

# 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2279—2009

# 食品接触材料 塑料 食品模拟物中多环芳烃的测定 高效液相色谱法

Food contact materials and articles—Determination of PAHs in plastics and plastics items—HPLC method

2009-02-20 发布 2009-09-01 实施

中华人民共和国发布国家质量监督检验检疫总局

# 前 言

- 本标准的附录 A 为规范性附录, 附录 B 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起草。
- 本标准主要起草人:汤志旭、牛增元、庞士平、罗忻、徐琴、王凤美。
- 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 塑料 食品模拟物中多环芳烃的测定 高效液相色谱法

# 1 范围

本标准规定了食品接触材料 塑料 食品模拟物中多环芳烃的高效液相色谱测定方法。 本标准适用于食品接触材料 塑料 食品模拟物中多环芳烃的测定。

# 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 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3. 1

#### 多环芳烃 polycuclic aromatic hydrocarbons

简称 PAHs,是指含有两个或两个以上苯环的芳香烃。环上也可由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,见附录 A。

# 4 原理

对试样进行食品模拟溶液浸泡,水性食品模拟浸泡液过 0.22 μm 滤膜,用配有二极管阵列检测器 (DAD)的高效液相色谱仪器测定;异辛烷浸泡液经旋转蒸发浓缩后,氮气吹干,乙腈定容后,过 0.22 μm 滤膜,使用配有二极管阵列检测器(DAD)的高效液相色谱仪器测定,外标法定量。

# 5 试剂和材料

除有特殊说明以外,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

- 5.1 甲醇:液相色谱纯。
- 5.2 乙腈:液相色谱纯。
- 5.3 无水乙醇:液相色谱纯。
- 5.4 乙酸:液相色谱纯。
- 5.5 异辛烷:液相色谱纯。
- 5.6 模拟物种类:
  - ——模拟物 A:蒸馏水或同质水;
  - ——模拟物 B:乙醇水溶液(10%,体积分数):量取 50 mL 无水乙醇于 500 mL 容量瓶中,用水定容 至刻度;

### SN/T 2279-2009

- ——模拟物 C:乙酸水溶液(3%,体积分数):量取 15 mL 乙酸于 500 mL 容量瓶中,用水定容至 刻度;
- ——模拟物 D:异辛烷。
- 5.7 多环芳烃标准物质:
  - ——萘(naphthalene)纯度≥99.4%菲(phenanthrene)纯度≥99%;
  - ——苊烯(acenphthylene)纯度≥99.9%芴(fliorene)纯度≥99.6%;

  - ——芴(fliorene)纯度≥99.6%;
  - ——菲(phenanthrene)纯度≥99%;

  - —— 芘(pyrene)纯度≥96.6% 苊(aceaphthene)纯度≥99.9%;
  - ——苯并「a¬蔥(benzo「a¬ pyrene)纯度≥98.3%;

  - ——苯并「b¬荧蒽(benzo「b¬ fluoranthene)纯度≥99.9%;
  - ——苯并「k¬荧蒽(benzo「k¬fluoranthene)纯度≥99.5%;
  - ——苯并「a ] 芘 (benzo 「a ] fluoranthene) 纯度≥99.1%;
  - ——二苯并 $\lceil a,h \rceil$  萬(dibenzo  $\lceil a,h \rceil$  anthracene) 纯度≥99.5%;
  - ——苯并[g,h,i]菲(benzo [g,h,i] perylene)纯度≥99.6%;
  - ——茚并[1,2,3-cd]芘(indeno [1,2,3-cd] pyrene)纯度≥98.7%。
- 5.8 多环芳烃标准储备溶液:准确称量多环芳烃 10.0 mg,用乙腈定容于 10 mL 容量瓶中,0  $^{\circ}$   $^{$
- 5.9 水性模拟液:吸取适量多环芳烃标准储备溶液(5.8),用不含待侧物的水、3%乙酸水溶液、10%乙醇水溶液配制成不同浓度的标准工作液,用于绘制标准曲线。
- 5.10 异辛烷模拟液:吸取适量的多环芳烃标准储备溶液(5.8),用不含待测物的异辛烷,配制成不同浓度的标准工作液,用于绘制标准曲线。

#### 6 仪器及设备

- 6.1 高效液相色谱仪:配有二极管阵列检测(DAD)。
- 6.2 旋转蒸发仪。
- 6.3 氮吹仪。
- 6.4 滤膜: PTFE, 0.22 μm。

# 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 规定的迁移试验方法和试验条件,用适当的模拟物(5.6)进行多环芳烃的迁移试验。

- a) 水性模拟浸泡液 迁移试验水、3%乙酸、15%乙醇浸泡液,通过 0.22 μm 滤膜过滤,待液相色谱分析。
- b) 异辛烷模拟浸泡液 准确移取 100 mL 异辛烷,旋转蒸发仪恒温 50 ℃蒸发至近干,氮气吹干,准确加入 1 mL 乙腈

溶解残余物,通过 0.22 µm 过滤,待液相色谱分析。

# 7.2 液相色谱条件

- a) 色谱柱:LC-PAHS,5 μm,150 mm×4.6 mm(内径)或相当者;
- b) 检测波长:226 nm;
- c) 流动相:水-乙腈(30+70,体积比);
- d) 流速:1.0 mL/min;
- e) 进样量:20 μL。

# 7.3 液相色谱测定

根据样液中被测多环芳烃的含量情况,选定峰面积相近的标准工作溶液(4.9)。标准工作溶液和样液中多环芳烃的响应值均应在仪器的检测线性范围内。对标准工作溶液和样液等体积参差进样测定。在上述色谱条件下,多环芳烃的参考保留时间参考附录 B 中的表 B.1。

## 8 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。

### 9 结果计算

结果用色谱数据处理软件或按式(1)计算,计算结果需扣除空白值:

$$X = \frac{A \times c \times V_1}{A_s \times V} \qquad \qquad \cdots$$

式中:

X——试样中多环芳烃的含量,单位为毫克每升(mg/L);

A——样液中多环芳烃的峰面积;

A。——标准工作液中多环芳烃的峰面积;

c——标准工作液中多环芳烃的浓度,单位为纳克每毫升(ng/mL);

 $V_1$ ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

V——试样的体积,单位为毫升(mL)。

### 10 测定低限

本方法的在不同食品模拟物中的测定低限: 蒽、荧蒽、菲、苯并蒽为 0.01 mg/L, 其余为 0.05 mg/L。

## 11 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超过算术平均值的10%。

# 附 录 A (规范性附录) 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	苊烯	acenphthylene	208-96-8
3	苊	aceaphthene	83-32-9
4	芴	fluorene	86-73-7
5	菲	phenanthrene	85-01-8
6	閚	anthracene	120-12-7
7	荧蔥	fluoranthene	206-44-0
8	芘	pyrene	129-00-0
9	苯并[a]蒽	benzo [a] anthracene	56-55-3
10	崫	chrysene	218-01-9
11	苯并[b]荧蒽	benzo $\llbracket b  floor$ fluoranthene	205-99-2
12	苯并[k]荧蒽	benzo [k] fluoranthene	207-08-9
13	苯并[a]芘	benzo [a] pyrene	50-32-8
14	二苯并[a,h]蒽	dibenzo [a,h] anthracene	53-70-3
15	苯并[g,h,i]菲(二萘嵌苯)	benzo $[g,h,i]$ perylene	191-24-2
16	茚并[1,2,3-cd]芘	indeno [1,2,3-cd] pyrene	193-39-5

附 录 B (资料性附录) 多环芳烃标准物质的典型液相色谱图及相关信息

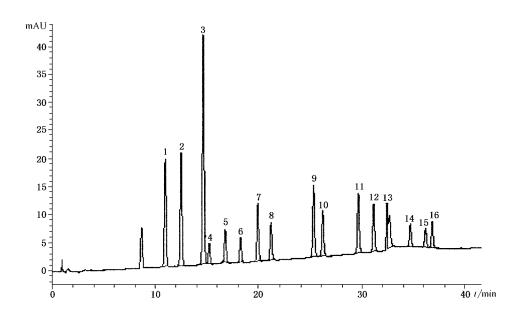


图 B. 1 多环芳烃标准物质的典型液相色谱图(波长 226 nm) 表 B. 1 各色谱峰代表的多环芳烃的参考保留时间和中英文名称

序号	保留进间/min	中文名称	英文名称
1	10.885	萘	naphthalene
2	12.425	苊烯	acenphthylene
3	14.571	苊	aceaphthene
4	15.152	芴	fluorene
5	16.709	菲	phenanthrene
6	18.189	茵	anthracene
7	19.871	荧蒽	fluoranthene
8	21.153	芘	pyrene
9	25. 294	苯并[a]蒽	benzo [a] anthracene
10	26.175	崫	chrysene
11	29.608	苯并[b]荧蒽	benzo $\llbracket b  floor$ fluoranthene
12	31.091	苯并[k]荧蒽	benzo [k] fluoranthene
13	32.602	苯并[a]芘	benzo [a] pyrene
14	34.642	二苯并[a,h]蒽	pibenzo $[a,h]$ anthracene
15	36.117	苯并[g,h,i]	benzo $[g,h,i]$ perylene
16	36.767	茚并[1,2,3-cd]芘	indeno [1,2,3-cd] pyrene

5

中华人民共和国出入境检验检疫 行业标准 食品接触材料塑料 食品模拟物中多环芳烃的测定 高效液相色谱法

SN/T 2279—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 · 2-19664 定价 16.00 元



SN/T 2279-2009