



中华人民共和国国家标准

GB 31604.29—2016

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

甲基丙烯酸甲酯迁移量的测定

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 2894—2011《出口食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中甲基丙烯酸甲酯的测定 气相色谱-质谱法》。

本标准与 SN/T 2894—2011 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 甲基丙烯酸甲酯迁移量的测定”;
- 修改了食品模拟物试液的制备;
- 修改了分析结果的表述;
- 修改了检出限和定量限。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

甲基丙烯酸甲酯迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中甲基丙烯酸甲酯迁移量的气相色谱-质谱测定方法。
本标准适用于食品接触材料及制品中甲基丙烯酸甲酯迁移量的测定。

2 原理

水基、酸性、酒精类模拟物中的甲基丙烯酸甲酯用乙酸乙酯提取,葵花籽油模拟物用无水乙醇提取后,提取液用气相色谱-质谱法检测,采用外标法定量。

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 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 氯化钠(NaCl)。
- 3.1.2 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
- 3.1.3 乙酸乙酯($\text{C}_4\text{H}_8\text{O}_2$):色谱纯。
- 3.1.4 无水乙醇($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$):色谱纯。
- 3.1.5 水基、酸性、酒精类食品模拟物:所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。
- 3.1.6 葵花籽油:规格参见附录 B 中表 B.1。

3.2 试剂配制

水基、酸性、酒精类食品模拟物:按照 GB 5009.156 的规定配制。

3.3 标准品

甲基丙烯酸甲酯(MMA, $\text{C}_5\text{H}_8\text{O}_2$,CAS号:80-62-6);纯度 $\geq 99.0\%$ 。

3.4 标准溶液配制

- 3.4.1 甲基丙烯酸甲酯标准储备液(1 000 mg/L):准确称取甲基丙烯酸甲酯 0.1 g(精确至 0.1 mg)于烧杯中,加入无水乙醇溶解后转移到 100 mL 容量瓶,用无水乙醇定容,在 0 °C~4 °C 密封避光保存。
- 3.4.2 甲基丙烯酸甲酯标准中间液(200 mg/L):准确移取 10 mL 甲基丙烯酸甲酯标准储备液于 50 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容,保存方式同 3.4.1。
- 3.4.3 水基、酸性、酒精类食品模拟物标准工作溶液:分别移取 250 μL 、500 μL 、2 500 μL 、5 000 μL 、10 000 μL 甲基丙烯酸甲酯标准中间液于 100 mL 容量瓶中,分别用水基、酸性、酒精类模拟物稀释成浓度分别为 0.5 mg/L、1 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 的甲基丙烯酸甲酯水基、酸性、酒精类标准工

作溶液。然后按 5.2.1 进行提取操作。

3.4.4 葵花籽油模拟物标准工作溶液:分别称取 2 g(精确至 0.1 mg)葵花籽油模拟物于 6 支 10 mL 的具塞离心管中,用可调式移液器分别移取 0 μ L、7 μ L、10 μ L、20 μ L、50 μ L、100 μ L 甲基丙烯酸甲酯标准中间液加入至离心管中,用涡旋振荡器混合均匀。葵花籽油模拟物标准工作溶液浓度为:0.0 mg/kg、0.7 mg/kg、1mg/kg、2 mg/kg、5 mg/kg、10 mg/kg,按 5.2.2 进行提取操作。

4 仪器和设备

- 4.1 气相色谱仪,配有质谱检测器。
- 4.2 涡旋振荡器。
- 4.3 电子天平:感量 0.1 mg。
- 4.4 离心机:4 000 r/min。
- 4.5 容量瓶:50 mL,100 mL,1 000 mL。
- 4.6 有机滤膜:0.45 μ m。
- 4.7 移液管:2 mL,5 mL,10 mL。
- 4.8 具塞离心管:10 mL。
- 4.9 可调式移液器(1 μ L~20 μ L,20 μ L~100 μ L,100 μ L~5 000 μ L)。

5 分析步骤

5.1 样品迁移试验

按照 GB 5009.156 和 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 0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ 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 试液制备

5.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

移取 2.0 mL 从迁移试验中获得的水基、酸性、酒精类食品模拟物于 10 mL 具塞离心管中,向离心管中分别加入 0.5 g 氯化钠和 2 mL 乙酸乙酯,经涡旋提取(1 500 r/min)1.5 min 后,静置 2 min,移取上层清液,用无水硫酸钠进行干燥,经 0.45 μ m 滤膜过滤后供气相色谱-质谱测定。

5.2.2 葵花籽油模拟物试液的制备

称取 2 g(精确至 0.1 mg)从迁移试验获得的葵花籽油食品模拟物于 10 mL 的具塞离心管中,向离心管中加入 2 mL 无水乙醇,经涡旋提取(1 500 r/min)1 min 后,静置 2 min,离心机高速离心(4 000 r/min)5 min,立刻移取上层清液,经 0.45 μ m 滤膜过滤后供气相色谱-质谱测定。

5.3 空白试液的制备

按照 5.2.1 和 5.2.2 所述步骤处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

5.4 测定

5.4.1 气相色谱质谱测定参考条件

- a) 色谱柱:聚乙二醇(PEG)毛细管柱:柱长 30.0 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μ m,或性能类似的

分析柱。

- b) 程序升温:初始温度 40 °C,保持 8 min,30 °C/min 升至 180 °C,保持 5 min。
- c) 进样口温度:180 °C。
- d) 质谱接口温度:250 °C。
- e) 离子源温度:230 °C。
- f) 四极杆温度:150 °C。
- g) 载气:He(纯度>99.999 %),0.9 mL/min 恒流。
- h) 进样量:1 μL。
- i) 进样方式:分流进样,分流比 10:1。
- j) 电离方式:EI。
- k) 溶剂延迟:4 min。
- l) 质谱扫描方式:同时采集全扫描(SCAN)和选择离子模式(SIM)数据。
- m) 全扫描(SCAN)范围:10 m/z ~150 m/z 。
- n) 选择离子模式(SIM)采集参数:定量离子 m/z 69,定性离子 m/z 100、 m/z 99,丰度比为 100:42:22。

5.4.2 绘制标准工作曲线

按照 5.4.1 对水基、酸性、酒精类食品模拟物标准工作溶液和葵花籽油模拟物标准工作溶液依次进样测定。以标准工作溶液中甲基丙烯酸甲酯浓度为横坐标,单位以“mg/L 或 mg/kg”表示,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。标准溶液色谱图见附录 A。

5.4.3 试液测定

对空白溶液和食品模拟物试液依次进样,扣除空白值,得到甲基丙烯酸甲酯的峰面积。

6 分析结果的表述

由标准曲线求得的试样溶液中甲基丙烯酸甲酯的浓度,按 GB 5009.156 进行迁移量的计算,得到食品模拟物及制品中甲基丙烯酸甲酯的迁移量,计算结果保留至小数点后两位。

7 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%。

8 其他

水基、酸性、酒精类模拟物中甲基丙烯酸甲酯的方法检出限为 0.2 mg/L;葵花籽油模拟物中甲基丙烯酸甲酯的方法检出限为 0.3 mg/kg。

水基、酸性、酒精类模拟物中甲基丙烯酸甲酯的方法定量限为 0.5 mg/L;葵花籽油模拟物中甲基丙烯酸甲酯的方法定量限为 0.7 mg/kg。

附录 A

甲基丙烯酸甲酯(MMA)标准品气相色谱-质谱选择离子监测图

甲基丙烯酸甲酯标准品气相色谱-质谱选择离子监测图见图 A.1。

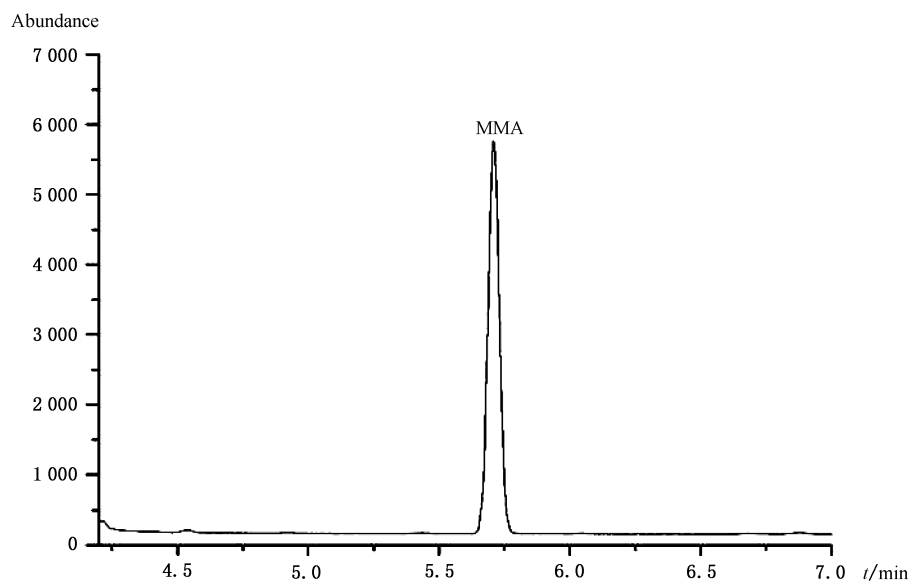


图 A.1 甲基丙烯酸甲酯(保留时间 5.751 min)标准品气相色谱-质谱选择离子监测图

附 录 B
葵花籽油规格

葵花籽油规格见表 B.1。

表 B.1 葵花籽油规格

碘值(韦氏法)	120~145
折射率(25℃)	1.474~1.476
皂化数	188~193
相对密度(20℃)	0.918~0.925
不可皂化物质	≤0.5%
酸度(以%油酸表示)	≤0.5%
