

团 体 标 准

T/YNZJ 001—2021

代替 T/YNZJ 001-2020

食品接触材料及制品 间苯二甲酸迁移量的测定

2020-12-23 发布

2021-01-05 实施

云南省质量检验协会

发 布

前 言

本文件GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》进行编写。

本文件由云南省质量检验协会提出并归口。

本文件由云南省质量检验协会、云南唯佳塑业有限公司、昆明商霖塑料包装制品制造有限公司、昆明通格塑业有限公司、云南浩翔包装制品有限公司、大理市汇泉塑料制品厂、昆明楚娇工贸有限公司、云南望天树饮料有限公司、昆明禾创包装有限公司、昆明市西山区兴旺塑料厂、昆明斌欢塑料工贸有限公司、安宁渝达塑料制品有限公司、昆明民业工贸有限公司、罗平县滇圆塑胶制品有限公司、云南工博塑料制品有限公司、弥勒市凤凰山泉水厂、云南省景洪市西双版纳傣乡果园食品有限公司、云南金丰汇油脂股份有限公司、昆明华兴塑料厂、昆明一博塑料制品有限公司、康师傅（昆明）饮品有限公司等会员单位共同起草。

本文件主要起草人：刘书剑、刀明凤、刘旺清、林爱宝、孔友富、刘斌、鲍祥尧、李黄英、张剑、张强、蒋兴德、陈婉茜、宋云惠、孔富明、高玉峰、张发坤、任志芳、王家祥、杨长伟、任建明、蔡启林、范永仙。

本标准所代替的历次版本发布情况为：

代替—T/YNZJ 001-2020。

食品接触材料及制品间苯二甲酸迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5009.156 食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 31604.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

食品模拟物中的间苯二甲酸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、酸性、酒精类食品模拟物直接进样测定，异辛烷介质食品模拟物通过稀碳酸氢钠溶液提取后进样测定。以邻苯二甲酸作内标，采用内标法定量。

5 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。

5.1 试剂

5.1.1 三水合乙酸钠 ($\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2\text{Na} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)。

5.1.2 碳酸氢钠 (NaHCO_3)。

5.1.3 甲醇 (CH_3OH)：色谱纯。

5.1.4 异丙醇 ($\text{C}_3\text{H}_8\text{O}$)。

5.1.5 异辛烷 (C_8H_{18})。

5.1.6 磷酸 (H_3PO_4)。

5.1.7 冰乙酸 (CH_3COOH)。

5.1.8 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物：所用试剂依据 GB 31604.1 规定。

5.2 试剂配制

5.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物：按 GB 5009.156 操作。

5.2.2 1g/L 碳酸氢钠水溶液：称取 1g（精确至 0.1g）碳酸氢钠，用水溶解并定容于 1L 容量瓶中。

5.2.3 乙酸钠缓冲液（pH=3.6）：称取 25.0g 三水合乙酸钠溶于 350mL 水中，加入 5.0mL 磷酸，用约 50mL 冰乙酸调节 pH 至 3.6，加水定容至 500mL。

5.2.4 50%乙酸溶液：量取 50mL 冰乙酸于 100mL 容量瓶中，用水定容。

5.3 标准品

5.3.1 间苯二甲酸 ($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$ ，CAS 号：121-91-5)，纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.3.2 邻苯二甲酸 ($\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$ ，CAS 号：88-99-3)，纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 间苯二甲酸标准储备溶液（500mg/L）：准确称取 50mg（精确至 0.1mg）间苯二甲酸标准品，加入少量甲醇溶解后，转移至 100mL 容量瓶中，用甲醇定容。有效期为 6 个月。

5.4.2 间苯二甲酸标准中间溶液：分别于 6 只 25mL 容量瓶中加入 0mL、1.0mL、2.0mL、5.0mL、10.0mL、20.0mL 间苯二甲酸标准储备溶液，再分别加入 5mL 邻苯二甲酸内标储备溶液、用甲醇定容。间苯二甲酸标准中间溶液的浓度分别为 0.0mg/L、20mg/L、40mg/L、100mg/L、200mg/L、400mg/L。内标邻苯二甲酸的浓度均为 200mg/L。应当天配制。

5.4.3 水基、酸性、酒精类食品模拟物介质标准工作溶液：分别移取 2.0mL 间苯二甲酸标准中间溶液于 6 只 50mL 容量瓶中，用对应的食品模拟物定容。水基、酸性、酒精类食品模拟物中间苯二甲酸标准工作溶液浓度分别为 0.0mg/L、0.8mg/L、1.6mg/L、4.0mg/L、8.0mg/L、16.0mg/L；内标浓度均为 8.0mg/L。

5.4.4 异辛烷介质标准工作溶液：分别称取 50g 异辛烷于 6 个 250mL 分液漏斗中，准确移入 2.0mL 间苯二甲酸标准中间溶液。再用量筒加入 20mL 碳酸氢钠溶液。轻轻摇动 1min，然后静置分层。将下层液体放入 50mL 容量瓶中，上层再用 20mL 碳酸氢钠溶液提取一次，合并提取液于 50mL 容量瓶中，加入 1mL 50%乙酸，定容至刻度，混匀。用滤膜过滤 1mL~2mL；间苯二甲酸的标准工作溶液浓度分别为 0.0mg/kg、0.8mg/kg、1.6mg/kg、4.0mg/kg、8.0mg/kg、16.0mg/kg；内标浓度均为 8.0mg/kg。

5.4.5 邻苯二甲酸内标储备溶液（1000mg/L）：准确称取 0.1g（精确至 0.1mg）邻苯二甲酸标准品，用 10mL 异丙醇溶解，然后将溶液转移至 100mL 容量瓶中并以异丙醇定容。有效期为 6 个月。

5.4.6 邻苯二甲酸内标中间溶液（200mg/L）：取 5mL 邻苯二甲酸内标储备溶液于 25mL 容量瓶中，用甲醇定容。

6 仪器设备

6.1 高效液相色谱仪：配紫外检测器和 10 μ L 定量环。

6.2 分析天平：感量 0.1mg、0.1g。

6.3 pH 计。

6.4 水系微孔滤膜：0.45 μ m。

7 分析步骤

7.1 样品迁移试验

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。如果得到的食品模拟物不能马上进行下一步试验，应将食品模拟物试液于 4℃ 冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液冷却或恢复室温后进行下一步试验。

7.2 试液制备

7.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

移取 50.0mL 从迁移试验中得到的水基食品模拟物于预先盛有 2.0mL 邻苯二甲酸内标中间溶液的 100mL 锥形瓶中，混合均匀，取 1mL~2mL 用滤膜过滤待测。

7.2.2 异辛烷模拟试液的制备

称取 50.0g 从迁移试验得到的异辛烷浸泡液于 250mL 分液漏斗中，加入 2.0mL 内标中间溶液，混合均匀。用量筒加入 20mL 碳酸氢钠溶液。轻轻摇动 1min，然后静置分层。将下层液体放入 50mL 容量瓶中，上层再用 20mL 碳酸氢钠溶液提取一次，合并提取液于 50mL 容量瓶中，加入 1mL 50%乙酸，定容至刻度，混匀。用滤膜过滤 1mL~2mL，溶液待测。

7.3 空白试液的制备

按照 5.2 所述步骤处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

7.4 测定

7.4.1 液相色谱测定参考条件

液相色谱测定参考条件列出如下表：

表 1

仪器条件	仪器参数
色谱柱	C ₁₈ 柱，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒径 5 μ m，或相当者
流动相	A：150mL 乙酸钠缓冲液（3.2.3）+750mL 水；B：甲醇
流动相比比例	测定水基、酸性、酒精类食品模拟物试液时：流动相为 A+B=80+20（体积比）； 测定异辛烷模拟物试液时：流动相为 A+B=85+15（体积比）；
流速	1.5mL/min
柱温	室温
进样量	10 μ L
紫外检测器波长	242nm

7.4.2 绘制标准工作曲线

按照 5.4.1 所测定条件，对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作溶液中间苯二甲酸浓度为横坐标，单位以“mg/L 或 mg/kg”表示，以间苯二甲酸/邻苯二甲酸的峰面积比值为纵坐标，分别绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图参见附录 A。

7.4.3 试液测定

对空白溶液和食品模拟物试液依次进样，扣除空白值，得到间苯二甲酸/邻苯二甲酸的峰面积比值。

8 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中间苯二甲酸的浓度，单位为 mg/L 或 mg/kg，按 GB 5009.156 如果按照实际 S/V 进行试验，则以试验中的接触面积和模拟物体计算结果；如果未按实际 S/V 进行试验，则试验结果应按实际 S/V 进行换算。当单位为 mg/L 时视 1L 为 1kg，换算为 mg/kg。得到食品接触材料及制品中间苯二甲酸的迁移量。计算结果保留两位有效数字。

9 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不得超过算术平均值得 10%。

10 其他

检出限及定量限如下表：

表 2

不同模拟物中的间苯二甲酸	检出限	定量限
水基、酸性、酒精类食品模拟物中 间苯二甲酸	0.3mg/L	1.0mg/L
异辛烷模拟物中间苯二甲酸	0.3mg/kg	1.0mg/kg

附录 A

间苯二甲酸标准品色谱图

间苯二甲酸标准品色谱图见图 A. 1

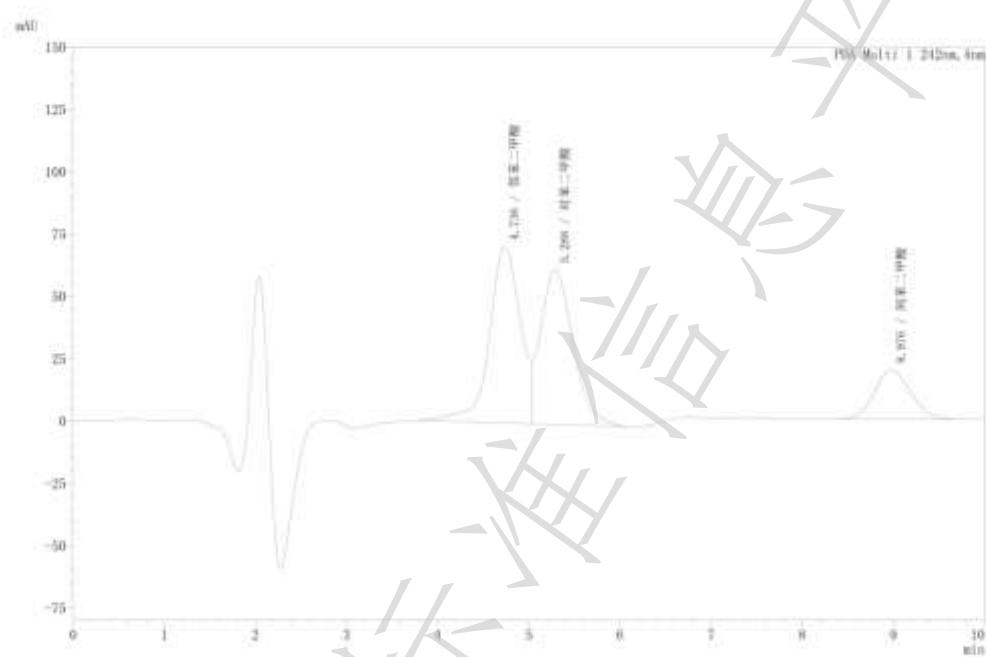


图 A. 1 间苯二甲酸标准品色谱图