



中华人民共和国国家标准

GB 31604.18—2016

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 丙烯酰胺迁移量的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 23296.9—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》。

本标准与 GB/T 23296.9—2009 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 丙烯酰胺迁移量的测定”;
- 增加了适用范围;
- 修改了食品模拟物制备;
- 修改了油基食品模拟物试液的处理过程。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

丙烯酰胺迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中丙烯酰胺迁移量的测定。
本标准适用于食品接触材料及制品中丙烯酰胺迁移量的液相色谱法检测。

2 原理

对于食品接触材料及其制品的食品模拟物采用液相色谱进行检测,其中水基、酸性、酒精类食品模拟物直接进样,油基食品模拟物通过水萃取后进样,通过高效液相色谱(色谱柱为离子排斥柱)进行分离,采用紫外检测器进行检测,方法采用外标峰面积法定量。

3 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。试验中容器及转移器具应避免使用塑料材质。

3.1 试剂

- 3.1.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。
- 3.1.2 乙腈(C_2H_3N):色谱纯。
- 3.1.3 甲醇(CH_3OH):色谱纯。
- 3.1.4 硫酸(H_2SO_4):优级纯。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:根据待测样品的预期用途和使用条件,按 GB 5009.156 操作。
- 3.2.2 硫酸溶液(0.0036 mol/L):量取 0.1 mL 硫酸,用水定容至 500 mL ,混匀。

3.3 标准品

丙烯酰胺(C_3H_5NO):纯度 $\geq 99\%$ 。

3.4 标准溶液配制

- 3.4.1 丙烯酰胺标准储备溶液(1000 mg/L):准确称取丙烯酰胺标准品 10 mg (精确至 0.1 mg),用甲醇定容至 10 mL ,该储备液储存于 $0\text{ }^\circ\text{C}\sim 4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中。
- 3.4.2 丙烯酰胺标准中间溶液(10 mg/L):吸取 1.0 mL 丙烯酰胺储备液用甲醇定容至 100 mL 。

4 仪器和设备

- 4.1 高效液相色谱仪:配有紫外检测器。
- 4.2 分析天平:感量 0.1 mg 和 0.01 g。
- 4.3 微孔滤膜:0.2 μm 。
- 4.4 具塞比色管:25 mL。

5 分析步骤

5.1 试液制备

5.1.1 食品模拟物试液的制备

根据待测样品的预期用途和使用条件,按照 GB 5009.156 和 GB 31604.1 规定的迁移试验方法及试验条件进行迁移试验。迁移试验结束后,将迁移试验所得模拟物充分混匀后,用于以下分析。

5.1.2 水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

将食品模拟物试液通过 0.2 μm 微孔滤膜过滤后供测定用。

5.1.3 油基食品模拟物试液的制备

称取 10 g(精确至 0.01 g)油基食品模拟物试液至比色管中,加入 10.0 mL 水,剧烈振荡 1 min,静置分层。取下层水溶液,通过 0.2 μm 滤膜过滤后供测定用。

5.1.4 空白溶液的制备

5.1.4.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物空白溶液

移取未与样品接触过的食品模拟物,通过 0.2 μm 微孔滤膜过滤后供测定用。

5.1.4.2 油基食品模拟物空白溶液

移取 10 g(精确至 0.01 g)未与样品接触过的食品模拟物,按照 5.1.3 操作。

5.1.5 水基、酸性、酒精类食品模拟物标准工作溶液

准确吸取丙烯酰胺标准中间溶液 0.00 mL、0.03 mL、0.05 mL、0.08 mL、0.1 mL、0.5 mL 于 10 mL 容量瓶中,用未与样品接触过的食品模拟物定容,得到丙烯酰胺浓度分别为 0.00 mg/L、0.03 mg/L、0.05 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L、0.50 mg/L 的标准工作液。采用同样方式,分别用对应水基、酸性、酒精类食品模拟物配制同样浓度系列的丙烯酰胺标准工作溶液。

5.1.6 油基食品模拟物标准工作溶液

分别称取 10 g(精确至 0.01 g)油基食品模拟物至 5 个比色管中,分别吸取丙烯酰胺标准中间溶液 (10 mg/L)0.00 mL、0.03 mL、0.05 mL、0.08 mL、0.1 mL、0.5 mL 于比色管中,混匀,加入 10.0 mL 水,剧烈振荡 1 min,静置分层。得到丙烯酰胺浓度分别为 0.00 mg/kg、0.03 mg/kg、0.05 mg/kg、0.08 mg/kg、0.10 mg/kg、0.50 mg/kg 的标准工作液。取下层水溶液,通过 0.2 μm 滤膜过滤后供测定用。

5.2 测定

5.2.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱: Venusil CIS, 离子排斥色谱柱, 柱长 250 mm, 内径 4.6 mm, 粒径 5 μm , 或相当者;
- b) 流动相: 硫酸溶液: 乙腈(91+9);
- c) 流速: 0.5 mL/min;
- d) 柱温: 50 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 紫外检测器: 波长 198 nm;
- f) 进样量: 20 μL 。

5.2.2 色谱测定

对标准溶液及样液依次进样测定, 以标准工作溶液中丙烯酰胺浓度为横坐标, 单位以“mg/L 或 mg/kg”表示; 以对应的峰面积为纵坐标, 绘制标准曲线。用保留时间定性, 外标法定量。在上述色谱条件下丙烯酰胺保留时间为 11.6 min, 色谱图见附录 A。

回归参数按式(1)计算:

$$y = a \times x + b \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- y ——食品模拟物标准工作溶液中丙烯酰胺的峰面积;
- a ——回归曲线的斜率;
- x ——食品模拟物标准工作溶液中丙烯酰胺的浓度, 单位为毫克每升或毫克每千克(mg/L 或 mg/kg);
- b ——回归曲线的截距。

6 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中丙烯酰胺的浓度, 按 GB 5009.156 进行迁移量计算, 得到食品接触材料及制品中丙烯酰胺的迁移量。计算结果保留至小数点后两位。

7 精密度

在重复的条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过 10%。

8 其他

本方法对水基、酸性、酒精类食品模拟物中丙烯酰胺的检出限为 0.01 mg/L, 油基食品模拟物中丙烯酰胺的检出限为 0.01 mg/kg。

本方法对水基、酸性、酒精类食品模拟物中丙烯酰胺的定量限为 0.03 mg/L, 油基食品模拟物中丙烯酰胺的定量限为 0.03 mg/kg。

附录 A 标准溶液色谱图

A.1 正己烷模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图

正己烷模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图见图 A.1。

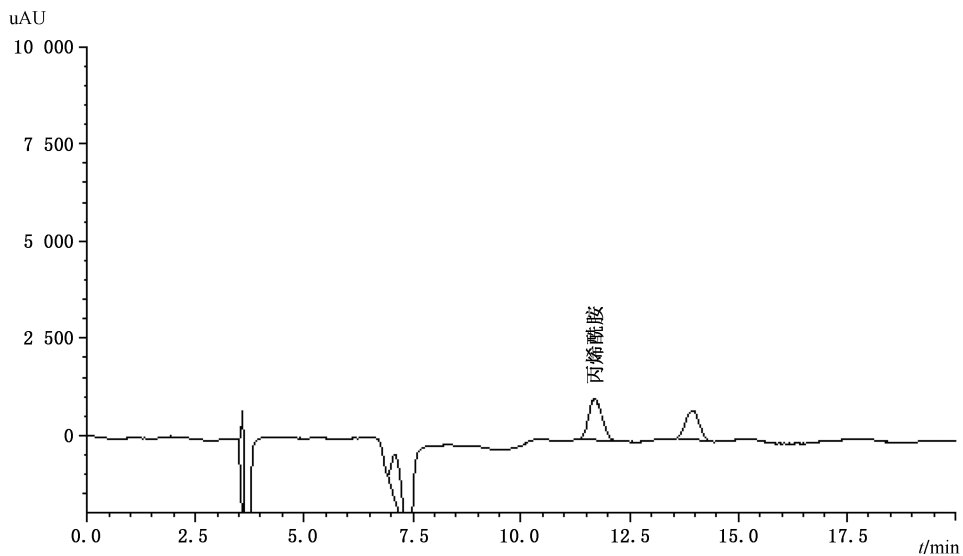


图 A.1 正己烷模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图(0.05 mg/L)

A.2 10%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图

10%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图见图 A.2。

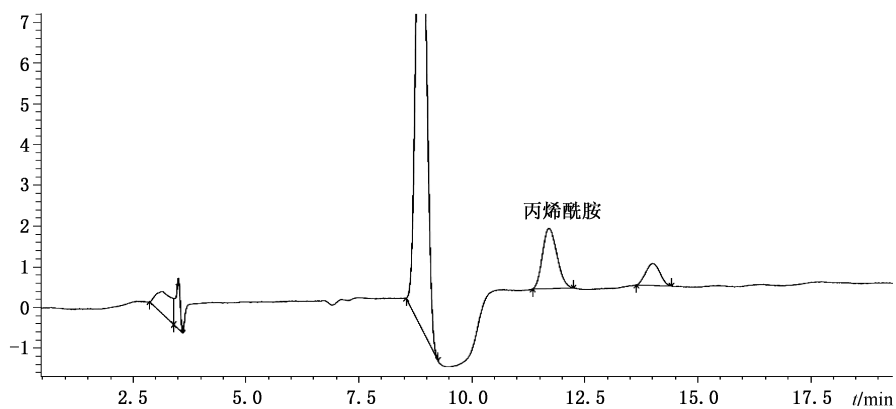


图 A.2 10%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图(0.05 mg/L)

A.3 20%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图

20%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图见图 A.3。

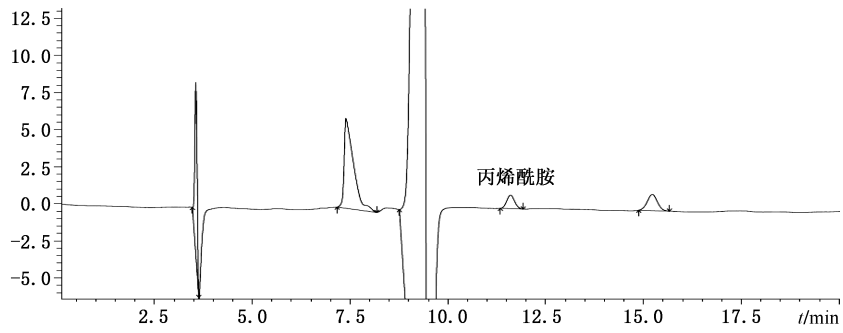


图 A.3 20%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图(0.05 mg/L)

A.4 50%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图

50%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图见图 A.4。

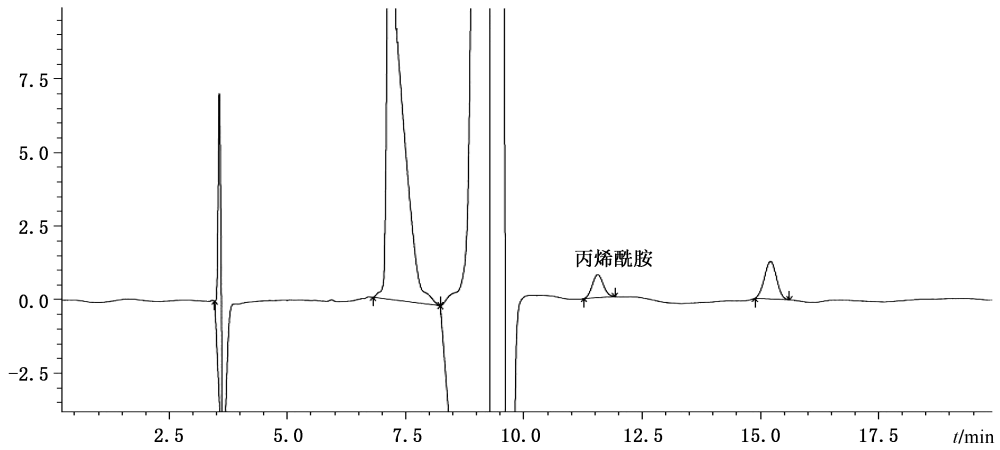


图 A.4 50%乙醇模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图(0.05 mg/L)

A.5 4%乙酸模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图

4%乙酸模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图见图 A.5。

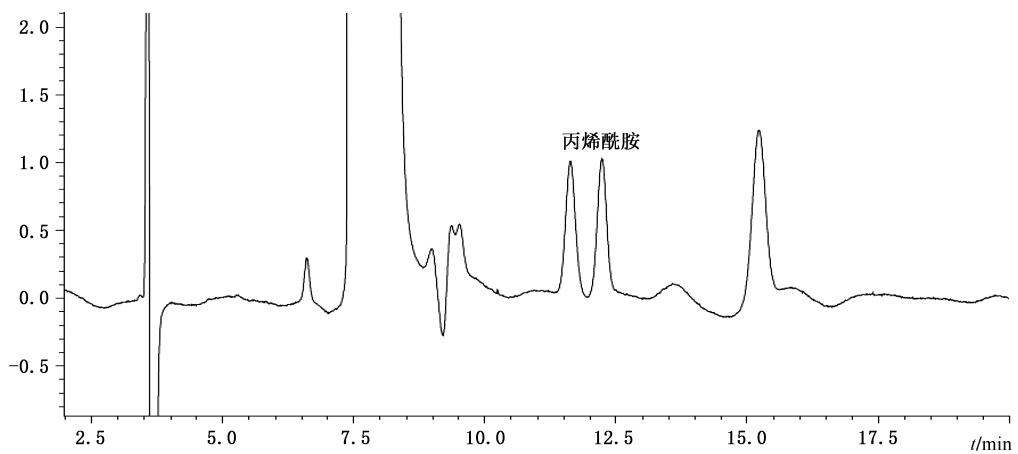


图 A.5 4%乙酸模拟物中丙烯酰胺标准液相色谱图(0.05 mg/L)

