

上海市食品接触材料协会团体标准

食品接触材料及制品 丙二醇甲醚乙酸酯 迁移量的测定

Determination of migration of 2-Acetoxy-1-methoxypropane in food
contact materials and products

(征求意见稿)

202X-XX-XX 发布

202X-XX-XX 实施

上海市食品接触材料协会 发布

前 言

本文件参照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 丙二醇甲醚乙酸酯迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中丙二醇甲醚乙酸酯迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中丙二醇甲醚乙酸酯迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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，丙二醇甲醚乙酸酯迁移到食品模拟物中，对水、4%（体积分数）乙酸、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇和玉米油食品模拟物中的丙二醇甲醚乙酸酯采用顶空进样；对于化学替代溶剂95%（体积分数）乙醇和异辛烷采用液体进样，气相色谱质谱测定，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

4.1.1 N,N-二甲基乙酰胺（DMAC）：色谱纯。

4.1.2 乙酸（CH₃COOH）。

4.1.3 乙醇（C₂H₅OH）。

4.1.4 玉米油：须符合 GB 5009.156 中附录 A 的要求。

4.1.5 异辛烷（C₈H₁₈）。

4.1.6 水：GB/T 6682 规定的一级水。

4.2 试剂配制

水、酸性、酒精类、含油脂食品模拟物或化学替代溶剂（异辛烷或 95%乙醇）：按照 GB 5009.156 配制。

4.3 标准品

丙二醇甲醚乙酸酯标准品（CAS No: 108-65-6），纯度 $\geq 98\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.4 丙二醇甲醚乙酸酯标准溶液配制

4.4.1 丙二醇甲醚乙酸酯标准储备液（1000 mg/L）

准确称取10 mg（精确到0.01mg）丙二醇甲醚乙酸酯标准品（4.3），用DMAC溶解后转移至10mL容量瓶中，定容至刻度，摇匀。于0℃~4℃保存，有效期3个月。

4.4.2 丙二醇甲醚乙酸酯标准中间溶液（100 mg/L）

准确移取1.00mL标准储备液（4.4.1）于10mL容量瓶中，用DMAC定容至刻度，摇匀，于0℃~4℃保存，有效期3个月。

4.4.3 丙二醇甲醚乙酸酯标准工作溶液

分别移取0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL的标准中间溶液（4.4.2）于10 mL容量瓶中，用DMAC定容，混匀，配制成浓度为：1.0 mg/L，2.0 mg/L，4.0 mg/L，6.0 mg/L，8.0 mg/L，10.0 mg/L，现配现用。

4.4.4 丙二醇甲醚乙酸酯水、酸性、酒精类食品模拟物介质标准工作溶液

分别用移液管分别移取5.0 mL水、酸性、酒精类食品模拟物于6个顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入50 μ L丙二醇甲醚乙酸酯标准工作溶液（4.4.3），混匀，顶空瓶中丙二醇甲醚乙酸酯的浓度为0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L。

4.4.5 丙二醇甲醚乙酸酯含油脂食品模拟物标准工作溶液

分别称取5.0 g（精确到0.01g）玉米油于6个顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入50 μ L丙二醇甲醚乙酸酯标准工作溶液（4.4.3），混匀，顶空瓶中丙二醇甲醚乙酸酯的浓度为0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.04 mg/kg、0.06 mg/kg、0.08 mg/kg、0.10 mg/kg。

4.4.6 丙二醇甲醚乙酸酯化学替代模拟物标准工作溶液

分别用微量注射器透过隔垫依次加入50 μ L丙二醇甲醚乙酸酯标准工作溶液（4.4.3）于6个5 mL容量瓶中，用化学替代模拟物（异辛烷或乙醇）定容，混匀，容量瓶中丙二醇甲醚乙酸酯的浓度为0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱质谱仪：EI 离子源，配备顶空进样器和液体进样器。

5.2 分析天平：感量为0.001 g、0.01 mg。

6 分析步骤

6.1 食品模拟物的制备

6.1.1 总则

本标准迁移试验采用水、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物、含油脂食品模拟物或化学替代溶剂（异辛烷或95%乙醇）。

6.1.2 迁移试验

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。迁移试验所得食品模拟物试液如不能立即测试，应置于 0 °C~4 °C 冰箱中密封保存 1 周。测试前，应将食品模拟物浸泡液恢复至室温后进行下一步试验。

6.2 试液制备

6.2.1 水、酸性、酒精类食品模拟物试液

准确移取 5.0 mL 浸泡液于 20 mL 顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封，用微量注射器透过隔垫加入 50 μL 的 DMAC，混匀待测。

6.2.2 含油脂食品模拟物试液

准确称取 5.0 g（精确至 0.001 g）玉米油浸泡液至顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封，用微量注射器透过隔垫加入 50 μL 的 DMAC，混匀待测。

6.2.3 化学替代试剂试液

准确吸取化学替代试剂浸泡液约 1.0 mL 于进样小瓶中，立即用盖密封，混匀待测。

6.2.4 空白试液

按照 6.2.1、6.2.2 或 6.2.3 未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物或化学替代溶剂试液。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件

顶空进样器条件(除油基模拟物和化学替代溶剂)

- a) 样品平衡时间：30 min；
- b) 顶空瓶温度：80 °C；
- c) 定量环温度：90 °C；
- d) 传输线温度：100 °C；
- e) 压力平衡时间：0.1 min；
- f) 进样时间：0.1 min；

顶空进样器条件(油基食品模拟物)

- a) 样品平衡时间：30 min；
- b) 顶空瓶温度：140 °C；

- c) 定量环温度: 150 °C;
 d) 传输线温度: 160 °C;
 e) 压力平衡时间: 0.1 min;
 f) 进样时间: 0.1 min;

气相和质谱参考条件

- a) 6%氰丙基苯基94%二甲基硅氧烷色谱柱, 柱长30 m, 内径0.32mm, 膜厚1.8 μm, 或等效色谱柱;
 b) 程序升温: 40 °C保持3 min, 2 °C/min升温到70 °C, 保持0 min, 20 °C/min升温到180 °C, 保持1.5 min。
 c) 进样口温度: 250 °C;
 d) 载气: 氦气, 纯度≥99.999%, 流速: 1mL/min;
 e) 进样量: 1mL (顶空进样器)或1μL (液体进样器); 不分流进样;
 f) 离子化方式: EI;
 g) 离子化电压: 70 eV。
 h) 丙二醇甲醚乙酸酯质谱定性离子和定量离子如表1所示:

表1 丙二醇甲醚乙酸酯 CAS 号、特征离子和定量离子

序号	名称	CAS 号	特征离子碎片 (m/z)	
			定性	定量
1	丙二醇甲醚乙酸酯	108-65-6	43,45,87	43

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。以标准工作液中丙二醇甲醚乙酸酯浓度为横坐标, 单位以“mg/L或mg/kg”表示, 以丙二醇甲醚乙酸酯定量离子峰面积为纵坐标, 绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录A中的图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。

6.3.4 定性

试样待测液和标准品的选择离子在相同保留时间处 (±0.5%) 出现, 并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致, 其丰度比与标准品相比应符合表2, 可定性确证目标分析物。丙二醇甲醚乙酸酯定性离子和定量离子见表1。

表2 离子相对丰度比最大允许偏差

项目	要求			
相对离子丰度/%	>50	20-50	10-20	≤10
最大允许偏差/%	±10	±15	±20	±50

7 分析结果的表述

7.1 非密封制品类食品接触材料及制品丙二醇甲醚乙酸酯特定迁移量的计算 (以 mg/kg 表示)

对于除了盖子、密封圈、连接件等密封制品（以下简称密封制品）以外的食品接触材料及制品，丙二醇甲醚乙酸酯迁移量以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——丙二醇甲醚乙酸酯的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——样品试液中丙二醇甲醚乙酸酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c₀——空白试液中丙二醇甲醚乙酸酯的含量，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1kg/L将其体积换算为相应的质量。

结果至少保留2位有效数字。

7.2 密封制品类食品接触材料及制品丙二醇甲醚乙酸酯特定迁移量的计算（以mg/kg表示）

当密封制品预期用途已知时，按预期密封的容器的实际容量计算，以mg/kg表示，按式（2）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1}{S_1} \times \frac{S_2}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X——丙二醇甲醚乙酸酯的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——样品试液中丙二醇甲醚乙酸酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c₀——空白试液中丙二醇甲醚乙酸酯的含量，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——迁移试验中密封制品与模拟物接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

S₂——密封制品实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

V₂——密封制品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。

结果至少保留2位有效数字。

7.3 密封制品类食品接触材料及制品丙二醇甲醚乙酸酯特定迁移量的计算（以mg/件表示）

当密封制品预期用途未知时，密封制品类食品接触材料及制品中丙二醇甲醚乙酸酯特定迁移量以mg/件表示时，按式（3）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。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X——丙二醇甲醚乙酸酯特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

T/SAFCM XXXXX

c ——样品试液中丙二醇甲醚乙酸酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中丙二醇甲醚乙酸酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V ——样品试液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

n ——迁移用密封制品的数量，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

水、酸性、酒精类以及玉米油食品模拟物、化学替代溶剂（异辛烷或95%乙醇）中丙二醇甲醚乙酸酯的检出限为0.01mg/kg，定量限为0.02 mg/kg。

附录 A

(资料性附录)

丙二醇甲醚乙酸酯标准品的气相质谱色谱图

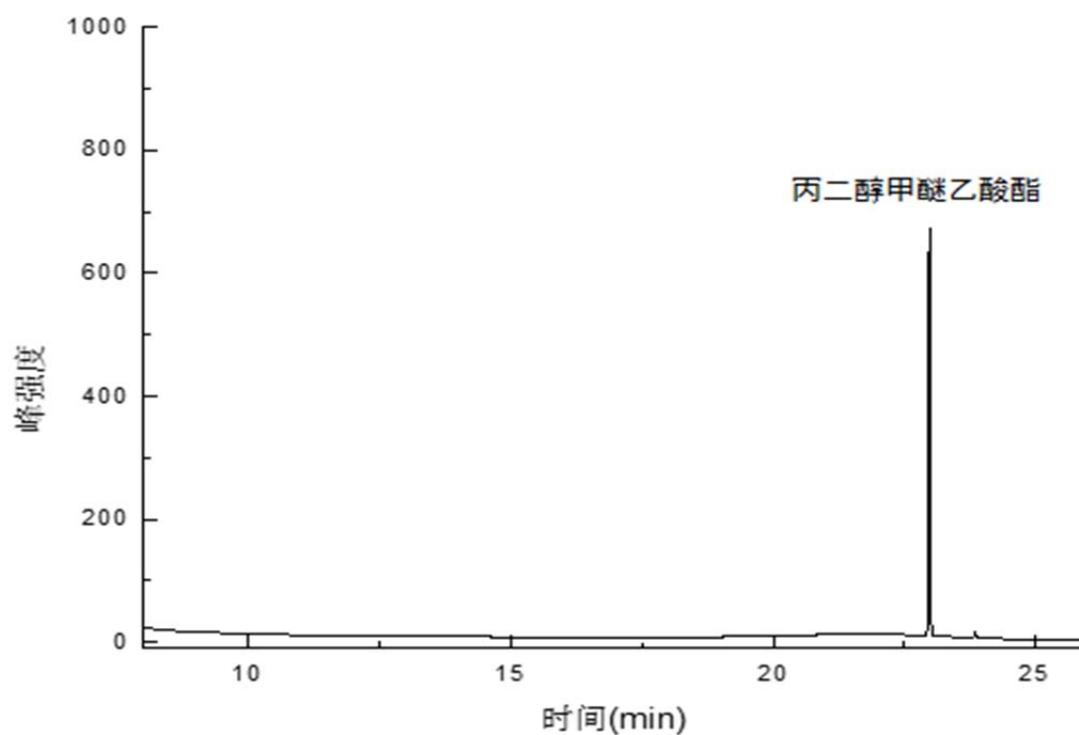


图1 丙二醇甲醚乙酸酯标准品的气相质谱色谱图 (水模拟物, 0.10mg/kg)