SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2281—2009

食品接触材料　高分子材料 食品模拟物中丙烯酰胺的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polymer materials—Determination of acrylamide in food simulants—HPLC method

2009-02-20 发布　　2009-09-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局　发布

前　言

本标准的附录A和附录B均为资料性附录。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准由中华人民共和国山东出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国安徽出入境检验检疫局和中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：黄红花、车礼东、庞士平、王凤美、商贵芹。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

食品接触材料　高分子材料
食品模拟物中丙烯酰胺的测定
高效液相色谱法

1　范围

本标准规定了食品模拟物中丙烯酰胺的测定方法。

本标准适用于食品模拟物水、3%乙酸溶液、10%乙醇溶液、橄榄油中丙烯酰胺的测定。

此方法也适用于其他脂肪模拟液。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

SN/T 2280　食品接触材料　塑料中受限物质向食品及食品模拟物特定迁移试验方法和含量测定以及食品模拟物暴露条件选择的指南

3　方法提要

水性食品模拟浸泡液直接用配有二极管阵列检测器的高效液相色谱仪器测定；橄榄油模拟浸泡液经萃取后用配有二极管阵列检测器的高效液相色谱仪器测定。

4　试剂和材料

除有特殊说明以外，所用试剂均为分析纯，所有实验用试剂需进行空白试验，确保不含有待测物和干扰物，水为超纯水(18.2 MΩ)。

4.1　甲醇：高效液相色谱纯。

4.2　冰乙酸。

4.3　乙酸水溶液(3%)：称取 15.0 g 冰乙酸(4.2)，用水稀释并转移至 500 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

4.4　无水乙醇。

4.5　乙醇水溶液(10%)：量取 75 mL 无水乙醇(4.4)于 500 mL 容量瓶中，用水定容至刻度。

4.6　橄榄油。

4.7　丙烯酰胺标准物质($CH_2CHCONH_2$，相对分子质量为 71.08)：纯度大于等于 99%。

4.8　丙烯酰胺标准储备液(500 mg/L)：准确称取 0.05 g 丙烯酰胺(4.7)(精确至 0.1 mg)于 100 mL 容量瓶中，用甲醇(4.1)溶解并稀释定容至刻度，充分混合。计算丙烯酰胺溶液的精确浓度，单位为 mg/L。

4.9　丙烯酰胺标准稀释储备液(50 mg/L)：移取 2.5 mL 丙烯酰胺标准储备液(4.8)于 25 mL 容量瓶中，用甲醇(4.1)稀释并定容至刻度，此溶液中丙烯酰胺的浓度为 50 mg/L。

4.10　中间标准液：移取 0 mL、0.1 mL、0.5 mL、2.0 mL、4.0 mL 和 8.0 mL 的 50 mg/L 的丙烯酰胺标准稀释储备液(4.9)至 10 mL 容量瓶中，用甲醇(4.1)稀释并定容至刻度并充分混合，这些丙烯酰胺溶液所对应的浓度分别为 0 mg/L、0.5 mg/L、2.5 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 和 40.0 mg/L。

4.11　水性模拟液的标准系列配制：分别移取 1 mL 的(4.10)0 mg/L、0.500 mg/L、2.50 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 和 40.0mg/L 的中间标准液于 10 mL 容量瓶中，分别用不含待测物的水、3%乙

酸水溶液、10%的乙醇水溶液定容至刻度，充分混合，以上溶液对应的浓度分别为 0 mg/L、0.050 mg/L、0.25 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L 和 4.0 mg/L。计算丙烯酰胺的浓度，单位为毫克每升(mg/L)。

4.12 橄榄油模拟液的标准系列配制：分别称取六份 50 g±0.5 g 不含待测物的橄榄油模拟液于 6 个 120 mL 的玻璃瓶中，分别移取 1 mL 的 0 mg/L、0.500 mg/L、2.50 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 和 40.0 mg/L(4.10)的中间标准液于上述玻璃瓶中，混合均匀。分别量取 25 mL±0.5 mL 的水加入上述溶液中，摇匀，翻转玻璃瓶使溶液充分混合，用注射器吸取 4 mL 下层水溶液，用 0.22 μm 滤膜过滤，上述溶液的浓度分别为 0 mg/kg、0.01 mg/kg、0.05 mg/kg、0.2 mg/kg、0.4 mg/kg 和 0.8 mg/kg。计算上述溶液中丙烯酰胺的精确浓度，以毫克每千克(mg/kg)来计算。

5 试样的制备与保存

5.1 迁移试验

样品迁移试验模拟浸泡液依据 SN/T 2280 规定制备。

5.2 试样的保存

模拟食品浸泡液在 4 ℃条件下避光、密闭保存。

5.3 测试样品的制备

5.3.1 水性食品浸泡液

水性食品浸泡液通过 0.22 μm 滤膜过滤，待液相色谱分析。

5.3.2 橄榄油模拟浸泡液

称取 50 g±0.5 g 橄榄油浸泡液于 120 mL 的玻璃瓶中，移取 1.0 mL 的 0 μg/mL 的中间标准液(4.10)于上述玻璃瓶中，混合均匀，分别量取 25 mL±0.5 mL 的水加入上述溶液中，摇匀，翻转玻璃瓶进行充分提取，静置分层，用注射器吸取 4 mL 下层水溶液，用 0.22 μm 滤膜过滤，待液相色谱分析。

5.4 空白样品的制备

将未进行迁移试验的食品模拟物按 5.3.1 和 5.3.2 步骤进行。

6 测定步骤

6.1 液相色谱条件

a) 色谱柱：C_{18}，5 μm，150 mm×4.6 mm(内径)或相当者；

b) 柱温：30 ℃；

c) 检测波长：197 nm；

d) 流动相：甲醇∶水(5∶95，体积比)；

e) 流速：0.6 mL/min；

f) 进样量：20 μL。

6.2 液相色谱测定

根据样液中被测丙烯酰胺的含量情况，选定峰高相近的标准工作溶液和样品进行等体积进样。标准工作溶液和样液中丙烯酰胺的响应值均应在仪器的检测线性范围内。添加浓度为 4.0 mg/kg 的丙烯酰胺标准溶液色谱图参见附录 A。

6.3 标准曲线的绘制

将配置的标准溶液(4.11 和 4.12)按液相色谱条件(6.1)进行测定。以溶液浓度(mg/L)为横坐标，色谱峰的峰面积为纵坐标绘制标准曲线，并得出回归方程。

注：浓度单位的表述可通过计算将 mg/L 转换为 mg/kg。

6.4 平行试验

按照 SN/T 2280 要求进行。

6.5 空白试验

将未进行迁移试验的食品模拟物按上述步骤进行，空白试验中不得出现干扰峰。

7 结果计算

7.1 测试样中丙烯酰胺含量的计算

根据校正曲线上得到的样液中的含量进行换算，必要时按 SN/T 2280 中规定的进行换算。

7.2 与食品接触的高分子材料中丙烯酰胺的迁移量的计算

样品中丙烯酰胺的迁移量的计算按照 SN/T 2280 规定进行。

8 回收率、测定低限和精密度

8.1 回收率

食品模拟物中丙烯酰胺的添加回收率的实验数据(在不同添加浓度范围内)参见附录 B。

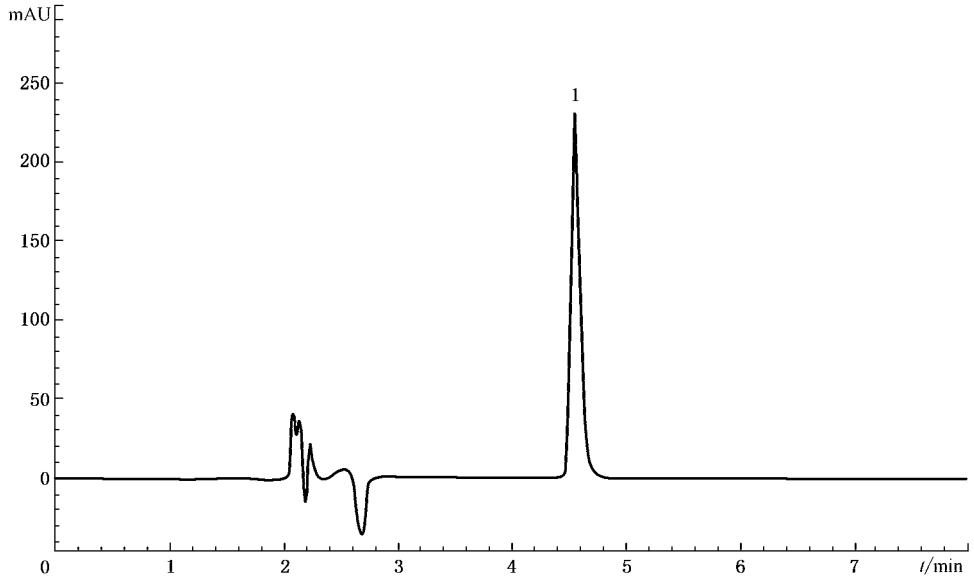
8.2 方法测定低限

本方法食品模拟物水、3%乙酸溶液、10%乙醇溶液中丙烯酰胺的测定低限为：0.05 mg/L (S/N≥10)，橄榄油中丙烯酰胺的测定低限为 0.05 mg/kg。

8.3 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%。

附　录　A
（资料性附录）
丙烯酰胺标准物质液相色谱图



1——丙烯酰胺标准物质。

图 A.1　浓度为 4.0 mg/kg 丙烯酰胺标准物质液相色谱图

附 录 B
（资料性附录）
食品模拟物中丙烯酰胺的添加回收率的实验数据

表 B.1 食品模拟物中丙烯酰胺的添加回收率

食品模拟物名称	丙烯酰胺添加浓度/(mg/kg)	回收率范围/%
水	0.10	96.5～103.5
	0.50	97.8～102.0
	1.00	99.9～102.0
	2.00	94.9～101.2
3%乙酸	0.10	94.5～113.4
	0.50	98.3～101.4
	1.00	94.6～103.5
	2.00	97.3～105.6
10%乙醇	0.10	90.2～107.5
	0.50	98.1～101.3
	1.00	96.5～104.5
	2.00	96.3～105.0
橄榄油	0.10	93.5～103.3
	0.50	98.5～102.5
	1.00	92.0～103.2
	2.00	97.8～101.6

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
食品接触材料 高分子材料
食品模拟物中丙烯酰胺的测定
高效液相色谱法
SN/T 2281—2009
*
中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字
2009年5月第一版 2009年5月第一次印刷
印数 1—2 000
*
书号:155066·2-19665 定价 16.00 元

