

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1504.3—2014
代替 SN/T 1504.3—2005

食品容器、包装用塑料原料 第3部分：乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯 (EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT)的 测定 气相色谱法

Plastics used for food container and package—
Part 3: Determination of butylated hydroxy toluene(BHT) in polymers of
ethylene and ethylene-vinyl acetate(EVA) copolymers—
Gas chromatography

2014-01-13 发布

2014-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

SN/T 1504《食品容器、包装用塑料原料》共分为 5 部分：

- 第 1 部分：聚丙烯均聚物中酚类抗氧化剂和芥酰胺爽滑剂的测定方法 液相色谱法；
- 第 2 部分：线性低密度聚乙烯中酚类抗氧化剂和芥酰胺爽滑剂的测定方法 液相色谱法；
- 第 3 部分：乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT)的测定 气相色谱法；
- 第 4 部分：高密度聚乙烯中酚类抗氧化剂的测定 液相色谱法；
- 第 5 部分：聚烯烃中杂质元素含量的测定 X 射线荧光光谱法。

本部分为 SN/T 1504 的第 3 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 SN/T 1504.3—2005《食品容器、包装用塑料原料 第 3 部分：乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT)的测定 气相色谱法》，本部分与 SN/T 1504.3—2005 相比，主要差异如下：

- 本部分的文本格式按照 GB/T 1.1—2009 编写；
- 第 1 章修改了“本部分规定了食品容器、包装用乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT, 2,6-二叔丁基-4-甲基羟基甲苯)的测定方法”。

本部分修改采用 ASTM D4275:2009 的内容，其中标题修改为“食品容器、包装用塑料原料 第 3 部分：乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT)的测定 气相色谱法”。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分主要起草人：刘绍从、吕刚、张彬、罗璇、丁宇、王娜。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1504.3—2005。

食品容器、包装用塑料原料

第3部分：乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT)的测定 气相色谱法

1 范围

SN/T 1504 的本部分规定了食品容器、包装用乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT,2,6-二叔丁基-4-甲基羟基甲苯)的测定方法。

本部分适用于食品容器、包装用乙烯聚合物和乙烯-醋酸乙烯酯(EVA)共聚物中丁基-羟基甲苯(BHT,2,6-二叔丁基-4-甲基羟基甲苯)的分离和测定。

2 方法原理

样品经研细后,其中的 BHT 用含有内标物的环己烷或异丙醇用摇动或回流的方式萃取。萃取液用气相色谱仪内标法测定。

3 试剂和材料

- 3.1 环己烷:色谱纯。
- 3.2 异丙醇:色谱纯。
- 3.3 甲基十四(烷)酸盐(或酯)(MM):内标物,纯度 99%,沸点 323 ℃。
- 3.4 丁基-羟基甲苯(BHT,2,6-二叔丁基-4-甲基羟基苯):分析纯。
- 3.5 氢气瓶:预先已纯化。
- 3.6 氮气瓶:预先已纯化,做载气时应无氧。
注:也可用氮气做载气。
- 3.7 空气:气泵或水泵。

4 仪器

- 4.1 回流萃取装置:包括 250 mL 圆底烧瓶,冷凝管及配套的加热套。
- 4.2 Wiley 磨:带 10 目和 20 目筛的磨。
- 4.3 摇摆振荡器。
- 4.4 气相色谱仪:带火焰离子检测器。
- 4.5 进样器:10 μ L。
- 4.6 分析天平:感量 0.000 1 g。

5 气相色谱条件

- 5.1 气相色谱柱:3.2 mm(外径) \times 1.8 m,20%UCW-98 涂于 80/100 目 Chromosorb P 填充柱,或相似

的填充柱;或相当的毛细管柱,如 HP-1 或 DB-1。

5.2 设置色谱温度如下:

- a) 炉温(色谱柱),160 ℃。
- b) 进样口温度,220 ℃。
- c) 检测器温度,240 ℃。

6 分析步骤

6.1 内标物校准

6.1.1 用进样针减量法准确称取约 80 mg(精确至±0.000 1 g) MM 至 2 L 的容量瓶,用萃取液(环己烷或异丙醇)稀释至刻度,盖紧盖作为储备液。

6.1.2 称取 20 mg±0.1 mg BHT 并转移至 500 mL 容量瓶,用 6.1.1 所配置的内标溶液将 BHT 溶解并稀释至刻度。

6.1.3 在如 5 所述的条件下,待气相色谱稳定后,进 2 μL 校准混合液。

6.1.4 根据 BHT 和 MM 的色谱峰面积按式(1)计算相对响应因子:

$$R_f = \frac{c_s \times A_{is}}{c_{is} \times A_s} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- R_f ——相对响应因子;
- c_s ——BHT 浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_s ——BHT 峰面积;
- c_{is} ——MM 浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- A_{is} ——MM 峰面积。

注: BHT 和 MM 的流出时间分别约为 3.5 min 和 8 min。

6.1.5 重复 5 次进样得平均相对响应因子。

6.2 外标物校准

6.2.1 称 100 mg±1 mg BHT 于 200 mL 容量瓶。用所选萃取剂(环己烷或异丙醇)溶解并稀释至刻度,作为储备液。

6.2.2 分别移取 2.0 mL,4.0 mL,6.0 mL 和 8.0 mL 上述储备液于一系列 100 mL 容量瓶中,用相应萃取剂(环己烷或异丙醇)稀释至刻度。

6.2.3 在如 5 所述的条件下,待气相色谱稳定后,进 2 μL 标准溶液。

6.3 样品制备

6.3.1 将高密度聚乙烯(HDPE),低密度聚乙烯(LDPE)和含有少于 10%醋酸乙烯酯的 EVA 研细至 20 目。

6.3.2 将含有大于 20%醋酸乙烯酯的样品研细至 10 目。

6.4 测定

6.4.1 异丙醇萃取:对 LDPE 或 EVA 的分析,称取 3 g±0.001 g 研细的样品于 250 mL 圆底烧瓶。移入 25.0 mL 异丙醇内标溶液(6.1.1)。连接冷凝管回流 2 h,冷至室温后取下冷凝器。

对于外标校准,上述方法中用适宜的溶剂取代 6.1.1 中的内标溶液。

6.4.2 环己烷萃取:对 HDPE,如 6.4.1 操作,用环己烷取代异丙醇。对 LDPE 或 EVA,称取 3 g±0.001 g 研细的样品于 250 mL 圆底烧瓶,移入 25.0 mL 环己烷内标溶液(6.1.1),加盖,用摇摆振荡器室温下震

荡 2 h。

6.4.3 在如 5 所述的条件下,待气相色谱稳定后,进 2 μL 样品萃取液。测量 BHT 和 MM 的峰面积(若使用内标校准)分别记为 A_{BHT} 和 A_{MM} 。

7 结果计算

7.1 内标法

BHT 的含量以质量分数表示,按式(2)计算:

$$w_{\text{BHT}} = \frac{A_{\text{BHT}} \times R_f \times c \times V}{A_{\text{MM}} \times m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w_{BHT} ——BHT 的质量分数,以百万分之几表示;
- A_{BHT} ——试样中 BHT 的峰面积;
- A_{MM} ——试样中 MM 的峰面积;
- R_f ——6.1.4 中的相对响应因子;
- c ——内标溶液中 MM 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——加入的内标液体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g)。

7.2 外标法

BHT 的含量以质量分数表示,按式(3)计算:

$$w_{\text{BHT}} = \frac{B \times V}{S \times m} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- w_{BHT} ——BHT 的质量分数,以百万分之几表示;
- B ——试样中 BHT 的峰面积;
- V ——萃取液的体积,单位为毫升(mL);
- m ——试样质量,单位为克(g);
- S ——6.2.5 中校准曲线的斜率。

8 精密度

五个实验室按本标准方法对两种材料进行测定,测得 BHT 的精密度列于表 1。

表 1 方法精密度

萃取剂	CV ^a	CV ^b	CV ^c
异丙醇	2.7	5.0	7.4
环己烷	2.9	4.9	7.4

^a 重复结果的实验室内变异系数(以百分数表示)。
^b 不同天数两个分析的平均实验室内变异系数(以百分数表示)。
^c 平均实验室间变异系数(以百分数表示)。