

# DB13

## 河北省地方标准

DB13/T 1081.29—2009

---

### 食品用包装材料及制品 塑料 第29部分： 16种多环芳烃特定迁移量的测定

Food packaging materials and articles—Plastics—Determination of 16 PAH in food  
simulants

2009-05-27 发布

2009-06-11 实施

---

河北省质量技术监督局 发布

## 前 言

DB13/T 1081《食品用包装材料及制品 塑料》共分 31 个部分：

- 第 1 部分：化学物质迁移量和含量的测定指南；
- 第 2 部分：对苯二酸特定迁移量的测定；
- 第 3 部分：丙烯腈特定迁移量的测定；
- 第 4 部分：1, 3-丁二烯含量的测定；
- 第 5 部分：偏二氯乙烯特定迁移量的测定；
- 第 6 部分：偏二氯乙烯含量的测定；
- 第 7 部分：乙二醇与二甘醇特定迁移量的测定；
- 第 8 部分：异氰酸酯含量的测定；
- 第 9 部分：乙酸乙烯酯特定迁移量的测定；
- 第 10 部分：丙烯酰胺特定迁移量的测定；
- 第 11 部分：11-氨基十一酸特定迁移量的测定；
- 第 12 部分：间苯二甲胺特定迁移量的测定；
- 第 13 部分：双酚 A 特定迁移量的测定；
- 第 14 部分：3, 3-二(3-甲基-4-羟苯基)-2-吡啶酮特定迁移量的测定；
- 第 15 部分：1, 3-丁二烯特定迁移量的测定；
- 第 16 部分：己内酰胺及己内酰胺盐特定迁移量的测定；
- 第 17 部分：碳酰氯含量的测定；
- 第 18 部分：1, 2-苯二酚、1, 3-苯二酚、1, 4-苯二酚、4, 4'-二羟二苯甲酮、4, 4'-二羟联苯特定迁移量的测定；
- 第 19 部分：2-(N, N-二甲基氨基)乙醇特定迁移量的测定；
- 第 20 部分：环氧氯丙烷含量的测定；
- 第 21 部分：乙二胺与己二胺特定迁移量的测定；
- 第 22 部分：环氧乙烷和环氧丙烷含量的测定；
- 第 23 部分：甲醛及六亚甲基四胺特定迁移量的测定；
- 第 24 部分：马来酸和马来酸酐特定迁移量的测定；
- 第 25 部分：4-甲基-1-戊烯特定迁移量的测定；
- 第 26 部分：1-辛烯和四氢呋喃特定迁移量的测定；
- 第 27 部分：2, 4, 6-三氨基-1, 3, 5-三嗪(三聚氰胺)特定迁移量的测定；
- 第 28 部分：1, 1, 1-三甲醇丙烷特定迁移量的测定；
- 第 29 部分：16 种多环芳烃特定迁移量的测定；
- 第 30 部分：6 种邻苯二甲酸酯特定迁移量的测定；
- 第 31 部分：23 种初级芳香胺特定迁移量的测定

本部分为 DB13/T 1081 的第 29 部分。

本部分附录A为资料性附录。

本标准由河北省质量技术监督局提出并归口。

本部分起草单位：河北省食品质量监督检验研究院、河北省食品安全实验室。

本部分主要起草人：李挥、张敬轩、李润岩、范斌、王丽霞、庞坤、徐晓荣。

## 食品用包装材料及制品 塑料 第29部分：

### 16种多环芳烃特定迁移量的测定

#### 1 范围

本标准规定了与食品接触塑料包装材料及制品中多环芳烃迁移量的液相色谱测定方法及阳性验证方法。

本标准适用于与食品接触塑料包装材料及制品中多环芳烃迁移量的测定和验证。

本方法在食品模拟物中单个多环芳烃的检出限为0.8 mg/kg (mg/L)。

#### 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。

DB13/T 1081.1-2009 食品用包装材料及制品 塑料 第1部分：化学物质迁移量和含量的测定指南。

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

#### 3 术语和定义

##### 3.1 食品模拟物

食品模拟物是指能够模拟真实食品在真实条件下与包装制品在接触过程中所表现的迁移特性的物质，可以是一种溶剂或几种溶剂的混合物。

本标准中规定分别用蒸馏水、3% (w/v) 乙酸溶液和10% (v/v) 乙醇溶液分别模拟pH>4.5的水性食品和模拟pH≤4.5的水性食品以及酒精类食品，用异辛烷模拟脂肪类食品。

##### 3.2 特定迁移量

某一物质从成型材料/制品向食品或食品模拟物中迁移的最大允许量。

#### 4 原理

经水性模拟物浸泡后，用高效液相色谱-紫外检测器进行色谱分析；试样经橄榄油浸泡、氢氧化钾甲醇溶液、环己烷萃取后，用高效液相色谱-紫外检测器进行色谱分析。外标法定量。

#### 5 试剂与材料

除另有规定，所有试剂均为分析纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 甲醇，色谱纯。

5.2 乙腈，色谱纯。

5.3 氢氧化钾。

5.4 冰乙酸。

5.5 环己烷。

5.6 无水乙醇。

5.7 多环芳烃混标，。

- 5.8 2 mol/L 氢氧化钾甲醇溶液：称取 56.0 g 氢氧化钾（5.3）于 1 L 容量瓶中，用甲醇定容至刻度。
- 5.9 50%（v/v）甲醇溶液，量取 500 ml 甲醇（5.1），再加入 500 ml 水，混匀。
- 5.10 3%（v/v）乙酸水溶液，取 30 ml 冰乙酸（5.4），用水定容至 1 L。
- 5.11 10%（v/v）乙醇水溶液，取 100 ml 无水乙醇（5.6），用水定容至 1 L。
- 5.12 多环芳烃混合标准储备液（1000 mg/L）：准确称取多环芳烃标准品（5.3）0.10 g，置 100 mL 容量瓶中，加甲醇稀释至刻度。
- 5.13 多环芳烃标准稀释溶液（10 mg/L）：准确移取多环芳烃混合标准储备液（5.12）1.0 mL，置 100 mL 容量瓶中，加甲醇稀释至刻度，混匀。
- 5.14 多环芳烃系列中间溶液：准确移取多环芳烃混合标准储备液（5.12）1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 ml，分别置于 10 mL 容量瓶中，各加甲醇稀释至刻度，混匀，制的浓度分别为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L 的系列标准中间液。

## 6 仪器与设备

- 6.1 高效液相色谱仪，配有紫外检测器或二极管阵列检测器。
- 6.2 电子天平，感重 0.000 1 g，0.01 g。
- 6.3 0.45 μm 滤膜。

## 7 试液制备

### 7.1 迁移实验

#### 7.1.1 取样

塑料袋或塑料膜：将塑料袋或塑料膜裁剪成 120 mm×120 mm 大小的试样 6 片，取两片，将与食品接触的面相对、重叠，用热封机在一定温度和压力下将四边从 10 mm 处热封成袋子。测量袋子内部尺寸，计算内表面积。

塑料容器：取三个平行样品，标号，用铝箔封口（若容器本身有盖子，无需进行该步骤）。

其他材料或制品：按照 DB13/T 1081.1-2009 处理。

#### 7.1.2 浸泡

塑料袋或塑料膜：将热封的袋子剪掉一个小角，注入已恒温的食品模拟物 100 mL，放到恒温箱中。

塑料容器：用注射器通过铝箔将已恒温的模拟物注入，直至距顶部 0.5 cm 处，放到恒温箱中。

其他材料或制品：按照 DB13/T 1081.1-2009 处理。

### 7.2 食品模拟物试液制备

#### 7.2.1 水基食品模拟物

取从迁移试验获得的水性模拟物（7.1.1 或 7.1.2）适量，过 0.45 μm 滤膜，待测。

#### 7.2.2 橄榄油模拟物

称取从迁移试验获得的橄榄油模拟物（7.1.1 和 7.1.2）25 g±0.1 g，置干净烧杯中，将其转移至 250 mL 棕色烧瓶中，加入 100 mL 2 mol/L 氢氧化钾甲醇溶液（5.8），加热回流 4 小时。转移热溶液于分液漏斗中用 100 mL 2 mol/L 氢氧化钾甲醇溶液（5.8）洗涤烧瓶，洗液并入分液漏斗中。然后用 150 mL 环己烷（5.5）分三次萃取，合并有机相，再用 100 ml 50% 甲醇溶液洗涤有机层，再用 100 ml 水洗涤环己烷，将环己烷在 30℃ 微弱氮气流下浓缩至近干，用 2 ml 乙腈（5.2）溶解残渣，过 0.45 微米滤膜，待测。

### 7.3 标准工作溶液的制备

#### 7.3.1 水基食品模拟物标准工作溶液

准确移取多环芳烃标准稀释溶液（5.13）0.0 ml、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、8.0 mL，分别置 10 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，得多环芳烃标准工作溶液为 0 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L 和 8.0 mg/L。

### 7.3.2 橄榄油模拟物标准工作溶液

分别称取空白橄榄油模拟物 $25\text{ g} \pm 1\text{ g}$ ，分别置于六个棕色烧瓶中。然后准确加入多环芳烃标准中间溶液（5.14） $1.0\text{ mL}$ ，从“加入 $100\text{ mL } 2\text{ mol/L}$  氢氧化钾甲醇溶液（5.8）……”开始按照7.2.2步骤进行操作。得系列校准溶液中对苯二甲酸浓度分别为 $0\text{ mg/kg}$ 、 $0.08\text{ mg/kg}$ 、 $0.16\text{ mg/kg}$ 、 $0.40\text{ mg/kg}$ 、 $0.80\text{ mg/kg}$ 和 $1.6\text{ mg/kg}$ 。

### 7.4 空白试液的制备

按照7.2的操作处理未与食品接触材料接触的食品模拟物。

## 8 测定

### 8.1 色谱条件

- a) 色谱柱：多环芳烃专用柱  $250\text{ nm} \times 4.6\text{ mm}$  粒径  $5\text{ }\mu\text{m}$ ，或相当者。
- b) 流速： $1.0\text{ mL/min}$ 。
- c) 进样量： $10\text{ }\mu\text{L}$ 。
- d) 检测波长： $254\text{ nm}$ 。
- e) 柱温：室温。
- f) 流动相：A相为水，B相为乙腈。
- g) 梯度洗脱：开始B相为40%，保持 $5\text{ min}$ ；再以1.33%的速率升至100%，保持 $5\text{ min}$ 。

### 8.2 绘制标准工作曲线

按照7.3所列测定条件，对标准工作溶液（7.3）进行检测。以食品模拟物标准工作溶液中多环芳烃浓度与为横坐标，以多环芳烃的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到线性方程。标准溶液色谱图见附录A。

按式（1）计算回归参数：

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

式中：

$y$ ——食品模拟物标准工作溶液中多环芳烃的峰面积；

$x$ ——食品模拟物标准工作溶液中多环芳烃浓度，单位为毫克每升或毫克每千克（ $\text{mg/L}$  或  $\text{mg/kg}$ ）；

$a$ ——回归曲线的斜率；

$b$ ——回归曲线的截距；

相关系数不小于0.996。

## 9 结果计算

### 9.1 食品模拟物试液中多环芳烃浓度的计算

食物模拟物试液中多环芳烃浓度 $C$ 按式（2）计算。

$$C = \frac{y-b}{a} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$C$ ——食品模拟物试液中多环芳烃的浓度，单位为毫克每升或毫克每千克（ $\text{mg/L}$  或  $\text{mg/kg}$ ）；

$y$ ——食品模拟物试液中多环芳烃的峰面积；

$a$ ——回归曲线的斜率；

$b$ ——回归曲线的截距。

### 9.2 多环芳烃特定迁移量的计算

#### 9.2.1 塑料袋或塑料薄膜中多环芳烃特定迁移量的计算

样品每平方米上多环芳烃的含量按式（3）计算：

$$M = \frac{C \times V}{A \times 1000} \dots\dots\dots (3)$$

式中:

$M$  ——特定迁移量, mg/dm<sup>2</sup>;

$C$  ——由标准曲线查得多环芳烃的浓度, mg/L;

$V$  ——食品模拟物的体积, mL;

$A$  ——塑料制品面积, dm<sup>2</sup>。

### 9.2.2 塑料容器中多环芳烃特定迁移量的计算

样品浸泡液中多环芳烃的含量按式(4)计算:

$$M = C \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$M$  ——特定迁移量, mg/L;

$C$  ——由标准曲线查得多环芳烃的浓度, mg/L;

### 9.2.3 其他容器中多环芳烃特定迁移量的计算

根据迁移试验中所使用的食品模拟物的体积和测试试样与食品模拟物接触面积,通过数学换算计算出多环芳烃的特定迁移量,单位以mg/kg或mg/dm<sup>2</sup>表示。详见DB13/T 1081.1-2009的第13章。

计算结果以平行测定值的算术平均值表示,保留三位有效数字。

## 10 允许差

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%。

## 11 确证试验

若多环芳烃的特定迁移量超过了限量要求,可采用荧光检测器测定、验证。

色谱条件如下:

- a) 色谱柱: 多环芳烃专用柱 250 nm×4.6 mm 粒径 5 μm, 或相当者。
- b) 流速: 1.0 ml/min。
- c) 进样量: 10 μL。
- d) 检测波长: 激发波长 250 nm, 发射波长 410 nm。
- e) 柱温: 室温。
- f) 流动相: A相为水, B相为乙腈。
- g) 梯度洗脱: 开始B相为40%, 保持5 min; 再以1.33%的速率升至100%, 保持5 min。

附 录 A  
(资料性附录)  
食品模拟物中多环芳烃标准色谱分离图

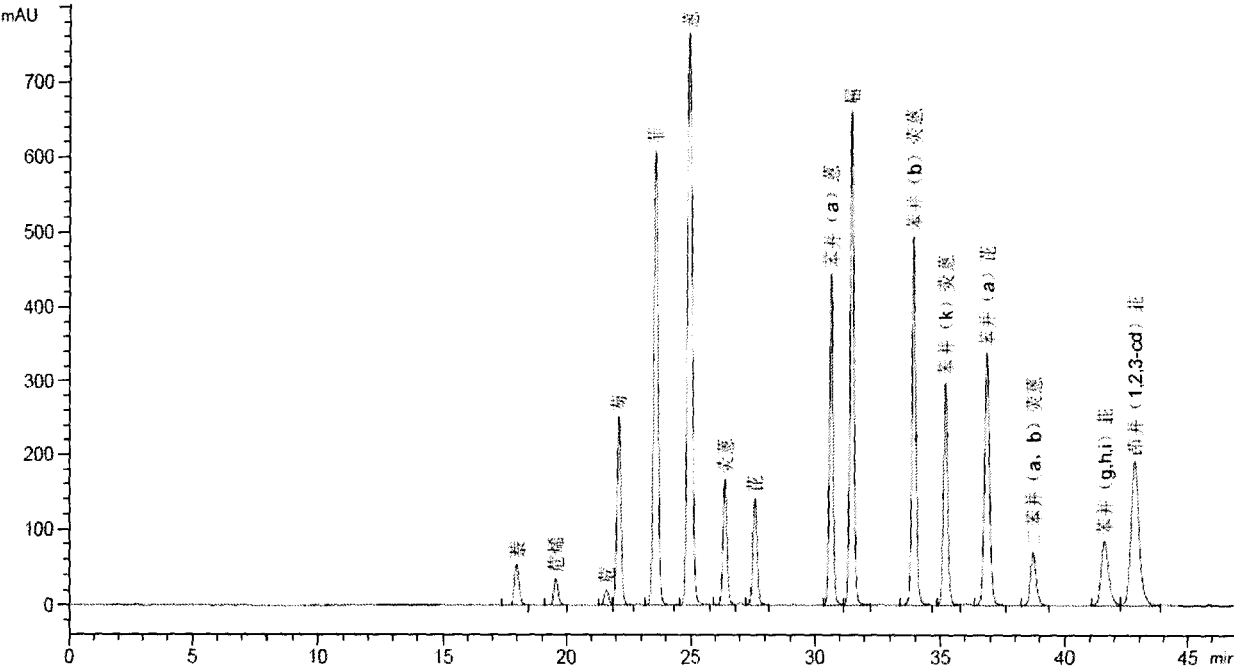


图 A.1 橄榄油中多环芳烃标准色谱图

