

中华人民共和国国家标准

GB 31604.15—2016

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 2,4,6-三氨基- 1,3,5-三嗪(三聚氰胺)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 23296.15—2009《食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2,4,6-三氨基-1,3,5-三嗪(三聚氰胺)的测定 高效液相色谱法》。

本标准与 GB/T 23296.15—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 2,4,6-三氨基-1,3,5-三嗪(三聚氰胺)迁移量的测定”。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 2,4,6-三氨基-1,3,5-三嗪(三聚氰胺)迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品(三聚氰胺甲醛树脂及其成型品)三聚氰胺迁移量的测定方法。

本标准适用于食品接触材料及制品(三聚氰胺甲醛树脂及其成型品)三聚氰胺迁移量的高效液相色谱法检测。

2 原理

将食品接触材料及制品(三聚氰胺甲醛树脂及其成型品)与食品模拟物接触,在特定浸泡条件下进行迁移试验,浸泡液处理后所得试液采用高效液相色谱法检测,并换算为三聚氰胺特定迁移量。根据食品类别,按照 GB 31604.1 选择对应的食品模拟物以及迁移试验条件(时间、温度)。食品模拟物为水,4%(体积分数)乙酸,10%、20%、50%~95%(体积分数)乙醇时,浸泡液作为试液直接进样;食品模拟物为植物油时,对浸泡液萃取处理后所得试液直接进样,利用高效液相色谱法测定试液中的三聚氰胺含量,按照 GB 5009.156 的规定确定迁移试验的浸泡液体积和试样接触面积,依据公式换算为三聚氰胺特定迁移量(迁移物析出量)。

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。试验中容器及转移器具应避免使用塑料材质。

3.1 试剂

3.1.1 水性、酸性、酒精类、油性食品模拟物:所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

3.1.2 氢氧化钠(NaOH)。

3.1.3 二水合磷酸二氢钠($\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)。

3.1.4 异丙醇 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}]$ 。

3.1.5 甲醇(CH_3OH):色谱纯。

3.1.6 异辛烷 $[(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{C}(\text{CH}_3)_3]$ 。

3.1.7 乙腈(CH_3CN):色谱纯。

3.2 试剂配制

3.2.1 水性、酸性、酒精类、油基食品模拟物:按 GB 5009.156 规定配制。

3.2.2 氢氧化钠溶液(100 g/L):称取 10 g 氢氧化钠溶解在 100 mL 水中。

3.2.3 磷酸二氢钠缓冲溶液(0.005 mol/L, pH=6.5):称取 0.780 g 二水合磷酸二氢钠,用 900 mL 水溶解,用 100 g/L 氢氧化钠溶液(3.2.2)调整其 pH 至 6.5,之后用水定容至 1 000 mL。

3.2.4 异丙醇溶液(100 mL/L):量取 10 mL 异丙醇溶解在 100 mL 水中。

3.2.5 甲醇-水混合液(1+1):量取 100 mL 的甲醇加入到体积为 100 mL 的水中。

3.3 标准品

3.3.1 三聚氰胺($C_3H_6N_6$)(CAS 号:108-78-1):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 三聚氰胺标准贮备溶液(1 000 mg/L):准确称取三聚氰胺标准品 50 mg,精确到 0.1 mg 于 50 mL 容量瓶中,加入 40 mL 水,在水浴(温度为 70 °C)中超声 15 min~30 min,使三聚氰胺能够充分溶解,冷却至室温后用水定容,在 4 °C~20 °C 条件下避光保存,6 个月内浓度保持稳定。

3.4.2 三聚氰胺标准中间液(100 mg/L):吸取 5.00 mL 三聚氰胺标准贮备溶液于 50 mL 容量瓶中,用水定容。

3.4.3 食品模拟物标准工作溶液的制备

3.4.3.1 水性、酸性、酒精类食品模拟物标准工作溶液

分别准确吸取三聚氰胺标准中间液(3.4.2)0 mL、0.125 mL、0.250 mL、1.25 mL、2.50 mL 于 25 mL 容量瓶中,用水性食品模拟物定容,其中三聚氰胺的浓度分别为 0 mg/L、0.500 mg/L、1.00 mg/L、5.00 mg/L、10.0 mg/L。采用同样方式,分别用酸性、酒精类食品模拟物配制同样浓度系列的三聚氰胺标准工作溶液。

3.4.3.2 油性食品模拟物标准工作溶液

分别准确称取 5 g(精确到 0.01 g)油性食品模拟物(精制玉米油或橄榄油),置于 5 个 25 mL 具塞玻璃试管中,用可调移液器分别移取 0 μ L、25.0 μ L、50.0 μ L、250 μ L、500 μ L 三聚氰胺标准中间液(3.4.2)至试管中,得到油性食品模拟物标准工作溶液,其中三聚氰胺的浓度分别为 0 mg/kg、0.500 mg/kg、1.00 mg/kg、5.00 mg/kg、10.00 mg/kg。往每个试管中加入 5.0 mL 异辛烷(3.1.6)混匀,再加入 5.0 mL 异丙醇溶液(3.2.4),将试管放在 70 °C 恒温水浴中超声萃取 30 min,然后离心分层。吸取下层水溶液 1 mL~2 mL,通过 0.22 μ m 的有机相微孔滤膜过滤后所得试液供高效液相色谱仪进样测定用。

3.5 材料

有机相微孔滤膜:0.22 μ m。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:配置紫外吸收检测器或发光二极管阵列检测器。

4.2 涡旋振荡器。

4.3 超声恒温水浴。

4.4 离心机:转速大于 4 000 r/min。

4.5 分析天平:感量 0.000 1 g 和 0.01 g。

5 分析步骤

5.1 食品模拟物试液制备

5.1.1 食品模拟物浸泡液的制备

根据三聚氰胺甲醛树脂及其成型品的预期用途和使用条件,按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求,选择对应的食品模拟物以及迁移试验条件进行迁移试验,可以得到食品模拟物浸泡液。如果食品模拟物浸泡液不能马上进行下一步试验,应将食品模拟物浸泡液于 0 °C~4 °C 冰箱中避光保存。

在食品模拟物浸泡液温度与室温一致后,进行下一步试液的制备。

5.1.2 食品模拟物试液的制备

5.1.2.1 水性、酸性、酒精类食品模拟物试液

准确称取迁移试验后得到的水性、酸性、酒精类食品模拟物浸泡液约 1 mL,通过 0.22 μm 的有机相微孔滤膜过滤后所得试液供高效液相色谱仪进样测定用。

5.1.2.2 油性食品模拟物试液

准确称取 5 g(精确到 0.01 g)迁移试验后得到的油性食品模拟物浸泡液,置于 25 mL 具塞玻璃试管中,加入 5.0 mL 异辛烷混匀,再加入 5.0 mL 异丙醇溶液,将试管放在 70 °C 恒温水浴中超声萃取 30 min,然后离心分层。吸取下层水溶液 1 mL~2 mL,通过 0.22 μm 的有机相微孔滤膜过滤后所得试液供高效液相色谱仪进样测定用。

5.1.3 空白试液的制备

未与食品接触材料或制品试样接触的水性、酸性、酒精类食品模拟物按照 5.1.2.1 操作,油性食品模拟物按照 5.1.2.2 的操作,过滤后所得为空白试液。

5.2 仪器参考条件

- a) 色谱柱:氨基柱,柱长 250 mm,柱内径 4.6 mm,粒度 5 μm,或同等性能的色谱柱。
- b) 流动相:乙腈-磷酸二氢钠缓冲溶液(75+25,体积比)。
- c) 流速:1.0 mL/min。
- d) 柱温:室温。
- e) 进样量:20 μL。
- f) 检测波长:230 nm。
- g) 时间:20 min。

5.3 标准工作曲线的制作

按照 5.2 所列仪器参考条件,对标准工作溶液进行检测,测定相应的峰面积。以三聚氰胺浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制食品模拟物标准工作曲线,得到线性方程。

5.4 食品模拟物试液的测定

按照 5.2 所列仪器参考条件,对食品模拟物试液进行检测,以保留时间定性,以峰面积定量,根据标准工作曲线得到待测试液中三聚氰胺的浓度。同时对空白试液进行检测。

6 分析结果的表述

6.1 食品模拟物试液中三聚氰胺浓度的计算

由标准曲线得到食品模拟物试液中三聚氰胺的浓度,按照 GB 5009.156 进行迁移量计算,得到食品接触材料及制品中三聚氰胺迁移量。计算结果保留两位有效数字。

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大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

8 其他

本方法对水性、酸性、酒精类食品模拟物中三聚氰胺的方法检出限为 0.2 mg/L,油性食品模拟物中三聚氰胺的方法检出限为 0.2 mg/kg。

本方法对水性、酸性、酒精类食品模拟物中三聚氰胺的方法定量限为 0.5 mg/L,油性食品模拟物中三聚氰胺的方法定量限为 0.5 mg/kg。

附录 A
食品模拟物试液中三聚氰胺色谱图

A.1 水性食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

水性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.1。

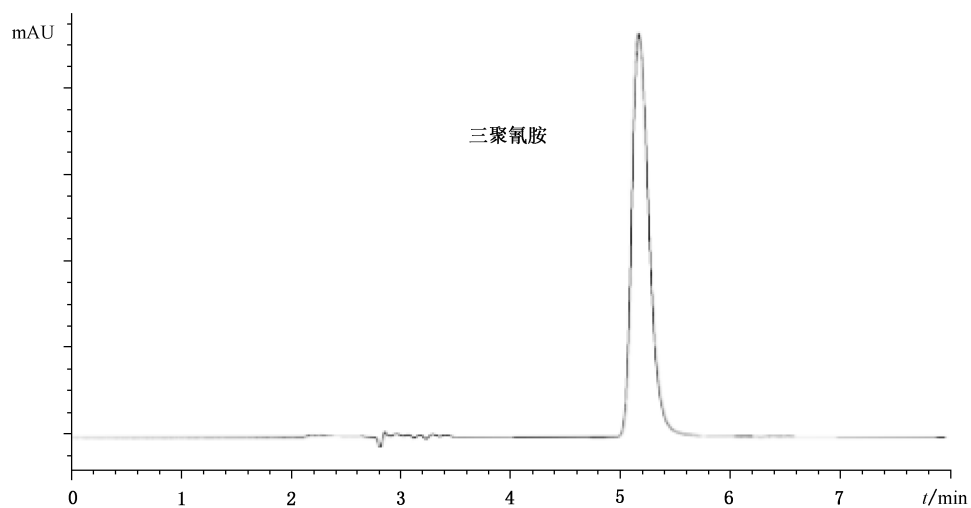


图 A.1 水性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)

A.2 酸性食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

酸性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.2。

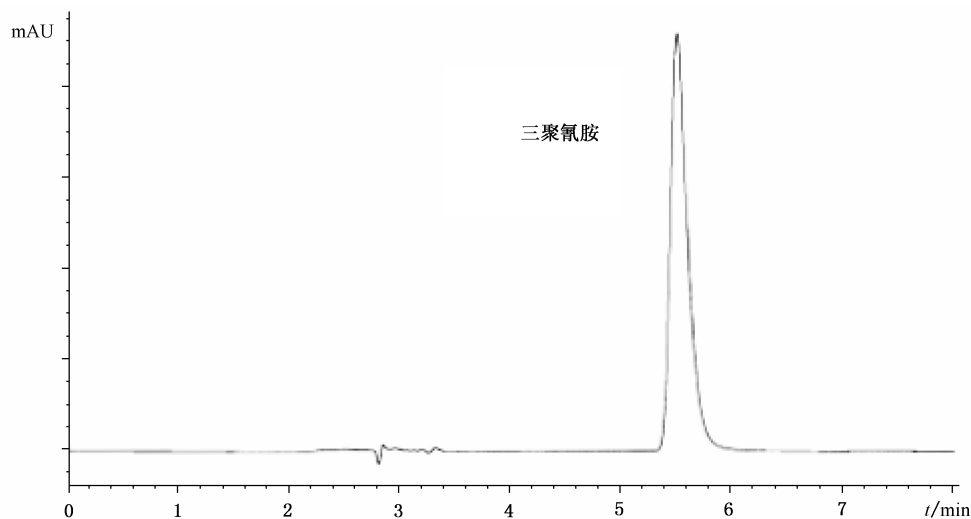


图 A.2 酸性食品模拟物中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)

A.3 酒精类食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

酒精类食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.3。

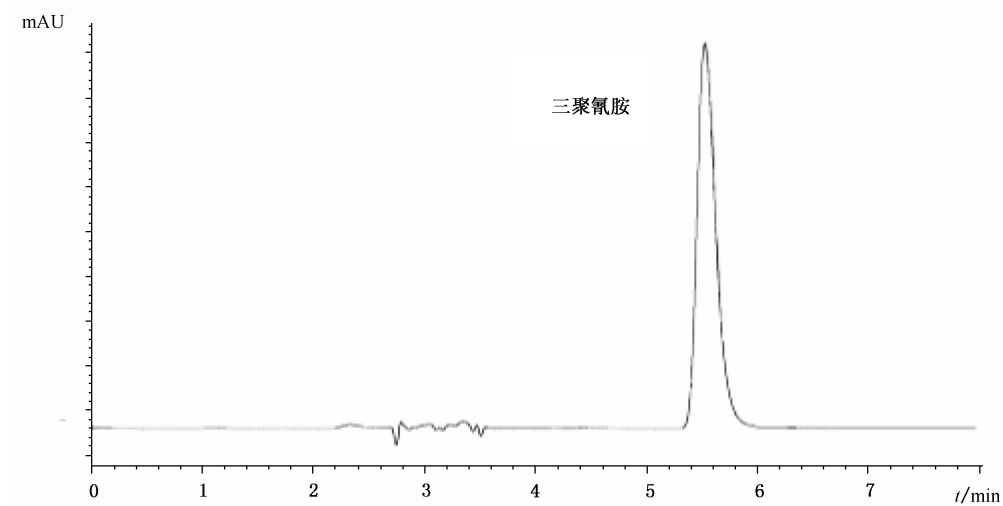


图 A.3 酒精类食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)

A.4 油性食品模拟物的三聚氰胺标准色谱图

油性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)见图 A.4。

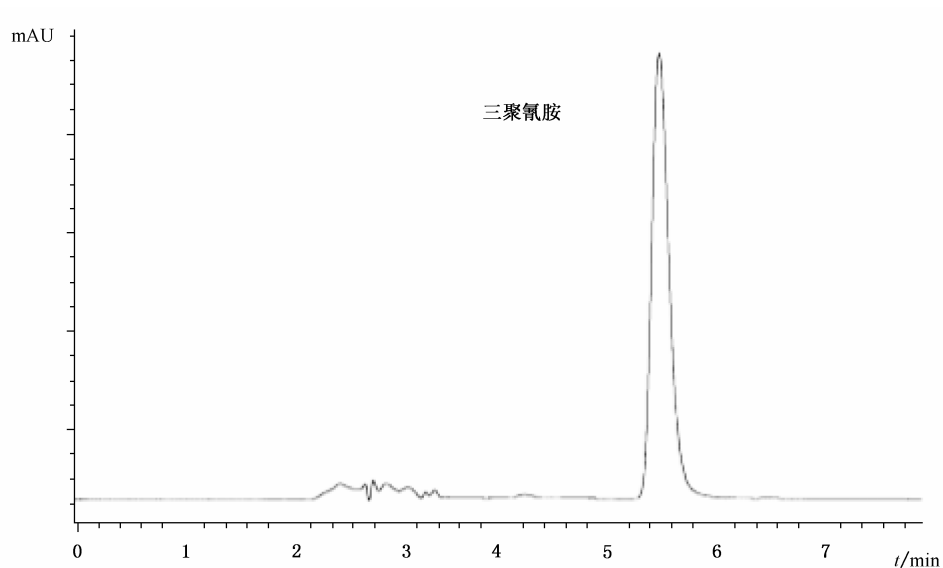


图 A.4 油性食品模拟物试液中三聚氰胺标准色谱图(10 mg/L)