

中华人民共和国国家标准

GB 31604.13—2016

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 11-氨基十一酸迁移量的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 23296.12—2009《食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 11-氨基十一酸的测定 高效液相色谱法》。

本标准与 GB/T 23296.12—2009 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 11-氨基十一酸迁移量的测定”;
- 修改了食品模拟物试液的制备;
- 修改了分析结果的表述。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

11-氨基十一酸迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中 11-氨基十一酸迁移量的高效液相色谱检测方法。
本标准适用于食品接触材料及制品中 11-氨基十一酸迁移量的测定。

2 原理

食品模拟物中 11-氨基十一酸与荧光胺反应生成衍生物,经高效液相色谱分离,用荧光检测器检测其衍生物含量,换算得出 11-氨基十一酸的含量,采用外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。试验中容器及转移应避免使用塑料材质器具。

3.1 试剂

- 3.1.1 十水合四硼酸二钠($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.2 磷酸(H_3PO_4)。
- 3.1.3 硼酸(H_3BO_3)。
- 3.1.4 荧光胺($\text{C}_{17}\text{H}_{10}\text{O}_4$)。
- 3.1.5 氢氧化钠(NaOH)。
- 3.1.6 磷酸二氢钠一水合物($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)。
- 3.1.7 冰乙酸(CH_3COOH)。
- 3.1.8 无水乙醇($\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$)。
- 3.1.9 丙酮(CH_3COCH_3):色谱纯。
- 3.1.10 异辛烷 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3]$ 。
- 3.1.11 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 3.1.12 氮气(N_2):纯度 $\geq 99.9\%$ 。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:按 GB 5009.156 操作。
- 3.2.2 乙酸溶液(96%):量取 96 mL 冰乙酸,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.3 磷酸溶液(10%):量取 10 mL 磷酸,用水稀释至 100 mL。
- 3.2.4 硼酸溶液(5%):称取 5.0 g 硼酸,加入 100 mL 水完全溶解。
- 3.2.5 氢氧化钠溶液(20%):称取 20.0 g 氢氧化钠,加入 100 mL 水完全溶解。

3.2.6 磷酸盐缓冲溶液(0.005 mol/L):准确称取 690 mg 磷酸二氢钠一水合物溶于大约 900 mL 水中,缓慢加入少量磷酸溶液调节其 pH 为(3±0.2),以水定容至 1 L。

3.2.7 硼酸缓冲溶液(0.04 mol/L):准确称取 1.53 g 十水合四硼酸二钠溶于大约 90 mL 水中,缓慢加入少量 5% 硼酸溶液调节其 pH 为(9±0.2),以水定容至 100 mL。

3.2.8 荧光胺溶液:准确称取 20 mg 荧光胺,加入 100 mL 丙酮完全溶解,避光保存。

3.3 标准品

11-氨基十一酸($C_{11}H_{23}O_2N$,CAS 号:2432-99-7),纯度 $\geq 99\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 11-氨基十一酸水溶液储备液(1.25 mg/mL):准确称取 11-氨基十一酸标准品 125 mg(精确至 0.1 mg)用 2 mL 96% 乙酸溶解后转移至 100 mL 容量瓶中,并以水定容至刻度,放置于 4 °C 冰箱保存。

3.4.2 11-氨基十一酸异辛烷储备液(0.50 mg/mL):准确称取 11-氨基十一酸标准品 25 mg(精确至 0.1 mg)用 5 mL 冰乙酸溶解后转移至 50 mL 容量瓶中,并以异辛烷定容至刻度,放置于 4 °C 冰箱保存。

3.4.3 11-氨基十一酸水溶液标准中间液(25 $\mu\text{g}/\text{mL}$):分别移取 2 mL 水溶液储备液至 3 个不同的 100 mL 容量瓶中,分别用水基、酸性、酒精类食品模拟物定容。

3.4.4 水基、酸性食品、酒精类食品模拟物标准工作溶液:分别移取 11-氨基十一酸水溶液标准中间液 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、10.0 mL、20.0 mL 至 50 mL 容量瓶中,用水定容。标准工作液的浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。采用同样方式,分别用对应酸性、酒精类食品模拟物配制同样浓度系列的 11-氨基十一酸标准工作溶液。临用时配制。

3.4.5 油基食品模拟物标准工作溶液:分别称取 5 g(精确至 0.01 g)橄榄油至 6 个不同的 25 mL 锥形瓶中。分别加入 0 μL 、5 μL 、10 μL 、20 μL 、50 μL 、100 μL 的 11-氨基十一酸异辛烷储备液,充分混匀。标准工作液的浓度分别为 0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 、0.5 $\mu\text{g}/\text{g}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 、2.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 、10.0 $\mu\text{g}/\text{g}$ 。然后按 5.2.2 进行。

4 仪器和设备

- 4.1 高效液相色谱仪:配荧光检测器。
- 4.2 振荡器:往复型。
- 4.3 涡旋振荡器。
- 4.4 氮气浓缩器,配加热装置。
- 4.5 分析天平:感量为 1 mg 和 0.1 mg。
- 4.6 pH 计:精度 0.01。
- 4.7 微孔滤膜:0.22 μm 。

5 分析步骤

5.1 食品模拟物试液的制备

按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求,对样品进行迁移试验,得到食品模拟物试液。

5.2 浸泡液的处理

5.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物

准确移取 1.0 mL 从迁移试验中获得的水基、酸性、酒精类食品模拟物至 10 mL 反应管中,当模拟物为 4%乙酸时应同时加入 150 μ L 氢氧化钠溶液以调节 pH。余下步骤按 5.4 进行衍生,平行制样 2 份。

5.2.2 油基食品模拟物

称取 5 g(精确至 0.01 g)从迁移试验中得到的橄榄油介质食品模拟物至 25 mL 锥形瓶中,加入 5 mL 异辛烷,混匀。准确移入 5.0 mL 96%乙酸,将锥形瓶放置在振荡器上振荡 30 min。待两相分离后,准确移取 1.0 mL 下层的乙酸提取液转移至 10 mL 反应管中,用氮气浓缩器于 40 $^{\circ}$ C 将乙酸提取液吹干。向吹干后的反应管中准确移入 1.0 mL 水,置于涡旋振荡器上处理 10 s,充分混匀。余下步骤按 5.4 进行衍生,平行制样 2 份。

5.3 空白试液的制备

按 5.2 处理未与食品接触材料接触的食品模拟物,余下步骤按 5.4 进行衍生。

5.4 11-氨基十一酸的衍生

准确移取 1.0 mL 硼酸缓冲溶液加入到制备的水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物试液及制备的空白溶液中,置于涡旋振荡器上处理 10 s,充分混匀。混匀过程中,加入 1.0 mL 荧光胺溶液。将所得衍生生物溶液过微孔滤膜,滤液待测。

5.5 仪器参考条件

- a) 色谱柱: C_{18} 柱(柱长 250 mm,内径 4.6 mm,粒径 5 μ m),或同等性能的色谱柱。
- b) 流动相:甲醇-磷酸盐缓冲溶液(70+30,体积比)。
- c) 流速:1.0 mL/min。
- d) 进样量:10 μ L。
- e) 柱温:室温。
- f) 荧光检测器:激发波长 390 nm,发射波长 480 nm。

5.6 标准工作曲线的制作

分别吸取上述标准系列的衍生溶液注入液相色谱仪中,按照 5.5 仪器参考条件测定相应的峰面积(11-氨基十一酸标准物质衍生物色谱图见附录 A),以标准工作液中 11-氨基十一酸浓度为横坐标,以 11-氨基十一酸峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。

5.7 试样溶液的测定

按照 5.5 仪器参考条件,将试样的衍生溶液注入液相色谱仪中,以保留时间定性,同时记录峰面积,根据标准曲线得到待测液中 11-氨基十一酸的浓度。

6 分析结果的表述

由标准曲线得到食品模拟物试液中 11-氨基十一酸的浓度,按 GB 5009.156 进行迁移量计算,得到

食品接触材料及制品中 11-氨基十一酸的迁移量。计算结果保留至小数点后两位。

7 精密度

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%。

8 其他

本标准的定量限:水基、酸性、酒精类食品模拟物中 11-氨基十一酸定量限为 0.8 mg/L,油基食品模拟物中 11-氨基十一酸定量限为 0.8 mg/kg。

附录 A

11-氨基十一酸标准物质衍生物色谱图

A.1 水中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图见图 A.1。

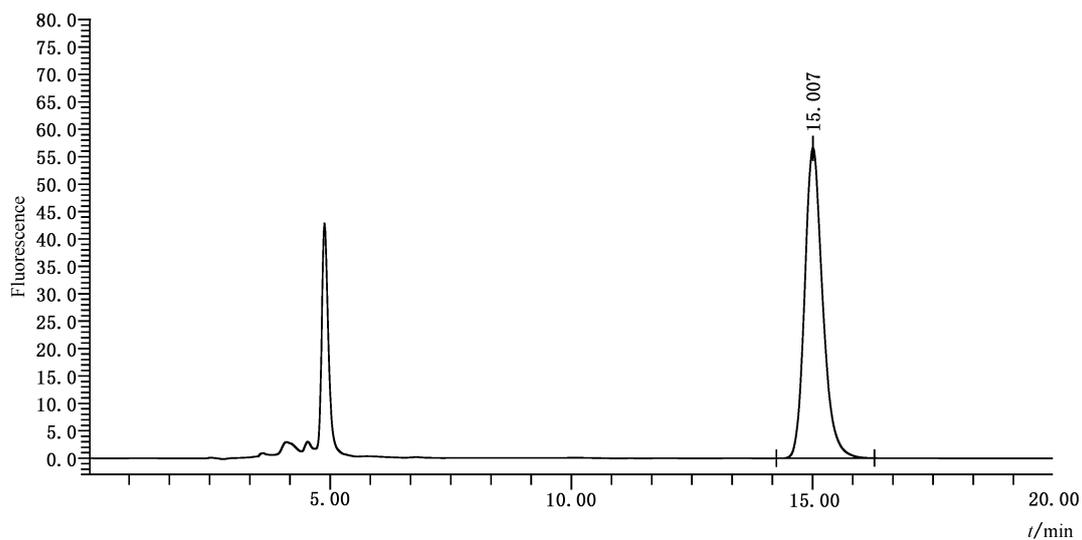


图 A.1 水中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图

A.2 4%乙酸溶液中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图见图 A.2。

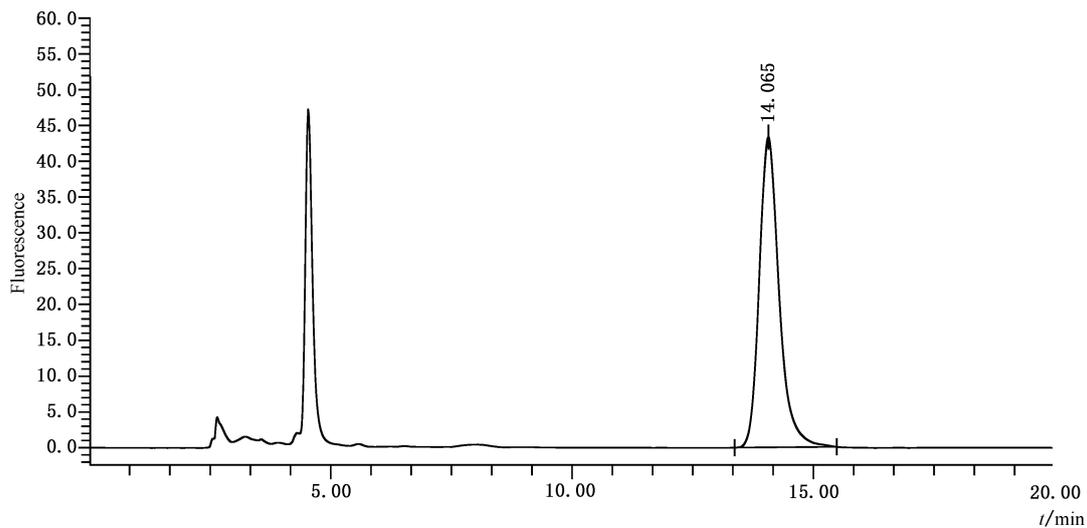


图 A.2 4%乙酸溶液中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图

A.3 10%乙醇溶液中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图见图 A.3。

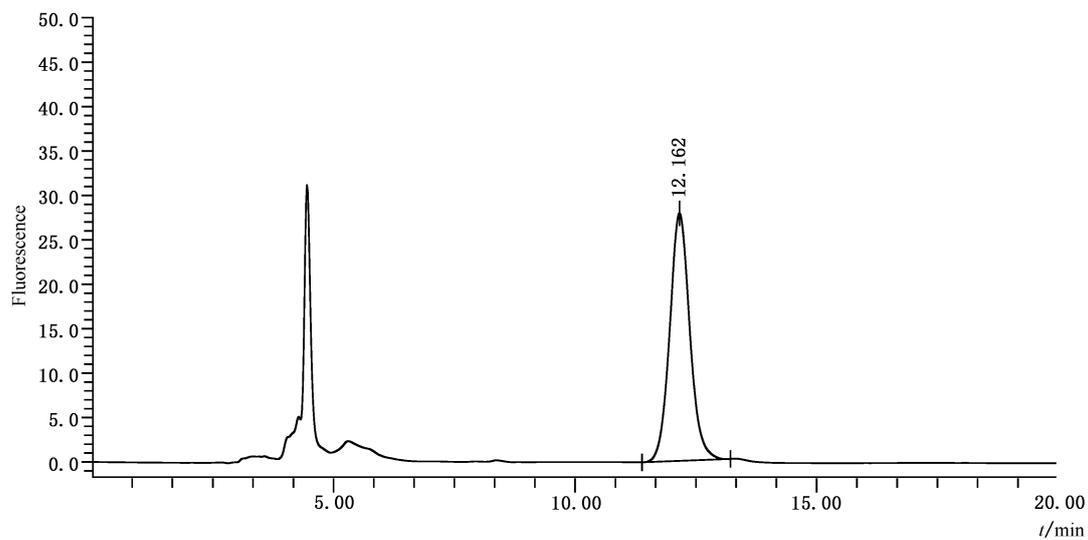


图 A.3 10%乙醇溶液中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图

A.4 橄榄油中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图见图 A.4。

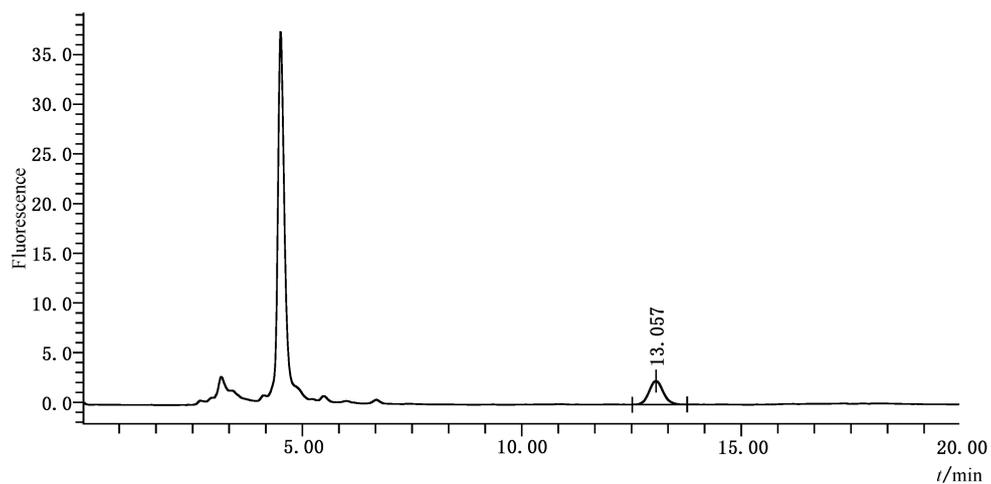


图 A.4 橄榄油中 11-氨基十一酸标准物质衍生物的 HPLC 色谱图