

上海市食品接触材料协会团体标准

食品接触材料及制品 间苯二甲酸 迁移量的测定

Determination of migration of isophthalic acid in food contact materials
and products

(征求意见稿)

2021-XX-XX 发布

2021-XX-XX 实施

上海市食品接触材料协会 发布

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。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由上海市食品接触材料协会提出。

本文件由上海市食品接触材料协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

食品接触材料及制品 间苯二甲酸迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定方法。

本文件适用于食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量的测定。

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采用食品模拟物或化学替代溶剂浸泡，间苯二甲酸迁移到浸泡液中，水基、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）采用直接进样进行测定，油脂类食品模拟物通过水萃取后进行测定，通过高效液相色谱柱分离，保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

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。

4.1.1 甲醇（CH₃OH）：色谱纯。

4.1.2 冰乙酸（CH₃COOH）。

4.1.3 乙醇（CH₃CH₂OH）。

4.1.4 磷酸（H₃PO₄）。

4.1.5 磷酸二氢钾（KH₂PO₄）。

4.1.6 橄榄油：化学纯。

4.2 试剂配制

4.2.1 水基、酸性、酒精类、油脂类食品模拟物及化学替代溶剂：按照 GB 5009.156 配制。

4.2.2 磷酸缓冲溶液（0.005 mol/L，pH=3）：称取 690 mg 磷酸二氢钾，用 900 mL 水溶解，加入 0.4 mL 磷酸，溶解后定容到 1000 mL，水浴超声 30 min，供 HPLC 用。

4.3 标准品

4.3.1 间苯二甲酸标准品（CAS No: 121-91-5），纯度>99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.4 标准溶液

4.4.1 标准储备液（1000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确到 0.01 mg）间苯二甲酸标准品（4.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度。摇匀，4℃保存。

4.4.2 水基、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂标准工作溶液：

准确移取标准储备液（4.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度，混匀，得到 100 mg/L 的标准中间溶液。分别移取上述标准中间溶液 0.04 mL，0.10 mL，0.20 mL，0.40 mL，0.80 mL，1.60 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中，用相应食品模拟物定容，混匀，配制成浓度为：0.4 mg/L，1.0 mg/L，2.0 mg/L，4.0 mg/L，8.0 mg/L，16.0 mg/L 的标准工作溶液。使用前配制。

4.4.4 油脂类食品模拟物标准工作溶液

分别准确移取标准储备液（4.4.1）0.10 mL，0.25 mL，0.50 mL，1.00 mL，2.00 mL，4.00 mL 于 6 个 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容，摇匀。得到质量浓度分别为 10 mg/L，25 mg/L，50 mg/L，100 mg/L，200 mg/L，400 mg/L 的标准中间溶液。

分别称取油脂类食品模拟物 2.00 g 于 6 个离心管中，分别准确移入上述标准中间溶液 0.08 mL 得到浓度分别为 0.4 mg/kg，1.0 mg/kg，2.0 mg/kg，4.0 mg/kg，8.0 mg/kg，16.0 mg/kg 的标准工作溶液。分别加入 2.0 mL 水摇匀，置于离心机中离心 5 min，取下层溶液约 1 mL，过 0.45 μm 滤膜，待测。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪：配二极管阵列检测器（PDA）。

5.2 分析天平：感量为 0.1 mg、0.01 mg。

5.3 有机相微孔滤膜：0.45 μm。

6 分析步骤

6.1 样品迁移试验

本标准迁移试验采用 4% 乙酸，10% 乙醇，20% 乙醇，50% 乙醇食品模拟物，化学替代溶剂（95% 乙醇）以及油脂类食品模拟物（橄榄油）。

迁移实验的条件选择及操作步骤按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的规定。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。测试前，应将浸泡液恢复至室温后进行下一步试验。

6.2 试液制备

取迁移试验中获得的水基、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂约 1 mL，经过 0.45 μm 有机相滤膜过滤后，待测。

称取 2.00 g（精确到 0.001）油脂类食品模拟物于离心管中，加入 2.0 mL 水摇匀，置于离心机中离心 5 min，静置，取下层溶液约 1 mL 经 0.45 μm 有机相滤膜过滤后，待测。

未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物作为空白试液。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件：

- a) 色谱柱: C₁₈柱 (150 mm×4.6 mm, 5 μm), 或等效色谱柱;
- b) 流动相: 甲醇: 磷酸缓冲溶液(v/v)=40:60;
- c) 流速: 1.0 mL/min;
- d) 检测器扫描波长: 210~400 nm;
- e) 检测器定量波长: 230 nm;
- f) 柱温: 30℃;
- g) 进样量: 30 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。以标准工作液中间苯二甲酸浓度为横坐标, 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中的A.1。

6.3.3 试液的测定

按照6.3.1所列参考色谱条件, 对空白试液和样品试液 (6.2) 依次进样测定, 根据保留时间定性, 采用外标法定量。

7 分析结果的表述

7.1 食品接触材料及制品间苯二甲酸特定迁移量的计算 (以mg/kg表示)

食品接触材料及制品中间苯二甲酸迁移量以mg/kg表示时, 按式 (1) 进行计算:

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1}{S_1} \times \frac{S_2}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X——间苯二甲酸的特定迁移量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);

c——试样浸泡液中间苯二甲酸的含量, 单位为毫克每升 (mg/L) 或毫克每千克 (mg/kg);

c₀——空白浸泡液中间苯二甲酸的含量, 单位为毫克每升 (mg/L) 或毫克每千克 (mg/kg);

V₁——迁移试验使用模拟物的体积或质量, 单位为升 (L) 或千克 (kg);

S₁——迁移试验中试样与模拟物接触的面积, 单位为平方分米 (dm²);

S₂——试样实际使用中与食品接触的面积, 单位为平方分米 (dm²);

V₂——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S₂/V₂) 未知, 则按照每6 dm²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。

7.2 密封用制品类食品接触材料及制品间苯二甲酸特定迁移量的计算 (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中间苯二甲酸特定迁移量以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。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

X ——间苯二甲酸特定迁移量,单位为毫克每件(mg/件);

c ——试样浸泡液中间苯二甲酸的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c_0 ——空白浸泡液中间苯二甲酸的含量,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,单位件。

结果至少保留2位有效数字。

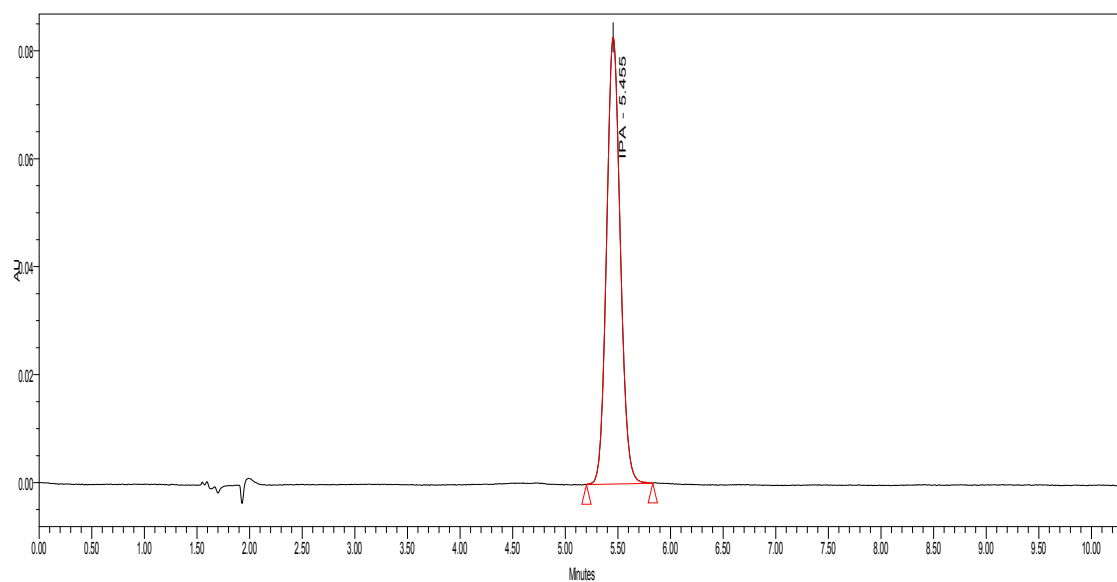
8 精密度

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10%。

9 其他

本方法对水基、酸性、酒精类、油脂类食品模拟物及化学替代溶剂中间苯二甲酸的检出限为0.4 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 相同时,本方法对各食品模拟物中间苯二甲酸的检出限均为0.4 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,本方法对各食品模拟物中间苯二甲酸的检出限和定量限按第7章进行计算。

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 间苯二甲酸标准溶液的液相色谱图 (16 mg/L)