

团 体 标 准

T/GDBZ XXX—2020

食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定

Determination of migration of isophthalic acid in food contact materials and products

2020 - XX - XX 发布

2020 - XX - XX 实施

广东省包装技术协会 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由广州质量监督检测研究院、广东省包装标准化技术委员会（GD/TC39）提出。

本标准由广东省包装技术协会归口。

本标准起草单位：广州质量监督检测研究院、广东省包装技术协会。

本标准主要起草人：

食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定

1 范围

本标准规定了塑料食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定方法。
本标准适用于食品接触用塑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，仅所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 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 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 原理

食品接触材料及制品经迁移试验后，食品模拟物中的间苯二甲酸通过高效液相色谱进行分离，根据保留时间和紫外吸收光谱图定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

除另有规定外，本实验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1.1 甲醇：色谱纯。

4.1.2 磷酸：分析纯。

4.1.3 乙醇：色谱纯。

4.1.4 乙酸：分析纯。

4.1.5 水基、酸性、酒精类食品模拟物，橄榄油：所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

4.2 试剂配制

4.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物：按 GB 5009.156 规定配制。

4.2.2 0.02%磷酸溶液：移取 0.2 mL 磷酸（4.1.2）于 1 L 水中，混合均匀。

4.2.3 稀释溶剂：100 mL 甲醇，900 mL 水，混合均匀。

4.3 标准品

4.3.1 间苯二甲酸标准品（CAS No: 121-91-5），纯度 \geq 99%。

4.3.2 标准储备液（1 000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.01 mg）间苯二甲酸标准品（4.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度。摇匀，-20 °C 保存，有效期三个月。

4.3.3 标准中间溶液：分别准确移取 0.100mL, 0.200mL, 0.400mL, 1.000mL, 2.000mL 标准储备液(4.3.2) 于 10 mL 容量瓶中，用稀释溶剂定容至刻度，混匀，配制成浓度分别为 10.0 mg/L, 20.0 mg/L, 40.0 mg/L, 100.0 mg/L, 200.0 mg/L 的标准中间溶液，4 °C 保存，有效期一个月。

4.3.4 水性、酸性、酒精类食品模拟物标准工作溶液：分别准确移取 0.100 mL 标准中间液（4.3.3）于 10 mL 容量瓶中，用稀释溶剂定容至刻度，混匀，配制成浓度分别为 0.10 mg/L, 0.20 mg/L, 0.40 mg/L, 1.00 mg/L, 2.00 mg/L 的标准工作溶液，4 °C 保存，有效期两周。

4.3.5 橄榄油标准工作溶液：分别称取橄榄油 1.00g 于 6 个比色管中，准确移入 0.100 mL 标准中间溶液（4.3.3），混匀，加入 9.90 mL 稀释溶剂，涡旋振荡 2min，静置分层后，取下层溶液约 1 mL，过 0.22μm 水系针头过滤器。标准工作溶液浓度分别为 0.0 mg/kg, 1.0 mg/kg, 2.0 mg/kg, 4.0 mg/kg, 10.0 mg/kg, 20.0 mg/kg, 4 °C 保存，有效期两周。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：配二极管阵列检测器。

5.2 分析天平：感量为 0.1mg 和 0.01 mg。

5.3 涡旋混合仪。

5.4 滤膜：聚醚砜，0.45 μm。

6 分析步骤

6.1 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。同时做空白试验。如果得到的食品模拟物试液不能立即进行下一步试验，应将食品模拟物试液于4 °C冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液恢复至室温后进行下一步试验。

应在48小时内完成测试。

6.2 试液制备

对于水基、酸性、酒精类食品模拟物，准确移取从迁移实验中获得的食品模拟物1.0 mL于10 mL比色管中，用稀释溶剂（4.2.3）定容到5mL，涡旋混匀，取溶液约1mL过滤膜（5.4），待测。

对于橄榄油，称取1.00g（精确到0.001）样品于比色管中，加入10 mL稀释溶剂，涡旋振荡2min，静置，取下层溶液约1 mL过滤膜（5.4），待测。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件：

- 色谱柱：C18 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），或等效色谱柱；
- 流动相：0.02%磷酸溶液+甲醇（48+52，V/V）；
- 流速：1.0 mL/min；
- 检测器扫描波长：210-400 nm；
- 检测器定量波长：橄榄油采用 280nm，其他食品模拟物采用 230nm；

- f) 柱温：35 °C；
g) 进样量：20 μL。

6.3.2 绘制标准工作曲线

按照6.3.1所列参考色谱条件，对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作液中间苯二甲酸浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录A中图A.1。

6.3.3 试液测定

按照6.3.1所列参考色谱条件，对空白试验试液和样品试液依次进样测定，根据保留时间和紫外吸收光谱图定性。间苯二甲酸的紫外吸收光谱图见附录A中图A.2。采用外标法定量。

试样溶液中目标物的浓度应在标准工作曲线的线性范围之内。

7 分析结果的表述

对于水基、酸性、酒精类食品模拟物中间苯二甲酸的浓度按式（1）计算

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——食品模拟物中待测物的浓度，mg/L；
 c ——从工作曲线上得到的试样溶液中待测物的浓度，mg/L；
 c_0 ——从工作曲线上得到的空白样品溶液中待测物的浓度，mg/L；
 V_1 ——食品模拟物稀释后体积，mL；
 V_2 ——食品模拟物取样体积，mL。

计算结果保留到小数点后两位。

对于橄榄油食品模拟物中间苯二甲酸的浓度按式（2）计算

$$X = c - c_0 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- X ——食品模拟物中待测物的浓度，mg/kg；
 c ——从工作曲线上得到的试样溶液中待测物的浓度，mg/kg；
 c_0 ——从工作曲线上得到的空白溶液中待测物的浓度，mg/kg；

计算结果保留到小数点后两位。

将食品模拟物中间苯二甲酸的浓度按GB 5009.156进行迁移量计算，得到食品接触材料及制品中间苯二甲酸的特定迁移量。计算结果保留到小数点后两位。

8 检出限和定量限

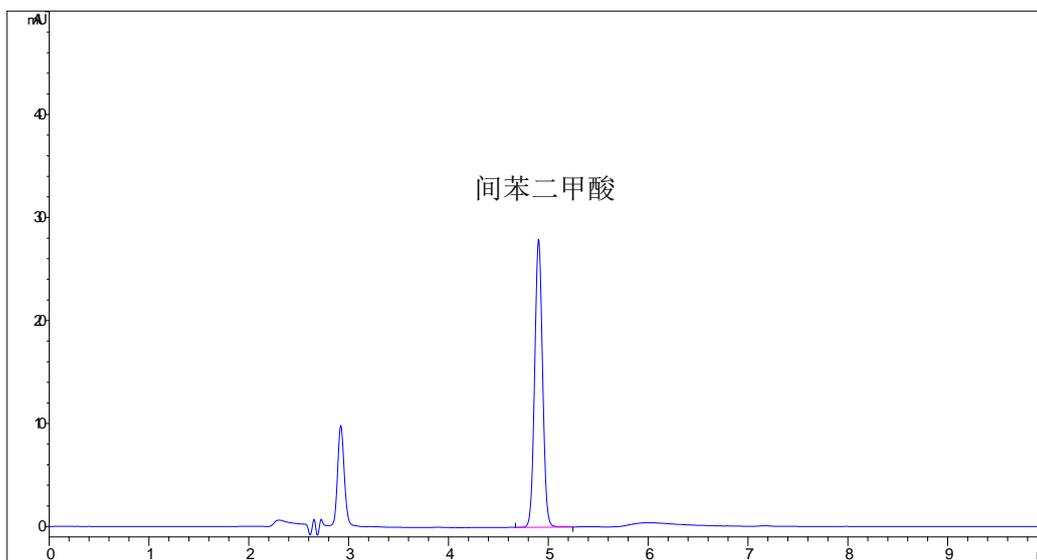
水基、酸性、酒精类食品模拟物中间苯二甲酸的检出限为0.2 mg/L，油基食品模拟物的检出限为0.5mg/kg。

水基、酸性、酒精类食品模拟物中间苯二甲酸的定量限为0.5 mg/L，油基食品模拟物的定量限为1.0 mg/kg。

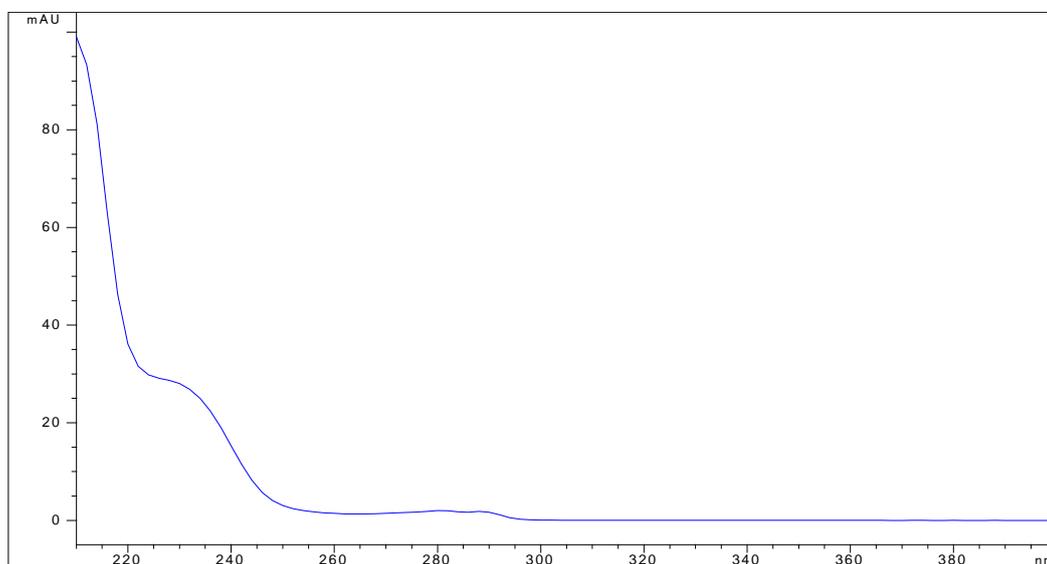
9 允许差

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%。

附录 A
(资料性附录)
标准溶液高效液相色谱图及紫外吸收光谱图



图A.1 高效液相色谱图



图A.2 紫外吸收光谱图