

团 体 标 准

T/GDBZ XXX—2020

食品接触材料及制品中 2,2,4,4-四甲基 -1,3-环丁二醇迁移量的测定

Determination of migration of 2,2,4,4-tetramethylcyclobutane-1,3-diol in food
contact materials and products

2020 – XX – XX 发布

2020 – XX – XX 实施

广东省包装技术协会 发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由广州质量监督检测研究院、广东省包装标准化技术委员会（GD/TC39）提出。

本标准由广东省包装技术协会归口。

本标准起草单位：广州质量监督检测研究院、广东省包装技术协会。

本标准主要起草人：

食品接触材料及制品中 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇迁移量的测定

1 范围

本标准规定了塑料食品接触材料及制品中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇迁移量的测定方法。
本标准适用于塑料食品接触用塑料材料及制品中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

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

塑料食品接触材料及制品经迁移试验后，食品模拟物（水基、酸性、酒精类）中的2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇经稀释后采用液相色谱-质谱/质谱进行检测，外标法定量。

4 试剂和材料

4.1 试剂

除另有规定外，本实验用水均为 GB/T 6682 中规定的一级水。

4.1.1 甲醇：色谱纯。

4.1.2 甲酸：色谱纯。

4.1.3 乙醇：色谱纯。

4.1.4 乙酸：分析纯。

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

4.2 试剂配制

4.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物：按 GB 5009.156 规定配制。

4.2.2 0.01%甲酸溶液：移取 0.1 mL 甲酸（4.1.4）于 1L 水中，混合均匀。

4.2.3 0.01%甲酸甲醇：移取 0.1 mL 甲酸（4.1.4）于 1L 甲醇中，混合均匀。

4.2.4 稀释溶剂：移取 0.05 mL 甲酸，100 mL 甲醇和 900 mL 水，混合均匀。

4.3 标准溶液

- 4.3.1 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇标准品（CAS No: 3010-96-6）：纯度≥98%。
- 4.3.2 标准储备液（1 000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.01 mg）2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇标准品（4.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度。摇匀，-20℃保存，有效期三个月。
- 4.3.3 标准中间溶液（2 mg/L）：准确移取 0.200 mL 标准储备液（4.3.2）于 100 mL 容量瓶中，用稀释溶剂（4.2.4）定容至刻度，混匀，4℃保存，有效期一个月。
- 4.3.4 标准工作溶液：分别准确移取 0.100 mL，0.200 mL，0.500 mL，1.000 mL，2.000 mL 标准中间液（4.3.3）于 10 mL 容量瓶中，用稀释溶剂（4.2.4）定容至刻度，混匀，配制成浓度分别为 0.02 mg/L，0.04 mg/L，0.10 mg/L，0.20 mg/L，0.40 mg/L 的标准工作溶液，4℃保存，有效期两周。

5 仪器和设备

- 5.1 液相色谱串联三重四极杆质谱仪：带电喷雾离子源。
- 5.2 分析天平：感量为 0.01 mg。
- 5.3 涡旋混合仪。
- 5.4 滤膜：聚醚砜，0.22 μm。

6 分析步骤

6.1 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。同时做空白试验。如果得到的食品模拟物试液不能立即进行下一步试验，应将食品模拟物试液于4℃冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液恢复至室温后进行下一步试验。

6.2 试液制备

准确移取从迁移实验中获得的食物模拟物0.5 mL于10 mL刻度管中，用稀释溶剂（4.2.4）定容到刻度，涡旋混匀，取约1 mL溶液过滤膜（5.4），待测。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件：

- a) 色谱柱：C18 柱（50 mm×2.1 mm，1.7 μm），或等效色谱柱；
- b) 流动相：0.01%甲酸溶液（4.2.2）+0.01%甲酸甲醇（4.2.3），梯度洗脱，流动相梯度洗脱程序：见表 1；

表 1 流动相梯度洗脱程序

时间（min）	0.01%甲酸甲醇（%）
0	10
1	10
3	25
3.1	80
5.0	80

5.1	10
10	10

- c) 流速：0.2 mL/min；
- d) 柱温：室温；
- e) 进样量：5 μ L。

6.3.1 质谱条件

- a) 离子化模式：电喷雾电离正离子模式（ESI+）。
- b) 质谱扫描方式：多反应监测（MRM）。
- c) 其他质谱参考条件见附录 A 中 A.1。

6.3.2 绘制标准工作曲线

按照参考仪器条件，对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作液中待测物浓度为横坐标，以对应的总峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。

6.3.3 试液测定

按照参考仪器条件，对空白试验试液和样品试液依次进样测定，得到总峰面积，根据标准曲线得到待测液中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的浓度。

试样溶液中目标物的浓度应在标准工作曲线的线性范围之内。

7 分析结果的表述

食品模拟物中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的浓度按式（1）计算

$$X(\text{mg/L}) = \frac{(C - C_0) \times V_1}{V_2 \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

- X ——食品模拟物中待测物的浓度，mg/L；
- C ——从工作曲线上得到的试样溶液中待测物的浓度，ng/mL；
- C_0 ——从工作曲线上得到的试样溶液中待测物的浓度，ng/mL；
- V_1 ——食品模拟物稀释后体积，mL；
- V_2 ——食品模拟物取样体积，mL。

计算结果保留到小数点后两位。

将食品模拟物中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的浓度按GB 5009.156进行迁移量计算，得到食品接触材料及制品中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的迁移量。计算结果保留到小数点后两位。

8 检出限和定量限

水基、酸性、酒精类食品模拟物中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的方法检出限为0.20 mg/L，定量限为0.40 mg/L。

9 允许差

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 %。

附 录 A
(资料性附录)
参考质谱条件

参考质谱条件见A.1

A.1 参考质谱条件

- a) 毛细管电压：4000 V；
- b) 鞘气(N₂)：40 Arb；
- c) 辅助气(N₂)：25 Arb；
- d) 吹扫气(N₂)：3 Arb；
- e) 气化温度：350℃；
- f) 传输管温度：350℃；

表A.1 2,2,4,4-四甲基-1, 3-环丁二醇主要参考质谱参数

化合物	母离子 m/z	子离子 m/z	驻留时间 ms	聚焦电压 V	碰撞能 V
2,2,4,4-四甲基-1, 3-环丁二醇	127	67 ^a	50	30	15
	109	67	50	30	15
a 离子为定量离子					
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。					

附 录 B

(资料性附录)
标准溶液提取离子色谱图

