



中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2202—2008

食品接触材料 蜡 食品模拟物中多环芳烃的测定

Food contact materials—Wax—
Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in food simulants

2008-11-18 发布

2009-06-01 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、附录 B、附录 C、附录 D、附录 E 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福建出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局负责起草。

本标准主要起草人：曹国庆、姜晓黎、翁若荣、唐熙、游俊、黄艳辉、黄海龙、汤礼军、商贵芹、王丹红。

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 蜡

食品模拟物中多环芳烃的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料蜡的食品模拟物中萘等 16 种多环芳烃的检测方法。

本标准适用于食品接触材料蜡的食品模拟物中水、3%乙酸溶液、10%乙醇溶液、橄榄油替代物异辛烷中的萘等 16 种多环芳烃的测定。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

SN/T 2280—2009 食品接触材料 塑料中受限物质 塑料中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 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

多环芳烃 polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs

含有两个或两个以上苯环的芳香烃。环上也可有短的烷基或环烷基取代基。本标准中的多环芳烃特指美国 EPA 方法指定的优先监测的 16 种多环芳烃，具体参见附录 A 表 A.1。

4 原理

对试样进行食品模拟溶液浸泡，并对食品模拟浸泡溶液进行提取富集后上机分析。

5 试剂和材料

除另有说明外，在分析中使用的水为符合 GB/T 6682 规定的二级水。

5.1 甲醇：色谱纯。

5.2 二氯甲烷：色谱纯。

5.3 乙腈：色谱纯。

5.4 异辛烷：色谱纯。

5.5 10%乙醇水溶液(1+9)。

5.6 3%乙酸水溶液(3+97)。

5.7 5%甲醇水溶液(5+95)。

5.8 多环芳烃标准物质：

——萘(naphthalene)纯度 $\geq 99.4\%$ ；

——菲(phenanthrene)纯度 $\geq 99\%$ ；

——芘(acenphthylene)纯度 $\geq 99.9\%$ ；

- 芴(fluorene)纯度 $\geq 99.6\%$;
- 苈(aceaphthene)纯度 $\geq 99.9\%$;
- 蒽(anthracene)纯度 $\geq 99.9\%$;
- 荧蒽(fluoranthene)纯度 $\geq 98.2\%$;
- 芘(pyrene)纯度 $\geq 96.6\%$;
- 苯并[a]蒽(benzo [a] anthracene)纯度 $\geq 98.3\%$;
- 蒎(chrysene)纯度 $\geq 98.2\%$;
- 苯并[b]荧蒽(benzo [b] fluoranthene)纯度 $\geq 99.9\%$;
- 苯并[k]荧蒽(benzo [k] fluoranthene)纯度 $\geq 99.5\%$;
- 苯并[a]芘(benzo [a] pyrene)纯度 $\geq 99.1\%$;
- 二苯并[a,h]蒽(dibenzo[a,h] anthracene)纯度 $\geq 99.5\%$;
- 苯并[g,h,i]芘(benzo[g,h,i] perylene)纯度 $\geq 99.6\%$;
- 茚并[1,2,3-cd]芘(indeno[1,2,3-cd] pyrene)纯度 $\geq 98.7\%$ 。

PAHs 标准物质混合标准溶液的配制:准确称取适量 PAHs 标准品,用乙腈(5.3)溶解稀释,配制成所需浓度的标准溶液。

5.9 内标物二萘嵌苯-d₁₂ (perylene-d₁₂)纯度 $\geq 99.5\%$

内标物的配制:准确称取适量内标物,用乙腈(5.3)溶解稀释,配制成所需浓度的内标溶液。

5.10 C₁₈固相萃取柱(500 mg 或 1 g,6 mL):依次用 2 mL 二氯甲烷(5.2),5 mL 甲醇通过 C₁₈柱并抽空,最后通过 5 mL 纯水并保持润湿。

5.11 模拟物种类

- 模拟物 A:蒸馏水或同质水;
- 模拟物 B:3%乙酸水溶液;
- 模拟物 C:10%乙醇水溶液;
- 模拟物 D:异辛烷。

6 仪器及设备

- 6.1 气相色谱-质谱联用仪:配有质量选择检测器(MSD)。
- 6.2 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测器(DAD)。
- 6.3 250 mL 碘量瓶。
- 6.4 分析天平:感量为 0.1 mg。
- 6.5 旋转蒸发仪。
- 6.6 固相萃取装置。

7 分析步骤

7.1 迁移试验

根据待测样品的预期用途和使用条件,按 SN/T 2280—2009 用适当的模拟物(5.11)进行多环芳烃的迁移试验。

7.2 食品模拟浸泡液的处理

7.2.1 水性模拟浸泡液

准确移取 100 mL 经迁移试验(7.1)得到的水性模拟物至碘量瓶中,其中模拟迁移物 A、B(5.11)中按 100:20 的比例分别再加入 20 mL 乙醇,混匀后,三种模拟迁移物 A、B、C 经过预处理的 C₁₈固相萃取柱(5.10),以每 2 s 1 滴的速度进行抽提,待提取液全部抽完后,用 5 mL 5% 甲醇溶液过柱,浸泡 5 min 后,以每 2 s 1 滴的速度流出,然后抽干维持真空 10 min,用 10 mL 二氯甲烷进行淋洗,用具塞定

量试管收集该淋洗液,置于旋转蒸发仪(6.5)恒温 35℃,浓缩至约 2 mL,分两次加入 10 mL 乙腈,置于旋转蒸发仪(6.5),恒温 40℃,浓缩至约 0.5 mL~1 mL,加入 0.1 mL 内标溶液,再用乙腈定容到 2 mL 后,供高效液相色谱仪,气相色谱-质谱联用仪测定。

7.2.2 异辛烷模拟浸泡液

准确移取 100 mL 异辛烷模拟浸泡液,置于旋转蒸发仪(6.5)恒温 40℃,浓缩至约 2 mL,分两次加入 10 mL 乙腈,置于旋转蒸发仪(6.5)恒温 40℃,最后浓缩至约 0.5 mL~1 mL,加入 0.1 mL 内标溶液,再用乙腈定容到 2 mL 后,供高效液相色谱仪,气相色谱-质谱联用仪测定。

7.3 气相色谱/质谱定性分析

7.3.1 气相色谱/质谱分析条件

- 色谱柱:30 m×0.25 mm(内径)×0.10 μm(膜厚),HP-5 MS 石英毛细管柱或相当者;
- 色谱柱温度: $\xrightarrow[1\text{ min}]{50\text{ }^{\circ}\text{C}}\xrightarrow[25\text{ }^{\circ}\text{C/min}]{200\text{ }^{\circ}\text{C}}\xrightarrow[5\text{ min}]{8\text{ }^{\circ}\text{C/min}}315\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 进样口温度:280℃;
- 色谱-质谱接口温度:280℃;
- 离子源温度:150℃;
- 载气:氦气,纯度≥99.999%,1.0 mL/min;
- 电离方式:EI;
- 电离能量:70 eV;
- 质量扫描范围:50 amu~450 amu;
- 测定方式:选择离子监测方式;
- 进样方式:不分流进样,开阀时间:0.75 min;
- 进样量:1 μL;
- 溶剂延迟:3 min。

7.3.2 气相色谱-质谱定性分析

按上述分析条件(7.3.1)对混合标准溶液(5.8)及待测液进行分析,根据色谱峰的保留时间和附录 B 中表 B.1 的多环芳烃的定性离子进行定性分析。气相色谱-质谱总离子流色谱图参见附录 C 中的图 C.1。

7.4 液相色谱定量分析

7.4.1 HPLC/DAD 分析条件

- 色谱柱:LC-PAH(5 μm),250 mm×4.6 mm 或相当者;
- 柱温:35℃;
- 流动相及流速见表 1;

表 1 流动相和流速

| 时间/min | 流速/(mL/min) | 乙腈/% | 水/% |
|--------|-------------|------|-----|
| 0 | 1.5 | 40 | 60 |
| 28 | 1.5 | 82 | 18 |
| 48 | 1.5 | 100 | 0 |
| 50 | 1.5 | 100 | 0 |
| 53 | 1.5 | 40 | 60 |

- 检测器:二极管阵列检测器(DAD);
- 检测波长:多波长同时进行,A:220 nm,B:230 nm,C:255 nm,D:290 nm。最佳计算波长选择参见附录 D;

f) 进样量:20 μL 。

7.4.2 液相色谱测定

根据样液中被测物含量情况,加入浓度相近的内标溶液,用内标法定量。采用色谱峰的保留时间及光谱图进行定性,用选择的最佳波长进行计算,用内标法定量,必要时用 GC/MS 确证。所得多环芳烃的保留时间和最佳计算波长参见附录 D 中的表 D.1,典型液相色谱图参见附录 E 中的图 E.1。

7.4.3 空白试验

随同试样进行空白试验。

7.5 结果计算

按式(1)计算校正因子:

$$f_i = \frac{A_i \times m_s}{A_s \times m_i} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

f_i ——多环芳烃各自对内标物的校正因子;

A_i ——标准溶液中内标峰面积;

m_i ——标准溶液中内标质量,单位为微克(μg);

A_s ——标准溶液中标准物质的峰面积;

m_s ——标准溶液中标准物质质量,单位为微克(μg)。

按式(2)计算试样中多环芳烃的含量:

$$X_i = \frac{f_i \times (A_{\text{样}} - A_0) \times m_i}{A_i \times V_{\text{样}}} \times 1\,000 \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X_i ——试样中每种多环芳烃的含量,单位为微克每升($\mu\text{g/L}$);

f_i ——校正因子;

A_i ——样液中内标峰面积;

A_0 ——空白样中同一保留时间处峰面积;

$A_{\text{样}}$ ——样液中每种多环芳烃峰面积;

m_i ——样液中内标质量,单位为微克(μg);

$V_{\text{样}}$ ——样品体积,单位为毫升(mL)。

7.6 结果表示

试验结果以各种多环芳烃的检测结果分别表示,计算结果表示到小数点后一位。

7.7 测定低限和精密度

16 种多环芳烃的测定低限除了苯并[k]荧蒽和苯并[a]芘为 2 $\mu\text{g/L}$ 外,其他均为 1.5 $\mu\text{g/L}$ 。精密度的在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不超过算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
16 种多环芳烃

表 A.1 16 种多环芳烃

| 序 号 | 中文名称 | 英文名称 | CAS 编号 |
|-----|---|----------------------------------|----------|
| 1 | 萘 | naphthalene | 91-20-3 |
| 2 | 萘烯 | acenaphthylene | 208-96-8 |
| 3 | 萘 | acenaphthene | 83-32-9 |
| 4 | 芴 | fluorene | 86-73-7 |
| 5 | 菲 | phenanthrene | 85-01-8 |
| 6 | 蒽 | anthracene | 120-12-7 |
| 7 | 荧蒽 | fluoranthene | 206-44-0 |
| 8 | 芘 | pyrene | 129-00-0 |
| 9 | 苯并[<i>a</i>]蒽 | benzo [<i>a</i>] anthracene | 56-55-3 |
| 10 | 蒽 | chrysene | 218-01-9 |
| 11 | 苯并[<i>b</i>]荧蒽 | benzo [<i>b</i>] fluoranthene | 205-99-2 |
| 12 | 苯并[<i>k</i>]荧蒽 | benzo [<i>k</i>] fluoranthene | 207-08-9 |
| 13 | 苯并[<i>a</i>]芘 | benzo [<i>a</i>] pyrene | 50-32-8 |
| 14 | 二苯并[<i>a,h</i>]蒽 | dibenzo[<i>a,h</i>] anthracene | 53-70-3 |
| 15 | 苯并[<i>g,h,i</i>]芘(二苯并[<i>a,h</i>]蒽) | benzo[<i>g,h,i</i>] perylene | 191-24-2 |
| 16 | 茚并[1,2,3- <i>cd</i>]芘 | indeno[1,2,3- <i>cd</i>] pyrene | 193-39-5 |

附 录 B
(资料性附录)

多环芳烃的分子量、定性离子和定量选择离子

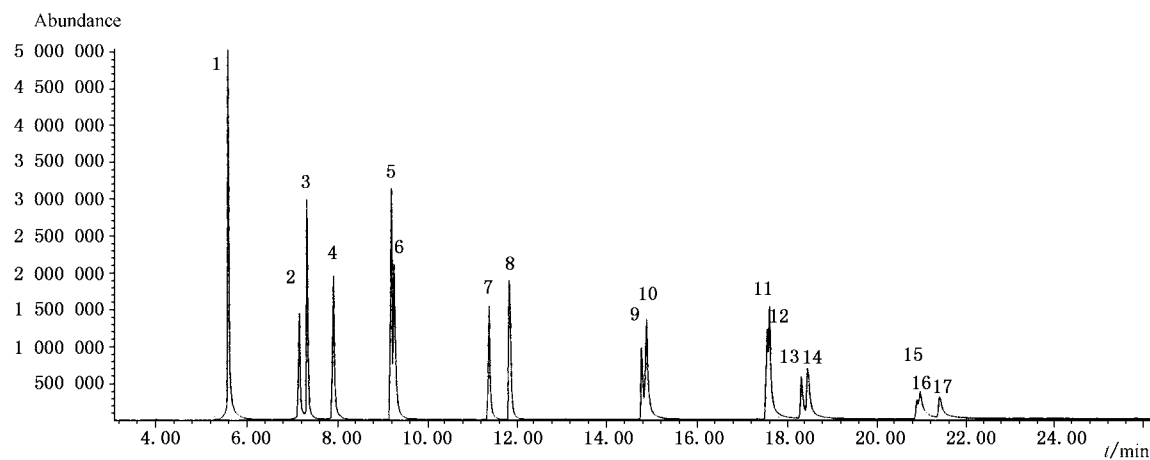
表 B.1 多环芳烃的分子量、定性离子和定量选择离子

| 序 号 | 化合物 | 化学分子式 | 相对分子质量 | 特征离子 | 定量离子 |
|-----|---------------------------------|---------------------------------|--------|-------------|------|
| 1 | naphthalene | C ₁₀ H ₈ | 128 | 129,128,127 | 128 |
| 2 | acenaphthylene | C ₁₂ H ₈ | 152 | 153,152,151 | 152 |
| 3 | acenaphthene | C ₁₂ H ₁₀ | 154 | 154,153,152 | 153 |
| 4 | fluorene | C ₁₃ H ₁₀ | 166 | 167,166,165 | 165 |
| 5 | phenanthrene | C ₁₄ H ₁₀ | 178 | 179,178,176 | 178 |
| 6 | anthracene | C ₁₄ H ₁₀ | 178 | 179,178,176 | 178 |
| 7 | fluoranthene | C ₁₆ H ₁₀ | 202 | 203,202,101 | 202 |
| 8 | pyrene | C ₁₆ H ₁₀ | 202 | 203,202,101 | 202 |
| 9 | benzo[<i>a</i>]anthracene | C ₁₈ H ₁₂ | 228 | 229,228,226 | 228 |
| 10 | chrysene | C ₁₈ H ₁₂ | 228 | 229,228,226 | 228 |
| 11 | benzo[<i>b</i>]fluoranthene | C ₂₀ H ₁₂ | 252 | 253,252,126 | 252 |
| 12 | benzo[<i>k</i>]fluoranthene | C ₂₀ H ₁₂ | 252 | 253,252,126 | 252 |
| 13 | benzo[<i>a</i>]pyrene | C ₂₀ H ₁₂ | 252 | 253,252,126 | 252 |
| 14 | perylene-d ₁₂ | C ₂₀ D ₁₂ | 264 | 265,264,260 | 264 |
| 15 | indeno[1,2,3- <i>cd</i>]pyrene | C ₂₂ H ₁₂ | 276 | 276,227,138 | 276 |
| 16 | dibenzo[<i>a,h</i>]anthracene | C ₂₂ H ₁₄ | 278 | 279,278,139 | 278 |
| 17 | benzo[<i>g,h,i</i>]perylene | C ₂₂ H ₁₂ | 276 | 277,276,138 | 276 |

附录 C

(资料性附录)

多环芳烃典型气相色谱-质谱色谱图



- 1——萘；
- 2——茚烯；
- 3——茚；
- 4——芴；
- 5——菲；
- 6——蒽；
- 7——荧蒽；
- 8——芘；
- 9——苯并[*a*]蒽；
- 10——蒾；
- 11——苯并[*b*]荧蒽；
- 12——苯并[*k*]荧蒽；
- 13——苯并[*a*]芘；
- 14——内标物；
- 15——茚并[1,2,3-*cd*]芘；
- 16——二苯并[*a,h*]蒽；
- 17——苯并[*g,h,i*]芘(二萘嵌苯)。

图 C.1 多环芳烃典型气相色谱-质谱色谱图

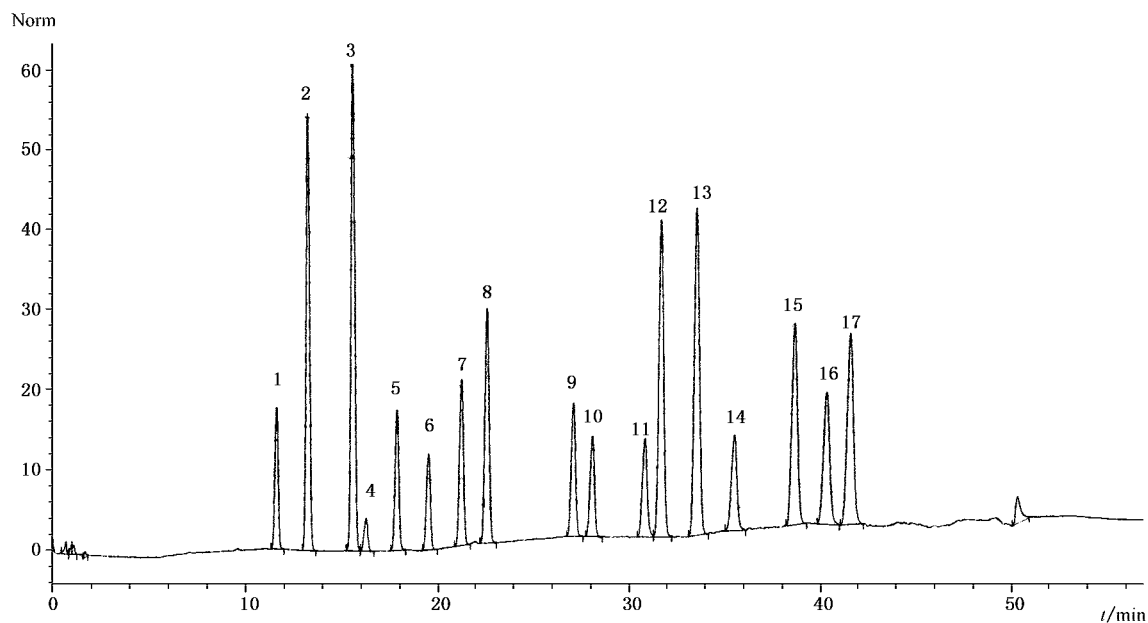
附 录 D
(资料性附录)

多环芳烃高效液相色谱保留时间及计算最佳波长

表 D.1 多环芳烃高效液相色谱保留时间及计算最佳波长

| 色谱峰编号 | 保留时间/min | 多环芳烃名称 | 计算最佳波长 |
|-------|----------|-----------------------|--------|
| 1 | 11.25 | 萘 | 220 |
| 2 | 12.84 | 芴烯 | 230 |
| 3 | 15.14 | 芴 | 230 |
| 4 | 15.77 | 芴 | 255 |
| 5 | 17.36 | 菲 | 255 |
| 6 | 18.98 | 蒽 | 255 |
| 7 | 20.70 | 荧蒽 | 230 |
| 8 | 22.03 | 芘 | 230 |
| 9 | 26.51 | 苯并[a]蒽 | 290 |
| 10 | 27.50 | 蒽 | 255 |
| 11 | 30.22 | 芘 | 255 |
| 12 | 31.08 | 苯并[b]荧蒽 | 255 |
| 13 | 32.91 | 苯并[k]荧蒽 | 290 |
| 14 | 34.83 | 苯并[a]芘 | 290 |
| 15 | 37.92 | 二苯并[a,h]蒽 | 290 |
| 16 | 39.56 | 苯并[g,h,i]芘(二苯并[a,h]芘) | 290 |
| 17 | 40.77 | 茚并[1,2,3-cd]芘 | 255 |

附 录 E
(资料性附录)
多环芳烃典型高效液相色谱图



- 1——萘；
- 2——萘烯；
- 3——萘；
- 4——芴；
- 5——菲；
- 6——蒽；
- 7——荧蒽；
- 8——芘；
- 9——苯并[*a*]蒽；
- 10——蒽；
- 11——内标物；
- 12——苯并[*b*]荧蒽；
- 13——苯并[*k*]荧蒽；
- 14——苯并[*a*]芘；
- 15——二苯并[*a,h*]蒽；
- 16——苯并[*g,h,i*]芘(二萘嵌苯)；
- 17——茚并[1,2,3-*cd*]芘。

图 E. 1 多环芳烃典型高效液相色谱图