



# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4267—2015

## 食品接触材料 高分子材料 食品模拟物 中 2,4-二氨基-6-苯基-1,3,5-三嗪的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymer materials—  
Determination of 2,4-Diamino-6-phenyl-1,3,5-triazine 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：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：王红松、徐炎、陈明、赵敏、刘君峰、周志荣、王文辉。

# 食品接触材料 高分子材料 食品模拟物 中 2,4-二氨基-6-苯基-1,3,5-三嗪的测定 高效液相色谱法

## 1 范围

本标准规定了食品模拟物中 2,4-二氨基-6-苯基-1,3,5-三嗪(以下简称苯代三聚氰胺)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 6 种食品模拟物中苯代三聚氰胺含量的测定。

## 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

食品模拟物中的苯代三聚氰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,橄榄油模拟物通过水-异丙醇溶液提取后进样,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 苯代三聚氰胺( $C_9H_9N_3$ , CAS 号:91-76-9);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 乙腈,色谱纯。
- 4.6 异丙醇。
- 4.7 异辛烷。
- 4.8 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。
- 4.9 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。
- 4.10 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。
- 4.11 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。
- 4.12 10%(体积分数)异丙醇溶液:量取 10 mL 异丙醇(4.6)于 100 mL 容量瓶中,用水定容。

4.13 水基食品模拟物所用的苯代三聚氰胺标准储备液(1.0 mg/mL):准确称取苯代三聚氰胺标准品(4.1)0.1 g于100 mL容量瓶中,精确至0.000 1 g,用乙腈(4.5)定容至刻度,在0℃~4℃密封避光保存。

4.14 异丙醇-水混合溶液配制的苯代三聚氰胺溶液:分别量取0.012 5 mL,0.062 5 mL,0.25 mL,0.50 mL,0.75 mL,1.00 mL,1.25 mL苯代三聚氰胺储备液(4.13)于25 mL容量瓶中,每个容量瓶中加入12.5 mL异丙醇(4.6),用水定容至刻度,得苯代三聚氰胺浓度分别为0.5 mg/L,2.5 mg/L,10 mg/L,20 mg/L,30 mg/L,40 mg/L,50 mg/L。此溶液摇匀后在4℃避光保存,在0℃~4℃密封避光保存。

4.15 微孔滤膜,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 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

准确移取适量的苯代三聚氰胺标准储备液(4.13)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的苯代三聚氰胺标准工作溶液。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(4.14)过滤后供高效液相色谱进样。

#### 6.1.2 橄榄油标准工作溶液

分别准确称取2.5 g(精确至0.1 mg)精制橄榄油(4.4)于6个15 mL具塞试管中,向每个试管中依次加入0.5 mL异丙醇-水混合溶液配制的苯代三聚氰胺溶液(4.14),充分混合,得橄榄油中苯代三聚氰胺浓度为0.1 mg/kg,0.5 mg/kg,2 mg/kg,4 mg/kg,6 mg/kg,8 mg/kg和10 mg/kg。向每个试管中加入2.5 mL异辛烷(4.7)和2.0 mL水,旋涡混合5 min后,静置离心。取下层水层2.0 mL,经0.45 μm滤膜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℃~4℃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 2.5 g(精确至 0.1 mg)于 15 mL 的具塞离心管中,加入 2.5 mL 异辛烷(4.7),充分混合,再加入 2.5 mL,10%(体积份数)异丙醇水溶液(4.11),旋涡混合 5 min 后,静置离心。取下层水层 2.0 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。

### 6.3 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:乙腈(4.5)-水(18+82);
- c) 进样量:20 μL;
- d) 检测波长:246 nm;
- e) 柱温:35 ℃;
- 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苯代三聚氰胺浓度为横坐标,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:

- $y_s$  ——标准工作溶液中的苯代三聚氰胺的色谱峰面积;
- $a$  ——回归曲线的斜率;
- $x_s$  ——标准工作溶液苯代三聚氰胺的浓度,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。

### 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,得到苯代三聚氰胺的色谱峰面积。

## 8 结果计算

食品模拟物试液中苯代三聚氰胺的浓度  $c$  按式(2)计算:

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

式中:

- $c$  ——食品模拟液中苯代三聚氰胺的浓度,单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);

SN/T 4267—2015

$y$  ——食品模拟液中苯代三聚氰胺的色谱峰面积；  
 $y_0$  ——空白试液中苯代三聚氰胺的色谱峰面积；  
 $b$  ——回归曲线的截距；  
 $a$  ——回归曲线的斜率。  
测试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。

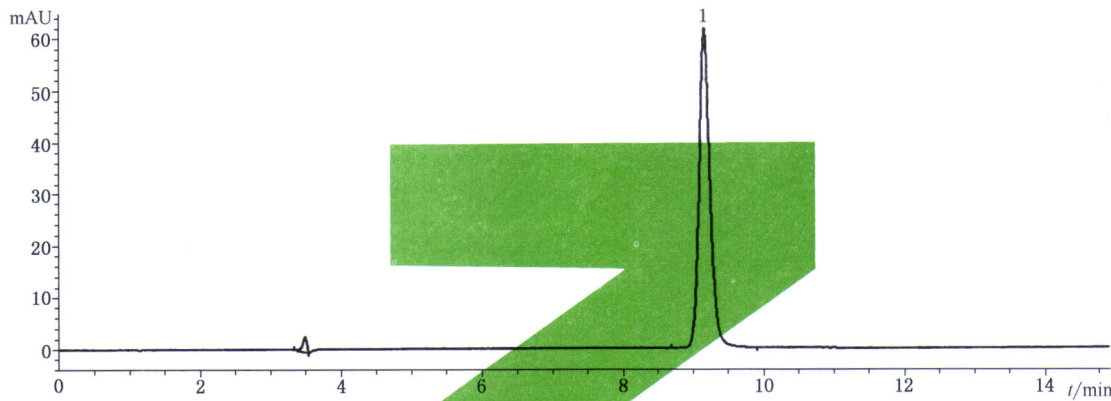
表 1 苯代三聚氰胺在 6 种食品模拟液中的测定低限

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

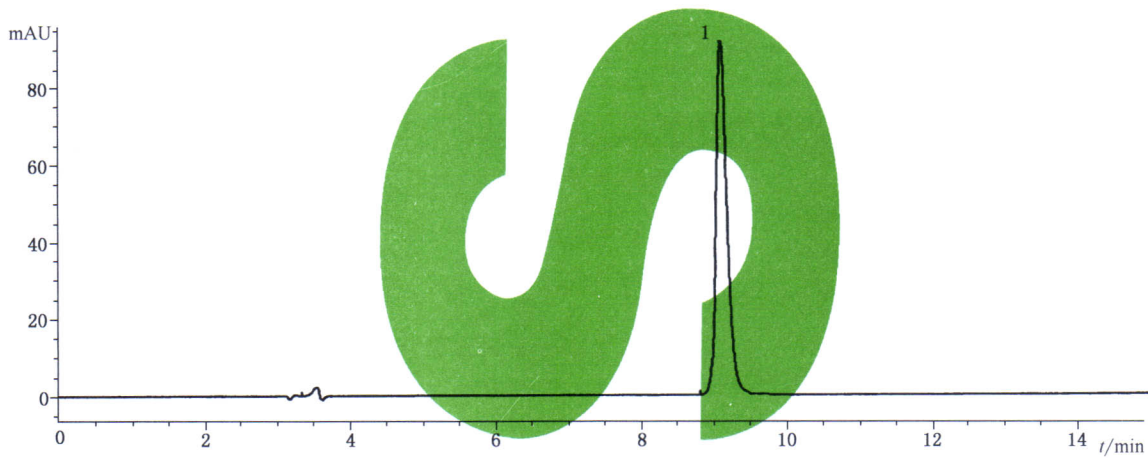
在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

附 录 A  
(资料性附录)  
食品模拟液中苯代三聚氰胺标准色谱图



说明：  
1——苯代三聚氰胺。

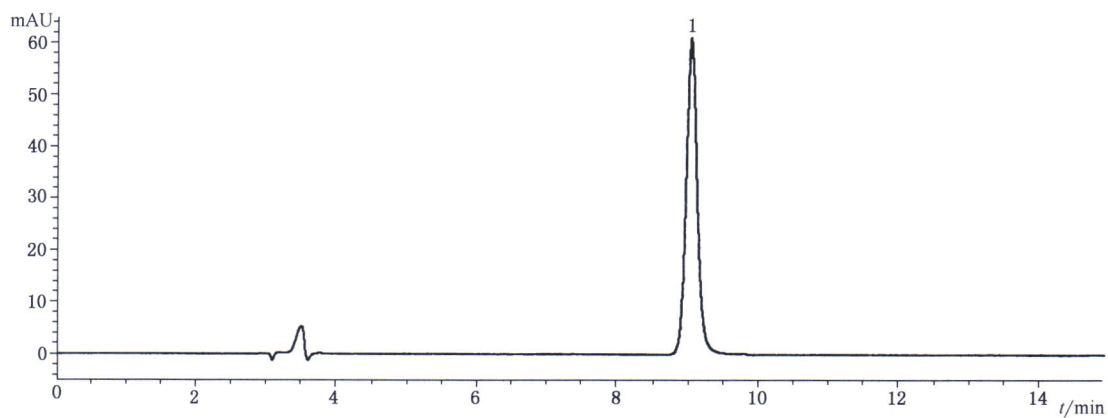
图 A.1 水中苯代三聚氰胺(6.0 mg/L)标准色谱图



说明：  
1——苯代三聚氰胺。

图 A.2 10%(体积分数)乙醇溶液中苯代三聚氰胺(6.0 mg/L)标准色谱图

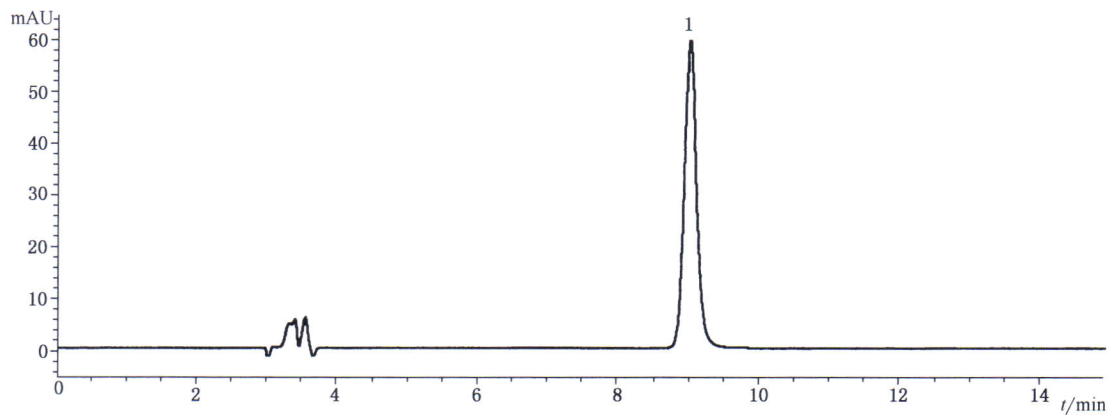
SN/T 4267—2015



说明:

1——苯代三聚氰胺。

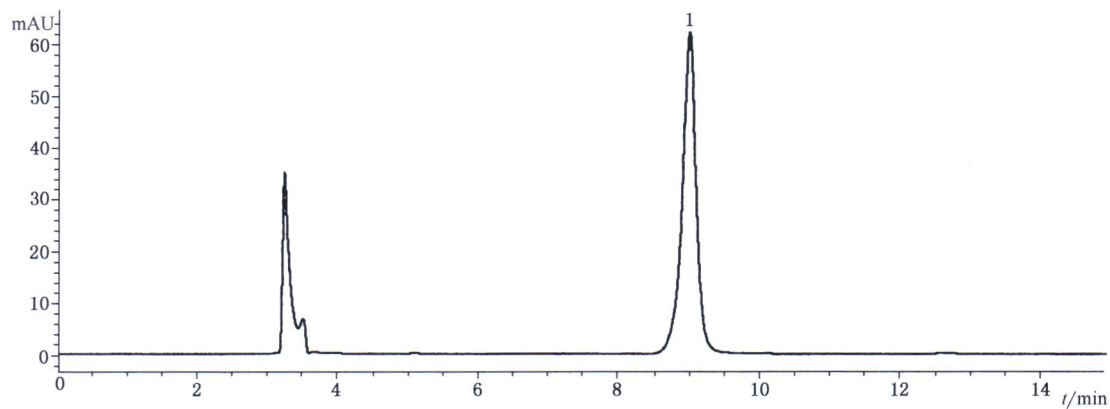
图 A.3 20%(体积分数)乙醇溶液中苯代三聚氰胺(6.0 mg/L)标准色谱图



说明:

1——苯代三聚氰胺。

图 A.4 50%(体积分数)乙醇溶液中苯代三聚氰胺(6.0 mg/L)标准色谱图

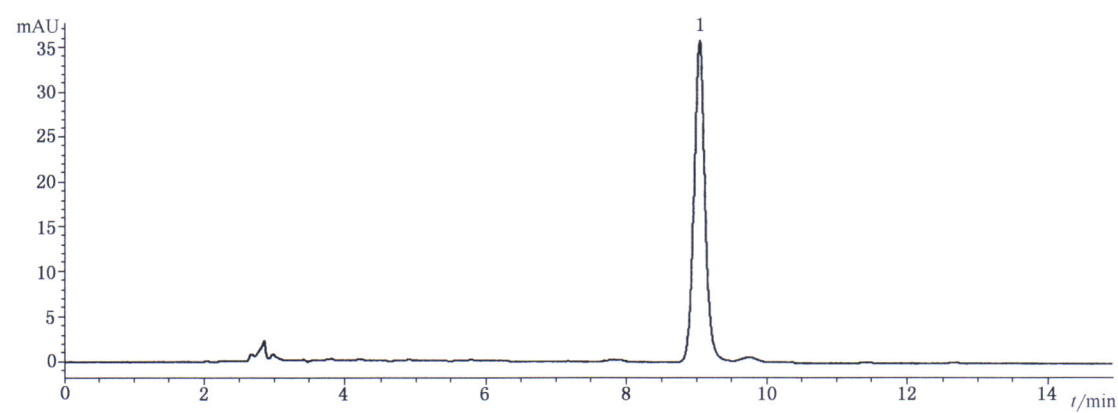


说明:

1——苯代三聚氰胺。

图 A.5 3%(质量分数)乙酸溶液中苯代三聚氰胺(6.0 mg/L)标准色谱图





说明：  
1——苯代三聚氰胺。

图 A.6 橄榄油中苯代三聚氰胺(6.0 mg/kg)标准色谱图

