

中华人民共和国国家标准

GB 31604.51—2021

食品安全国家标准
食品接触材料及制品
1,4-丁二醇迁移量的测定

2021-02-22 发布

2021-08-22 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国 家 市 场 监 督 管 理 总 局 发 布

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

1,4-丁二醇迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中 1,4-丁二醇迁移量的测定方法。

本标准适用于塑料、涂层、使用粘合剂和油墨的食品接触材料及制品中 1,4-丁二醇迁移量的测定。

2 原理

食品接触材料及制品采用食品模拟物或替代溶剂浸泡,1,4-丁二醇迁移到食品模拟物中,测定食品模拟物中 1,4-丁二醇的迁移量。水性、酸性和酒精类食品模拟物经甲醇稀释后检测,油脂类食品模拟物经甲醇萃取后检测。试液通过气相色谱柱分离,采用配置氢火焰离子化检测器(FID)的气相色谱仪检测,保留时间定性,外标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 橄榄油:须符合 GB 5009.156 中附录 A 的要求。
- 3.1.2 乙酸 ($C_2H_4O_2$)。
- 3.1.3 乙醇 (C_2H_6O)。
- 3.1.4 甲醇 (CH_4O)。
- 3.1.5 丙酮 (C_3H_6O)。

3.2 试剂配制

4%(体积分数)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液、20%(体积分数)乙醇溶液、50%(体积分数)乙醇溶液和 95%(体积分数)乙醇溶液的配制按 GB 5009.156 操作。

3.3 标准品

1,4-丁二醇($C_4H_{10}O_2$, CAS 号:110-63-4),纯度大于 99%,经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 储备液(1 000 mg/L)

准确称取 50 mg(精确到 0.1 mg)的 1,4-丁二醇标准物质,甲醇溶解后转移到 50 mL 容量瓶中,甲醇准确定容至刻度,充分摇匀后,静置,存储于玻璃试剂瓶中。此溶液在 0 ℃~4 ℃冰箱中保存,有效期为 3 个月。

3.4.2 标准中间液 1(10 mg/L)

准确移取 1.00 mL 1,4-丁二醇标准储备液(3.4.1)到 100 mL 容量瓶中,甲醇定容到刻度,摇匀,静置,现配现用。

3.4.3 标准中间液 2

分别准确移取 0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL 和 4.00 mL 储备液(3.4.1)于 6 个 10 mL 容量瓶中,丙酮定容,摇匀,静置,得到质量浓度分别为 40 mg/L、80 mg/L、120 mg/L、160 mg/L、200 mg/L 和 400 mg/L 的标准中间液,现配现用。

3.4.4 标准工作溶液

3.4.4.1 标准工作溶液[4%(体积分数)乙酸溶液、10%(体积分数)乙醇溶液、20%(体积分数)乙醇溶液和 50%(体积分数)乙醇溶液]

分别准确移取标准中间溶液 1(3.4.2)0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 和 2.00 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中,分别准确加入 2.0 mL 对应的食品模拟物,甲醇准确定容至刻度,充分摇匀后,静置。得到质量浓度分别为 0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 和 2.00 mg/L 的标准工作溶液,现配现用。

3.4.4.2 标准工作溶液(油脂类食品模拟物)

分别准确称取 2.0 g(精确到 0.001 g)油脂类食品模拟物橄榄油于 6 个具塞离心管中,分别加入 6 个不同质量浓度的油脂类食品模拟物标准中间溶液 2(3.4.3)各 50 μ L,充分摇匀后静置,得到质量浓度分别为 1.0 mg/kg、2.0 mg/kg、3.0 mg/kg、4.0 mg/kg、5.0 mg/kg 和 10.0 mg/kg 的标准工作溶液,分别加入 2.00 mL 甲醇溶液萃取,混匀,离心分层,取上层溶液通过 0.45 μ m 滤膜后待测。

3.4.4.3 标准工作溶液[替代溶剂(95%乙醇)]

分别准确移取标准中间溶液 1(3.4.2)0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 和 2.00 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中,分别准确加入 2.0 mL 95% 乙醇食品模拟物,甲醇准确定容至刻度,充分摇匀后,静置,得到质量浓度分别为 0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.60 mg/L、0.80 mg/L、1.00 mg/L 和 2.00 mg/L 的标准工作溶液,现配现用。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配置氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg 和感量 1 mg。

4.3 有机相微孔滤膜:0.45 μ m。

4.4 离心机:最高转速>3 000 r/min。

5 分析步骤

5.1 试液的制备

5.1.1 迁移试验

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的要求进行迁移试验。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试,应置于 4 ℃ 冰箱中避光保存。若进行下一步试验,应将浸泡液恢复至室温后使用。

5.1.2 浸泡液的处理

5.1.2.1 浸泡液的处理[4% (体积分数)乙酸溶液、10% (体积分数)乙醇溶液、20% (体积分数)乙醇溶液、50% (体积分数)]

准确移取迁移试验中得到的浸泡液 5.00 mL 于 25 mL 容量瓶中, 加入甲醇准确定容至刻度, 充分摇匀后, 静置待测。

5.1.2.2 油脂类食品模拟物的处理

准确称取迁移试验中得到的油脂类食品模拟物橄榄油 2.0g(精确到 0.001g)于具塞试管中,加入 50 μ L丙酮,再加入 2.00 mL 甲醇萃取,充分摇匀后,离心分层,取上层清液通过 0.45 μ m 滤膜后待测。

5.1.2.3 替代溶剂(95%乙醇)浸泡液的处理

准确移取迁移试验中得到的替代溶剂(95%乙醇)浸泡液 5.00 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入甲醇准确定容至刻度,充分摇匀后,静置,待测。

5.1.3 空白试液的制备

按 5.1.1 和 5.1.2 处理未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物、替代溶剂。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 色谱柱:聚乙二醇气相色谱柱:30 m×0.32 mm×0.25 μm(或等效色谱柱)。

5.2.2 进样口温度:250 °C(不分流进样)。

5.2.3 进样量: 1 μ L。

5.2.4 柱温升温程序:60 °C,保持 2 min,以 20 °C/min 到 240 °C,保持 5 min。

5.2.5 流速:1 mL/min。

5.2.6 检测器(FID)温度:260 °C;氢气流量:30 mL/min;空气流量:400 mL/min。

5.3 标准曲线的绘制

按照 5.2 所列的仪器参考条件,对标准工作溶液进行测定。以标准工作溶液中 1,4-丁二醇的质量浓度为横坐标,以对应的峰面积的响应值为纵坐标,绘制标准曲线。1,4-丁二醇在食品模拟物标准溶液的参考色谱图见附录 A。

5.4 试液的测定

按照 5.3 所列的仪器参考条件, 分别将试样溶液(5.1.2)和空白溶液(5.1.3)进行测定, 得到目标物峰面积, 从标准曲线计算试样溶液、空白溶液中 1,4-丁二醇的含量 c 、 c_0 。空白溶液中 1,4-丁二醇的含量 c_0 不应高于方法检出限质量浓度。

注：由于试样含少量水，建议根据实际检测情况定期维护设备。

6 分析结果的表述

6.1 食品接触材料及制品 1,4-丁二醇特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

食品接触材料及制品 1,4-丁二醇特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(1)计算。

式中：

X ——1,4-丁二醇的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——试样浸泡液中1,4-丁二醇的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c₀ ——空白浸泡液中1,4-丁二醇的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

V_1 ——迁移试验使用模拟物的体积或质量,单位为升(L)或千克(kg);

S_1 ——迁移试验中试样与模拟物接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

S_2 ——试样实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

V_2 ——试样实际使用中接触食品的体积或质量,单位为千克(kg);各种液态食品通常按密度为1 kg/L将其体积换算为相应的质量。

如样品的实际接触面积/体积比(即 S_2/V_2)未知,则按照每 6 dm^2 的试样面积与 1 kg 的食品接触进行计算。

结果至少保留 2 位有效数字。

6.2 密封用制品类食品接触材料及制品 1,4-丁二醇特定迁移量的计算(以 mg/件表示)

当预期用途未知时,密封制品类食品接触材料及制品 1,4-丁二醇特定迁移量以 mg/件表示时,按式(2)计算,需注明采用的迁移试验方法、迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

式中：

X ——1,4-丁二醇的特定迁移量,单位为毫克每件(mg/件);

c ——试样浸泡液中1,4-丁二醇的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c_0 ——空白浸泡液中 1,4-丁二醇的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

V ——试样浸泡液的体积或质量,单位为升(L)或千克(kg);

n ——浸泡用密封制品的数量,单位为件。

结果至少保留 2 位有效数字。

7 精密度

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 20%。

8 其他

本方法的检出限为 0.3 mg/kg, 定量限 1.0 mg/kg。当迁移试验中 S/V 与实际使用情形下 S/V 相同时, 本方法对各食品模拟物、化学替代溶剂中 1,4-丁二醇的检出限均为 0.3 mg/kg, 定量限为 1.0 mg/kg; 当迁移试验中 S/V 与实际使用情形下 S/V 不同时, 本方法 1,4-丁二醇对各食品模拟物、化学替代溶剂中 1,4-丁二醇的检出限和定量限按第 6 章进行计算。

附录 A
1,4-丁二醇标准溶液色谱图

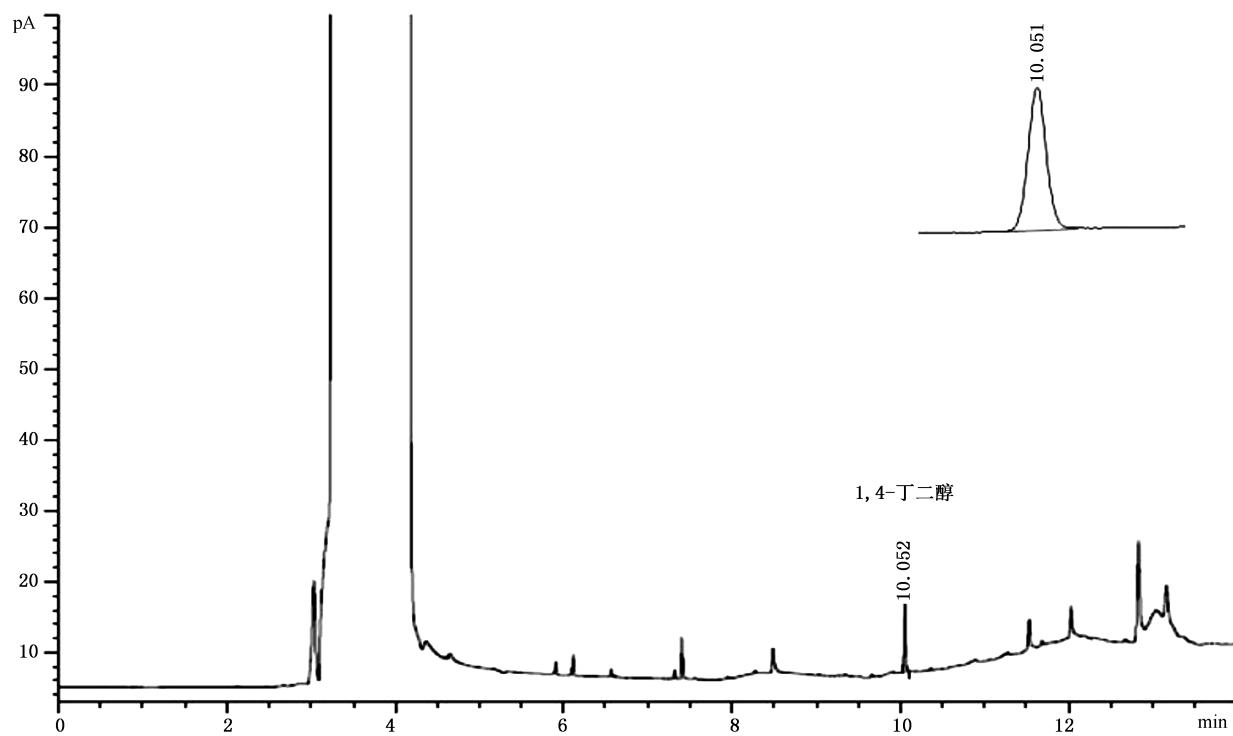


图 A.1 水食品模拟物中 1,4-丁二醇标准溶液(5 mg/kg)的色谱图

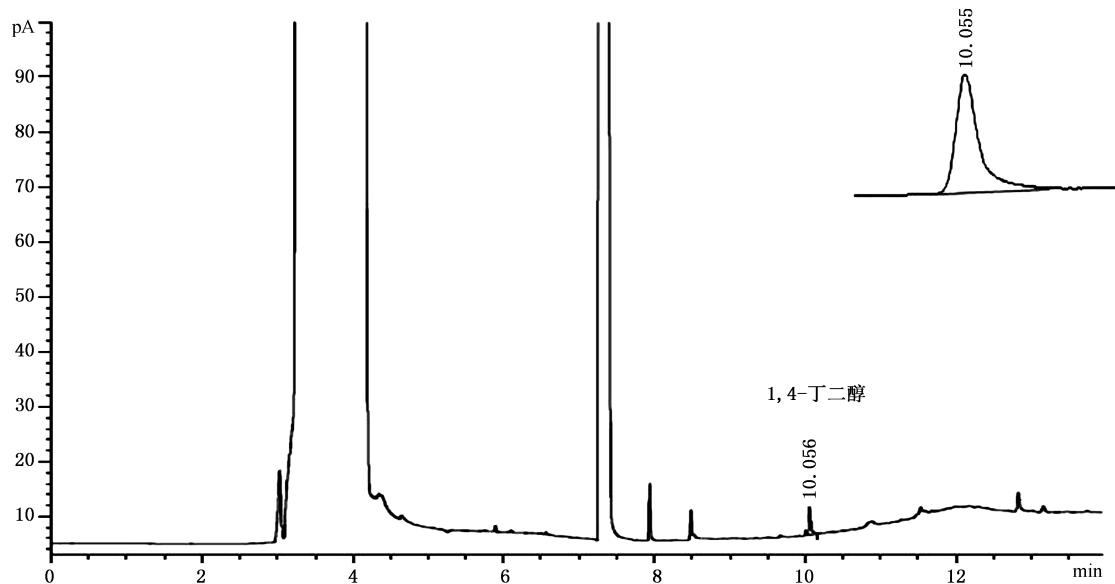


图 A.2 4%乙酸食品模拟物中 1,4-丁二醇标准溶液(5 mg/kg)的色谱图

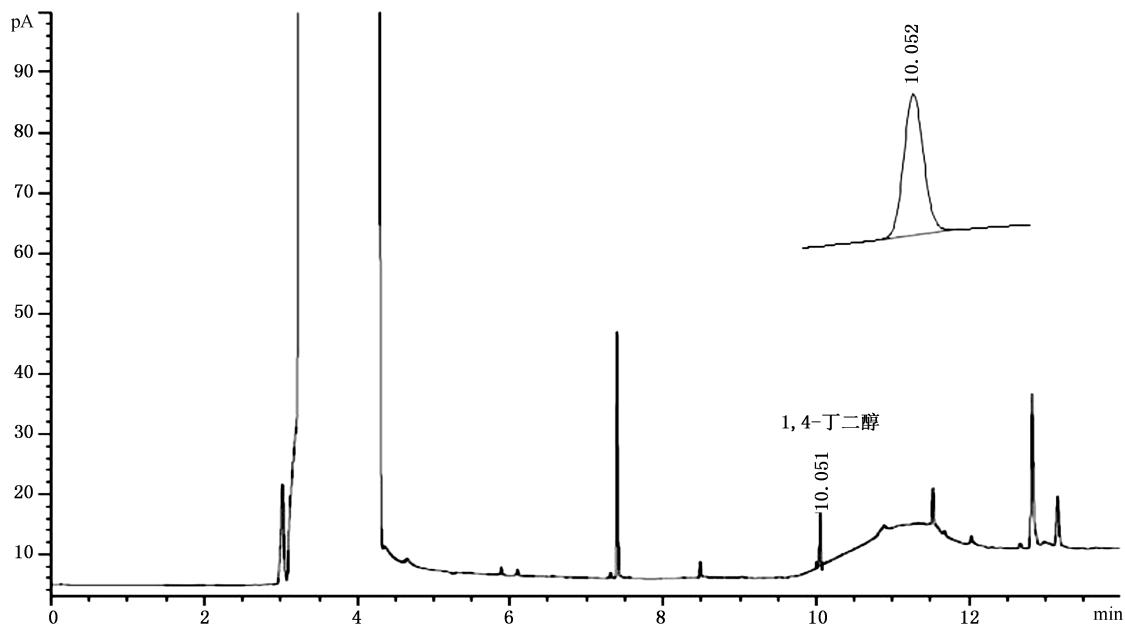


图 A.3 10%乙醇食品模拟物中 1,4-丁二醇标准溶液(5 mg/kg)的色谱图

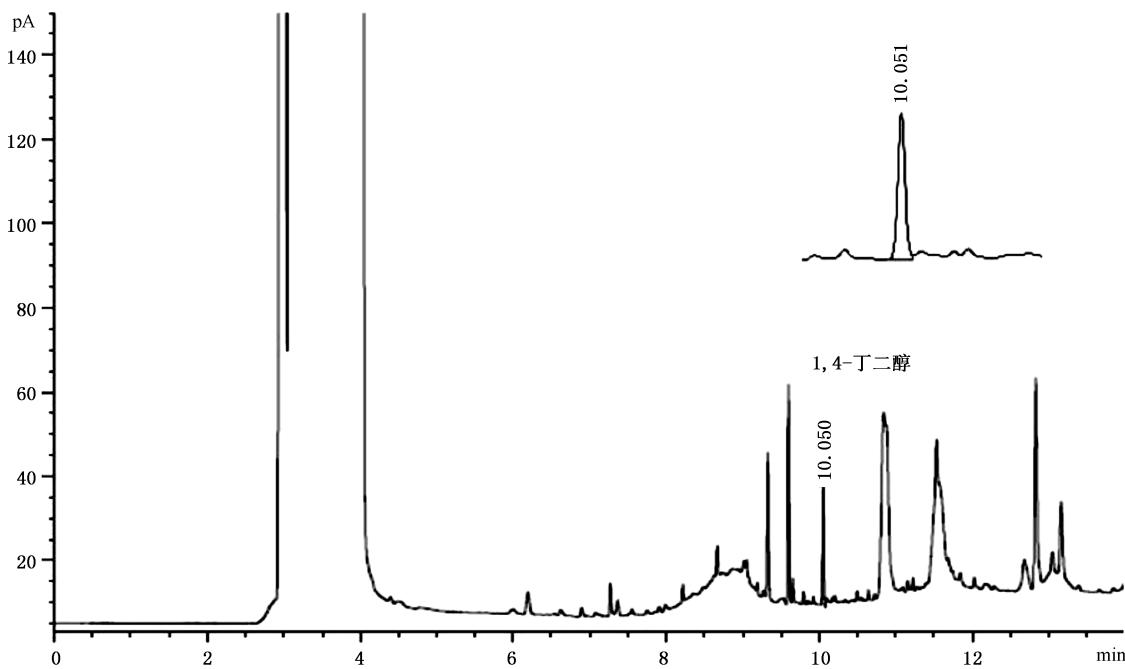


图 A.4 油脂类食品模拟物橄榄油甲醇萃取液中 1,4-丁二醇标准溶液(5 mg/kg)的色谱图