡提取后进样,采用外标法定量。

4 试剂与材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 中规定的三级水。

4.1 2,4-二羟基二苯甲酮($C_{13}H_{10}O_3$, CAS 号:131-56-6);纯度大于 99.0%(质量分数)。

4.2 冰醋酸。

4.3 无水乙醇。

4.4 精制橄榄油。

4.5 甲醇,色谱纯。

4.6 3%(质量浓度)乙酸溶液:称取 30 g(精确至 0.1 g)冰醋酸(4.2)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.7 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,用水定容。

4.8 20%(体积分数)乙醇溶液:量取 200 mL 无水乙醇(4.3)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.9 50%(体积分数)乙醇溶液:量取 500 mL 无水乙醇(4.3)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.10 水基食品模拟物所用的 2,4-二羟基二苯甲酮标准储备液(1.0 mg/mL):准确称取 2,4-二羟基二苯甲酮标准品(4.1)0.1 g 于 100 mL 容量瓶中,精确至 0.000 1 g,用甲醇(4.5)定容至刻度,在 0℃~4℃ 密封避光保存。

4.11 橄榄油模拟物所用的 2,4-二羟基二苯甲酮标准储备液(1.0 mg/g):准确称取 2,4-二羟基二苯甲

酮(4.1)0.1 g 于 100 mL 容量瓶中,精确至 0.000 1 g,然后向容量瓶中加入一定量橄榄油(4.4),使溶液总质量达 100.0 g,精确至 0.000 1 g,在 0 °C~4 °C 密封避光保存。

4.12 滤膜,0.45 μm,材质尼龙。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.2 漩涡混合仪。

5.3 离心机:转速可达 4 000 r/min。

5.4 分析天平:感量 0.1 mg。

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

准确移取适量的 2,4-二羟基二苯甲酮标准储备液(4.10)用水逐级稀释成浓度分别为 0.05 mg/L、0.5 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L 的 2,4-二羟基二苯甲酮标准工作溶液。采用同样的方式,分别用 3%乙酸(质量浓度)、10%乙醇(体积分数)、20%乙醇(体积分数)和 50%乙醇(体积分数)配制同样浓度系列的标准工作溶液,经 0.45 μm 微孔滤膜(4.12)过滤后供高效液相色谱进样。

6.1.2 橄榄油标准工作溶液

准确移取适量的 2,4-二羟基二苯甲酮标准储备液(4.11)用橄榄油逐级稀释成浓度分别为 0.1 mg/kg、0.5 mg/kg、2 mg/kg、4 mg/kg、6 mg/kg、8 mg/kg、10 mg/kg 的 2,4-二羟基二苯甲酮标准工作溶液。分别准确称取 2 g(精确至 0.000 1 g)2,4-二羟基二苯甲酮标准工作溶液于 6 个 10 mL 的具塞离心管中,向每个离心管中加入 2 mL 甲醇(4.5),漩涡混合 5 min 后,静置 2 min,高速离心(4 000 r/min)6 min,静置后移取上清液经滤膜(4.12)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 总则

食品模拟物试液按照 GB/T 23296.1 的要求从迁移试验中获取,在 0 °C~4 °C 冰箱中避光保存。

6.2.2 水基食品模拟物

移取迁移实验(6.2.1)中得到的水基食品模拟物约 1 mL,经 0.45 μm 滤膜过滤后供高效液相色谱进样。平行制取两份试液。

6.2.3 橄榄油模拟物

准确称取迁移实验中得到的橄榄油模拟物 2 g(精确至 0.1 mg)于 10 mL 具塞离心管中,按照 6.1.2 所述方法进行提取过滤,进样分析。平行制取两份试液。

6.3 空白试液的制备

按 6.2 所述方法处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

7 测定

7.1 高效液相色谱条件

高效液相色谱条件为:

- a) 色谱柱: CN 柱, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒度 5 μm , 或性能类似的分析柱;
- b) 流动相: 甲醇(4.5)-水(55+45);
- c) 进样量: 20 μL ;
- d) 检测波长: 290 nm;
- e) 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 流速: 1.0 mL/min。

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)进行测定。以食品模拟物标准工作溶液中 2,4-二羟基二苯甲酮浓度为横坐标, 以对应的色谱峰面积为纵坐标, 分别绘制标准工作曲线, 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:

$$y_s = a \times x_s + b \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

y_s ——标准工作溶液中的 2,4-二羟基二苯甲酮的色谱峰面积;

a ——回归曲线的斜率;

x_s ——标准工作溶液 2,4-二羟基二苯甲酮的浓度, 单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);

b ——回归曲线的截距。

7.3 试液的测定

将空白试液(6.3)和食品模拟物试液(6.2)依次进样, 扣除空白值, 得到 2,4-二羟基二苯甲酮的色谱峰面积。

8 结果计算

食品模拟物试液中 2,4-二羟基二苯甲酮的浓度 c 按式(2)计算:

$$c = \frac{(y - y_0) - b}{a} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c ——食品模拟液中 2,4-二羟基二苯甲酮的浓度, 单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);

y ——食品模拟液中 2,4-二羟基二苯甲酮的色谱峰面积;

y_0 ——空白试液中 2,4-二羟基二苯甲酮的色谱峰面积;

b ——回归曲线的截距;

a ——回归曲线的斜率。

测定结果以平行测定值的算术平均值表示, 保留两位有效数字。

9 测定低限

见表 1。

表 1 2,4-二羟基二苯甲酮在 6 种食品模拟液中的测定低限

编号	食品模拟液	测定低限
1	水	0.05 mg/L
2	10%(体积分数)乙醇溶液	0.05 mg/L
3	20%(体积分数)乙醇溶液	0.05 mg/L
4	50%(体积分数)乙醇溶液	0.05 mg/L
5	3%(质量浓度)乙酸溶液	0.05 mg/L
6	橄榄油	0.10 mg/kg

10 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

附录 A
(资料性附录)

食品模拟液中 2,4-二羟基二苯甲酮标准色谱图

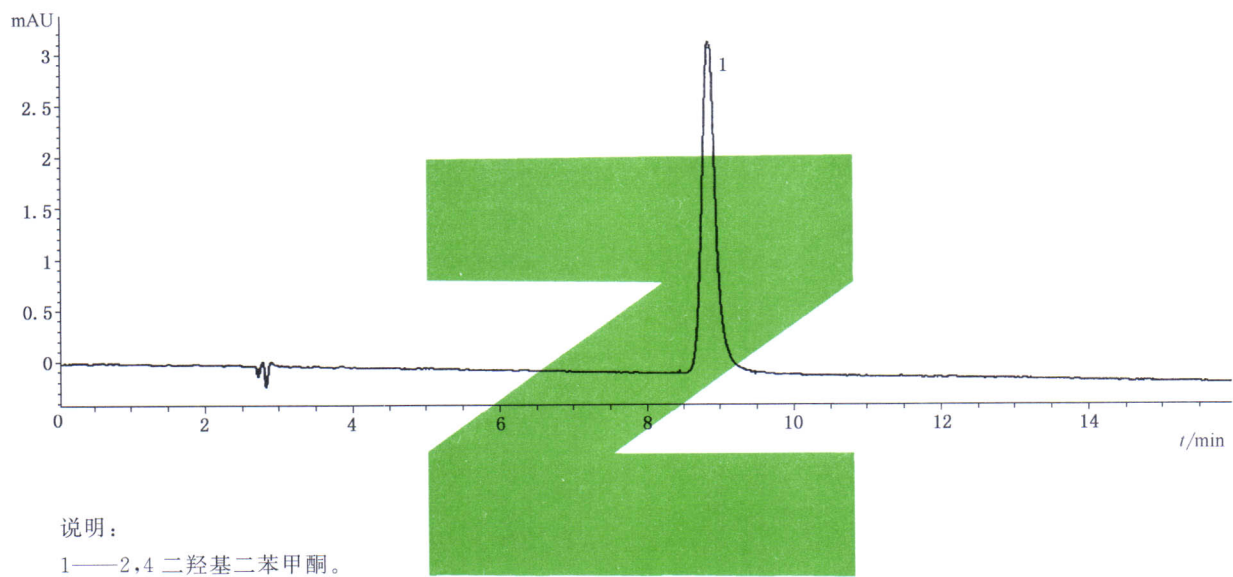


图 A.1 水中 2,4-二羟基二苯甲酮(0.5 mg/L)标准色谱图

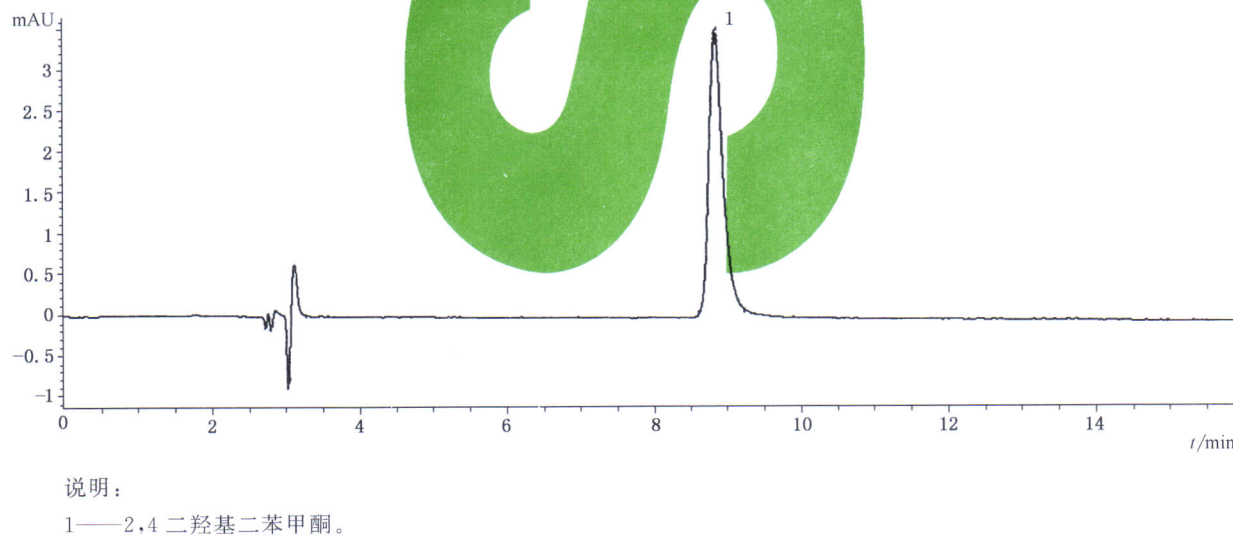
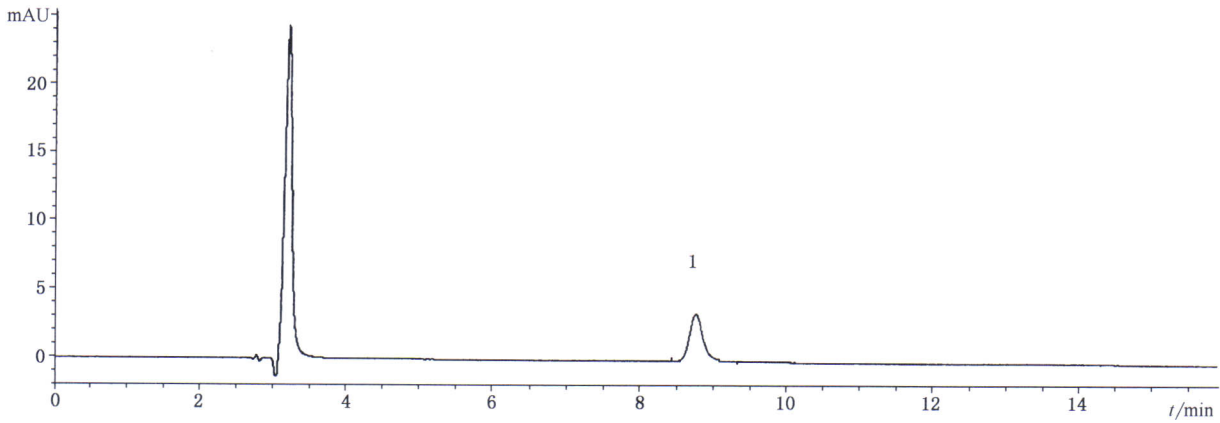
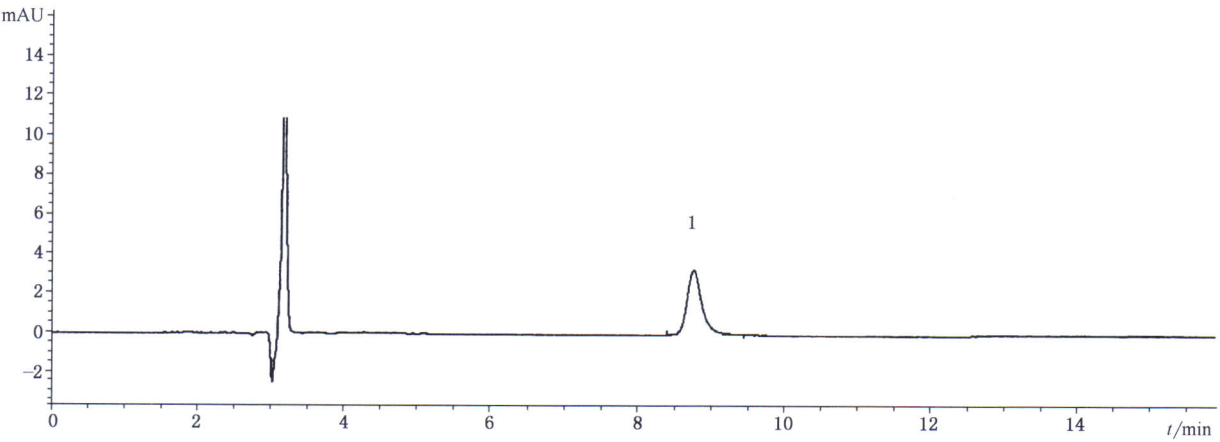


图 A.2 10%(体积分数)乙醇溶液中 2,4-二羟基二苯甲酮(0.5 mg/L)标准色谱图



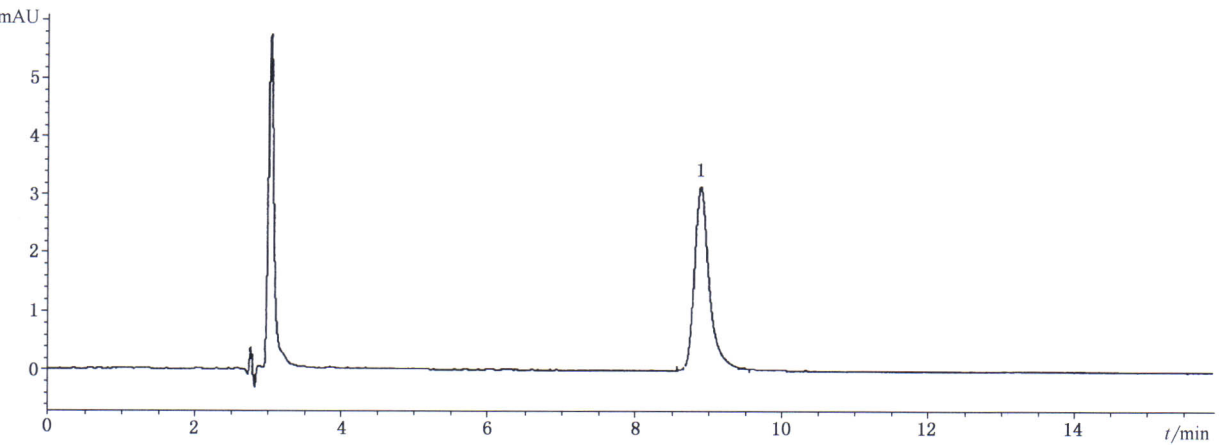
说明：
1——2,4-二羟基二苯甲酮。

图 A.3 20%(体积分数)乙醇溶液中 2,4-二羟基二苯甲酮(0.5 mg/L)标准色谱图



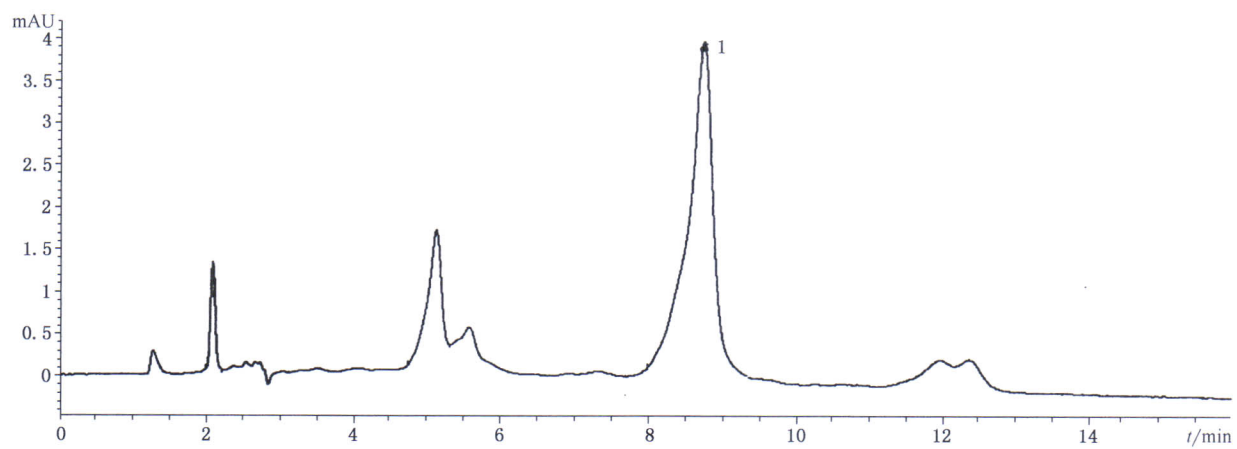
说明：
1——2,4-二羟基二苯甲酮。

图 A.4 50%(体积分数)乙醇溶液中 2,4-二羟基二苯甲酮(0.5 mg/L)标准色谱图



说明：
1——2,4-二羟基二苯甲酮。

图 A.5 3%(质量分数)乙酸溶液中 2,4-二羟基二苯甲酮(0.5 mg/L)标准色谱图



说明:

1——2,4-二羟基二苯甲酮。

图 A.6 橄榄油中 2,4-二羟基二苯甲酮(0.5 mg/kg)标准色谱图
