SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2282—2009

食品接触材料　高分子材料 食品模拟物中双酚A的测定 高效液相色谱法

Food contact materials—Polyer materials—Determination of 2,2-bis (4-hydroxyphenyl) propane (Bisphenol A) 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

本标准附录A、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。

本标准起草单位：中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：孙忠松、王境堂、李杰、王建华、王俊、蔡发。

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
食品模拟物中双酚 A 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双酚 A 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、橄榄油中双酚 A 的测定。

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　方法原理

水性食品模拟浸泡液过滤膜后，进液相色谱仪测定；橄榄油模拟浸泡液用甲醇-水溶液萃取，萃取液经过滤，用液相色谱仪测定。

4　试剂和材料

除另有规定外，所用试剂均为分析纯，水为去离子水。

4.1　甲醇。

4.2　无水乙醇。

4.3　冰乙酸。

4.4　甲醇-水溶液(1＋1)：量取 200 mL 甲醇(4.1)于 1 000 mL 烧杯中，加入 200 mL 水，混匀。

4.5　精炼橄榄油。

4.6　双酚 A 标准物质(Bisphenol A，CAS 号：105-60-2)：纯度≥99％。

4.7　双酚 A 标准储备溶液：准确称取 50.0 mg 双酚 A 标准物质(4.6)于 100 mL 容量瓶中，加入少量甲醇(4.1)溶解后，用甲醇定容至刻度。

4.8　水性模拟液介质：吸取适量双酚 A 标准储备溶液(4.7)，用不含待测物的水、3％乙酸溶液、10％乙醇水溶液配制成不同浓度的标准工作液。

4.9　橄榄油提取液介质：按 7.1.2 处理不含待测物的橄榄油，用得到的提取液稀释适量的双酚 A 标准储备溶液(4.7)配制成不同浓度的标准工作液。

5　仪器与设备

5.1　液相色谱仪：配有紫外检测器。

5.2　离心机：5 000 r/min。

6 试样制备与保存

6.1 试样的制备

迁移试验浸泡液的类别、选用和迁移条件依据 SN/T 2280 执行。

6.2 试样的保存

模拟食品浸泡液在 4 ℃下避光、密闭保存。

7 测定步骤

7.1 试样的处理

7.1.1 水性模拟浸泡液

迁移试验得到的水、3%乙酸溶液、10%乙醇浸泡液通过 0.45 μm 滤膜过滤，待液相色谱分析。

7.1.2 橄榄油模拟浸泡液

准确称取 1.00 g 橄榄油浸泡液，加入 3.0 mL 正己烷，混匀后，再加入 2.0 mL 甲醇-水溶液(4.4)，振摇 10 min 然后 3 000 r/min 离心 10 min，取甲醇-水溶液层过 0.45 μm 滤膜过滤，待液相色谱分析。

7.2 测定

7.2.1 液相色谱条件

a) 色谱柱：ODS C_{18}(5 μm)250 mm×4.5 mm，或相当者；

b) 检测波长：280 nm；

c) 流动相：甲醇＋水(3＋1)；

d) 流速：0.8 mL/min；

e) 进样量：10 μL。

7.2.2 色谱测定

标准工作溶液和待测样液中双酚 A 的响应值均应在仪器检测的线性范围内，若待测液含量超出线性范围，应适当稀释后再测定。对标准工作溶液和样液等体积进样测定。双酚 A 标准溶液色谱图参见附录 A。回收率数据参见附录 B。

7.2.3 空白试验

将未进行迁移试验的食品模拟液按上述步骤进行。

7.3 结果计算

试样中双酚 A 含量按式(1)计算：

$$X = \frac{c \times A \times V}{A_s \times m} \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

X——试样中双酚 A 含量，单位为毫克每升(mg/L)；

c——双酚 A 标准工作溶液的浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

A——双酚 A 样液的峰面积；

A_s——双酚 A 标准工作溶液的峰面积；

V——样液的最终定容体积，单位为毫升(mL)；

m——试样的体积，单位为克(g)。

注：当模拟物为橄榄油时双酚 A 含量单位为毫克每千克(mg/kg)。

8 确证

当上述结果超过特定迁移限量值 SML 时，可采用 HPLC-DAD 进行确证。

9 测定低限和精密度

9.1 精密度

在重复性条件下,获得两次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

9.2 测定低限

本方法对水性食品模拟浸泡液测定低限为0.1 mg/L,橄榄油模拟浸泡液测定低限为0.5 mg/kg。

附　录　A
（资料性附录）
双酚 A 标准溶液的液相色谱图及紫外吸收光谱图

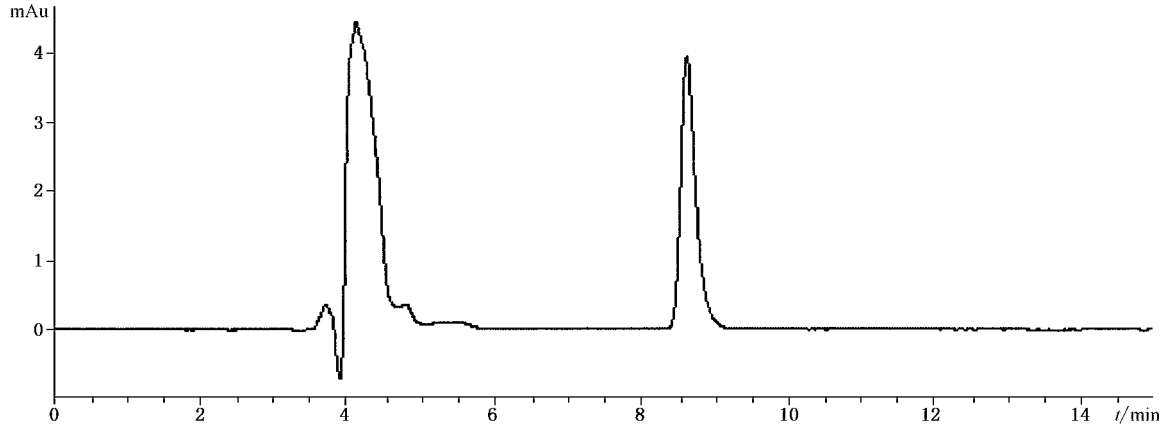


图 A.1　双酚 A 标准溶液的液相色谱图

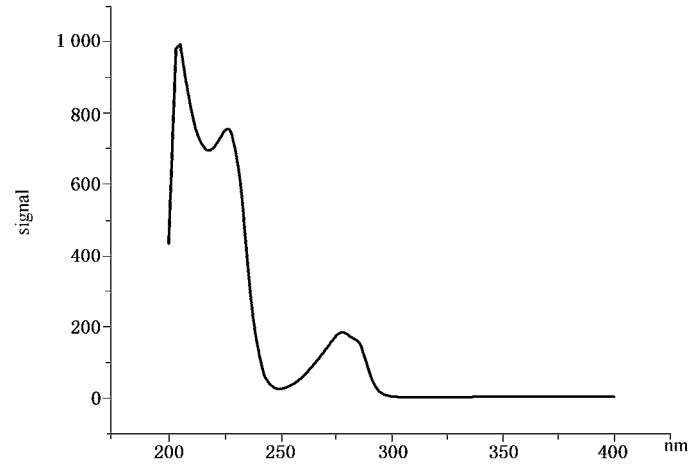


图 A.2　双酚 A 紫外吸收光谱谱图

附 录 B
（资料性附录）
添加浓度及回收率的实验数据

表 B.1 双酚 A 的添加浓度及回收率的实验数据

食品模拟物名称	双酚 A 添加浓度/(mg/kg)	回收率范围/%
水	0.1	84.8～95.5
	0.5	91.6～99.0
	5.0	98.4～102.7
3%乙酸	0.1	79.3～92.5
	0.5	89.4～98.4
	5.0	98.4～101.8
10%乙醇	0.1	81.8～92.7
	0.5	92.8～99.6
	5.0	97.8～99.9
橄榄油	0.5	81.2～91.6
	5.0	92.8～99.5
	15.0	98.3～102.3

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
食品模拟物中双酚 A 的测定
高效液相色谱法
SN/T 2282—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 11 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:155066·2-19666 定价 16.00 元

SN/T 2282-2009