



中华人民共和国国家标准

GB 31604.40—2016

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

顺丁烯二酸及其酸酐迁移量的测定

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 23296.21—2009《食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中顺丁烯二酸及顺丁烯二酸酐的测定 高效液相色谱法》。

本标准与 GB/T 23296.21—2009 相比,主要变化如下:

- 标准名称为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 顺丁烯二酸及其酸酐迁移量的测定”;
- 修改了高效液相色谱条件;
- 修改了检出限。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

顺丁烯二酸及其酸酐迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中顺丁烯二酸及其酸酐迁移量的测定方法。
本标准适用于食品模拟物中顺丁烯二酸总量的测定。

2 原理

顺丁烯二酸酐遇水转变为顺丁烯二酸,通过测定顺丁烯二酸的含量来间接获得顺丁烯二酸及其酸酐的迁移量。试样经过浸泡后,水基食品模拟物直接进样,油基食品模拟物经碳酸氢钠溶液提取和 C_{18} 固相萃取小柱净化后,以高效液相色谱法测定。采用反相色谱柱分离,紫外检测器检测,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。试验中容器及转移器具应避免使用塑料材质。

3.1 试剂

3.1.1 甲醇(CH_4O):色谱纯。

3.1.2 磷酸(H_3PO_4)。

3.1.3 碳酸氢钠($NaHCO_3$)。

3.1.4 配制水性、酸性、酒精类、油基食品模拟物所需试剂:所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

3.2 试剂配制

3.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。

3.2.2 1%碳酸氢钠溶液:称取 1.0 g(精确至 0.1 g)碳酸氢钠溶于 100 mL 水中,混匀备用。

3.3 标准品

顺丁烯二酸($C_4H_4O_4$,CAS 号:110-16-7):纯度 $>99.0\%$ 。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 顺丁烯二酸储备液(5 000 mg/L):准确称取顺丁烯二酸标准品 500 mg(精确至 0.1 mg),用无水乙醇溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,加入无水乙醇定容,摇匀。 $0\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 4\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存,有效期为 2 个月。

3.4.2 顺丁烯二酸标准溶液:吸取 0 mL、0.500 mL、1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL、10.0 mL 顺丁烯二酸储备液于 6 个 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,摇匀,顺丁烯二酸浓度分别为 0.00 mg/L、50.0 mg/L、100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、1 000 mg/L。

3.4.3 标准工作溶液的制备

3.4.3.1 水基、酸性食品、酒精类食品模拟物标准工作溶液

吸取不同浓度的顺丁烯二酸标准溶液 1.00 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入食品模拟物水至刻度,混匀,使得食品模拟物水中顺丁烯二酸浓度分别为 0.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、8.00 mg/L、20.0 mg/L、40.0 mg/L。采用同样方式,分别用对应水基、酸性食品、酒精类食品模拟物配制同样浓度系列的顺丁烯二酸标准工作溶液。

3.4.3.2 油基食品模拟物标准工作溶液

称取 25 g 油基食品模拟物(精确到 0.1 g)于 6 个分液漏斗中,加入 1.00 mL 不同浓度的顺丁烯二酸标准溶液,混匀,使得油基食品模拟物中顺丁烯二酸浓度分别为 0.00 mg/kg、2.00 mg/kg、4.00 mg/kg、8.00 mg/kg、20.0 mg/kg、40.0 mg/kg,加入 25 mL 1%碳酸氢钠溶液,振荡 5 min,静置分层,移取下层水溶液,用 C₁₈固相萃取小柱过滤,取 1.0 mL 滤出液经 0.45 μm 滤膜过滤于进样瓶中,待上机测定。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪:配置二极管阵列检测器或紫外检测器。

4.2 电热恒温干燥箱。

4.3 分析天平:感量为 1.0 mg 和 0.1 mg。

4.4 涡旋振荡器。

4.5 C₁₈固相萃取小柱:柱填料为 500 mg。

5 分析步骤

5.1 食品模拟物试液的制备

5.1.1 迁移试验

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

5.1.2 浸泡液的处理

5.1.2.1 水基食品模拟物试液的制备(包括蒸馏水、4%乙酸、酒精模拟物)

取迁移试验中得到的水基食品模拟物约 1.5 mL,通过 0.45 μm 滤膜过滤后供测定用,平行制样 2 份。

5.1.2.2 油基食品模拟物

准确称取 25 g(精确至 0.1 g)油基食品模拟物浸泡液于分液漏斗中,加入 25 mL 1%碳酸氢钠溶液,振荡 5 min,静置分层,移取下层水溶液,用 C₁₈固相萃取小柱过滤,取 1.0 mL 滤出液经 0.45 μm 滤膜过滤于进样瓶中,待上机测定。样液可根据具体情况进行稀释,使其测定值在标准曲线的线性范围内。

5.1.3 空白试液的制备

按 5.1.2 处理未与食品接触材料接触的食品模拟物。

5.2 测定

5.2.1 液相色谱参考条件

- a) 色谱柱: C_{18} , 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm , 或同等性能的色谱柱;
- b) 流动相: 甲醇-0.1%磷酸水溶液 (20 : 80, 体积比);
- c) 流速: 0.8 mL/min;
- d) 检测波长: 214 nm;
- e) 柱温: 30 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 进样量: 5 μL 。

5.2.2 标准曲线的制作

按 5.2.1 所列参考测定条件, 对标准工作溶液 (3.4.3.1、3.4.3.2) 进行检测。以食品模拟物标准工作曲线中顺丁烯二酸浓度为横坐标, 以顺丁烯二酸峰面积值为纵坐标, 绘制标准工作曲线, 得到线性方程, 以试样的顺丁烯二酸峰面积值标准曲线定量。标准溶液色谱图见附录 A。

5.2.3 试液的测定

按照 5.2.1 所列参考测定条件, 对空白试液和食品模拟物试液依次进样, 采用外标校准曲线法定量测定。

6 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中顺丁烯二酸的浓度, 按 GB 5009.156 进行迁移量计算, 得到食品接触材料及制品中顺丁烯二酸的迁移量。计算结果保留三位有效数字。

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超过算术平均值的 10%。

8 其他

本方法对水基、酸性食品、酒精类食品中顺丁烯二酸的检出限为 0.5 mg/L, 定量限为 2.0 mg/L; 对于油基食品模拟物, 检出限为 0.5 mg/kg, 定量限为 2.0 mg/kg。

附录 A
顺丁烯二酸的高效液相色谱图

A.1 水模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

水模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图见图 A.1。

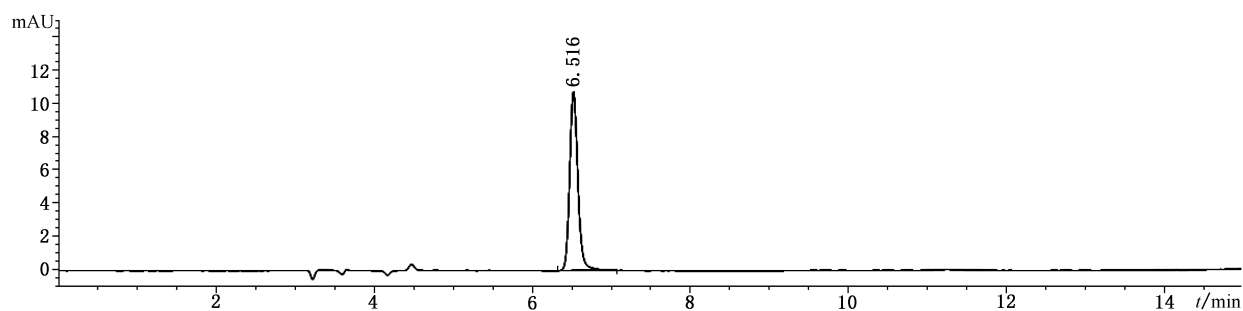


图 A.1 水模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

A.2 4%乙酸模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

4%乙酸模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图见图 A.2。

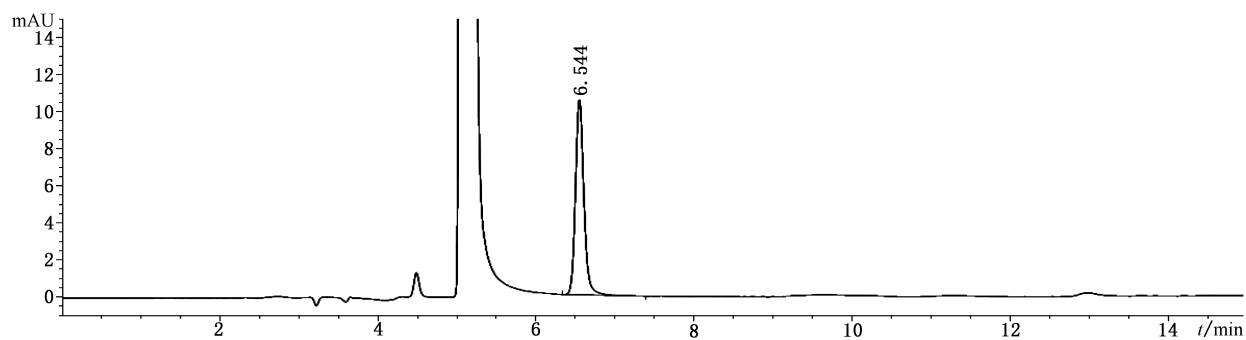


图 A.2 4%乙酸模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

A.3 20%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

20%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图见图 A.3。

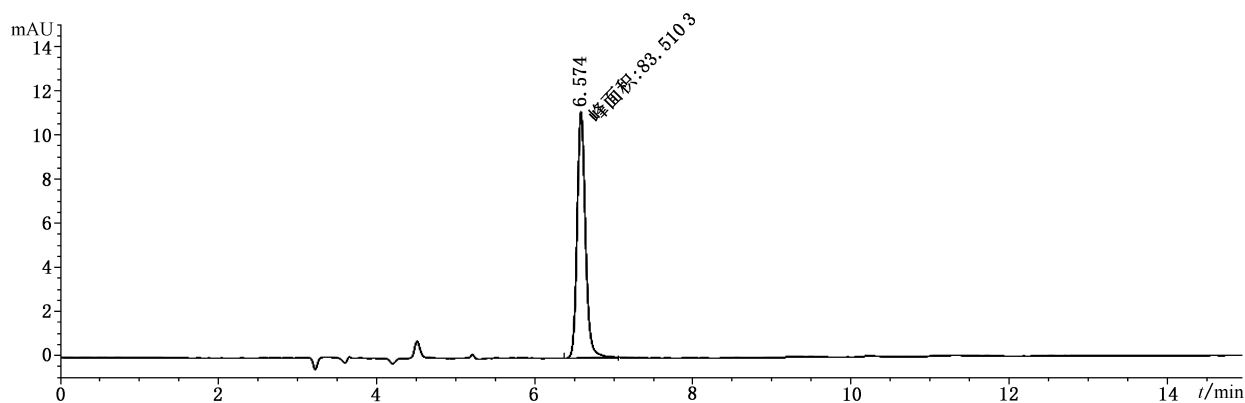


图 A.3 20%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

A.4 50%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

50%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图见图 A.4。

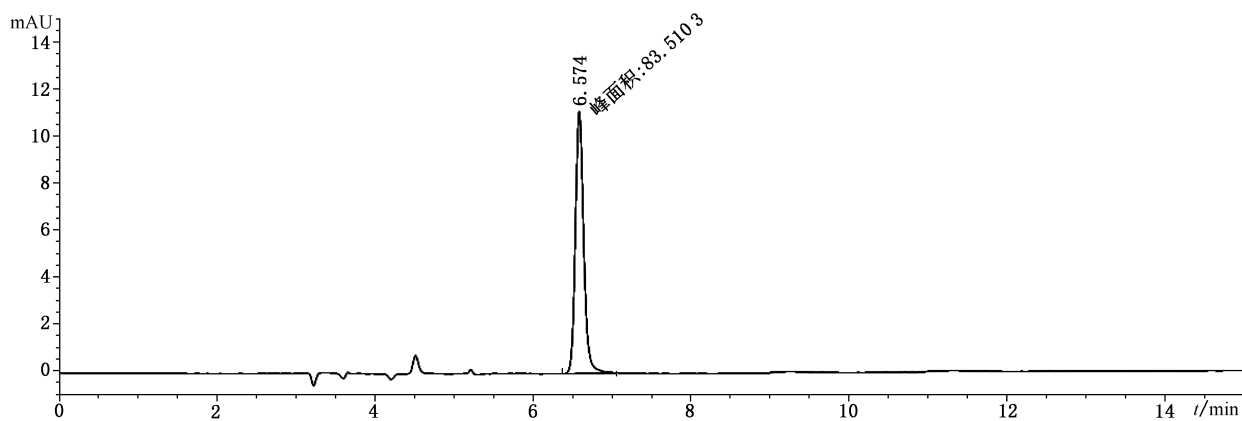


图 A.4 50%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

A.5 95%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

95%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图见图 A.5。

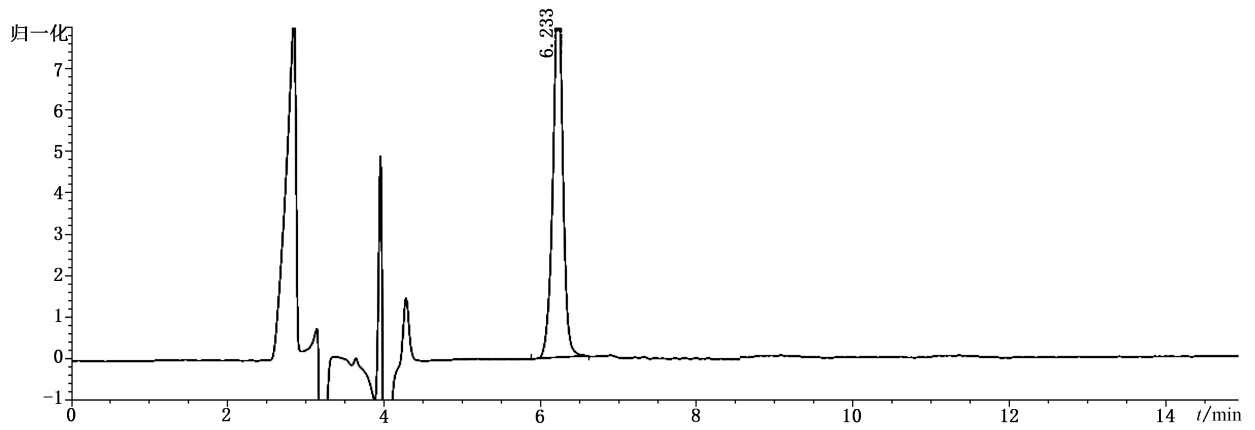


图 A.5 95%乙醇模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

A.6 橄榄油模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图

橄榄油模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱见图 A.6。

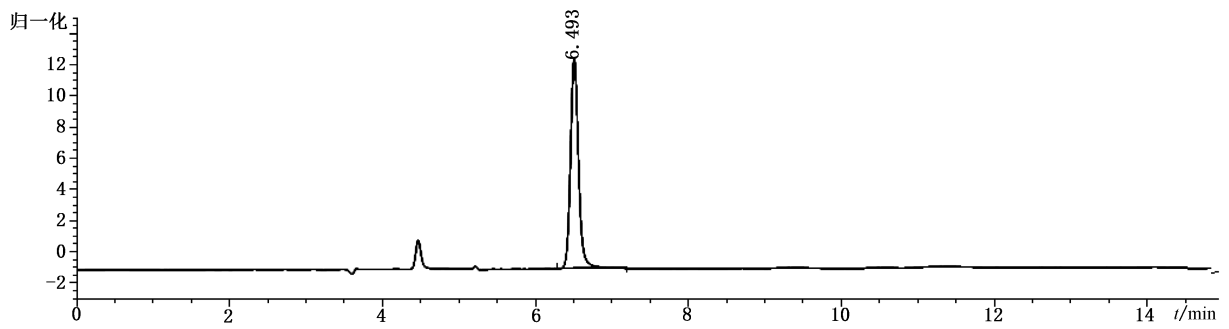


图 A.6 橄榄油模拟物中顺丁烯二酸标准(2.0 mg/L)色谱图