ICS 83.140.01
Y 20
备案号：

团　体　标　准

X/XXXX XXXXX—XXXX

食品接触材料及制品 4,4'-联苯二酚迁移量的测定

Food contact materials and products　Determination of migration of 4,4'-biphenol

点击此处添加与国际标准一致性程度的标识

（征求意见稿）

（本稿完成日期：2020 年 02 月 20 日）

XXXX-XX-XX 发布　　XXXX-XX-XX

发 布

前　　言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。
本标准由广州质量监督检测研究院提出。
本标准由广东省包装技术协会归口。
本标准主要起草单位：广州质量监督检测研究院、广东省包装技术协会、***
本标准主要起草人：
本标准为首次发布。

食品接触材料及制品 4,4'-联苯二酚迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中4,4'-联苯二酚迁移量的测定方法。

本标准适用于食品接触材料及制品中4,4'-联苯二酚迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 5009.156 食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则

GB 31604.1 食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则

3 原理

食品模拟物中的4,4'-联苯二酚通过高效液相色谱进行分离，水基、酸性、酒精类食品模拟物直接进样测定，保留时间和紫外光谱图定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

除另有规定外，本实验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1.1 甲醇：色谱纯。

4.1.2 甲酸：色谱纯。

4.1.3 乙醇：色谱纯。

4.1.4 乙酸：分析纯。

4.1.5 水基、酸性、酒精类食品模拟物：所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

4.2 试剂配制

4.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物：按 GB 5009.156 规定配制。

4.2.2 0.05%甲酸溶液：移取 0.5mL（4.1.2）甲酸于 1L 水中，摇匀。

4.3 标准品

4.3.1 4,4'-联苯二酚标准品（CAS No:92-88-6），纯度≥98%。

4.4 标准溶液

4.4.1　标准储备液（1 000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.01 mg）4,4'-联苯二酚标准品（4.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度。摇匀，-20 ℃保存。

4.4.2　标准中间溶液（10 mg/L）：准确移取 1.00 mL 标准储备液（4.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀，-20 ℃保存。

4.4.3　标准工作溶液：移取一定体积标准中间溶液（4.4.2）于容量瓶中，用对应的食品模拟物定容，混匀，配制成浓度分别为 0.2 mg/L，0.4 mg/L，1.0 mg/L，2.0 mg/L，5.0 mg/L，10.0 mg/L 的标准工作溶液，使用前配制。

5　仪器和设备

5.1　高效液相色谱仪：配二极管阵列检测器。

5.2　分析天平：感量为 0.1 mg、0.01 mg。

5.3　涡旋混合仪。

5.4　离心机：转速不低于 10 000 r/min。

6　分析步骤

6.1　样品迁移试验

按照GB 5009.156及GB 31604.1的要求，对样品进行迁移试验，得到食品模拟物试液。同时做空白试验。如果得到的食品模拟物试液不能马上进行下一步试验，应将食品模拟物试液于4 ℃冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液冷却或恢复至室温后进行下一步试验。

6.2　试液制备

取从迁移试验中获得的水基、酸性、酒精类食品模拟物约1mL，10 000 r/min离心5 min，待测。

6.3　测定

6.3.1　参考色谱条件：

a)　色谱柱：C18 柱（250 mm×4.6 mm，5 μm），或等效色谱柱；

b)　流动相：0.05%甲酸+甲醇（50+50，*v*/*v*）；

c)　流量：1.0 mL/min；

d)　检测器扫描波长：210-400 nm；

e)　检测器定量波长：262 nm；

f)　柱温：35 ℃；

g)　进样量：5 μL。

6.3.2　绘制标准工作曲线

按照6.3.1所列参考色谱条件，对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作液中4,4'-联苯二酚浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录A中图A.1。

6.3.3　试液测定

将照6.3.1所列参考色谱条件，对空白试验试液和样品试液依次进样测定，根据保留时间和紫外吸收光谱图定性。4,4'-联苯二酚的紫外吸收光谱图见附录A中图A.2。采用外标法定量。

试样溶液中目标物的响应值应在标准工作曲线的线性范围之内。

7 分析结果的表述

由标准工作曲线得到试样溶液中4,4'-联苯二酚的浓度，按GB 5009.156进行迁移量计算，得到食品接触材料及制品中4,4'-联苯二酚的迁移量。计算结果保留两位有效数字。

8 检出限和定量限

水基、酸性、酒精类食品模拟物中对4,4'-联苯二酚的方法检出限为0.1 mg/L，定量限为0.2 mg/L。

9 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 %。

附　录　A
（资料性附录）
标准溶液高效液相色谱图及紫外吸收光谱图

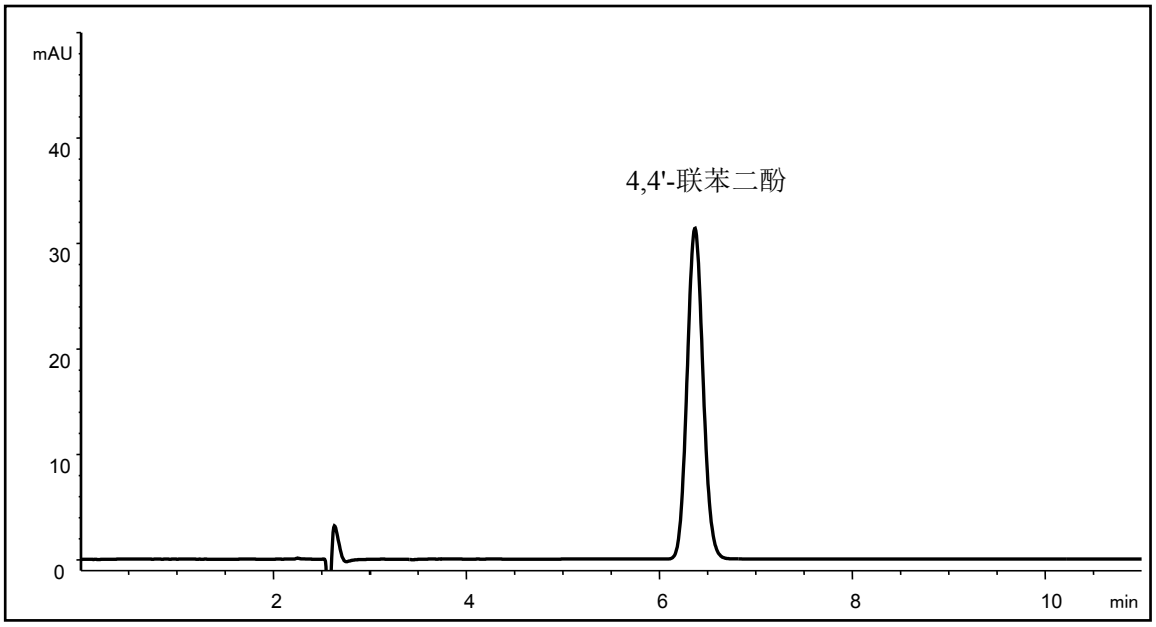

图 A.1　标准溶液高效液相色谱图

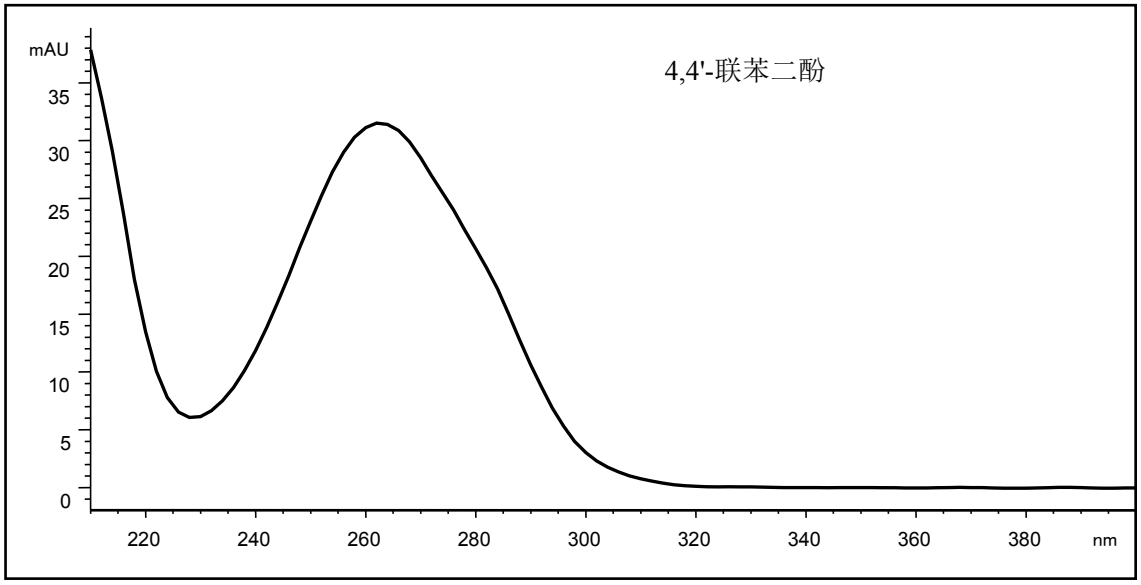

图 A.2　化合物紫外吸收光谱图