

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1504.1—2014  
代替 SN/T 1504.1—2005

---

### 食品容器、包装用塑料原料 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

Plastics used for food container and package—  
Part 1: Determination of phenolic antioxidants and  
erucamide slip additives in polypropylene homopolymer formulations—  
Liquid 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 1 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 1504.1—2005《食品容包装用塑料原料 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》，本部分与 SN/T 1504.1—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；
- 4.5 节过滤盘的孔径由原来的 0.45  $\mu\text{m}$  改为“孔径 0.45  $\mu\text{m}$  或更小”；
- 增加了 4.5 注解；
- 5.6 节进样量由 10  $\mu\text{L}$  更改为“10  $\mu\text{L}$ ，或依据液相色谱系统适当减少进样量。”

本部分修改采用 ASTM D6042:2009 的内容，其中标题修改为“食品容器、包装用塑料原料 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”。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：刘绍从、吕刚、丁宇、杨菁、王娜、张彬。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- SN/T 1504.1—2005。

# 食品容器、包装用塑料原料

## 第1部分：聚丙烯均聚物中酚类抗氧化剂和芥酸酰胺爽滑剂的测定方法 液相色谱法

### 1 范围

SN/T 1504 的本部分规定了食品容器、包装用聚丙烯均聚物中酚类抗氧化剂和芥酸酰胺爽滑剂的测定。

本部分适用于食品容器、包装用聚丙烯均聚物中酚类抗氧化剂和芥酸酰胺爽滑剂的液相色谱分离和测定。

### 2 方法提要

将聚丙烯研磨成粒径 20 目粉末,然后用二氯甲烷和环己烷(75+25)的混合液回流萃取或超声萃取,萃取液用液相色谱分离,内标法测定。

### 3 试剂和溶液

- 3.1 2(2'-羟基-5'-甲基苯基)苯并噻唑(Tinuvin-P),99%。
- 3.2 维生素 E(Vitamin E)。
- 3.3 芥酸酰胺(Erucamide),99%。
- 3.4 三(2,4-二叔丁基苯基)亚磷酸酯(Irganox 168),99%。
- 3.5 四(3,5-二叔丁基-4-羟基)苯丙酸季戊四醇酯(Irganox 1010),99%。
- 3.6  $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)丙酸正十八醇酯(Irganox 1076),99%。
- 3.7 1,3,5-三(3,5-二叔丁基-4-羟基苯基)异氰尿酸(Irganox 3114),99%。
- 3.8 二氯甲烷:色谱纯。
- 3.9 环己烷:色谱纯。
- 3.10 T-P 内标溶液:在二氯甲烷-环己烷(75+25)混合溶液中加入 Tinuvin-P 内标物,配制成质量浓度为 51.8 mg/L 的溶液。
- 3.11 水:通高纯氮气脱气或真空过滤脱气。
- 3.12 乙腈:色谱纯。
- 3.13 异丙醇:色谱纯。

注:二氯甲烷和环己烷易燃,萃取过程是在通风橱内进行。

### 4 仪器

- 4.1 液相色谱仪:装有紫外检测器、柱加热系统和梯度洗脱装置,配有 10  $\mu$ L 的样品进样阀。
- 4.2 磨:装有 20 目的筛子及水冷却系统,以防止抗氧化剂的热分解。
- 4.3 回流萃取装置:由冷凝管(24/40 玻璃磨口)、125 mL 平底烧瓶(带有 24/40 玻璃磨口)及带有磁力搅拌功能的加热板组成,试样萃取装置参见附录 A 中的图 A.1。
- 4.4 超声水浴仪:超声水浴器,带有 24/40 玻璃磨口的 125 mL 平底烧瓶,24/40 磨口玻璃塞。

4.5 过滤装置:聚四氟乙烯过滤盘,适用于非水溶液(孔径 0.45 μm 或更小),配有 5 mL 的注射器。  
过滤装置在进行空白试验时,液相色谱应无杂质峰出现。

4.6 分析天平:感量 0.000 1 g。

5 液相色谱仪条件

5.1 色谱柱:反相 C<sub>18</sub>, 5 μm, 150 mm×4.6 mm。

5.2 检测器:紫外检测器波长设于 200 nm。

5.3 流速:1.5 mL/min。

5.4 梯度洗脱程序:

- a) 初始流动相条件:乙腈-水(体积比,75+25)。
- b) 终止流动相条件:100%乙腈。
- c) 梯度长度:5 min 或可使得待测组分完全分离并在 20 min 或更短的时间内形成完整色谱图的梯度长度。梯度曲线:直线。
- d) 保持 100%乙腈 10 min 或可使全部待测组分洗脱出来的时间长度。
- e) 于 15.1 min 将流动相配比调回到乙腈:水=75:25,流速 1.5 mL/min,保持 5 min。

5.5 温度:柱温为 50 ℃。

5.6 进样量:10 μL,依据样品含量或液相色谱系统适当减少进样量。

6 分析步骤

6.1 样品制备

6.1.1 用磨(4.2)将样品研磨至粒径 20 目。

研磨试样 7 g~8 g,应尽可能地缩短研磨时间,以避免聚合物中添加剂的热分解。

6.1.2 回流萃取:称量 5 g±0.01 g 样品于 125 mL 的平底烧瓶中,加入搅拌棒,移入 50.0 mL T-P 内标溶液(3.4),用回流装置回流搅拌下煮沸 90 min。

6.1.3 超声水浴萃取:称取 5 g±0.01 g 样品于 125 mL 的平底烧瓶中,移入 50.0 mL 内标溶液(3.4),盖上瓶盖,在超声水浴中萃取 90 min。

6.1.4 将平底烧瓶从加热板上取下(仍连有回流冷凝装置),将溶液冷却至室温。

6.1.5 将过滤盘装于 5 mL 针头的医用注射器上,向注射器中轻轻倒入 4 mL 的萃取溶液,插入活塞轻轻加压,将萃取液过滤到小样品瓶中。样品萃取的最后制备参见附录 A 中的图 A.2。

6.2 内标物校准

6.2.1 精确称取 50 mg±1 mg 待测组分于 125 mL 平底烧瓶中,加入 51.8 mg Tinuvin-P,用 5 mL~10 mL 热异丙醇溶解,移至 1 000 mL 容量瓶中,用异丙醇稀释至刻度,充分摇匀。

维生素 E 应在同一天配制使用并储存在棕色瓶中以免见光分解。

6.2.2 在如 5 所述的液相色谱仪条件下,通过进 10 μL 样品调节液相色谱检测器的响应值至恒定。

6.2.3 根据色谱峰面积,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<sub>f</sub> —— 相对响应因子;

c<sub>s</sub> —— 待测组分浓度,单位为毫克每升(mg/L);

- $A_s$  ——待测组分峰面积；  
 $c_{is}$  ——内标物浓度，单位为毫克每升(mg/L)；  
 $A_{is}$  ——内标物峰面积。

#### 6.2.4 重复三次进样得平均相对响应因子。

如 Tinuvin-P 可能是试样中的待测组分，则 Tinuvin-P 不能用作内标物。

### 6.3 测定

按液相色谱仪的条件 5 所述进行测定，典型色谱图参见附录 A 中的图 A.3。

## 7 结果计算

待测组分的含量以质量分数表示，按式(2)计算：

$$w = \frac{A \times R_f \times c_{is} \times V}{W \times A_{is}} \dots\dots\dots(2)$$

式中：

- $w$  ——待测组分的质量分数，以百万分之几表示；  
 $A$  ——试样中待测组分峰面积；  
 $R_f$  ——相对响应因子；  
 $c_{is}$  ——内标物浓度，单位为毫克每升(mg/L)；  
 $V$  ——加入的内标液体积，单位为毫升(mL)；  
 $W$  ——试样质量，单位为克(g)；  
 $A_{is}$  ——内标物峰面积。

## 8 精密度

11 个实验室按本标准方法对两种聚丙烯材料进行测定，测得酚类抗氧化剂和芥酸酰胺爽滑剂的含量水平和精密度见表 1。

表 1 聚丙烯中添加组分测试精密度

单位为毫克每千克

| 材料           | 目标值   | 平均值   | $S_r^a$ | $S_R^b$ | $r^c$ | $R^d$ |
|--------------|-------|-------|---------|---------|-------|-------|
| Vitamin E    | 1 000 | 1 110 | 64.2    | 64.2    | 180   | 180   |
| Erucamide    | 1 000 | 1 040 | 50.7    | 40.5    | 142   | 113   |
| Irgafos 168  | 1 000 | 1 060 | 94.9    | 94.9    | 266   | 266   |
| Irganox 1010 | 1 000 | 891   | 24.8    | 173     | 69.5  | 483   |
| Irganox 1076 | 1 000 | 1 110 | 42.5    | 127     | 119   | 355   |
| Irganox 3114 | 1 000 | 1 150 | 39      | 103     | 109   | 288   |

<sup>a</sup> 实验室内标准偏差的平均值；  
<sup>b</sup> 实验室间标准偏差的平均值；  
<sup>c</sup> 实验室内重复性=2.8 $S_r$ ；  
<sup>d</sup> 实验室间再现性=2.8 $S_R$ 。

附录 A  
(资料性附录)  
实验装置及色谱图

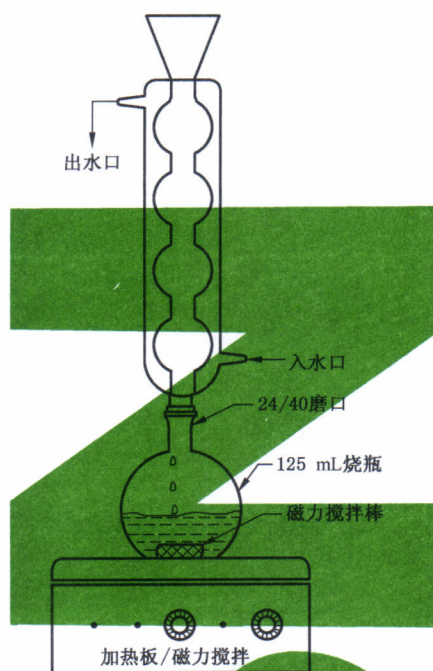


图 A.1 样品萃取装置

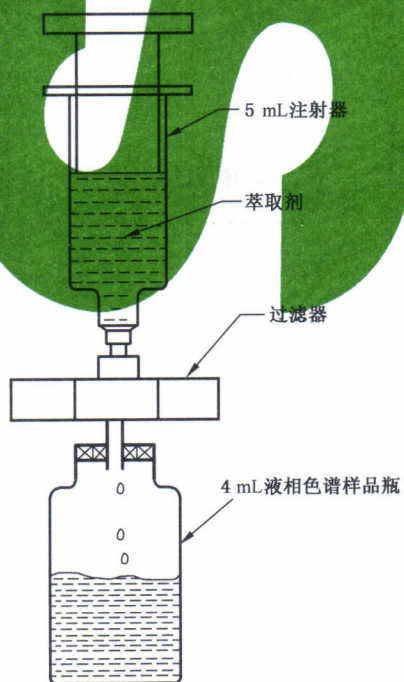
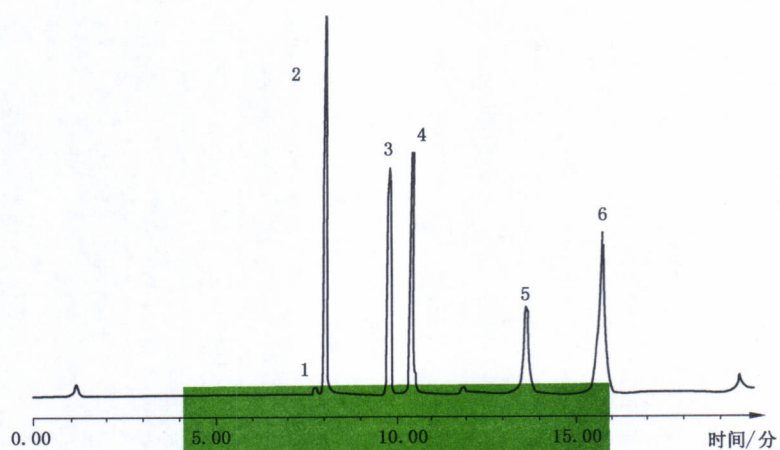


图 A.2 样品萃取液的最后制备



说明：

- 1——芥酸酰胺(Erucamide)；  
 2——1,3,5-三(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)异氰尿酸(Irganox 3114)；  
 3——四(3,5-二叔丁基-4-羟基)苯丙酸季戊四醇酯(Irganox 1010)；  
 4——维生素 E(Vitamin E)；  
 5—— $\beta$ -(3,5-二叔丁基-4-羟基苄基)丙酸正十八醇酯(Irganox 1076)；  
 6——三(2,4-二叔丁基苄基)亚磷酸酯(Irgafos 168)。

图 A.3 六种添加组分的液相色谱分离图

