

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3388—2012

食品接触材料 高分子材料 食品模拟液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymer—Determination of benzophenone and
4-methylbenzophenone in food simulants—
High performance liquid chromatography

2012-12-12 发布

2013-07-01 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、常州进出口工业及消费品安全检测中心。

本标准主要起草人：王红松、周志荣、汤礼军、王文烨、丁一迅。

食品接触材料 高分子材料

食品模拟液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的测定

高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品模拟物中二苯甲酮和 4-甲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)乙醇溶液水基模拟物和葵花籽油四种食品模拟物中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮含量的测定。

二苯甲酮在水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液水基模拟物和葵花籽油四种食品模拟物中的测定低限分别为 0.03 mg/L、0.04 mg/L、0.04 mg/L、0.10 mg/kg。

4-甲基二苯甲酮在水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液水基模拟物和葵花籽油四种食品模拟物中的测定低限分别为 0.04 mg/L、0.05 mg/L、0.05 mg/L、0.10 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 10464—2003 葵花籽油

GB/T 23296.1—2009 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 原理

食品模拟物中的二苯甲酮和 4-甲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,葵花籽油模拟物通过乙腈提取后进样,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 二苯甲酮($C_{13}H_{10}O$, CAS 号:119-61-9):纯度大于 99.0%(质量分数)。
- 4.2 4-甲基二苯甲酮($C_{14}H_{12}O$, CAS 号:150-76-5):纯度大于 99.0%(质量分数)。
- 4.3 冰醋酸。
- 4.4 无水乙醇。
- 4.5 葵花籽油,符合 GB 10464—2003 中一级葵花籽油的指标要求。
- 4.6 乙腈:色谱纯。
- 4.7 3%(质量浓度)乙酸溶液:称取 30 g(精确至 0.1 g)冰醋酸(4.3)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.8 10%(体积分数)乙醇溶液:量取 100 mL 无水乙醇(4.4)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.9 水基食品模拟物所用的二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮标准储备液(1.0 mg/mL):准确称取二苯甲酮(4.1)和 4-甲基二苯甲酮标准品(4.2)各 0.1 g 于 100 mL 容量瓶中,精确至 0.000 1 g,用乙腈(4.6)定容至刻度,在 0℃~4℃密封避光保存,有效期 3 个月。

4.10 葵花籽油模拟物所用的二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮标准储备液(1.0 mg/g):准确称取二苯甲酮(4.1)和 4-甲基二苯甲酮标准品(4.2)各 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葵花籽油(4.5),使溶液总质量达 100.0 g,精确至 0.000 1 g,在 0℃~4℃密封避光保存,有效期 3 个月。

4.11 滤膜,0.45 μm。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。

5.2 旋涡混合仪。

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

准确移取适量的二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮标准储备液(4.9)用水逐级稀释成浓度分别为 0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.6 mg/L、0.8 mg/L、1.0 mg/L、10 mg/L 的二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮混合标准工作溶液。采用同样的方式,分别用 3%乙酸(质量浓度)和 10%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(4.11)过滤后供高效液相色谱进样。

6.1.2 葵花籽油标准工作溶液

准确移取适量的二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮标准储备液(4.10)用葵花籽油逐级稀释成浓度分别为 0.2 mg/kg、0.4 mg/kg、0.6 mg/kg、0.8 mg/kg、1.0 mg/kg、10 mg/kg 的二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮混合标准工作溶液。分别准确称取 2 g(精确至 0.000 1 g)二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮混合标准工作溶液于 6 个 10 mL 的具塞离心管中,向每个离心管中加入 2 mL 乙腈,旋涡混合 5 min 后,静置 2 min,高速离心(4 000 r/min)6 min,静置后移取上清液于 6 个 10 mL 具塞试管中,经滤膜(4.11)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—2009 的要求从迁移试验中获取,在 0℃~4℃冰箱中避光保存。

6.2.2 水基食品模拟物

准确量取迁移实验(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。平行制样两份。

6.2.3 葵花籽油模拟物

准确称取迁移实验(6.2.1)中得到的葵花籽油模拟物 2.0 g(精确至 0.000 1 g)于 10 mL 的具塞离心管中,向离心管中加入 2 mL 乙腈,旋涡混合 5 min 后,高速离心(4 000 r/min)6 min,静置 2 min,移取上清液,经滤膜(4.11)过滤后供高效液相色谱进样。

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

7.1.1 色谱柱: C_{18} 柱,柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒度 5 μ m,或性能类似的分析柱。

7.1.2 流动相:乙腈(4.6)-水(60+40)。

7.1.3 进样量:20 μ L。

7.1.4 检测波长:0 min~10 min 258 nm,10 min~15 min 266 nm。

7.1.5 柱温:35 $^{\circ}$ C。

7.1.6 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二苯甲酮和 4-甲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 ——标准工作溶液中的二苯甲酮或 4-甲基二苯甲酮的色谱峰面积;

a ——回归曲线的斜率;

x_s ——标准工作溶液二苯甲酮或 4-甲基二苯甲酮的浓度,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,得到二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的色谱峰面积。

8 结果计算

8.1 食品模拟物试液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮浓度的计算

食品模拟物试液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的浓度 c 按式(2)计算:

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

式中：

- c ——食品模拟液中二苯甲酮或 4-甲基二苯甲酮的浓度，单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg)；
- y ——食品模拟液中二苯甲酮或 4-甲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。

8.2 二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮特定迁移量的转换计算

由 8.1 得到的食品模拟物试液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮浓度，根据迁移试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，按 GB/T 23296.1—2009 中第 13 章的要求计算出二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮的特定迁移量，单位以 mg/kg 或 mg/dm² 表示。

计算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 重复性

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 10%。

附录 A
(资料性附录)

食品模拟液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮标准色谱图

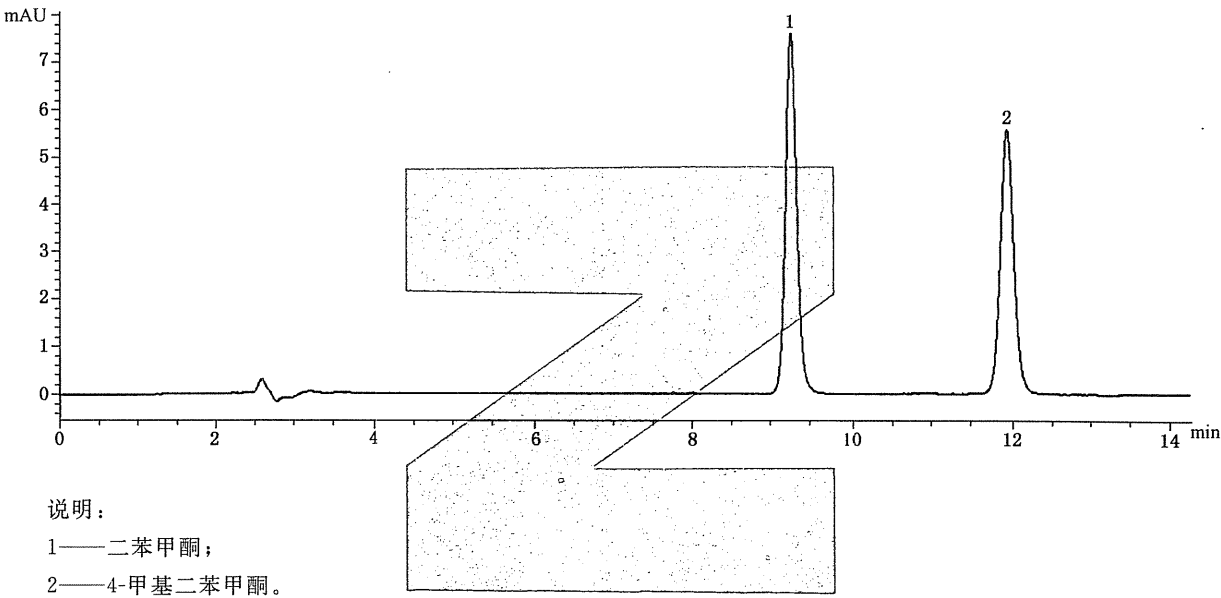


图 A.1 水中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮(0.6 mg/L)标准色谱图

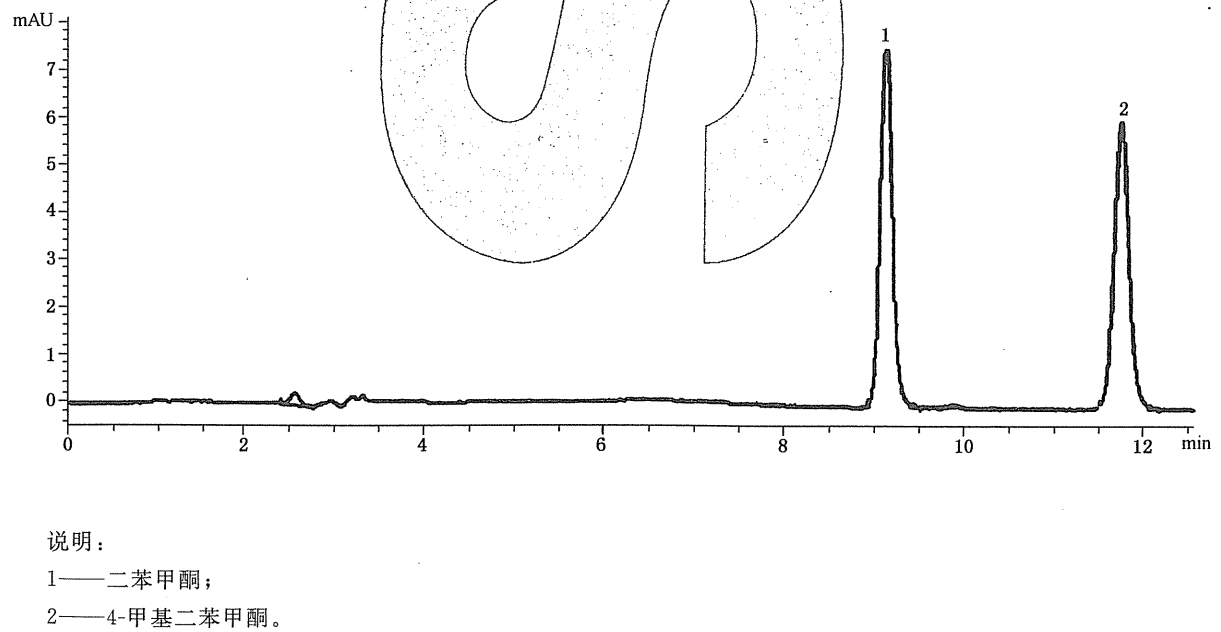
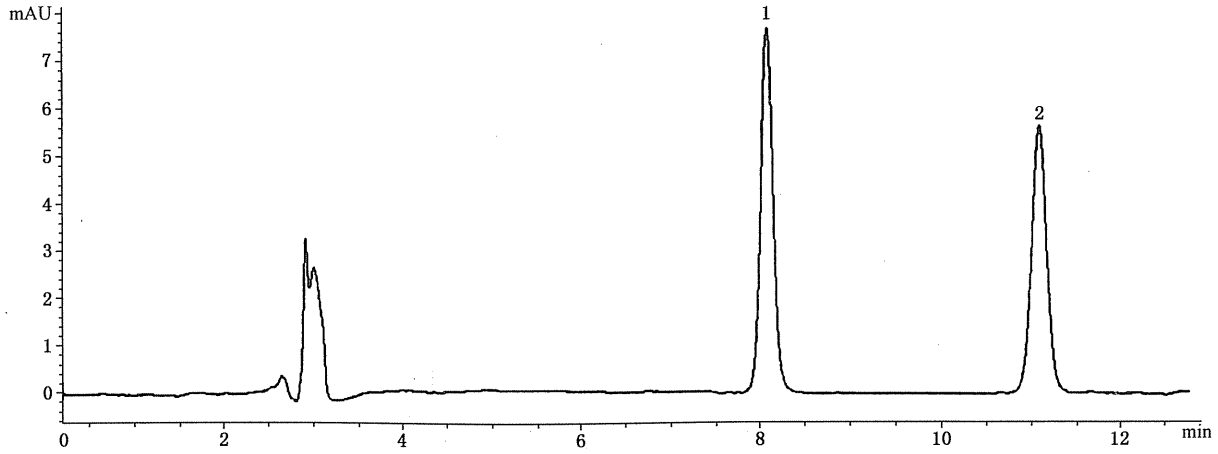


图 A.2 10%(体积分数)乙醇溶液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮(0.6 mg/L)标准色谱图

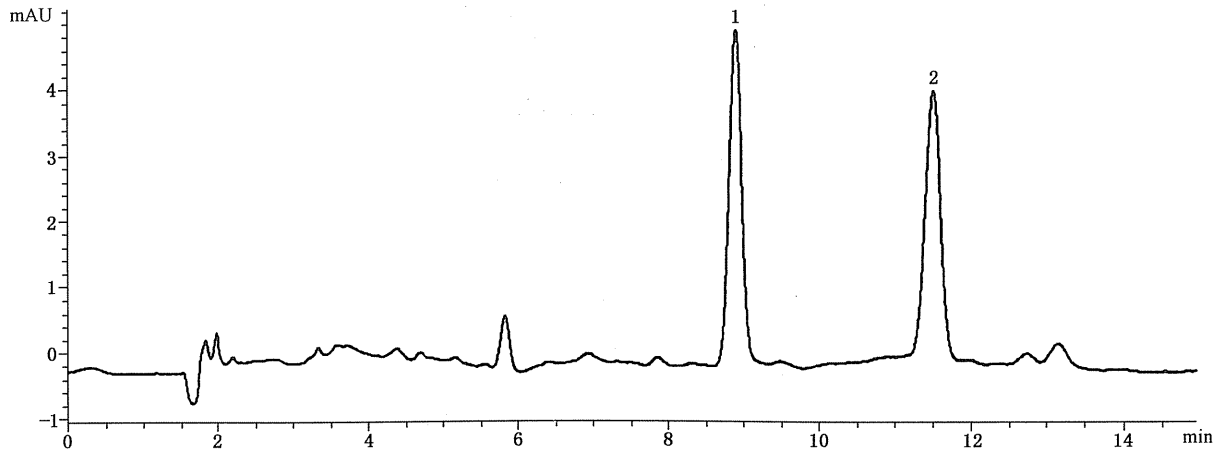


说明:

1——二苯甲酮;

2——4-甲基二苯甲酮。

图 A.3 3%(质量浓度)乙酸溶液中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮(0.6 mg/L)标准色谱图



说明:

1——二苯甲酮;

2——4-甲基二苯甲酮。

图 A.4 葵花籽油中二苯甲酮和 4-甲基二苯甲酮(0.6 mg/kg)标准色谱图