



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4085—2014

食品接触材料 纸、再生纤维材料 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4- 异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻 唑啉-3-酮的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Paper recovered fiber materials—
Determination of 1,2-benzylisothiazolin-3-one 2-methyl-4-isothiazolin-3-one
5-chloro-2-methyl-4-isothiazolin-3-one—
High performance liquid chromatography method

2014-11-19 发布

2015-05-01 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。

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：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘靖靖、张晓梅、宫萍、崔淑华、王境堂、孙忠松、王建华。

食品接触材料 纸、再生纤维材料 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4- 异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻 唑啉-3-酮的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品接触材料纸、再生纤维材料中 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮的高效液相色谱测定方法。

本标准适用于食品接触材料纸、再生纤维材料中 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮的测定。

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

3 方法提要

用甲醇提取样品中的 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮,提取液经过滤,高效液相色谱测定,根据其保留时间定性,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所有试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮标准物质:纯度大于或等于 99%。

4.2 2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮标准物质:纯度大于或等于 98%。

4.3 5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮标准物质:纯度大于或等于 98%。

4.4 乙腈:色谱纯。

4.5 甲醇:色谱纯。

4.6 甲酸:色谱纯。

4.7 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮的标准储备溶液:分别准确称取适量 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮标准物质(精确到 0.1 mg),以水配置成浓度为 100 mg/L 的标准储备溶液,标准储备液 0℃~4℃ 避光保存。标准物质英文名称、CAS 号及分子式参见附录 A。

4.8 混合标准工作液:准确量取 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮标准储备溶液(4.7),以水配制成浓度分别为 0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L 系列混合标准工作溶液。

4.9 0.1%甲酸水溶液:量取甲酸 1 mL,加水定容至 1 000 mL,混匀,经溶剂过滤器过滤。

4.10 一次性注射式滤器:配有 0.45 μm 有机系滤膜。

4.11 溶剂过滤器:配有 0.45 μm 水系滤膜。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.2 分析天平:感量为 0.000 1 g 和 0.01 g。

5.3 超声波提取器:工作频率 40 kHz。

6 分析步骤

6.1 试样处理

将样品剪成各边长小于 3 mm 的小片,混匀。称取试样约 2 g,精确到 0.01 g,置于 50 mL 比色管中,准确加入 20 mL 甲醇,在超声波提取器中超声提取 30 min,一次性注射式滤器过滤,所得试样溶液供液相色谱测定。

6.2 测定

6.2.1 液相色谱条件

液相色谱条件为:

- a) 色谱柱:Eclipse Plus C_{18} , 100 mm $\times$ 2.1 mm(内径), 3.5 μm (粒径)或相当者。
- b) 流动相:乙腈-0.1%甲酸水溶液。
- c) 梯度洗脱:梯度洗脱条件见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱条件

时间 min	流速 mL/min	0.1 %甲酸水溶液 %	乙腈 %
0	0.2	95	5
4.0	0.2	80	20
8.0	0.2	80	20
8.1	0.2	95	5
15.0	0.2	95	5

d) 柱温:25 $^{\circ}\text{C}$ 。

e) 进样量:20 μL 。

f) 检测波长:2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮选择 280 nm;1,2-苯并异噻唑啉-3-酮选择 320 nm。

6.2.2 标准工作曲线绘制

准确吸取 20 μL 混合标准工作溶液(4.8)注入液相色谱仪,按色谱条件(6.2.1)进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,与其对应的浓度为横坐标作图,绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图参见附录 B。

6.2.3 试样测定

准确吸取 20 μL 试样溶液(6.1)注入液相色谱仪,按色谱条件(6.2.1)进行测定,记录色谱峰的保留时间和峰面积。根据色谱峰的保留时间定性,待测物峰面积代入工作曲线获得定量结果。待测化合物含量超出标准工作曲线范围的试样可用水稀释后进行测定。

6.3 空白试验

除不称取试样外,均按步骤 6.1 进行。

7 结果计算

试样中待测化合物的含量按式(1)计算:

$$W = \frac{C \times V}{m} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

W ——试样中被测组分的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C ——扣除空白后从标准工作曲线得到的试样溶液中被测组分的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——试样定容体积,单位为升(L);

m ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果保留三位有效数字。

8 测定低限及精密度

8.1 测定低限

本方法对纸、再生纤维材料中 1,2-苯并异噻唑啉-3-酮、2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮、5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮的测定低限为 0.2 mg/kg 。

8.2 精密度

在重复条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过其平均值的 10%。

附 录 A

(资料性附录)

标准物质中英文名称、CAS 号、分子式

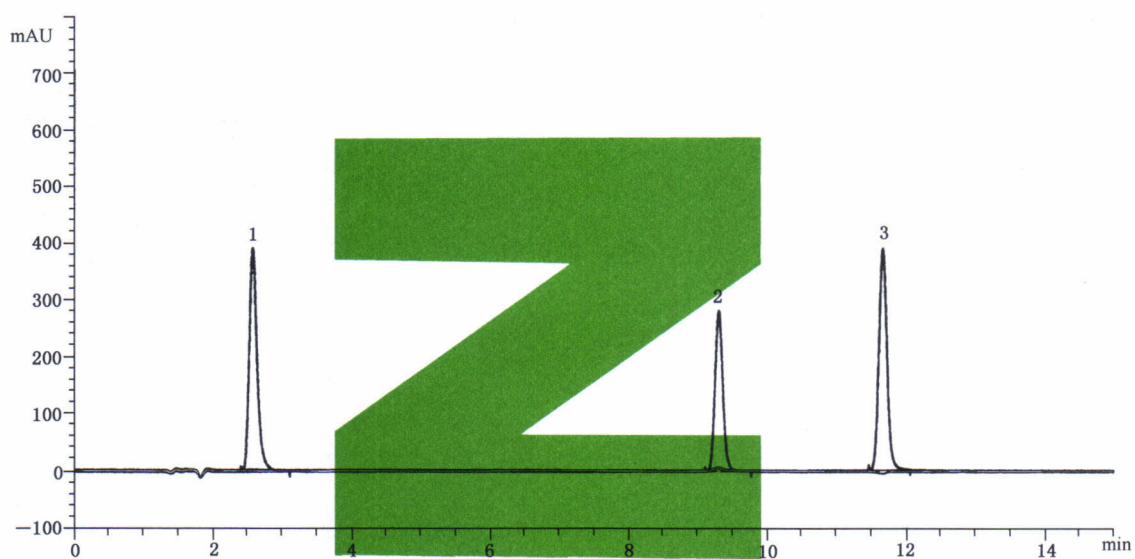
表 A.1 标准物质中英文名称、CAS 号、分子式

序号	中文名称	英文名称	CAS 号	分子式
1	2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮	2-methyl-4-isothiazolin-3-one	2682-20-4	C_4H_5NOS
2	5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉	5-chloro-2-methyl-4-isothiazolin-3-one	26172-55-4	C_4H_4NOSCl
3	1,2-苯并异噻唑啉-3-酮	1,2-benzylisothiazolin-3-one	2634-33-5	C_7H_5NOS

附录 B

(资料性附录)

三种有机杀菌剂标准物质的液相色谱图



说明:

1——2-甲基-4-异噻唑啉-3-酮(保留时间为 2.561 min);

2——5-氯代-2-甲基-4-异噻唑啉(保留时间为 9.283 min);

3——1,2-苯并异噻唑啉-3-酮(保留时间为 11.628 min)。

图 B.1 三种有机杀菌剂标准物质的液相色谱图