ICS 67.250
CCS A82

QB

中华人民共和国轻工行业标准

QB/T XXXXX—XXXX

食品金属容器 双酚A迁移量的电化学测定法

Electrochemical determination of bisphenol a migration in food metal containers

（报批稿）

-XX-XX发布 XXXX-XX-XX实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

工业和信息化部标准报批公示

前　　言

本文件按照GB/T 1.1－2020《标准化工作导则　第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国食品直接接触材料及制品标准化技术委员会（SAC/TC397）归口。

本文件起草单位：中国食品发酵工业研究院有限公司、苏州华源中鲈包装有限公司、义乌市易开盖实业公司、北京市产品质量监督检验研究院。

本文件主要起草人：仇凯、沈俊杰、王小华、沈明华、王朝晖、吴刚、滕国先、王国秀、徐彤彤。

本文件为首次发布。

工业和信息化部标准报批公示

食品金属容器 双酚 A 迁移量的电化学测定法

1 范围

本文件描述了利电化学工作站测定食品金属容器中双酚 A 迁移量的方法，包括原理、试剂、仪器设备、分析步骤、分析结果的表述、检出限和定量限、回收率和精密度。

本文件适用于食品金属容器在水基模拟物中双酚 A 迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

通过将双酚A在特定电极表面发生电化学反应产生的电化学信号转化为电信号，经过电化学检测仪对电信号进行处理，建立电流值与双酚A质量浓度对数间的线性关系，测定食品金属容器中双酚A迁移量的质量浓度。

5 试剂

除非另有规定，仅使用色谱纯（HPLC）试剂。

5.1 试剂和材料

5.1.1 水，GB/T 6682，三级。

5.1.2 无水乙醇（C_2H_6O）。

5.1.3 氯化钾（KCl）。

5.1.4 磷酸氢二钠（Na_2HPO_4）。

5.1.5 磷酸二氢钠（NaH_2PO_4）。

5.1.6 氢氧化钠（NaOH）。

5.1.7 双酚 A 标准品（Bisphenol A，$C_{15}H_{16}O_2$，CAS:80-05-7）：纯度大于等于 99%。

5.2 试剂配制

5.2.1 电解液配制

电解液采用以下方式进行配制：

甲液：取 3.55 g Na_2HPO_4 和 37.28 g KCl，用水定容至 500 mL；

乙液：取 3.00 g NaH_2PO_4 和 37.28 g KCl，用水定容至 500 mL；

氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）：用天平称取 4.0 g NaOH 放入烧杯中，用适量蒸馏水将其完全溶解，冷却后将溶液转移至 1 L 容量瓶中，用蒸馏水洗涤玻璃棒和烧杯 2~3 次，将洗涤液也转移至容量瓶中，最后定容至 1 L。

将甲液和乙液等体积混合，并用氢氧化钠溶液（0.1 mol/L）将溶液 pH 调至 7。

5.2.2 双酚 A 标准储备溶液

准确称取双酚 A 标准品 45.66 mg，用无水乙醇定容至 10 mL，制得 20 mmol/L 双酚 A 标准储备溶液。

5.2.3 双酚 A 标准使用液 1

准确移取一定体积的双酚 A 标准储备溶液（5.2.2），用无水乙醇稀释至 10000 μmol/L、2000 μmol/L、200 μmol/L、20 μmol/L 和 2 μmol/L 双酚 A 标准使用液 1。

5.2.4 双酚 A 标准使用液 2

移取 1 mL 双酚 A 标准使用液 1（5.2.3），采用根据 GB 31604.1 选择的食品模拟物将其稀释至 10 mL，制得 1000 μmol/L、200 μmol/L、20 μmol/L、2 μmol/L 和 0.2 μmol/L 双酚 A 标准使用液 2。

5.2.5 双酚 A 标准工作液

取 95 mL 电解液（5.2.1），向其分别加入不同浓度 5 mL 双酚 A 标准使用液 2（5.2.4），制得 50 μmol/L、10 μmol/L、1 μmol/L、0.1 μmol/L 和 0.01 μmol/L 的双酚 A 标准工作液。

6 仪器设备

6.1 电化学工作站

a) 仪器条件：最大电压：±10 V，最大电流：±250 mA。采用三电极模式，其中参比电极为银/氯化银/氯化钾溶液（Ag/AgCl/KCl），电压为 0.2368 V；

b) 电极：采用双酚 A 特异性丝网印刷电极或其他对双酚 A 物质有特异性响应信号的电极，其中左边为对电极，中间为工作电极、右边为参比电极，循环伏安法（CV）测试精度小于等于 5%；

c) 丝网印刷电极适配器：用于连接丝网印刷电极与电化学工作站。

6.2 电子天平

感量 0.01 mg。

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，按照 GB 5009.156 和 GB 31604.1 的要求，对样品进行迁移试验。

7.2 标准曲线的制作

7.2.1　揭去丝网印刷电极的表面保护膜，将其插入丝网印刷电极适配器的接口处，并将丝网印刷电极适配器与电化学工作站通过导线连接。设置电位扫描范围为-0.1 V~ 1 V，电流扫描范围为-100 mA~100 mA，扫描速度为 50 mV/s，循环圈数为 1，每一圈记录的数据点数为 200。将双酚 A 标准工作液（5.2.5）滴在丝网印刷电极的工作区域，选择循环伏安法（CV）模式，对双酚 A 标准工作液（5.2.5）进行测定，取最大氧化峰对应的电流值。典型双酚 A 的循环伏安曲线见附录 A 图 A.1。

7.2.2　以双酚 A 标准工作液（5.2.5）的浓度为横坐标，以 7.2.1 所测定的氧化峰电流值作为纵坐标，绘制标准曲线。双酚 A 氧化峰电流与其浓度对数的线性关系图见附录 A 图 A.2。

7.3　样品测定

取 7.1 迁移试验后的试样溶液 5 mL，向其加入 95 mL 电解液，混匀，静置，同时作空白试验。采用 7.2.1 的步骤测定试样迁移试验溶液和空白溶液的最大氧化峰对应的电流值。

8　分析结果的表述

8.1　食品模拟物中双酚 A 浓度的计算

食品模拟物中双酚 A 的浓度按公式（1）计算：

$$\rho = 1000 \times 228.286 \times 20 \times 10^{\frac{y-b}{a}} \quad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots（1）$$

式中：

ρ——食品模拟物中双酚 A 的质量浓度，单位为毫克/升（mg/L）；

228.286——双酚 A 的摩尔质量 228.286，单位是克/摩尔（g/mol）；

y——食品模拟物中双酚 A 的电流值，单位为微安（μA）；

b——标准工作曲线的截距；

a——标准工作曲线的斜率。

8.2　双酚 A 迁移量的计算

由 8.1 得到食品模拟物中双酚 A 的浓度，按 GB 5009.156 进行迁移量的计算，得到食品金属容器中双酚 A 的迁移量。结果保留至小数点后两位有效数字。

9　检出限和定量限

本方法检出限为 0.01 mg/L，定量限为 0.02 mg/L。

注：工作电极不同，检出限和定量限可能略有差异。

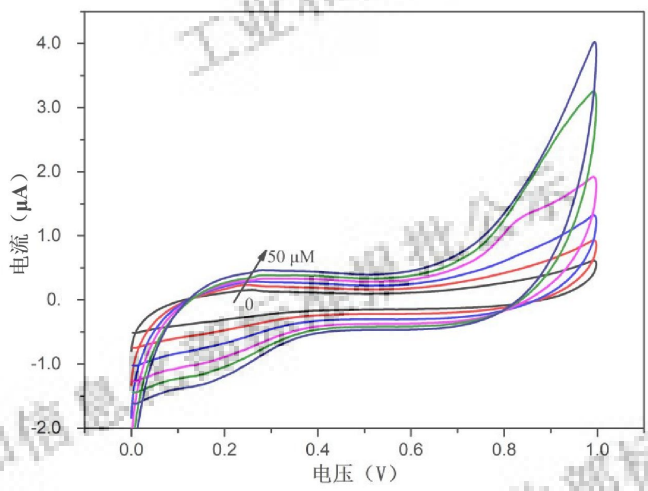
10　回收率和精密度

在添加浓度 0.01 μmol/L ~ 50 μmol/L，回收率在 70% ~120%，相对标准偏差应小于 10%。

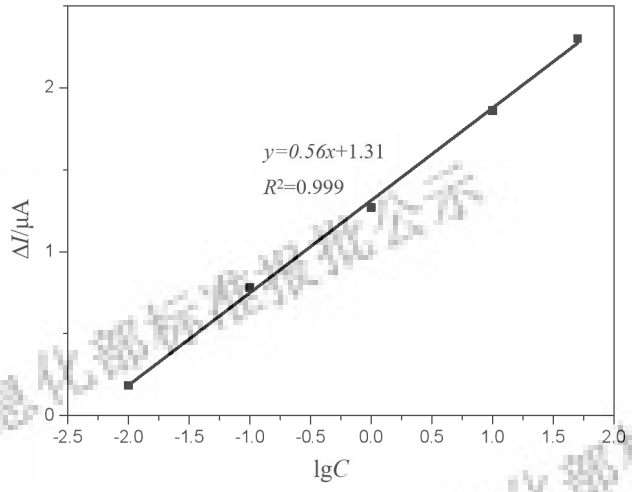
工业和信息化部标准报批公示

附 录 A
（资料性）
双酚A在丝网印刷电极上的循环伏安曲线及标准曲线

双酚A在丝网印刷电极上的循环伏安曲线见图A.1，双酚A氧化峰电流与其浓度对数的线性关系参见图A.2。



图A.1 双酚A在丝网印刷电极上的循环伏安曲线（从上到下双酚A浓度依次为50 μmol/L、10 μmol/L、1 μmol/L、0.1 μmol/L、0.01 μmol/L和0 μmol/L）



图A.2 双酚A氧化峰电流与其浓度对数的线性关系图