

中华人民共和国国家标准

GB 31604.8—2021

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 总迁移量的测定

2021-09-07 发布

2022-03-07 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

前 言

本标准代替 GB 31604.8—2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 总迁移量的测定》。

本标准与 GB 31604.8—2016 相比,主要变化如下:

- 修改了标准适用范围;
- 修改了精密度要求;
- 增加了“第二部分 橄榄油中总迁移量的测定”。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 总迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品总迁移量的测定方法。
本标准适用于食品接触材料及制品总迁移量的测定。

第一部分 水基食品模拟物、化学替代溶剂中总迁移量的测定

2 原理

试样采用水基食品模拟物、化学替代溶剂[如正己烷、异辛烷、95%(体积分数)乙醇溶液、正庚烷],在选定的迁移试验条件下进行迁移试验,将迁移试验所得浸泡液蒸发并干燥后,扣除相应空白得到试样向水基食品模拟物、化学替代溶剂迁移的所有非挥发性物质的总量。

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 规定的二级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 无水乙醇(C_2H_6O)。
- 3.1.2 乙酸($C_2H_4O_2$)。
- 3.1.3 三氯甲烷($CHCl_3$)。
- 3.1.4 正己烷(C_6H_{14})。
- 3.1.5 异辛烷(C_8H_{18})。
- 3.1.6 95%乙醇。
- 3.1.7 正庚烷(C_7H_{16})。

3.2 试剂配制

水基食品模拟物的配制:GB 31604.1 中水性食品或酒精饮料所对应的 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)乙醇溶液的配制按 GB 5009.156 操作。

3.3 材料

- 3.3.1 蒸发皿:玻璃或陶瓷,50 mL~250 mL。
- 3.3.2 玻璃干燥器:配有硅胶或无水氯化钙等干燥剂。
- 3.3.3 滤纸:定性滤纸,快速。

3.3.4 无尘擦拭纸。

4 仪器和设备

4.1 天平:感量为 0.1 mg。

4.2 电热恒温干燥箱。

4.3 电热恒温水浴锅或其他电热设备。

5 分析步骤

5.1 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。

5.2 水基食品模拟物、化学替代溶剂总迁移量的测定

蒸发皿在使用前,洗净并沥干水分,在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中烘干 2 h,然后在干燥器中冷却 0.5 h 后称重,重复烘干、冷却、称重,直至恒重(即前后两次称量质量差不超过 0.5 mg),最后一次称量的质量即为空蒸发皿的质量。

取已恒重的空蒸发皿,向其中加入迁移试验所得浸泡液 200 mL(若蒸发皿规格低于 200 mL,则需分次蒸干),置于不高于各浸泡液沸点温度 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴上蒸干,将蒸发皿底的水滴用滤纸或无尘擦拭纸吸去(蒸发皿底不得残留纸纤维),再将蒸发皿置于 $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 电热恒温干燥箱中干燥 2 h 后取出,在干燥器中冷却 0.5 h 后称量,重复烘干、冷却、称重,直至恒重,最后一次称量的质量即为带有试样蒸发残渣的蒸发皿质量。带有试样蒸发残渣的蒸发皿质量减去空蒸发皿的质量即为试样测定用浸泡液残渣的质量。

5.3 三氯甲烷提取物的测定

本测定步骤适用于产品标准中规定需检测三氯甲烷提取物的食品接触材料及制品。

向 5.2 所得残渣中加入三氯甲烷 20 mL,润湿残渣,用滤纸过滤,将滤液收集到已恒重的蒸发皿中,再分别用 20 mL 三氯甲烷对残渣提取两次。然后用少许三氯甲烷冲洗滤纸,滤液并入蒸发皿中,按 5.2 步骤蒸干,获得试样测定用浸泡液经三氯甲烷提取的残渣质量。

5.4 空白试验

按 5.1、5.2、5.3 处理未与食品接触材料及制品接触的水基食品模拟物、化学替代溶剂、三氯甲烷,得到空白浸泡液的残渣质量、空白浸泡液经三氯甲烷提取的残渣质量。

6 分析结果的表述

6.1 总迁移量计算

6.1.1 以 mg/dm^2 表示

6.1.1.1 非密封制品类食品接触材料及制品

除盖子、垫圈、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,总迁移量结果以 mg/dm^2 表示时,按式(1)计算。

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2) \times V}{V_1 \times S} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_1 ——非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);
- m_1 ——试样测定用浸泡液残渣的质量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——空白浸泡液的残渣质量,单位为毫克(mg);
- V ——迁移试验所得试样浸泡液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——测定用浸泡液体积,单位为毫升(mL);
- S ——试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm^2)。

6.1.1.2 密封制品类食品接触材料及制品

密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/dm^2 表示时,按式(2)计算。

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times V}{V_1 \times S} \times \frac{S_0}{S_0 + S_3} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X_2 ——密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);
- m_1 ——试样测定用浸泡液残渣的质量,单位为毫克(mg);
- m_2 ——空白浸泡液的残渣质量,单位为毫克(mg);
- V ——迁移试验所得试样浸泡液总体积,单位为毫升(mL);
- V_1 ——测定用浸泡液体积,单位为毫升(mL);
- S ——试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm^2);
- S_0 ——密封制品实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm^2);
- S_3 ——密封制品实际适配容器与食品接触的面积,单位为平方分米(dm^2)。

6.1.2 以 mg/kg 表示

6.1.2.1 非密封制品类食品接触材料及制品

非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/kg 表示时,按式(3)计算。

$$X_3 = X_1 \times F \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- X_3 ——非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- X_1 ——非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);
- F ——在可预见使用情形下,食品接触材料及制品实际与食品接触的面积与食品质量之间的比值(S/V),单位为平方分米每千克(dm^2/kg),各种液态食品密度通常以 $1 \text{ kg}/\text{L}$ 计,将其体积换算成相应的食品质量。当实际 S/V 已知时, F 即为可预见使用情形下的最大 S/V ;当实际 S/V 未知时, F 采用 $6 \text{ dm}^2/\text{kg}$,即 6 dm^2 食品接触材料及制品接触 1 kg 食品。

6.1.2.2 密封制品类食品接触材料及制品

密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/kg 表示时,按式(4)计算。

$$X_4 = \frac{(m_1 - m_2) \times V}{V_1 \times S} \times \frac{S_0}{V_3} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- X_4 ——密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m_1 ——试样测定用浸泡液残渣的质量,单位为毫克(mg);

- m_2 ——空白浸泡液的残渣质量,单位为毫克(mg);
 V ——迁移试验所得试样浸泡液总体积,单位为毫升(mL);
 V_1 ——测定用浸泡液体积,单位为毫升(mL);
 S ——试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm²);
 S_0 ——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_3 ——密封制品实际使用容器盛装食品的质量,各种液态食品密度通常以 1 kg/L 计,将其体积换算成相应的食品质量,单位为千克(kg)。

6.1.3 以 mg/件表示

密封制品总迁移量结果以 mg/件表示,按式(5)计算,需注明采用的迁移试验方法及迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

$$X_5 = \frac{(m_1 - m_2) \times V}{V_1 \times n} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

- X_5 ——试样的总迁移量,单位为毫克每件(mg/件);
 m_1 ——试样测定用浸泡液残渣的质量,单位为毫克(mg);
 m_2 ——空白浸泡液残渣质量,单位为毫克(mg);
 V ——迁移试验所得试样浸泡液总体积,单位为毫升(mL);
 V_1 ——测定用浸泡液体积,单位为毫升(mL);
 n ——浸泡用密封制品的数量,单位为件。

6.2 经三氯甲烷提取后的总迁移量计算

6.2.1 以 mg/dm² 表示

经三氯甲烷提取后的总迁移量以 mg/dm² 表示时,按式(6)计算。

$$X_6 = \frac{(m_3 - m_4) \times V}{V_1 \times S} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- X_6 ——食品接触材料及制品经三氯甲烷提取后的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm²);
 m_3 ——试样测定用浸泡液经三氯甲烷提取后的残渣质量,单位为毫克(mg);
 m_4 ——空白浸泡液经三氯甲烷提取后的残渣质量,单位为毫克(mg);
 V ——迁移试验所得试样浸泡液总体积,单位为毫升(mL);
 V_1 ——测定用浸泡液体积,单位为毫升(mL);
 S ——试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm²)。

6.2.2 以 mg/kg 表示

经三氯甲烷提取后的总迁移量以 mg/kg 表示时,按式(7)计算。

$$X_7 = X_6 \times F \dots\dots\dots (7)$$

式中:

- X_7 ——食品接触材料及制品经三氯甲烷提取后的总迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
 X_6 ——食品接触材料及制品经三氯甲烷提取后的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm²);
 F ——在可预见使用情形下,食品接触材料及制品实际接触食品的面积与食品质量之间的比值(S/V),单位为平方分米每千克(dm²/kg),各种液态食品密度通常以 1 kg/L 计,将其体积换算成相应的食品质量。当实际 S/V 已知时, F 即为可预见使用情形下的最大 S/V ;当实

际 S/V 未知时, F 采用 $6 \text{ dm}^2/\text{kg}$, 即 6 dm^2 食品接触材料及制品接触 1 kg 食品。

6.3 结果的校正

当 GB 31604.1 规定了含油脂食品模拟物校正因子时, 化学溶剂替代试验的测定结果均应除以相应的校正因子。

6.4 结果的表示

总迁移量计算结果以重复性条件下获得的两次平行测定结果的算术平均值表示, 计算结果精确到小数点后一位。

7 精密度

当总迁移量结果 $\leq 10.0 \text{ mg}/\text{dm}^2$ 或 $60.0 \text{ mg}/\text{kg}$ 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果与其算术平均值的差值不得超过 $1.0 \text{ mg}/\text{dm}^2$ 或 $6.0 \text{ mg}/\text{kg}$, 应用校正因子后的测定结果也应满足此要求。

当总迁移量结果 $> 10.0 \text{ mg}/\text{dm}^2$ 或 $60.0 \text{ mg}/\text{kg}$ 时, 在重复性条件下获得的两次独立测定结果与其算术平均值的差值不得超过算术平均值的 10% , 应用校正因子后的测定结果也应满足此要求。

第二部分 橄榄油中总迁移量的测定

8 原理

试样以橄榄油为食品模拟物, 在选定的条件下进行迁移试验。总迁移量的测定采用试样质量减量法测定, 即用试样在迁移试验前的初始质量减去试样经橄榄油浸泡后的净质量, 得到试样迁移出的非挥发性物质的质量, 根据公式计算得到相应的总迁移量。试样经橄榄油浸泡后的净质量为试样从橄榄油中取出时的质量减去试样吸收的橄榄油质量加上挥发物质量, 其中试样吸收的橄榄油经索氏萃取器萃取、皂化、甲酯化后生成脂肪酸甲酯, 用气相色谱分析, 内标法定量。

9 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 规定的二级水。

9.1 试剂

9.1.1 橄榄油: 其质量要求应符合 GB 5009.156 附录 A 的规定。

9.1.2 正戊烷(C_5H_{12})。

9.1.3 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$)。

9.1.4 正庚烷(C_7H_{16}): 色谱纯。

9.1.5 环己烷(C_6H_{12})。

9.1.6 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。

9.1.7 乙醚($\text{C}_4\text{H}_{10}\text{O}$)。

9.1.8 氢氧化钾(KOH)。

9.1.9 甲醇(CH_4O)。

9.1.10 三氟化硼甲醇溶液: 约 $150 \text{ g}/\text{L}$ 三氟化硼(BF_3)。

9.1.11 硫酸(H_2SO_4)。

9.2 试剂配制

9.2.1 正戊烷-乙醇(95+5)混合溶液:量取 950 mL 正戊烷,与 50 mL 无水乙醇混匀。

9.2.2 氢氧化钾-甲醇溶液(11.0 g/L):称取 5.5 g(精确到 0.1 g)氢氧化钾,溶于 500 mL 甲醇中,混匀。

9.2.3 饱和硫酸钠溶液:称取 50 g(精确到 0.1 g)无水硫酸钠置于 250 mL 烧杯中,加入 100 mL 水于电热板上加热煮沸溶解,冷却至室温后,用装有定性滤纸的漏斗过滤到烧杯中。

9.2.4 硫酸溶液(430 g/L):称取 215 g(精确到 0.1 g)硫酸,缓慢加到盛有约 300 mL 水的烧杯中,边加边搅拌,待溶液冷却到室温后,转移到 500 mL 容量瓶中,用少量水洗涤烧杯 2 次~3 次,合并洗涤液到容量瓶中,用水定容。临用现配。在温度为 $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 时,此溶液置于密闭水分含量调节容器中,保持相对湿度为 $50\% \pm 5\%$ 的水分含量调节环境。

9.2.5 硫酸溶液(70 g/L):称取 35 g(精确到 0.1 g)硫酸,缓慢加到盛有约 300 mL 水的烧杯中,边加边搅拌,待溶液冷却到室温后,转移到 500 mL 容量瓶中,用少量水洗涤烧杯 2 次~3 次,合并洗涤液到容量瓶中,用水定容。临用现配。在温度为 $20\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 时,此溶液置于密闭水分含量调节容器中,保持相对湿度为 $80\% \pm 5\%$ 的水分含量调节环境。

9.3 标准品

十七烷酸甘油三酯($\text{C}_{54}\text{H}_{104}\text{O}_6$, CAS 号:2438-40-6):纯度 $\geq 98\%$,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

9.4 标准溶液配制

9.4.1 内标溶液(2.0 mg/mL)

准确称取 1.0 g(精确到 0.1 mg)十七烷酸甘油三酯,置于 100 mL 烧杯中,加入环己烷溶解,移入 500 mL 容量瓶中,用环己烷洗涤烧杯 3 次,洗涤液合并入容量瓶中,用环己烷定容。在 $4\text{ }^\circ\text{C}$ 冰箱中保存,有效期 1 个月。

9.4.2 橄榄油标准储备液(100 mg/mL)

称取迁移试验所得空白橄榄油 5.0 g(精确到 0.1 mg),置于 50 mL 烧杯中,加入正庚烷溶解,移入 50 mL 容量瓶中,用正庚烷洗涤烧杯 3 次,洗涤液合并入容量瓶中,用正庚烷定容。临用现配。

9.5 材料

9.5.1 电热板。

9.5.2 密闭水分含量调节容器:如玻璃干燥器。

9.5.3 滤膜:有机相, $0.22\text{ }\mu\text{m}$ 。

9.5.4 滤纸:定性滤纸,快速。

9.5.5 无尘擦拭纸。

9.5.6 玻璃纤维滤筒。

10 仪器和设备

10.1 气相色谱:配有氢火焰离子化检测器(FID)。

10.2 分析天平:感量 0.1 mg、0.1 g。

- 10.3 索氏萃取器。
- 10.4 低温循环冷凝泵。
- 10.5 电热恒温水浴锅。
- 10.6 旋转蒸发仪。
- 10.7 真空干燥箱。
- 10.8 恒温恒湿箱。

11 分析步骤

11.1 试样制备

食品接触材料及制品按 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的要求进行迁移试验试样制备。全浸没法、填充法试样制备面积应 $\geq 1 \text{ dm}^2$,测试池法中试样面积以试样实际接触食品模拟物的面积计算,袋装法试样制备面积应 $\geq 2 \text{ dm}^2$,每份试样可由多个制品制备。试样数量根据以下用途确定:

- a) 迁移试验:一次性使用制品至少 3 份试样;重复使用制品每组试样至少 3 份试样;
- b) 挥发物测定:2 份试样;
- c) 适宜性判定(见附录 A):2 份试样;
- d) 表面积测定:1 份试样;
- e) 水分敏感性确认:2 份试样。

11.2 适宜性判定

取 2 份试样按附录 A 所述的步骤确定方法适宜性。如果先前的测试已证实方法适宜性,则可略去附录 A 步骤。

11.3 试样初始质量的称量

按照附录 B 或附录 C 所述步骤确定试样是否为水分敏感性试样。如果先前的测试已证实试样属于非水分敏感性试样,则可略去附录 B 或附录 C 步骤。

若试样为非水分敏感性试样,直接称量初始质量;若试样为水分敏感性试样,则按照相关附录所述步骤调节水分含量后,得到试样初始质量。若试样采用附录 C 所述步骤进行水分含量调节在 5 d 内不能达到恒重时,改用附录 B 进行水分含量调节。

11.4 迁移试验

食品接触材料及制品按 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的要求进行迁移试验。对于重复使用制品,在同一批次测试样品制备的 3 组试样上进行试验,每组试样仅迁移试验时间不同。第一组试样迁移试验时间为按相关标准要求确定的迁移试验时间,第二组试样迁移试验时间为第一组的 2 倍,第三组试样迁移试验时间为第一组的 3 倍。迁移试验平行样数量应满足 11.1a) 的要求。

11.5 试样最终质量的称量

迁移试验完成后尽快将试样从橄榄油中取出,冷却到室温。将试样放在两张滤纸或无尘擦拭纸中间,轻轻按压,吸去试样表面的橄榄油。重复按压步骤,直到纸上不出现油斑为止,试样表面不得残留纸纤维。非水分敏感性试样,直接称量最终质量;水分敏感性试样按 11.3 中相同的方法进行水分含量调节后称量最终质量。

11.6 试样挥发物的测定

按 11.1 所述步骤制备 2 份平行试样,按 11.3 所述步骤获取试样初始质量,除不加橄榄油外,按 11.4 所述步骤进行迁移试验,非水分敏感性试样,直接称量最终质量;水分敏感性试样按 11.3 中相同的方法进行水分含量调节后称量最终质量。

每份平行试样单位面积挥发物质量由试样初始质量与最终质量之差除以相应的取样面积来计算。如果按附录 B 所述步骤对试样进行水分含量调节,则可略去此步骤。

11.7 空白试验

按 11.4 的步骤处理未与食品接触材料及制品接触的橄榄油,用于配制橄榄油标准储备液。

11.8 被试样吸收橄榄油的测定

11.8.1 橄榄油的第一次萃取

萃取溶剂按食品接触材料及制品的食品接触面主体聚合物材质进行选择,主体材质为非极性聚合物的试样(如聚乙烯、聚丙烯),采用正戊烷;主体材质为极性聚合物的试样(如聚对苯二甲酸乙二醇酯),采用正戊烷-乙醇(95+5)混合溶液。

向索氏萃取器的收集瓶中加入 10.0 mL 内标溶液(2.0 mg/mL)和萃取溶剂,并加入沸石或玻璃珠以防暴沸。将试样裁切成合适的尺寸,用定性滤纸包好或装入玻璃纤维套桶中(包括裁切过程中产生的试样碎屑、颗粒等),放入索氏萃取器,回流萃取 7 h~8 h,每小时至少循环 6 次,并确保每次循环中试样都完全浸没在溶剂中且保持相互分离。

11.8.2 第一次萃取橄榄油的甲酯化

11.8.2.1 萃取液的转移

所得萃取溶液用旋转蒸发仪或蒸馏装置蒸发至 10 mL 左右并转移至 50 mL 烧瓶中,用萃取溶剂分 3 次洗涤收集瓶,并将 3 次洗涤液合并到烧瓶中,在旋转蒸发仪上蒸干。

11.8.2.2 萃取液的甲酯化

移取 10.0 mL 正庚烷将残渣溶解或完全分散,向烧瓶中加入 10.0 mL 氢氧化钾-甲醇溶液(11.0 g/L),并加入沸石或玻璃珠以防暴沸,连接冷凝器,煮沸回流 10 min \pm 1 min。通过冷凝器加入 5.0 mL 三氟化硼甲醇溶液,回流 2 min \pm 0.25 min。冷却至室温,向烧瓶中加入 15 mL~20 mL 饱和硫酸钠溶液,充分振荡,静置分层后取上层溶液经滤膜过滤,得到待测试液。

11.8.3 橄榄油的第二次萃取和甲酯化

按 11.8.1 的步骤改用乙醚对试样进行第二次萃取,对乙醚萃取出的橄榄油按 11.8.2 的步骤进行甲酯化,得到待测试液。

11.8.4 其他注意事项

若试样第一次萃取出橄榄油质量 \leq 2.0 mg,则试样无须用乙醚进行萃取。如果试样用乙醚萃取所得橄榄油质量 \leq 10.0 mg,则试样无须用乙醚再次萃取。如果试样用乙醚萃取所得的橄榄油量 $>$ 10.0 mg,则试样需用乙醚再次萃取,或用合适的溶剂将试样溶解或溶胀,必要时用沉淀剂将聚合物沉淀后取清液,按 11.8.2 步骤进行甲酯化,得到待测试液。

11.8.5 测定

11.8.5.1 气相色谱参考条件

11.8.5.1.1 非极性柱参考条件

- a) 色谱柱:5%苯基-聚二甲基硅氧烷石英毛细管柱,30.0 m×250 μm×0.25 μm,或性能类似的分析柱;
- b) 载气:氮气,流速 1.0 mL/min;
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 进样方式:分流进样,分流比 40:1;
- e) 进样体积:1.0 μL;
- f) 升温程序:初始温度 180 °C,以 20 °C/min 升温至 240 °C,再以 80 °C/min 升温至 300 °C;
- g) 检测器温度:250 °C;
- h) 氢气流速:35 mL/min;
- i) 空气流速:460 mL/min;
- j) 尾吹气:氮气,流速 25 mL/min。

11.8.5.1.2 极性柱参考条件

- a) 色谱柱:聚乙二醇石英毛细管柱,30.0 m×250 μm×0.25 μm,或性能类似的分析柱;
- b) 载气:氮气,流速 1.0 mL/min;
- c) 进样口温度:220 °C;
- d) 进样方式:分流进样,分流比 10:1;
- e) 进样体积:1.0 μL;
- f) 升温程序:初始温度 120 °C,保持 1 min,以 20 °C/min 升温至 220 °C,保持 10 min;
- g) 检测器温度:250 °C;
- h) 氢气流速:30 mL/min;
- i) 空气流速:350 mL/min;
- j) 尾吹气:氮气,流速 20 mL/min。

11.8.5.2 标准曲线的制作

分别准确移取 0.02 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL 橄榄油标准储备液(100 mg/mL)到 7 个 50 mL 烧瓶中,再向每个烧瓶中加入 10.0 mL 内标溶液(2.0 mg/mL),旋干溶剂,按 11.8.2.2 进行甲酯化获得待测试液。各待测试液中对应的橄榄油质量分别以 2.0 mg、10 mg、20 mg、50 mg、100 mg、200 mg、500 mg 计。分别吸取上述系列标准待测试液注入气相色谱仪中,按照 11.8.5.1 仪器参考条件进行测定,典型色谱图参见附录 D。

采用内标法绘制标准曲线,标准待测试液中脂肪酸甲酯与内标峰的峰面积比值为纵坐标,对应橄榄油质量为横坐标。用极性柱时,纵坐标采用橄榄油所有脂肪酸甲酯($C_{16:0}$ 、 $C_{16:1}$ 、 $C_{18:0}$ 、 $C_{18:1}$ 、 $C_{18:2}$)峰面积之和与内标峰面积的比值;使用非极性柱时,纵坐标采用橄榄油 C_{16} 、 C_{18} 峰面积之和与内标峰面积的比值。

迁移试验温度 ≥ 100 °C,或迁移试验时间 ≥ 10 d时,其标准曲线只适用于与迁移试验空白橄榄油在同一检测周期内、相同迁移试验条件下试样的定量分析。其他迁移试验条件下,当所用橄榄油为同一生产批次时,不同迁移试验条件下标准曲线可相互替代。

11.8.5.3 试样吸收橄榄油质量的测定

按照 11.8.5.1 仪器参考条件,将试样待测试液(11.8.2~11.8.4)注入气相色谱仪进行测定。根据标准曲线计算试样待测试液中橄榄油的质量。

试样吸收的橄榄油总质量为 11.8.1~11.8.4 所获得的各待测试液中橄榄油质量之和。

11.8.5.4 试样吸收的橄榄油成分变化的判定

使用极性柱时,以 $C_{16:0}$ 与内标峰面积的比值对橄榄油质量绘制标准曲线,计算试样每次萃取的橄榄油质量;以 $C_{18:1}$ 与内标峰面积的比值对橄榄油质量绘制标准曲线,计算试样每次萃取的橄榄油质量,两条标准曲线计算得到的同一试样待测试液中橄榄油质量的差值应 $\leq 2 \text{ mg/dm}^2$ 。否则,橄榄油不适宜作为该试样的油脂类食品模拟物。使用非极性柱时,分别采用 C_{16} 、 C_{18} 的峰面积按上述方法确认橄榄油是否适宜作为该试样的油脂类食品模拟物。

12 分析结果的表述

12.1 以 mg/dm^2 表示

12.1.1 非密封制品类食品接触材料及制品

非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/dm^2 表示时,按式(8)计算。

$$X_8 = \frac{m_5 - (m_6 - m_7)}{S} - X_b \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

X_8 ——非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

m_5 ——迁移试验前试样的初始质量,单位为毫克(mg);

m_6 ——迁移试验后试样的最终质量,单位为毫克(mg);

m_7 ——迁移试验后试样吸收的橄榄油总质量,单位为毫克(mg);

S ——试样与橄榄油接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

X_b ——迁移试验前后 2 份试样单位面积挥发物质量平均值,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2)。

注:假定浸没在橄榄油中的试样单位面积的挥发物质量等于试样单位面积挥发物平均质量。当 $X_b \leq 2 \text{ mg/dm}^2$ 时,试样挥发物质量以 0 计;当 $X_b > 2 \text{ mg/dm}^2$ 时,试样挥发物质量以实际测定值计,以下所有公式同此处。

12.1.2 密封制品类食品接触材料及制品

密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/dm^2 表示时,按式(9)计算。

$$X_9 = \left[\frac{m_5 - (m_6 - m_7)}{S} - X_b \right] \times \frac{S_0}{S_0 + S_3} \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

X_9 ——密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

m_5 ——迁移试验前试样的初始质量,单位为毫克(mg);

m_6 ——迁移试验后试样的最终质量,单位为毫克(mg);

m_7 ——迁移试验后试样吸收的橄榄油总质量,单位为毫克(mg);

S ——试样与橄榄油接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

X_b ——迁移试验前后 2 份试样单位面积挥发物质量平均值,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

S_0 ——密封制品实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

S_3 ——密封制品实际适配容器与食品接触的面积,单位为平方分米(dm^2)。

12.2 以 mg/kg 表示

12.2.1 非密封制品类食品接触材料及制品

非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/kg 表示时,按式(10)计算。

$$X_{10} = X_8 \times F \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

X_{10} ——非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);

X_8 ——非密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

F ——在可预见使用情形下,食品接触材料及制品实际接触食品的面积与食品质量之间的比值(S/V),单位为平方分米每千克(dm^2/kg),各种液态食品密度通常以 1 kg/L 计,将其体积换算成相应的食品质量。当实际 S/V 已知时, F 即为可预见使用情形下的最大 S/V ;当实际 S/V 未知时, F 采用 $6 \text{ dm}^2/\text{kg}$,即 6 dm^2 食品接触材料及制品接触 1 kg 食品。

12.2.2 密封制品类食品接触材料及制品

密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量结果以 mg/kg 表示时,按式(11)计算。

$$X_{11} = \left[\frac{m_5 - (m_6 - m_7)}{S} - X_b \right] \times \frac{S_0}{V_3} \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

X_{11} ——密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_5 ——迁移试验前试样的初始质量,单位为毫克(mg);

m_6 ——迁移试验后试样的最终质量,单位为毫克(mg);

m_7 ——迁移试验后试样吸收的橄榄油总质量,单位为毫克(mg);

S ——试样与橄榄油接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

X_b ——迁移试验前后 2 份试样单位面积挥发物质量平均值,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

S_0 ——密封制品实际使用中与食品接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

V_3 ——密封制品实际使用容器盛装食品的质量,各种液态食品密度通常以 1 kg/L 计,将其体积换算成相应的食品质量,单位为千克(kg)。

12.3 以 mg/件表示

密封制品类食品接触材料及制品总迁移量结果以 mg/件表示,按式(12)计算,需注明采用的迁移试验方法及迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

$$X_{12} = \frac{m_5 - (m_6 - m_7) - X_b \times S}{n} \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

X_{12} ——密封制品类食品接触材料及制品的总迁移量,单位为毫克每件(mg/件);

m_5 ——迁移试验前试样的初始质量,单位为毫克(mg);

m_6 ——迁移试验后试样的最终质量,单位为毫克(mg);

m_7 ——迁移试验后试样吸收的橄榄油总质量,单位为毫克(mg);

X_b ——迁移试验前后 2 份试样单位面积挥发物质量平均值,单位为毫克每平方分米(mg/dm^2);

S ——试样与橄榄油接触的面积,单位为平方分米(dm^2);

n ——浸泡密封制品的数量,单位为件。

12.4 结果的校正

当 GB 31604.1 规定了含油脂食品模拟物校正因子时,测定结果均应除以相应的校正因子。

12.5 结果的表示

总迁移量计算结果取 3 次平行测定结果的算术平均值,计算结果精确到小数点后一位。

12.6 重复使用制品

对于重复使用制品,3 组试样总迁移量均按 12.5 计算,依次标记为 M_1 、 M_2 、 M_3 。第三周期总迁移量(即 $M_3 - M_2$)视为第三次迁移试验结果,且第三周期总迁移量不应高于第一周期总迁移量(即 M_1)及第二周期总迁移量(即 $M_2 - M_1$)的值。

13 精密度

当总迁移量结果 $\leq 10.0 \text{ mg/dm}^2$ 或 60.0 mg/kg 时,在重复性条件下获得的 3 次独立测定结果与其算术平均值的差值不得超过 3.0 mg/dm^2 或 20.0 mg/kg ,应用校正因子后的测定结果也应满足此要求。

当总迁移量结果 $> 10.0 \text{ mg/dm}^2$ 或 60.0 mg/kg 时,在重复性条件下获得的 3 次独立测定结果与其算术平均值的差值不得超过算术平均值的 30%,应用校正因子后的测定结果也应满足此要求。

附录 A 适宜性判定

A.1 适用范围

本程序适用于确认第二部分所述方法是否适用于待测试样在橄榄油中总迁移量测定。

A.2 步骤

A.2.1 标准溶液测定:称量 45 mg~55 mg(精确到 0.1 mg)橄榄油用正庚烷溶解后移入 10 mL 容量瓶中,定容后混匀。准确移取 0.50 mL 溶液置于 50 mL 烧瓶中,再向烧瓶中加入 10.0 mL 内标溶液(2.0 mg/mL),将溶剂旋干。按 11.8.2.2 所述步骤获得待测试液,采用气相色谱进行测定。

A.2.2 试样溶液测定:取 2 份按 11.1 制备的试样,除不加内标溶液外,按 11.8.1 所述步骤对试样进行萃取,按 11.8.2 所述步骤获得待测试液,采用气相色谱进行测定。

A.3 结论

以 A.2.1 中所有脂肪酸甲酯峰面积之和为纵坐标,以相应橄榄油的质量为横坐标,与原点连接绘制标准曲线,对 A.2.2 中试样萃取物的色谱图出现的峰进行定量。如果试样萃取物中脂肪酸甲酯干扰物质量 ≥ 2 mg/dm²,则第二部分所述方法不适于待测试样在橄榄油中总迁移量测定。

如果使用极性柱,并发现试样萃取物对 C_{18:0} 和/或 C_{18:2} 峰有干扰,而对其他脂肪酸甲酯色谱峰没有干扰,则可认为第二部分所述方法适于待测试样在橄榄油中总迁移量测定。当按 11.8.5.2 使用极性柱绘制标准曲线时,选择未受干扰脂肪酸甲酯色谱的总峰面积与内标峰面积的比值为纵坐标。

附录 B

水分敏感性试样确认及水分含量调节 真空干燥法

B.1 适用范围

本程序适用于采用真空干燥法确认试样是否为水分敏感性试样,以及水分敏感性试样的水分含量调节。

B.2 水分敏感性试样的确认

B.2.1 步骤

取 2 份按 11.1 制备的试样称重后放入 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的真空干燥箱,抽真空至约 1.3 kPa,保持 60 min ± 10 min。释放压力并将试样转移至干燥器中,冷却 60 min ± 10 min 后称量。

试样质量差以 2 份平行试样真空干燥前后称量质量差的算术平均值计。

B.2.2 结论

如果试样质量差 $> 2\text{ mg}/\text{dm}^2$,则确认试样为水分敏感性试样,迁移试验前后试样均需水分含量调节。如果试样质量差 $\leq 2\text{ mg}/\text{dm}^2$,则确认试样为非水分敏感性试样,迁移试验前后试样均无须水分含量调节。

B.3 试样的水分含量调节

B.3.1 迁移试验前试样水分含量调节

将制备好的试样称重后放入 $60\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的真空干燥箱,抽真空至约 1.3 kPa,保持 24 h ± 2 h。将试样转移至干燥器中,冷却 60 min ± 10 min 后称量。重复水分含量调节步骤直到连续两次称量质量差 $\leq 2\text{ mg}/\text{dm}^2$,每份试样最后一次称量的质量即为试样的初始质量。

B.3.2 迁移试验前试样再水分含量调节

将试样放入保持相对湿度 80% 的恒湿环境或水分含量调节容器中,直到重新获得真空干燥时损失质量的 80%~120%。此时,试样可以进行迁移试验。

B.3.3 迁移试验后试样水分含量调节

迁移试验完成后,将试样放入真空干燥箱中按 B.3.1 进行真空水分含量调节,直到连续两次称量差值 $\leq 2\text{ mg}/\text{dm}^2$ 。每份试样最后一次称量的质量即为试样的最终质量。

B.3.4 其他

本水分含量调节程序不适用干燥后无法准确称重的试样。

附录 C

水分敏感性试样确认及水分含量调节 恒湿法

C.1 适用范围

本程序适用于采用恒湿法确认试样是否为水分敏感性试样,以及水分敏感性试样的水分含量调节。

C.2 水分敏感性试样的确认

C.2.1 步骤

取 2 份按 11.1 制备的试样放入相对湿度 80% 水分含量调节环境(如恒温恒湿实验室、恒温恒湿箱、密闭水分含量调节容器等)中,放置 $24\text{ h} \pm 4\text{ h}$ 后,取出试样尽快称量。

将试样放入相对湿度 50% 水分含量调节环境中,放置 $24\text{ h} \pm 4\text{ h}$ 后,取出试样尽快称量。

试样质量差以 2 份平行试样在不同湿度环境中称量质量差的算术平均值计。

C.2.2 结论

如果试样质量差 $> 2\text{ mg/dm}^2$, 则确认试样为水分敏感性试样,迁移试验前后试样均需水分含量调节。

如果试样质量差 $\leq 2\text{ mg/dm}^2$, 则确认试样为非水分敏感性试样,迁移试验前后试样均无须水分含量调节。

C.3 试样的水分含量调节

C.3.1 迁移试验前试样水分含量调节

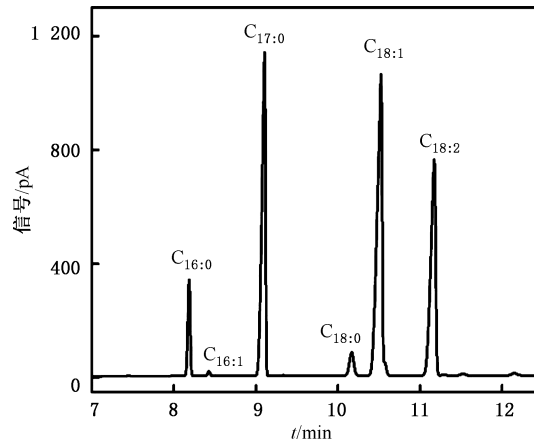
试样放入保持相对湿度 50% 的恒湿环境或水分含量调节容器中,每隔 24 h 取出称重,直到连续两次称量差值 $\leq 2\text{ mg/dm}^2$,每份试样最后一次称量的质量即为试样的初始质量。

C.3.2 迁移试验后试样水分含量调节

迁移试验完成后,试样放入保持相对湿度 50% 的恒湿环境或水分含量调节容器中,每隔 24 h 取出称重,直到连续两次质量称量差值 $\leq 2\text{ mg/dm}^2$,每份试样最后一次称量的质量即为试样的最终质量。

附录 D 典型色谱图

D.1 极性柱采集的典型脂肪酸甲酯色谱图见图 D.1。

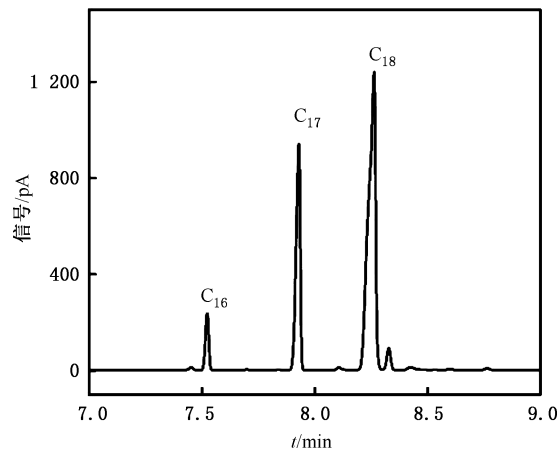


说明：

$C_{16:0}$ ——棕榈酸甲酯；	$C_{16:1}$ ——棕榈油酸甲酯；
$C_{17:0}$ ——十七烷酸甲酯；	$C_{18:0}$ ——硬脂酸甲酯；
$C_{18:1}$ ——油酸甲酯；	$C_{18:2}$ ——亚油酸甲酯。

图 D.1 极性柱采集的典型脂肪酸甲酯色谱图

D.2 非极性柱采集的典型脂肪酸甲酯色谱图见图 D.2。



说明：

C_{16} ——十六碳脂肪酸甲酯(多组分)；
C_{17} ——十七烷酸甲酯；
C_{18} ——十八碳脂肪酸甲酯(多组分)。

图 D.2 非极性柱采集的典型脂肪酸甲酯色谱图