

ICS 点击此处添加 ICS 号

点击此处添加中国标准文献分类号

团 体 标 准

T/GDAQI XXX—2025

食品接触材料及制品中十二烷基苯磺酸及其盐类迁移量的测定

Determination of migration of Dodecylbenzenesulphonic acid and its salts in food contact materials and products

（征求意见稿）

2025 - XX - XX 发布

2025 - XX - XX 实施

广东省质量检验协会 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件由广东省质量检验协会提出和归口。

本文件起草单位：广州质量检验研究院、国家包装产品质量检验检测中心（广州）、……。

本文件主要起草人：……。

食品接触材料及制品中十二烷基苯磺酸及其盐类迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中十二烷基苯磺酸及其盐类迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中十二烷基苯磺酸及其盐类迁移量的测定。

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 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

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

食品接触材料及制品经迁移试验后，水、4%（体积分数）乙酸、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇食品模拟物经过滤后直接进样；化学替代溶剂（95%（体积分数）乙醇）食品模拟物经过滤后直接进样；橄榄油食品模拟物由提取溶剂萃取，萃取液经过滤后进样。采用液相色谱法检测，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

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。

4.1.1 甲醇（ CH_4O ）：色谱纯。

4.1.2 乙腈（ $\text{C}_2\text{H}_3\text{N}$ ）：色谱纯。

4.1.3 乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ）：色谱纯。

4.1.4 乙酸（ $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ）。

4.1.5 醋酸铵（ $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ ）。

4.1.6 橄榄油。

4.2 试剂配制

4.2.1 4%（体积分数）乙酸、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇、95%（体积分数）乙醇溶液的配制按 GB 5009.156 操作。

4.2.2 流动相：准确称取 7.78 g 醋酸铵（4.1.5）于烧杯中，加入 990 mL 水溶解后，用乙酸调节 pH 至 5.0，转移至 1 L 容量瓶中，定容至刻度线，摇匀。使用前按醋酸铵溶液：乙腈=3：7 的比例混合后抽滤。

4.2.3 提取溶剂：将乙醇和水按 1:9 的体积比混合均匀。

4.3 标准品

4.3.1 十二烷基苯磺酸（CAS No: 27176-87-0）：纯度 $\geq 97\%$ ，或经国家认证并授权标准物质证书的标准品。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 标准储备液（2000 mg/L）：准确称取 50 mg（精确至 0.1 mg）十二烷基苯磺酸标准品（4.3.1）于 25 mL 棕色容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度。摇匀，-20 °C 避光保存。有效期 6 个月。

4.4.2 标准系列中间液：分别移取标准储备液（4.4.1）0.75 mL、0.25 mL、2.50 mL、5.00 mL、7.50 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀，得到标准系列中间液质量浓度为 150.0 mg/L、250.0 mg/L、500.0 mg/L、1000.0 mg/L、1500.0 mg/L。-20 °C 避光保存。有效期 6 个月。

4.4.3 标准系列工作液

4.4.3.1 标准系列工作液（适用于水、4%（体积分数）乙酸、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇、95%（体积分数）乙醇食品模拟物）

分别准确移取 0.20 mL 标准系列中间液（4.4.2）于 5 个 10 mL 容量瓶中，用相应食品模拟物定容至刻度，混匀，配制成浓度分别为 3.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、30.0 mg/L 的标准工作溶液。

4.4.3.2 标准系列工作液（适用于橄榄油）

分别称取橄榄油 10.0 g（精确至 0.001 g）于 5 个 25 mL 比色管中，准确移取 0.20 mL 标准系列中间液（4.4.2），涡旋均匀，得到浓度分别为 3.0 mg/kg、5.0 mg/kg、10.0 mg/kg、20.0 mg/kg、30.0 mg/kg 的标准系列工作液。上机前按 6.1.2.2 处理。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：带紫外检测器或二极管阵列检测器。

5.2 分析天平：感量分别为 0.1 mg 和 0.001 g。

5.3 涡旋振荡器。

5.4 有机相尼龙微孔滤膜：孔径为 0.22 μm 。

6 分析步骤

6.1 试液制备

6.1.1 迁移试验

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1 及 GB 5009.156 的要求进行迁移试验。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于 4 °C 冰箱中避光保存不超过 72 h。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后使用。

6.1.2 浸泡液的处理

6.1.2.1 水、4%（体积分数）乙酸、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇、95%（体积分数）乙醇食品模拟物试液

移取约 1 mL 迁移试验后得到的浸泡液，经微孔滤膜（5.4）过滤，待测定。

6.1.2.2 橄榄油食品模拟物

准确称取10.0 g(精确到0.001 g)迁移试验后得到的橄榄油浸泡液于50 mL具塞离心管中,加入10 mL提取溶剂(4.2.3),涡旋振荡2 min,静置,取下层溶液约1.0 mL经微孔滤膜(5.4)过滤后待测。

6.1.3 空白试液制备

未与食品接触材料及制品试样接触的食品模拟物和化学替代溶剂按6.1.1和6.1.2处理即得空白试液。

6.2 仪器参考条件

6.2.1 色谱柱:表面活性剂专用柱(150 mm×4.6 mm, 5 μm),或同等性能色谱柱;

6.2.2 流动相:醋酸铵乙腈溶液(4.2.2);

6.2.3 流速:1.0 mL/min;

6.2.4 检测波长:225 nm;

6.2.5 柱温:30 ℃;

6.2.6 进样量:25 μL。

6.3 标准曲线的制作

按照6.2所列的仪器参考条件,将标准工作液分别注入高效液相色谱仪中,测定相应的峰面积。以标准工作液中十二烷基苯磺酸质量浓度为横坐标,以对应色谱峰的总峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。

6.4 试液的测定

6.4.1 定性测定

按照6.2所列的仪器参考条件,分别测定试液和标准工作溶液,如果试液与标准工作溶液色谱峰保留时间偏差在±2.5%范围内,则可判断试样中存在相应的待测物。十二烷基苯磺酸标准工作溶液的高效液相色谱图见附录 A 中图 A.1~图 A.7。

6.4.2 定量测定

将试液(6.1.2)和空白试液(6.1.3)注入高效液相色谱仪中,得到总峰面积,根据标准工作曲线得到试液中十二烷基苯磺酸的浓度。

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

7.1 非密封制品类食品接触材料及制品十二烷基苯磺酸特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

对于非密封制品类食品接触材料及制品,目标分析物十二烷基苯磺酸特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(1)进行计算:

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{V_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X_1 ——十二烷基苯磺酸特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试样浸泡液中十二烷基苯磺酸的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c_0 ——空白浸泡液中十二烷基苯磺酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

S ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

S_0 ——非密封制品实际使用时与食品接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

V_1 ——非密封制品实际使用时接触固态食品的质量，或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量，单位为千克（kg）；当实际使用情形下的 S_0/V_1 未知或无法估算时， S_0/V_1 按6 dm²/kg计，即6 dm²食品接触材料及制品接触1kg食品或食品模拟物。

结果保留2位有效数字。

7.2 密封制品类食品接触材料及制品十二烷基苯磺酸特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，当预期用途已知时，目标分析物十二烷基苯磺酸特定迁移量以 mg/kg表示时，按式（2）计算。

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_2 ——十二烷基苯磺酸特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中十二烷基苯磺酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中十二烷基苯磺酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

S ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

S_0 ——密封制品实际使用时与食品接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

V_2 ——密封制品实际使用时与适配容器共同接触固态食品的质量，或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量，单位为千克（kg）；各种液态食品按密度为1 kg/L将其体积换算为相应的质量。

结果保留2位有效数字。

7.3 密封制品类食品接触材料及制品十二烷基苯磺酸特定迁移量的计算（以 mg/件表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，当预期用途未知时，目标分析物十二烷基苯磺酸特定迁移量以mg/件表示时，按式（3）计算，需注明采用的迁移试验方法、迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

$$X_3 = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X_3 ——十二烷基苯磺酸特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c ——试样浸泡液中十二烷基苯磺酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中十二烷基苯磺酸的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

n ——浸泡时所用密封制品的数量，单位为件。

结果保留 2 位有效数字。

7.4 十二烷基苯磺酸盐类特定迁移量的计算（以 mg/kg 或 mg/件表示）

食品接触材料及制品中十二烷基苯磺酸盐类化合物的特定迁移量按式（4）计算。

$$X_4 = \frac{M_2}{M_1} \times X \dots\dots\dots (4)$$

式中：

X_4 ——十二烷基苯磺酸盐类特定迁移量，单位为毫克每千克或毫克每件（mg/kg或mg/件）；

X ——十二烷基苯磺酸特定迁移量，单位为毫克每千克或毫克每件（mg/kg或mg/件）；

M_1 ——十二烷基苯磺酸的分子量；

M_2 ——十二烷基苯磺酸盐类的分子量；

结果保留 2 位有效数字。

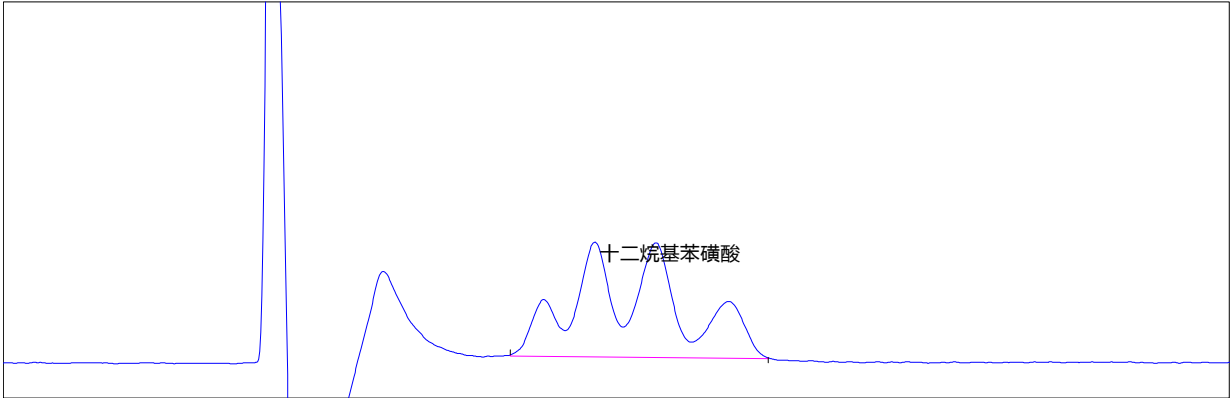
8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的15%。

9 其他

本方法对水基、酸性、酒精类食品模拟物浸泡液和化学替代溶剂浸泡液中十二烷基苯磺酸的检出限均为1.0 mg/L，定量限均为3.0 mg/L；对含油脂食品模拟物浸泡液中十二烷基苯磺酸的检出限为1.0 mg/kg，定量限为3.0 mg/kg。十二烷基苯磺酸及其盐类迁移量的检出限和定量限按第7章进行计算。

附 录 A
(资料性附录)
十二烷基苯磺酸标准溶液液相色谱图



图A.1 水食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图

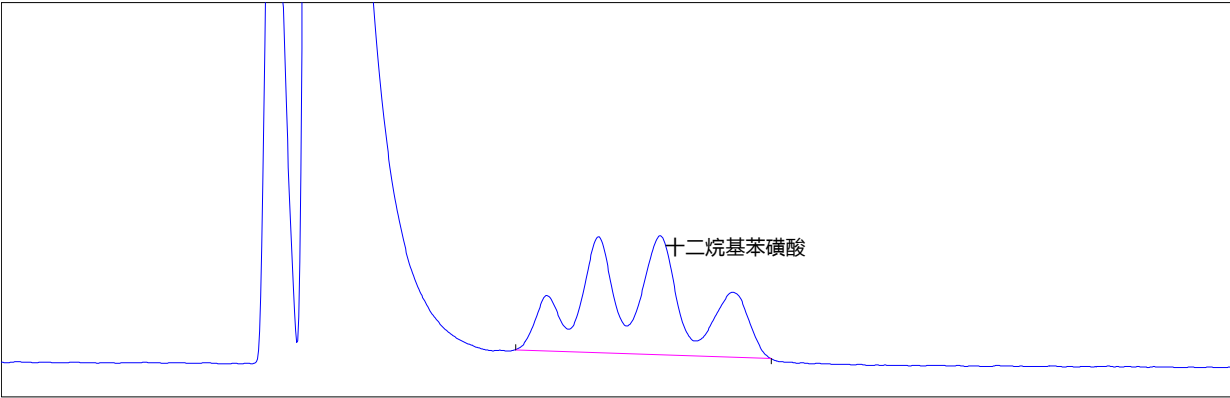


图 A.2 4%（体积分数）乙酸食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图

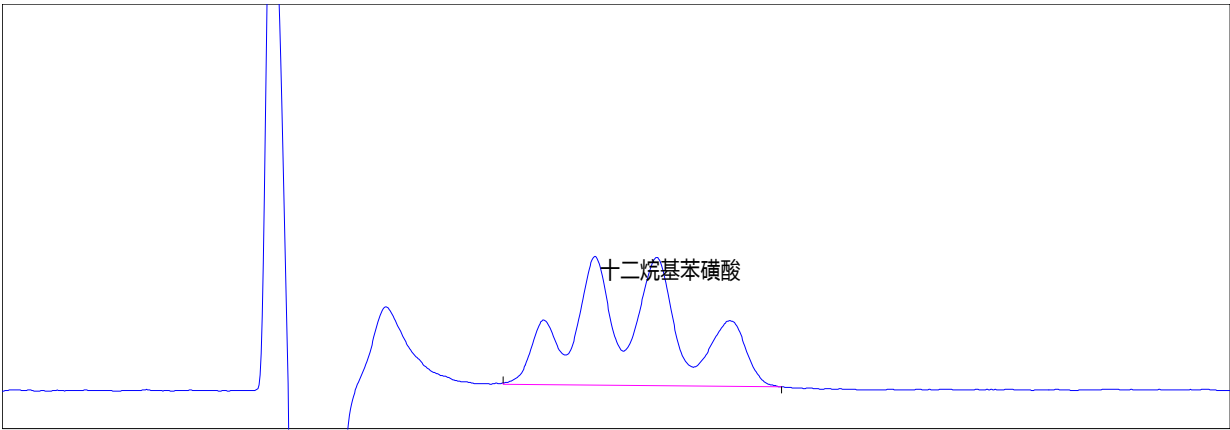


图 A.3 10%（体积分数）乙醇食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图

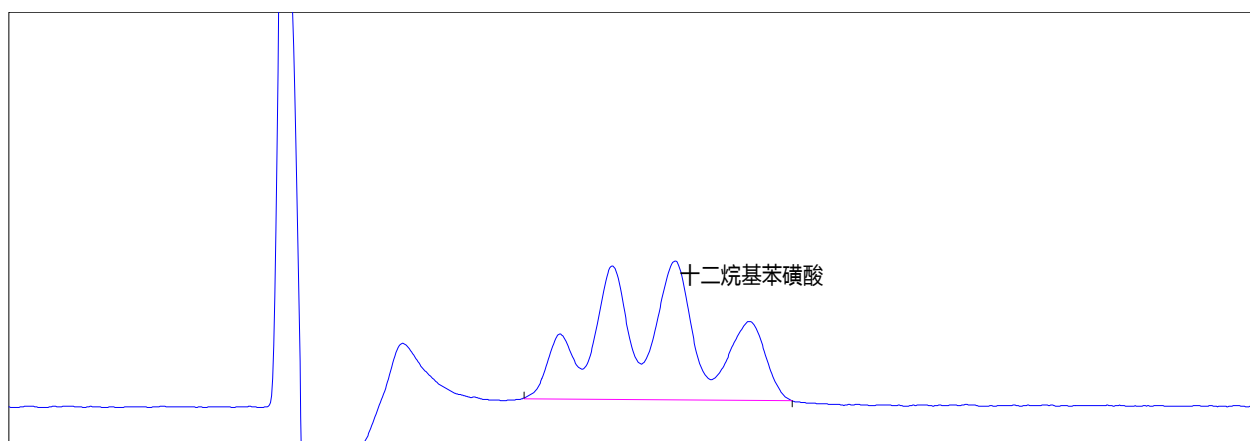


图 A.4 20%（体积分数）乙醇食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图

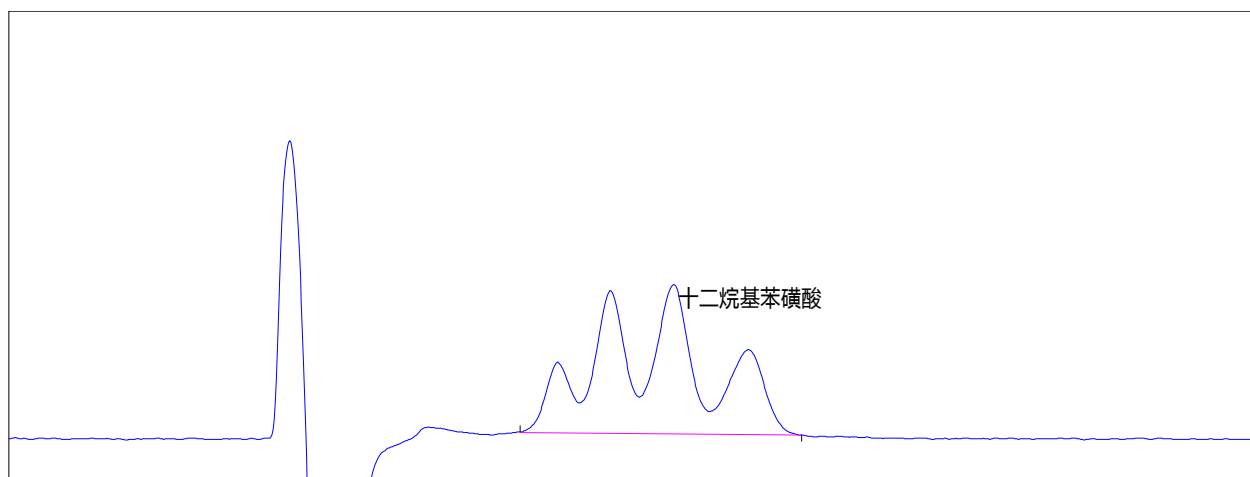


图 A.5 50%（体积分数）乙醇食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图

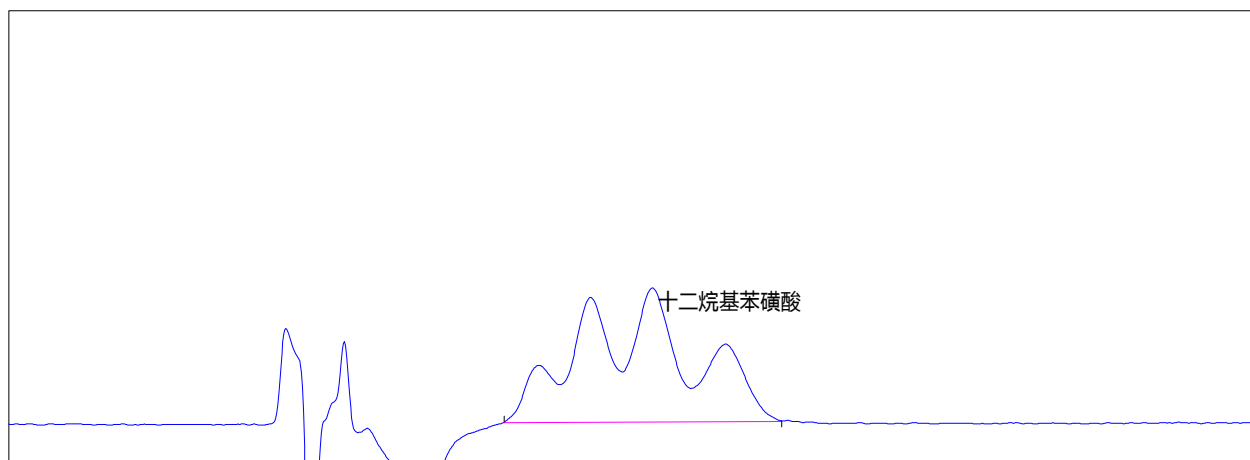


图 A.6 95%（体积分数）乙醇食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图

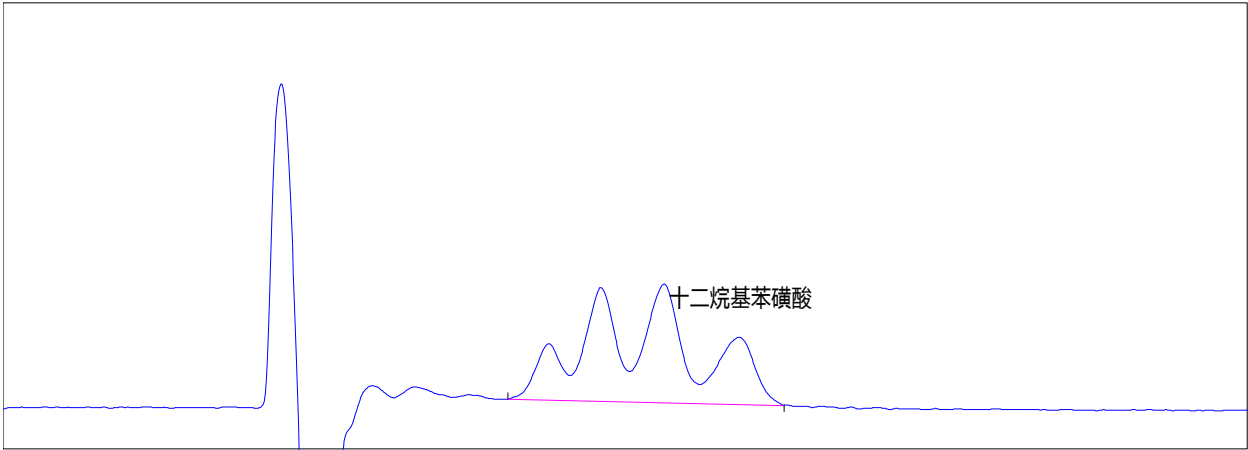


图 A.7 橄榄油食品模拟物中十二烷基苯磺酸标准溶液（30.0 mg/L）液相色谱图