

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4266—2015

食品接触材料 高分子材料 食品模拟 物中 2,4,4'-三氯-2'-羟基二苯醚 (三氯生)的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymer materials—
Determination of 2,4,4'-Trichloro-2'-hydroxydiphenyl Ether (Triclosan)
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。

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：中华人民共和国北京出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：刘旭辉、唐树田、马宁、刘鑫、王丹、李睿、陈庆俊、李岩、张雷。

食品接触材料 高分子材料 食品模拟 物中 2,4,4-三氯-2-羟基二苯醚 (三氯生)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三氯生的测定方法。

本标准适用于水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液和橄榄油四种食品模拟物中三氯生含量的测定。

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 原理

水基食品模拟物直接采用高效液相色谱-紫外检测器测定,橄榄油模拟物经氨化甲醇溶液萃取后用高效液相色谱-紫外检测器测定,均采用外标法定量。

4 试剂和材料

除特别说明,水为 GB/T 6682 规定的一级水,试剂均为分析纯。

4.1 冰乙酸。

4.2 无水乙醇。

4.3 氨水。

4.4 精制橄榄油。

4.5 正己烷:HPLC 级。

4.6 甲醇:HPLC 级。

4.7 三氯生:纯度大于 99.5%,CAS 号:3380-34-5。

4.8 3%(质量浓度)乙酸溶液:称取 30 g(精确至 0.1 g)冰乙酸(4.1)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.9 10%(体积分数)乙醇溶液:量取 100 mL 无水乙醇(4.2)于 1 L 容量瓶中,用水定容。

4.10 氨水-甲醇混合液(5/95,体积比):量取 5 mL 氨水(4.3)和 95 mL 甲醇,混匀。

4.11 三氯生储备液(1 000 mg/L):准确称取 100 mg 三氯生(精确至 0.1 mg)至 100 mL 容量瓶中,用甲醇(4.6)定容。在-20℃~20℃条件下避光保存。

4.12 三氯生标准中间液(100 mg/L):取 10 mL 三氯生储备液(4.11)于 100 mL 容量瓶中,用甲醇

(4.6)定容。

4.13 滤膜:0.2 μm 有机膜。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪:配置紫外检测器。

5.2 涡旋振荡器。

5.3 移液枪:10 μL 、100 μL 、200 μL 、1 000 μL 。

5.4 具塞刻度离心管:15 mL。

5.5 一次性注射器:2 mL、5 mL。

5.6 分析天平:感量 0.000 1 g、0.01 g。

5.7 氮吹仪。

5.8 离心机:大于 4 000 r/min。

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

用移液枪分别准确量取 0 μL 、20 μL 、50 μL 、100 μL 、200 μL 、500 μL 、1 000 μL 三氯生标准中间液(4.12)于 7 个 10 mL 容量瓶中,用水定容至刻度,得到水中三氯生浓度分别为 0.00 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L 的标准工作液。采用同样方式,分别用 3% (质量浓度)乙酸溶液(4.8)和 10% (体积分数)乙醇溶液(4.9)配制同样浓度系列的三氯生标准工作溶液。

6.1.2 油基食品模拟物标准工作溶液

分别准确称取 1 g(精确至 0.01 g)橄榄油(4.4)至 7 个具塞刻度离心管(5.4)中,用移液枪(5.3)分别移取 0 μL 、5 μL 、10 μL 、20 μL 、40 μL 、80 μL 、100 μL 三氯生标准中间液(4.12)于刻度离心管中,涡旋振荡混匀,得到浓度分别为 0.00 mg/kg、0.50 mg/kg、1.00 mg/kg、2.00 mg/kg、4.00 mg/kg、8.00 mg/kg、10.0 mg/kg 的标准工作溶液。分别在每个刻度离心管(5.4)中加入 2 mL 正己烷(4.5),涡旋振荡(30 s),加入 4 mL 氨水-甲醇混合液(4.10),涡旋振荡(30 s),在离心机(5.8)中以 4 000 r/min 离心 10 min。用一次性注射器(5.5)吸取下层氨化甲醇层于另一支刻度离心管(5.4)中,加入 2 mL 正己烷(4.5),涡旋振荡(30 s),离心 10 min,弃去上层正己烷层。再加入 2 mL 正己烷(4.5),涡旋振荡(30 s),离心 10 min,再次弃去上层正己烷层。取下层氨化甲醇层用氮气缓慢吹至尽干,用甲醇(4.6)定容至 2 mL,通过 0.2 μm 滤膜(4.13)后供高效液相色谱进样检测。

6.2 食品模拟物试液的制备

6.2.1 总则

食品模拟物试液应按照 GB/T 23296.1 的要求从迁移试验中获取,在 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存。

6.2.2 水基食品模拟物制备

量取迁移试验中得到的水基食品模拟物约 1 mL,通过 0.2 μm 有机膜过滤后供高效液相色谱进样检测。平行制样两份。

6.2.3 油基食品模拟物制备

准确量取迁移试验中得到的橄榄油模拟物 1 g(精确至 0.01 g)于具塞刻度离心管(5.4)中,加入 2 mL 正己烷(4.5),涡旋振荡 30 s,加入 4 mL 氨水-甲醇混合液(4.10),涡旋振荡 30 s,在离心机(5.8)中以 4 000 r/min 离心 10 min。用一次性注射器(5.5)吸取下层氨化甲醇层于另一支刻度离心管(5.4)中,加入 2 mL 正己烷(4.5),涡旋振荡 30 s,离心 10 min,弃去上层正己烷层。再加入 2 mL 正己烷(4.5),涡旋振荡 30 s,离心 10 min,再次弃去上层正己烷层。将下层氨化甲醇层氮气吹干溶剂,用甲醇(4.6)定容至 2 mL,通过滤膜(4.13)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 测定

7.1 测定条件

测定条件为:

- a) 色谱柱: C_{18} 柱;
- b) 流动相: 甲醇-水(76+24, 体积比);
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 柱温: 30 °C;
- e) 检测波长: 281 nm;
- f) 进样体积: 10 μ L。

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曲线中三氯生浓度为横坐标,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 ——食品模拟物标准工作溶液中三氯生的峰面积;
- a ——回归曲线的斜率;
- x ——食品模拟物标准工作溶液中三氯生浓度,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 试液测定

对空白试液(6.3)和食品模拟物试液(6.2)依次进样,扣除空白值,得到三氯生色谱峰峰面积。

8 结果计算

8.1 食品模拟物试液中三氯生的浓度 c 按式(2)计算。

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

SN/T 4266—2015

式中:

c ——食品模拟物试液中三氯生的浓度,单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);

y ——食品模拟物试液中三氯生的峰面积;

b ——回归曲线的截距;

a ——回归曲线的斜率。

8.2 三氯生特定迁移量的转化计算:由 8.1 得到的食品模拟物试液中三氯生浓度,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,通过数学换算计算出三氯生的特定迁移量,单位以“mg/kg 或 mg/dm²”表示。详见 GB/T 23296.1—2009 中第 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 测定低限

水、3%(质量浓度)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液三种水基食品模拟物中三氯生的测定低限为 0.20 mg/L,橄榄油中三氯生的测定低限为 0.50 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算术平均值的 10%。

附录 A
(规范性附录)
食品模拟物中三氯生标准色谱分离图

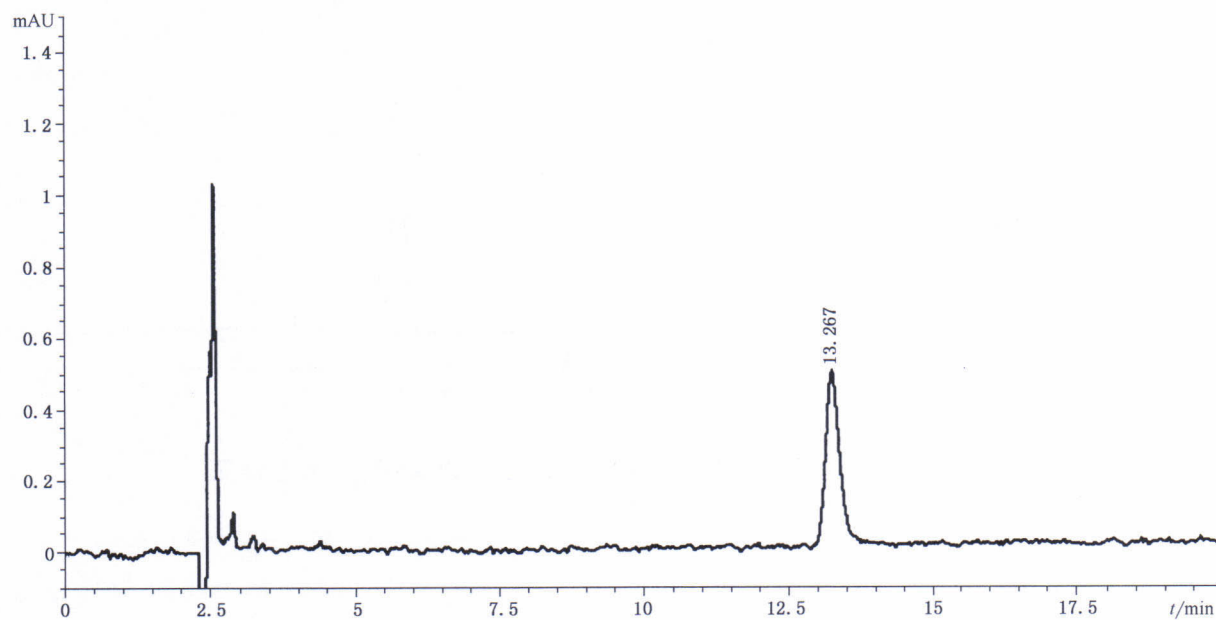


图 A.1 水中三氯生(1.0 mg/L)标准色谱图

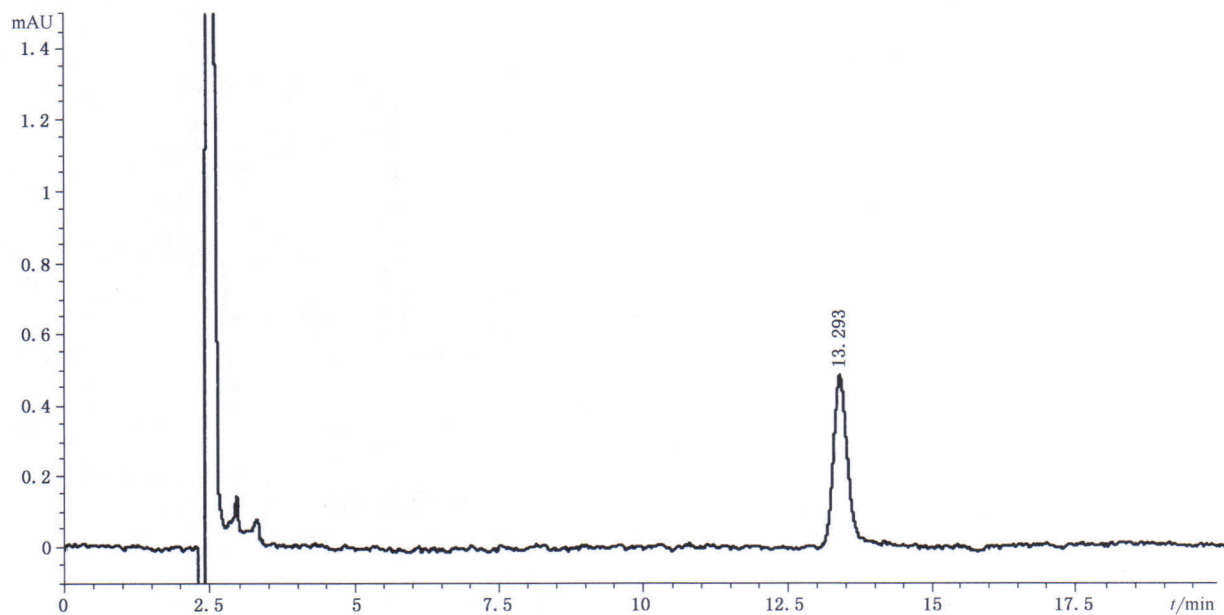


图 A.2 3%(质量浓度)乙酸溶液中三氯生(1.0 mg/L)标准色谱图

SN/T 4266—2015

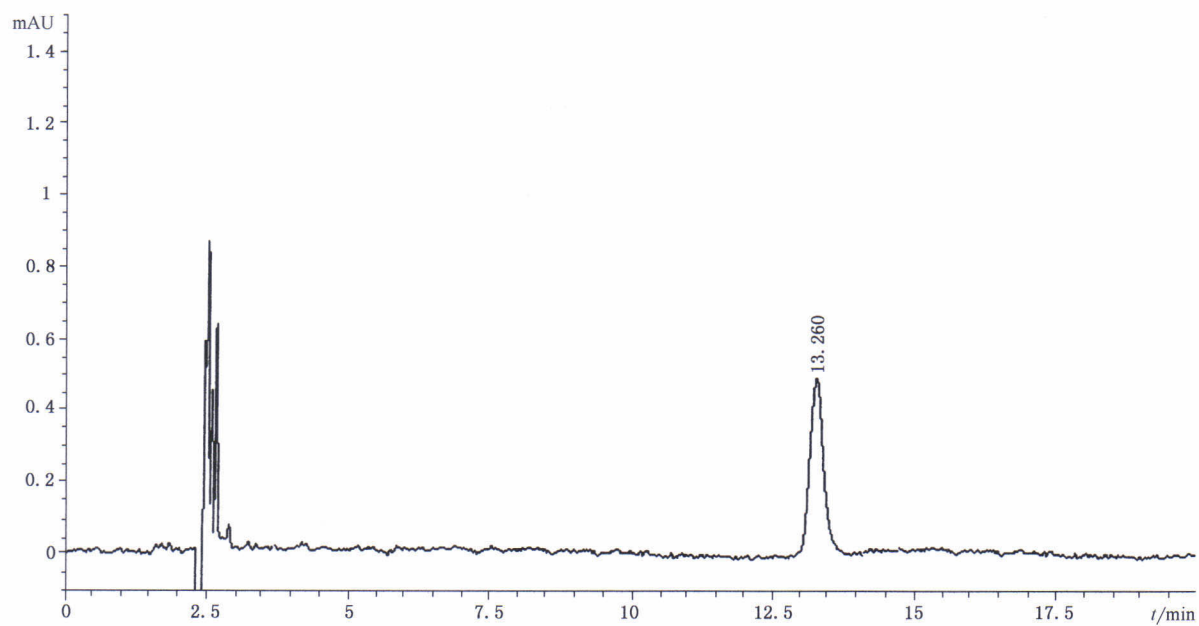


图 A.3 10%(体积分数)乙醇溶液中三氯生(1.0 mg/L)标准色谱图

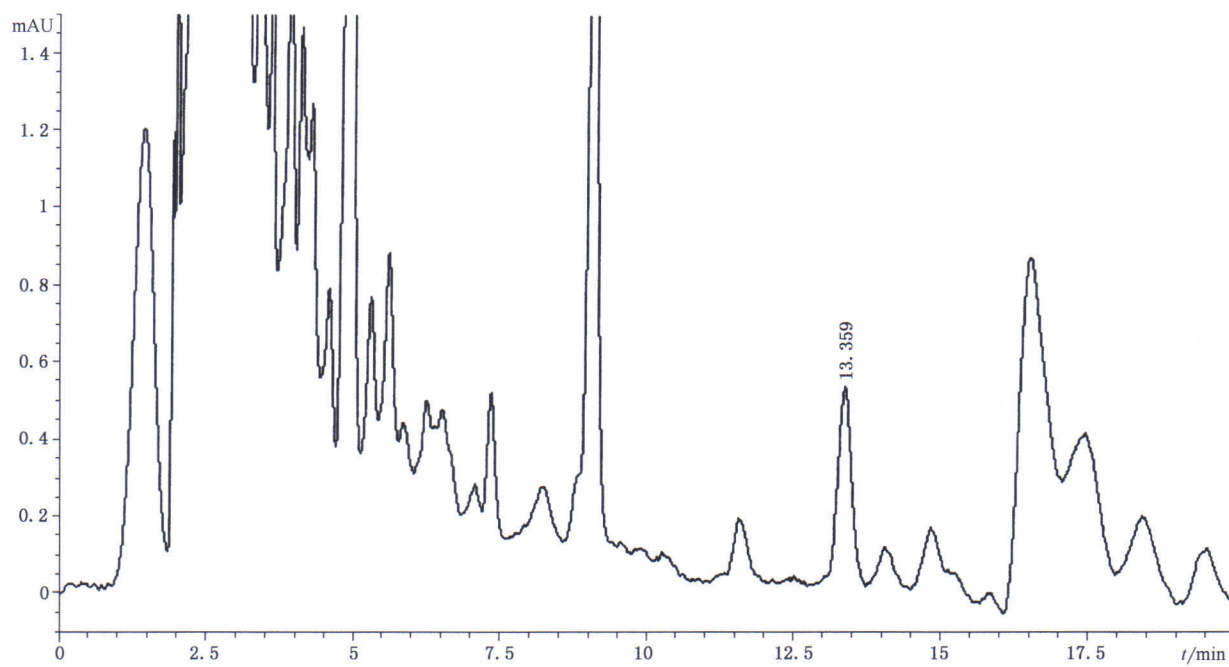


图 A.4 橄榄油中三氯生(2.0 mg/kg)标准色谱图