

上海市食品接触材料协会团体标准

食品接触材料及制品 1,4-二氯苯 迁移量的测定

Determination of Migration of 1,4-Dichlorobenzene 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 1,4-二氯苯迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中1,4-二氯苯迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中1,4-二氯苯迁移量的测定。

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（95%乙醇）浸泡，1,4-二氯苯迁移到浸泡液中，水、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）经过滤后直接进样，含油脂食品模拟物橄榄油经甲醇萃取后，过滤，采用配置有紫外检测器的液相色谱仪检测，保留时间定性，外标法定量。

4 试剂和材料

水为GB/T 6682规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 甲醇（ CH_3OH ）：色谱纯。

4.1.2 乙酸（ CH_3COOH ）：分析纯。

4.1.3 乙醇（ $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ ）：分析纯。

4.1.4 橄榄油：须符合GB 5009.156中附录A的要求。

4.2 试剂配制

水、酸性、酒精类食品模拟物：按照GB 5009.156的规定配制。

4.3 标准品

1,4-二氯苯标准品（CAS No: 106-46-7），纯度 $>98\%$ ，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（1000mg/L）

准确称取 10mg（精确到 0.01mg）1,4-二氯苯标准品（4.3），用甲醇溶解，转移至 10mL 容量瓶，定容至刻度，摇匀。于 0℃~4℃冰箱中密封保存，有效期 6 个月。

4.4.2 标准中间溶液 1（100 mg/L）

准确移取 1.00 mL 标准储备液（4.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀，得到 100 mg/L 的标准中间溶液。现配现用。

4.4.3 标准中间溶液 2

分别准确移取标准储备液（4.4.1）0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.60 mL、3.20 mL 于 6 个 10mL 容量瓶中，用甲醇定容，摇匀。得到质量浓度分别为 10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、80 mg/L、160 mg/L、320 mg/L 的标准中间溶液。现配现用。

4.4.4 水、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）标准工作溶液

分别移取上述标准中间溶液 1（4.4.2）0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.60 mL 于 6 个 10mL 容量瓶中，用相应食品模拟物或化学替代溶剂（95%乙醇）定容，摇匀，配制成浓度为 0.5 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。现配现用。

4.4.5 含油脂食品模拟物标准工作溶液

分别称取橄榄油 2.0 g（精确到 1 mg）于 6 个离心管中，分别准确移入上述标准中间溶液 2（4.4.3）0.10 mL 得到浓度为 0.5 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，混匀。分别加入 2.0 mL 甲醇萃取，置于离心机中离心 5 min，静置，取上层溶液约 1 mL，经 0.45 μm 滤膜过滤后，待测。现配现用。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱仪：配紫外检测器。
- 5.2 分析天平：感量为 0.1mg，0.01mg。
- 5.3 离心机：最高转速 > 3000 r/min。
- 5.4 微孔滤膜：0.45μm。

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、含油脂食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）。

6.1.2 迁移试验

迁移试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0℃~4℃冰箱中密封保存，有效期1周。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

6.2.1 水、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）试液

取迁移试验所得的水、酸性、酒精类食品模拟物或化学替代溶剂（95%乙醇）浸泡液约1 mL，经0.45 μm滤膜过滤后，待测。

6.2.2 含油脂食品模拟物试液

称取2.0 g（精确到1 mg）橄榄油浸泡液于离心管中，加入2.0 mL甲醇萃取，置于离心机中离心5 min，静置，取上层溶液约1 mL，经0.45 μm滤膜过滤后，待测。

6.2.3 空白试液

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（95%乙醇），分别按照6.2.1、6.2.2处理，得到空白试液。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件

- a) 色谱柱：C₁₈柱，柱长150 mm，内径4.6 mm，粒径5 μm，或等效色谱柱；
- b) 流动相：甲醇：水(v/v)=70:30；
- c) 流速：1.0 mL/min；
- d) 检测波长：223 nm；
- e) 柱温：35℃；
- f) 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1,4-二氯苯浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。1,4-二氯苯的参考色谱图见附录A中图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）依次进行测定，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 非密封制品类食品接触材料及制品 1,4-二氯苯特定迁移量的计算（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，1,4-二氯苯特定迁移量以 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 ——1,4-二氯苯的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样品试液中1,4-二氯苯的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c_0 ——空白试液中1,4-二氯苯的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

V_1 ——迁移试验中试样浸泡液体积,单位为升(L)或千克(kg);

S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm²);

S_2 ——试样实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm²);

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。

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 1,4-二氯苯特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

当预期用途已知时,密封制品类食品接触材料及制品中1,4-二氯苯特定迁移量以 mg/kg表示时,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 ——1,4-二氯苯的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——样品试液中1,4-二氯苯的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c_0 ——空白试液中1,4-二氯苯的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

V_1 ——迁移试验中试样浸泡液体积,单位为升(L)或千克(kg);

S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm²);

S_2 ——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);

V_2 ——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 1,4-二氯苯特定迁移量的计算(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1,4-二氯苯特定迁移量以mg/件表示时,按式(3)进行计算,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 ——1,4-二氯苯特定迁移量,单位为毫克每件(mg/件);

c ——样品试液中1,4-二氯苯的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

c_0 ——空白试液中1,4-二氯苯的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

V ——迁移试验中试样浸泡液体积,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。

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、酸性、酒精类、含油脂食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）中1,4-二氯苯迁移量的检出限为0.5mg/kg，定量限为1.0 mg/kg。

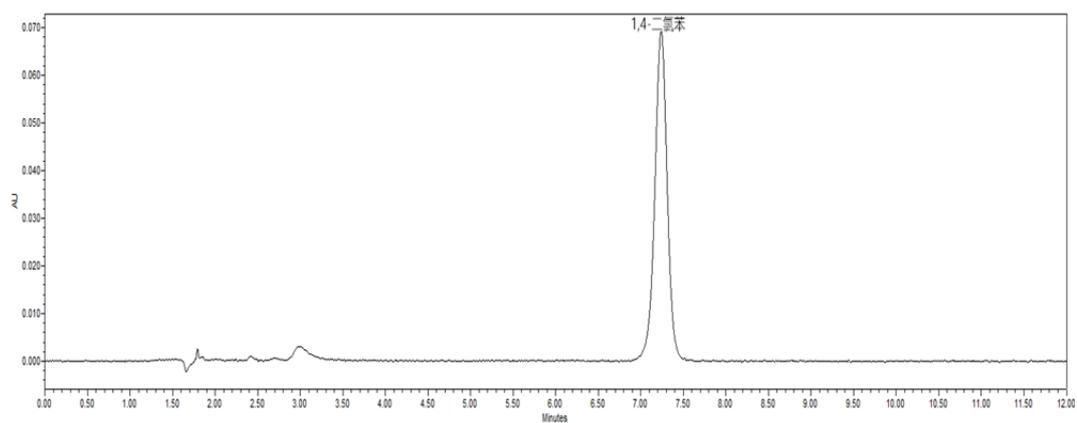
附 录 A

（资料性附录）

1, 4-二氯苯的参考色谱图

1, 4-二氯苯的参考色谱图见图A. 1。

T/SAFCM XXXXX



图A.1 1,4-二氯苯的参考色谱图（20%乙醇食品模拟物，5mg/L）