



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3651—2013

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中十二内酰胺的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymers—
Determination of lauro lactam in food simulants—
High performance liquid chromatography

2013-08-30 发布

2014-03-01 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：中华人民共和国湖北出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：凌约涛、王帆、郭坚、叶诚、杨顺风、郭少飞、杨洁、万洋。

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中十二内酰胺的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品模拟物中十二内酰胺的测定方法。

本标准适用于水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液等水基食品模拟物、95%(体积分数)乙醇和橄榄油中十二内酰胺含量的测定。

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实验方法

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

食品模拟物中十二内酰胺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测定,橄榄油介质食品模拟物通过环己烷与乙酸乙酯的混合液提取,分子排阻柱分离,分段收集液经氮气吹干,用甲醇溶解后进样。采用外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,水为 GB/T 6682 规定的一级水,试剂均为分析纯。

- 4.1 十二内酰胺标准品(CAS:947-04-6):纯度大于 99.5%。
- 4.2 甲醇:色谱纯。
- 4.3 乙腈:色谱纯。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 冰乙酸。
- 4.6 橄榄油。
- 4.7 环己烷。
- 4.8 乙酸乙酯。
- 4.9 95%(体积分数)乙醇。
- 4.10 10%(体积分数)无水乙醇溶液:量取 100 mL 无水乙醇(4.4)于 1 L 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。
- 4.11 3%(质量分数)冰乙酸:称取 30 g 冰乙酸(4.5)于 1 L 的容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

- 4.12 分子排阻柱洗脱液:取环己烷(4.7)和乙酸乙酯(4.8)适量,按体积比1:1混合。
- 4.13 十二内酰胺标准储备液(1 mg/mL):称取25 mg(精确至0.1 mg)十二内酰胺(4.1)于25 mL的容量瓶中,用甲醇(4.2)稀释至刻度,摇匀。溶液在4℃左右保存,有效期6个月。
- 4.14 十二内酰胺标准中间溶液(100 μg/mL):准确移取5 mL的十二内酰胺的标准储备液(4.13)至50 mL容量瓶中,用甲醇(4.2)稀释至刻度,摇匀。溶液在0℃左右保存,有效期3个月。
- 4.15 微孔滤膜:0.2 μm微孔有机相和水相滤膜。

5 仪器和设备

- 5.1 高效液相色谱仪:配紫外检测器。
- 5.2 移液器:2 mL,5 mL。
- 5.3 分析天平:感量0.1 mg。
- 5.4 分子排阻色谱柱:220 mm×20 mm(内径),填料Bio-Beads SX-3,或相当者。Bio-Beads SX-3填料需先用洗脱液(4.12)浸泡24 h才能使用,采用湿法填柱。
- 5.5 氮吹仪。

6 分析步骤

6.1 食品模拟物试液的制备

6.1.1 总则

食品模拟物试液按照GB/T 23296.1—2009的要求从迁移实验中获取,于4℃冰箱中避光保存。

6.1.2 水基食品模拟物试液的制备

从迁移试验中移取1 mL水基食品模拟物,通过0.2 μm微孔滤膜(4.15)过滤后供高效液相色谱进样。平行制样两份。

6.1.3 95%(体积分数)乙醇食品模拟试液的制备

从迁移试验中移取1 mL 95%(体积分数)乙醇食品模拟物,通过0.2 μm微孔滤膜(4.15)过滤后供高效液相色谱进样。平行制样两份。

6.1.4 橄榄油食品模拟试液的制备

从迁移试验中称取1.0 g橄榄油,用洗脱液(4.12)稀释至10.0 g。移取1.5 mL上述液于分子排阻色谱柱中,用120 mL洗脱液(4.12)以2.0 mL/min进行洗脱,分段收集,每段10 mL~13 mL。

将收集液用氮气吹干,准确加入1 mL甲醇溶液溶解残渣,通过0.2 μm微孔滤膜(4.15)过滤后供高效液相色谱进样。所有各段收集液中十二内酰胺的量之和即为试液中十二内酰胺的总量。

注:如实验证明仅其中若干段收集液含有十二内酰胺,可以只对这些收集液进行色谱分析并计算。

6.2 空白溶液的制备

按照6.1所述方法处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

6.3 标准工作曲线溶液

6.3.1 水基食品模拟物介质标准工作溶液

分别移取0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL十二内酰胺标准中间溶液(4.14)

于6个100 mL容量瓶中,用水定容。十二内酰胺的标准工作液浓度分别为:0.0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L。采用同样方式,分别用3%(质量浓度)乙酸溶液(4.11)、10%(体积分数)乙醇溶液(4.10)配置同样系列的十二内酰胺的标准工作溶液。

6.3.2 95%(体积分数)乙醇介质标准工作溶液的制备

分别移取0.0 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL、20.0 mL十二内酰胺标准中间溶液(4.14)于6个100 mL容量瓶中,用95%(体积分数)乙醇定容。十二内酰胺的标准工作液浓度分别为:0.0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L。

6.3.3 橄榄油介质标准工作溶液的制备

称取1.0 g橄榄油,分别移取0.0 mL、0.1 mL、0.2 mL、0.5 mL、1.0 mL、2.0 mL十二内酰胺标准中间溶液(4.14),用洗脱液(4.12)稀释至10.0 g。十二内酰胺的标准工作液浓度分别为:0.0 mg/L、1.0 mg/kg、2.0 mg/kg、5.0 mg/kg、10.0 mg/kg、20.0 mg/kg。以下分别按6.1.4中“移取1.5 mL上述液于分子排阻色谱柱中……”进行操作。

7 测定

7.1 液相色谱参考条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈柱, 250 mm×3.2 mm(内径), 粒径5 μm, 或相当者。
- b) 流动相: 乙腈(4.3)和水, 流动相梯度淋洗条件见表1。

表1 梯度淋洗条件

时间/min	乙腈/%	水/%
0	20	80
10	80	20
13	20	80
15	20	80

- c) 流速: 1.0 mL/min。
- d) 柱温: 40 ℃。
- e) 紫外检测器: 波长210 nm。
- f) 进样量: 20 μL。

7.2 标准曲线的绘制

按照7.1所列条件,将标准工作溶液(6.3)依次进样测量。以标准工作溶液中十二内酰胺的浓度为横坐标,单位为mg/L或mg/kg,以十二内酰胺峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。标准色谱图参见附录A。

按式(1)计算回归参数:

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

式中:

y——十二内酰胺峰面积;

a —— 回归曲线的斜率;

x —— 标准工作溶液中十二内酰胺的浓度,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。

标准曲线的相关系数要求不小于 0.996。

7.3 试液的测定

对空白溶液(6.2)和食品模拟物试液(6.1)依次进样测量。获得十二内酰胺峰面积。扣除空白值。根据线性方程计算食品模拟物中十二内酰胺的浓度,单位以 mg/L 或 mg/kg 表示。

8 结果计算

8.1 食品模拟物中十二内酰胺浓度的计算

食品模拟物中十二内酰胺的浓度 c 按式(2)计算

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

式中:

c —— 食品模拟物中十二内酰胺的浓度,单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);

y —— 十二内酰胺峰面积;

a —— 回归曲线的斜率;

b —— 回归曲线的截距。

8.2 十二内酰胺特定迁移量的转换计算

由 8.1 得到的食品模拟物中十二内酰胺浓度,根据迁移试验中所使用的食品模拟物试液的体积和测试样品与食品模拟物接触面积,通过数学换算计算出十二内酰胺的特定迁移量,单位以 mg/dm² 或 mg/kg 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 3 位有效数字。

9 测定低限

水基食品模拟物和 95%(体积分数)乙醇中十二内酰胺测定低限为 0.5 mg/L,橄榄油中十二内酰胺的测定低限为 0.5 mg/kg。

10 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 10%。

附录 A
(资料性附录)
十二内酰胺的标准色谱图

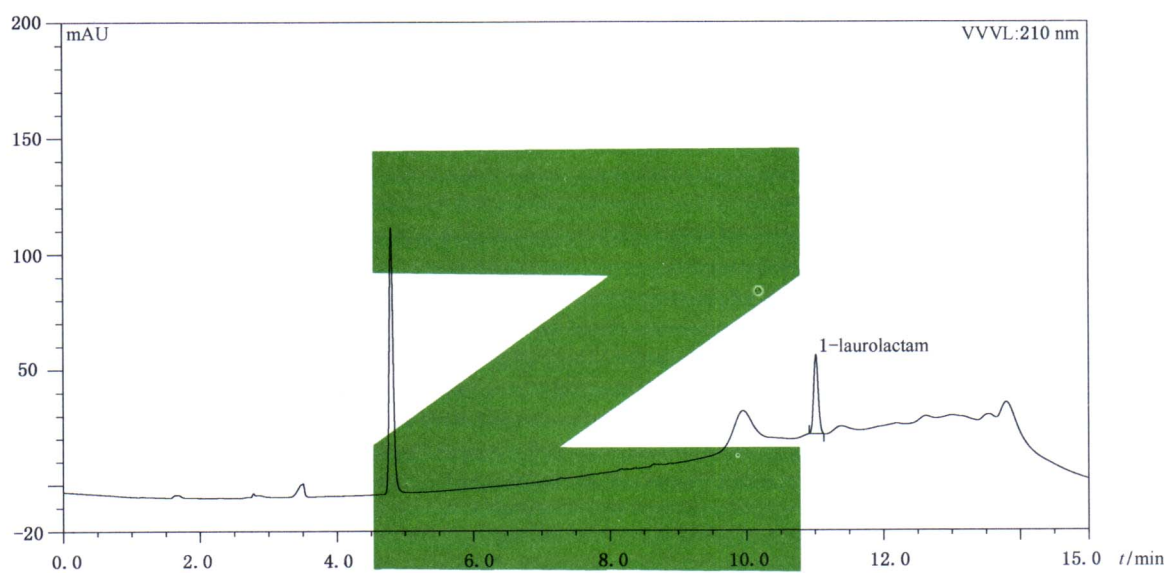


图 A.1 水中十二内酰胺标准物色谱图

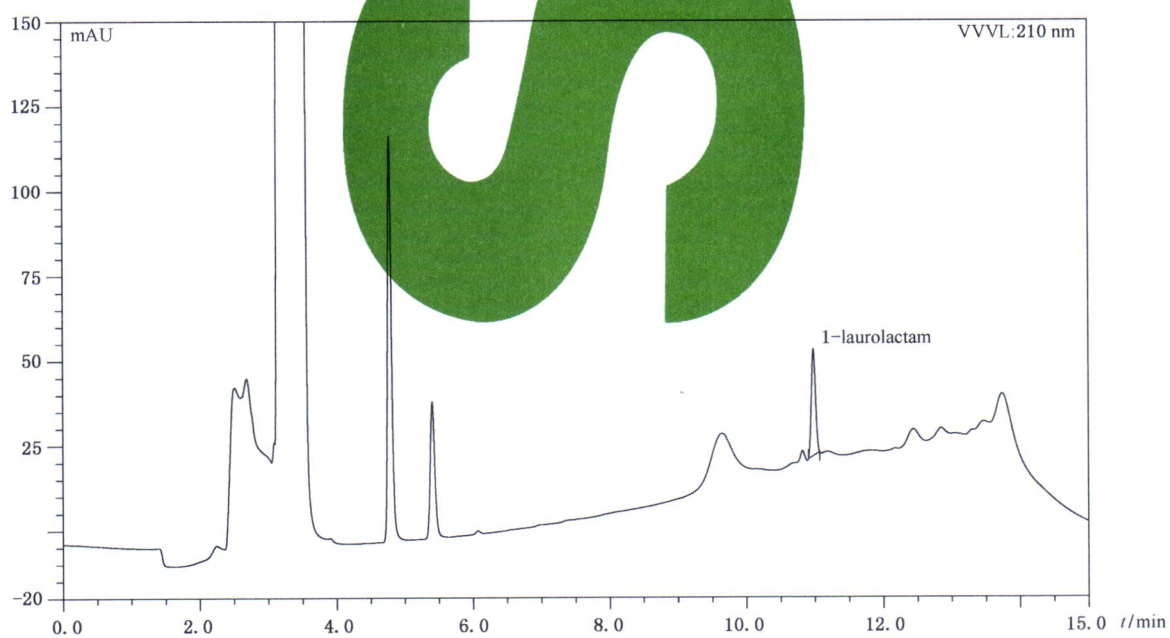


图 A.2 3%(质量浓度)乙酸中十二内酰胺标准物色谱图

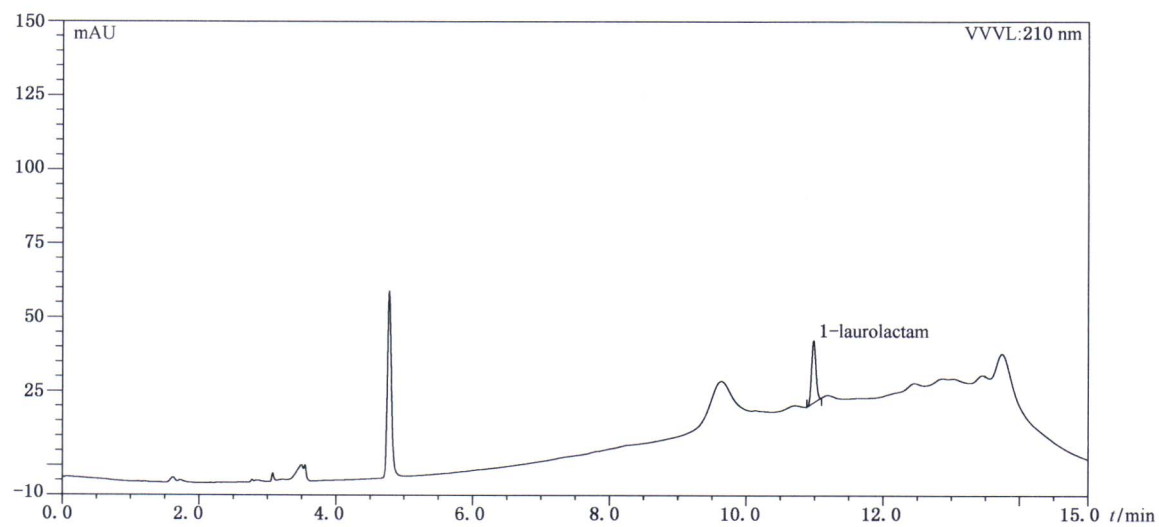


图 A.3 10%(体积分数)乙醇中十二内酰胺标准物色谱图

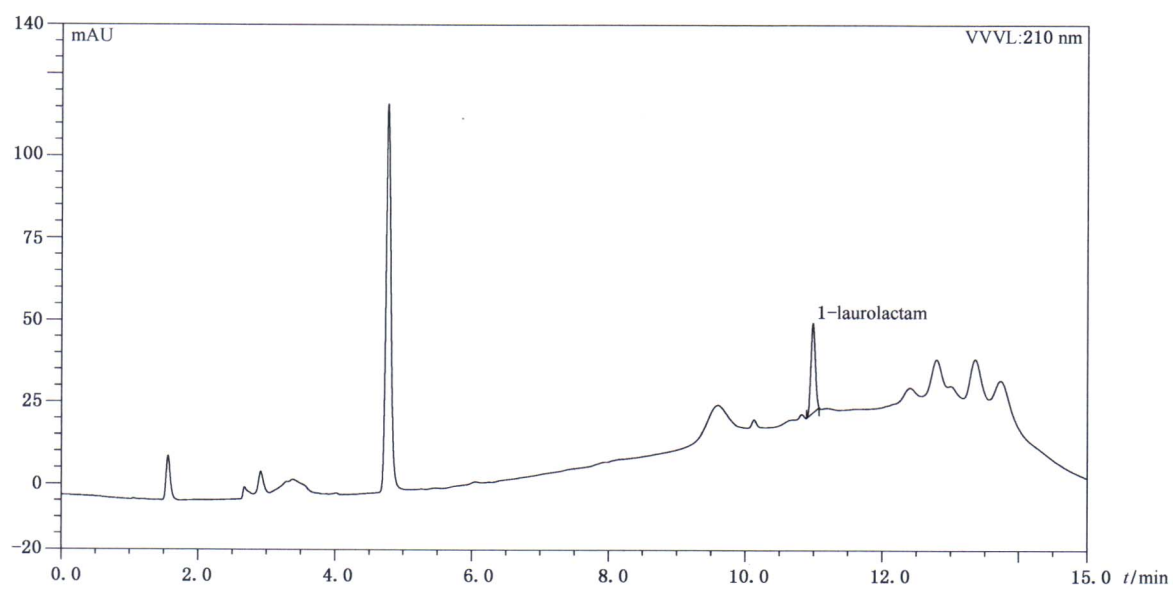


图 A.4 95%(体积分数)乙醇中十二内酰胺标准物色谱图

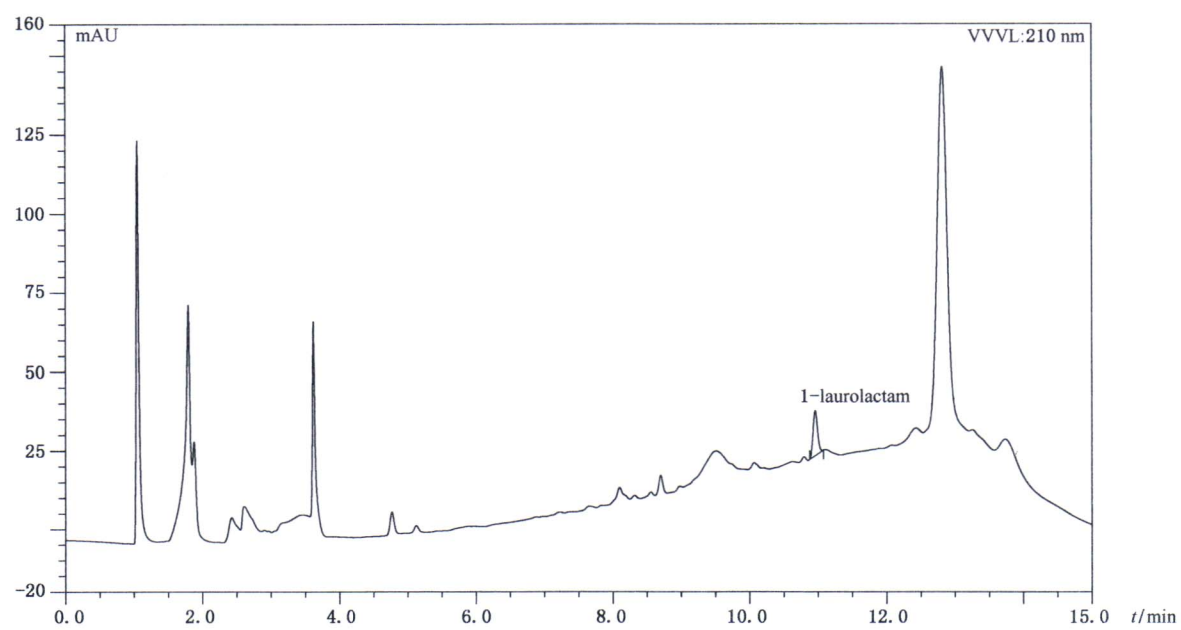


图 A.5 橄榄油中十二内酰胺标准物色谱图