



# 中华人民共和国国家标准

GB 31604.20—2016

---

## 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 醋酸乙烯酯迁移量的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

---

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前 言

本标准代替 SN/T 2333—2009《食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中醋酸乙烯酯的测定 气相色谱-质谱联用法》。

本标准与 SN/T 2333—2009 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 醋酸乙烯酯迁移量的测定”;
- 修改了定量方法,用外标法代替内标法。

# 食品安全国家标准

## 食品接触材料及制品

### 醋酸乙烯酯迁移量的测定

#### 1 范围

本标准规定了食品接触材料及其制品醋酸乙烯酯迁移量的测定方法。  
本标准适用于食品接触材料及制品中醋酸乙烯酯迁移量的测定。

#### 2 原理

试样中醋酸乙烯酯经食品模拟浸泡液浸出后,用丙酮定容,最后气相色谱测定,外标法定量。样本一经检出需要气相色谱-质谱法确证。

#### 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。试验中容器及转移器具应避免使用塑料材质。

##### 3.1 试剂

3.1.1 丙酮( $C_3H_6O$ ): 不含醋酸乙烯酯。

3.1.2 甲醇( $C_2H_4O$ )。

3.1.3 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

##### 3.2 试剂配制

3.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:按 GB 5009.156 操作。

3.2.2 甲醇-水混合液(1+1):量取 100 mL 甲醇和 100 mL 水,混匀。

##### 3.3 标准品

醋酸乙烯酯( $C_4H_6O_2$ , CAS 号:108-05-4):纯度 $\geq 99\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

##### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 醋酸乙烯酯标准贮备溶液(1 000 mg/L):准确称取醋酸乙烯酯标准品 10 mg(精确至 0.01 mg)于 10 mL 容量瓶中,用丙酮溶解稀释到刻度线,  $-10\text{ }^\circ\text{C}$  密封保存。

3.4.2 醋酸乙烯酯标准中间溶液(100 mg/L):吸取 1.0 mL 醋酸乙烯酯贮备液于 10 mL 容量瓶中,用丙酮稀释到刻度线,使用当天配制。

#### 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配有 FID 检测器。

- 4.2 气相色谱-质谱仪：配有 EI 离子源。
- 4.3 分析天平：感量 0.1 mg、0.01 g。
- 4.4 微量注射器：10  $\mu\text{L}$ 、50  $\mu\text{L}$ 、1 000  $\mu\text{L}$ 。
- 4.5 超声振荡器。
- 4.6 0.2  $\mu\text{m}$  尼龙滤膜针式过滤器。

## 5 分析步骤

### 5.1 样品迁移试验

按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求,对样品进行迁移试验,得到食品模拟物试液。如果得到的食品模拟物试液不能马上进行下一步试验,应将食品模拟物试液于 4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液冷却或恢复至室温后进行下一步试验。

### 5.2 水基、酸性食品、酒精、油基类食品模拟物标准工作溶液的制备

准确吸取醋酸乙烯酯标准中间溶液 0 mL、0.01 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.5 mL、1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,用丙酮定容,得到醋酸乙烯酯浓度分别为 0.00 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L 的标准工作液。采用同样方式,分别得到对应水基、酸性食品、酒精类、油基类食品模拟物标准工作溶液。

### 5.3 气相色谱仪器参考条件

气相色谱仪器参考条件列出如下:

- a) 色谱柱:DB-5 石英毛细管柱,柱长 30 m,内径 0.32 mm,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$ ,或相当者;
- b) 程序升温:35  $^{\circ}\text{C}$  (保持 5 min),以 5  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 50  $^{\circ}\text{C}$ ,以 40  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  升至 250  $^{\circ}\text{C}$  (保持 2 min);
- c) 进样口温度:250  $^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 进样方式:分流进样(10 : 1),进样量为 1  $\mu\text{L}$ ;
- e) 检测器温度:300  $^{\circ}\text{C}$ ;
- f) 载气( $\text{N}_2$ )流速:0.5 mL/min;
- g) 氢气流速:30 mL/min;
- h) 空气流速:400 mL/min。

## 5.4 测定

### 5.4.1 试样测定

取干净、干燥的 25 mL 容量瓶,加入 1 g(精确至 0.000 1 g)经过迁移实验的模拟食品浸泡液,用丙酮定容至刻度,充分混匀后备用。

用微量注射器分别吸取一定量的上述试液注入气相色谱仪中,按照上述气相色谱条件,各重复测定两次,醋酸乙烯酯的气相色谱图参见图 A.1。

### 5.4.2 空白试验

空白试验系指除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

## 6 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中醋酸乙烯酯的浓度,按 GB 5009.156 进行迁移量计算,得到食品接触材料及制品中醋酸乙烯酯的迁移量。计算结果保留至小数点后两位。

## 7 确证试验

当上述结果超过特定迁移量值(SML)时,可采用气相色谱-质谱联用法或其他有效方法进行确证。气相色谱-质谱联用法分析参考条件及色谱图参见附录 B 和附录 C。

## 8 精密度

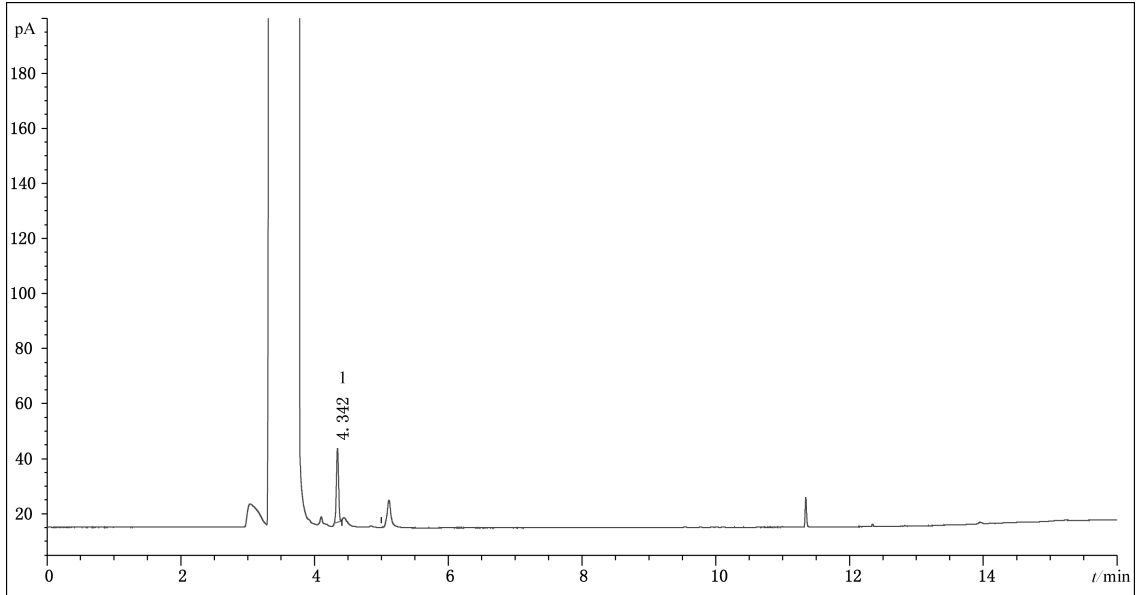
在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

## 9 其他

方法检出限为 0.1 mg/kg,定量限为 0.5 mg/kg。

附录 A  
醋酸乙烯酯气相色谱图

醋酸乙烯酯色谱图见图 A.1。



说明：

1——醋酸乙烯酯。

图 A.1 醋酸乙烯酯标准溶液气相色谱图

## 附录 B

### 气相色谱-质谱联用法确证参考条件

#### B.1 气相色谱条件

气相色谱条件列出如下：

- a) 色谱柱：毛细管色谱柱：DB-5 ms 30 m×0.25 mm(内径)×0.25 μm,或相当者；
- b) 程序升温：30 ℃(保持 4 min),以 5 ℃/min 升至 50 ℃,以 40 ℃/min 升至 250 ℃(保持 2 min)；
- c) 进样口温度：250 ℃；
- d) GC-MS 接口温度：280 ℃；
- e) 载气(He)：0.55 mL/min；
- f) 进样方式：分流进样,分流比是 10 : 1。

#### B.2 质谱条件

质谱条件列出如下：

- a) 离子源温度：230 ℃；
- b) 四极杆温度：150 ℃；
- c) 离子源：EI 源,电离能量 70 eV；
- d) 定量离子：43  $m/z$ ；
- e) 定性离子：86,44  $m/z$ 。

注：对于不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应将质谱参数优化到最佳。

#### B.3 定性测定

进行试样测定时将样液适当稀释,按气相色谱-质谱条件测定样液和标准工作溶液,如果确证试样中色谱峰保留时间与标准溶液在±2.5%范围内;定性离子的相对丰度与标准谱图一致,相对丰度偏差不超过表 B.1 的规定,则可判断样品中存在相应的待测物。

表 B.1 定性测定时相对粒子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	20~50	10~20	≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

附录 C  
醋酸乙烯酯色谱质谱图

醋酸乙烯酯标准溶液 GC-MS 总离子流图和标准质谱图见图 C.1 和图 C.2。

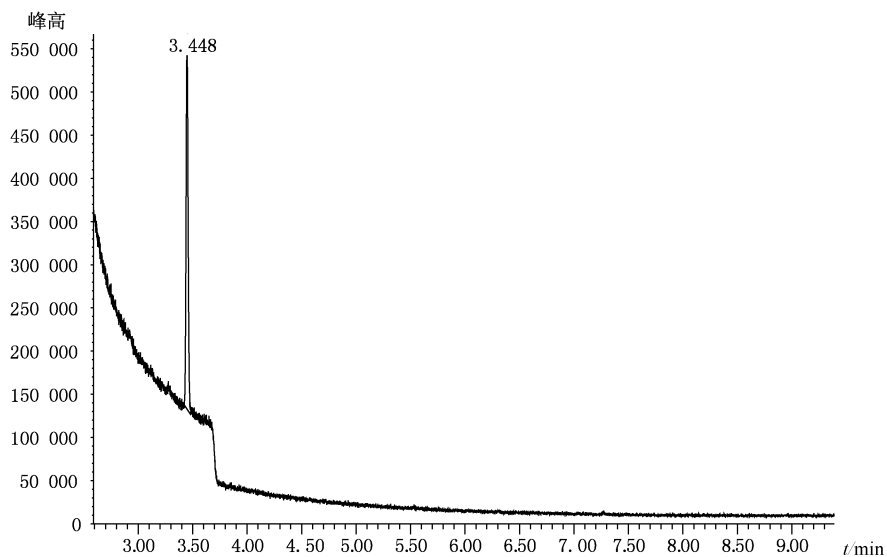


图 C.1 醋酸乙烯酯标准溶液 GC-MS 总离子流图

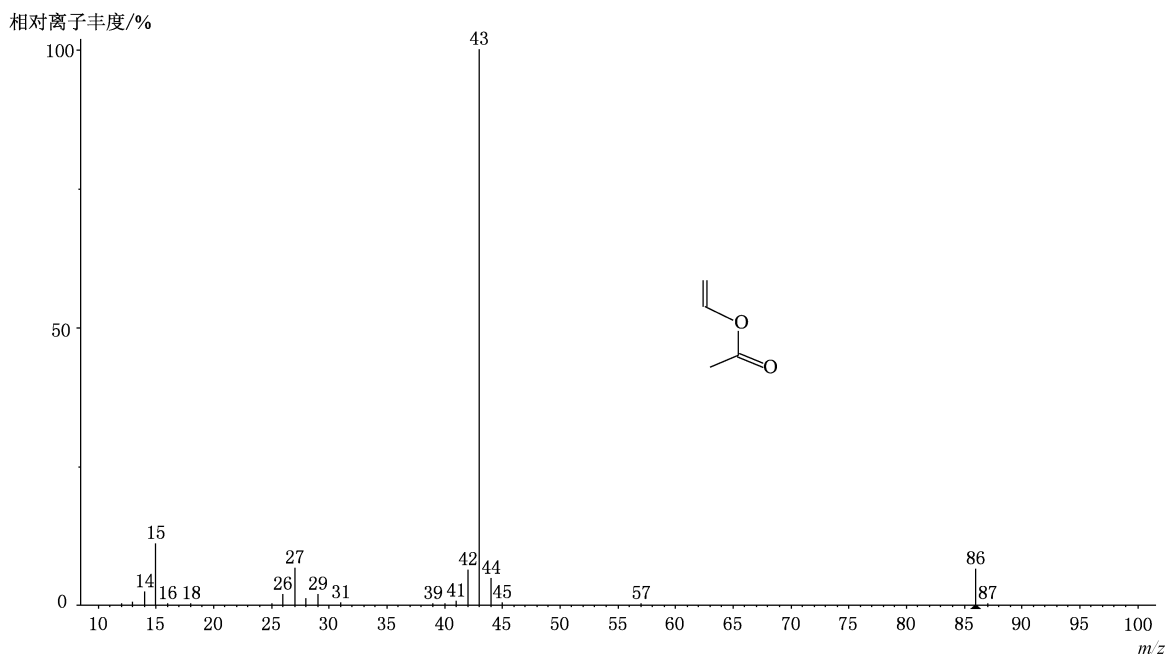


图 C.2 醋酸乙烯酯标准质谱图