

团 体 标 准

T/GDBZ 001—2020

食品接触材料及制品 1,1'-磺酰基二（4-氯苯）迁移量的测定

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

2020 - 05 - 06 发布

2020 - 05 - 06 实施

广东省包装技术协会 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、广东省包装标准化技术委员会（GD/TC39）提出。

本标准由广东省包装技术协会归口。

本标准起草单位：巴斯夫（中国）有限公司、江门市优巨新材料有限公司、中山市卫宝婴儿用品有限公司、广东皇星婴童用品有限公司、广东中之星母婴科技有限公司、广州市双纳橡塑制品有限公司、广州质量监督检测研究院、广东省包装标准化技术委员会（GD/TC39）。

本标准主要起草人：李泽荣，熊小婷，凌光耀，陈意光，张胡松，郭旭东。

食品接触材料及制品 1,1'-磺酰基二(4-氯苯)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1,1'-磺酰基二(4-氯苯)迁移量的测定方法。
本标准适用于食品接触用塑料材料及制品中1,1'-磺酰基二(4-氯苯)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

食品接触材料及制品经迁移试验后，食品模拟物（水基、酸性、酒精类）中的1,1'-磺酰基二(4-氯苯)通过高效液相色谱进行分离，根据保留时间和紫外吸收光谱图定性，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 甲酸（4.1.2）于 1L 水中，摇匀。

4.3 标准溶液

4.3.1 1,1'-磺酰基二(4-氯苯)标准品（CAS No:80-07-9），纯度≥98%。

4.3.2 标准储备液（1 000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.01 mg）1,1'-磺酰基二(4-氯苯)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，有效期三个月。

4.3.3 标准中间溶液 1 (100 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 °C 保存, 有效期一个月。

4.3.4 标准中间溶液 2: 分别准确移取 0.20 mL, 0.40 mL, 1.00 mL, 2.00 mL, 4.00 mL 标准中间液 1 (4.4.2) 于 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 混匀, 配制成浓度分别为 2 mg/L, 4 mg/L, 10 mg/L, 20 mg/L, 40 mg/L 的标准中间溶液, -20 °C 保存, 有效期两周。

4.3.5 标准工作溶液: 分别移取 0.10 mL 标准中间溶液 2 于 10 mL 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 0.02 mg/L, 0.04 mg/L, 0.10 mg/L, 0.20 mg/L, 0.40 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 0.01 mg。

5.3 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。同时做平行试验和空白试验。如果得到的食品模拟物试液不能立即进行下一步试验, 应将食品模拟物试液于 4 °C 冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液恢复至室温后进行下一步试验。

应在 48 小时内完成测试。

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 1 mL, 10 000 r/min 离心 5 min, 取上清液待测。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件:

- 色谱柱: C18 柱 (250 mm×4.6 mm, 5 μm), 或等效色谱柱;
- 流动相: 0.05% 甲酸+甲醇 (15+85, v/v);
- 流速: 1.0 mL/min;
- 检测器扫描波长: 210-400 nm;
- 检测器定量波长: 248 nm;
- 柱温: 35 °C;
- 进样量: 20 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 1,1'-磺酰基二 (4-氯苯) 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

按照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。1,1'-磺酰基二（4-氯苯）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浓度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1,1'-磺酰基二（4-氯苯）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1,1'-磺酰基二（4-氯苯）的迁移量。计算结果保留到小数点后三位。

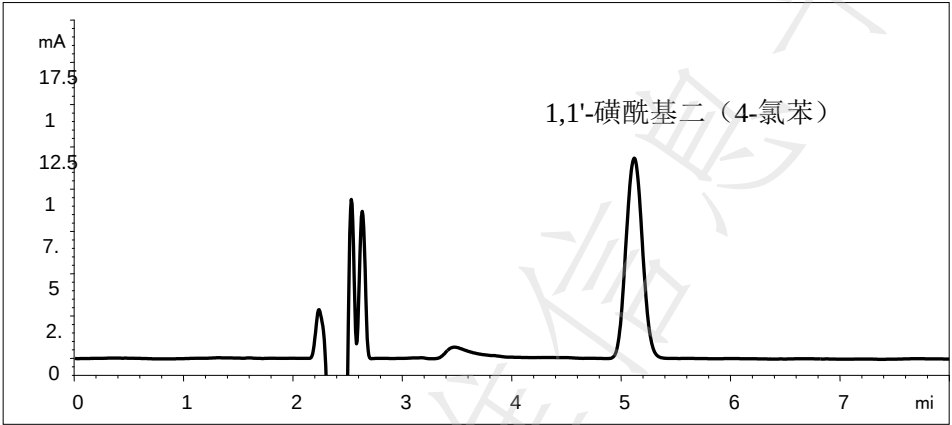
8 检出限和定量限

水基、酸性、酒精类食品模拟物中1,1'-磺酰基二（4-氯苯）的方法检出限为0.01 mg/L，定量限为0.02 mg/L。

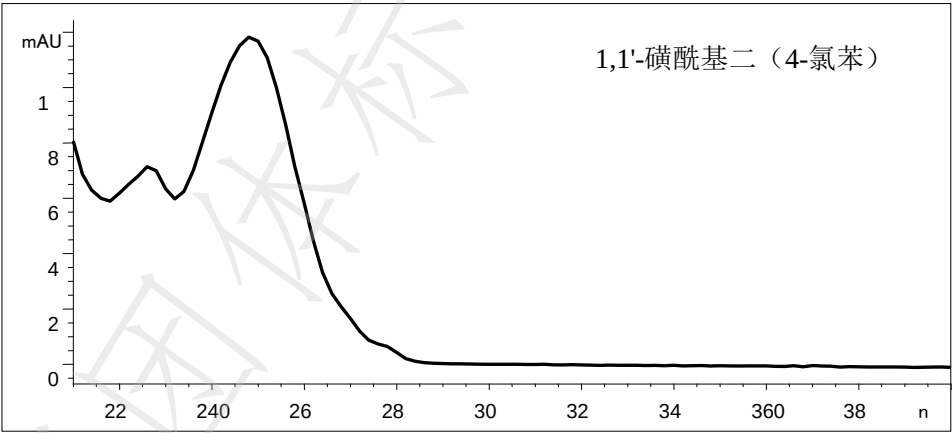
9 允许差

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 高效液相色谱图



图A.2 紫外吸收光谱图