

上海市食品接触材料协会团体标准

T/SAFCM XXX-XXXX

食品接触材料及制品 间苯二甲酸二甲酯 迁移量的测定

Determination of Migration of Dimethyl isophthalate in Food Contact
Materials and Products

(征求意见稿)

20XX-XX-XX 发布

20XX-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 间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定。

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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

食品接触材料及制品经迁移试验后，采用液相色谱-串联质谱检测。其中水性、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（玉米油）经乙腈提取，净化后，进行测试。保留时间和相对离子丰度比定性，外标法定量。

5 试剂和材料

水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇、乙腈、正己烷、丙酮、甲酸：色谱纯。

5.1.2 乙醇、乙酸：分析纯。

5.1.3 玉米油：符合GB 5009.156中附录A的要求。

5.2 试剂配制

水、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂：按照 GB 5009.156 的规定配制。

5.3 标准品

间苯二甲酸二甲酯标准品（CAS No: 1459-93-4），纯度 $\geq 98\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液

5.4.1 标准储备液（1000 mg/L）

准确称取 10 mg（精确到 0.1 mg）间苯二甲酸二甲酯标准品（5.3），用甲醇溶解后转移至 10 mL 容量瓶中，甲醇定容至刻度，摇匀。于 0℃~4℃冰箱中密封保存，有效期 6 个月。

5.4.2 标准中间溶液（10 mg/L）

准确移取 0.10 mL 标准储备液（5.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，摇匀，得到 10 mg/L 的标准中间溶液。现配现用。

5.4.3 标准系列中间液

分别吸取 0.05 mL、0.10 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL 间苯二甲酸二甲酯标准储备液（5.4.1）于 5 个 50 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀，得到标准系列中间液，浓度为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L。

5.4.4 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（5.4.2）0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL 于 5 个 10 mL 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 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L 的标准工作溶液。现配现用。

5.4.5 含油脂食品模拟物标准工作溶液

称取 5.0 g（精确到 1 mg）玉米油食品模拟物于 5 个 50 mL 具塞离心管中，分别加入标准系列中间液（5.4.2）100 μ L，充分摇匀后静置，得到标准系列工作液，浓度为 0.02 mg/kg、0.04 mg/kg、0.10 mg/kg、0.20 mg/kg、0.40 mg/kg。依次加入 100 μ L 正己烷，涡旋 1 min，再加入 4 mL 乙腈，涡旋 1 min，超声提取 20 min，4000 r/min 离心 5 min，收集上清液。残渣中再加入 4 mL 乙腈，涡旋 1 min，4000 r/min 离心 5 min。再加入 2 mL 乙腈重复提取 1 次，合并 3 次上清液，待净化。取固相萃取小柱（6.6），依次加入 5 mL 二氯甲烷、5 mL 乙腈活化，弃去流出液；将待净化液加入固相萃取小柱，收集流出液；再加入 5 mL 乙腈，收集流出液，合并两次收集的流出液，加入 1 mL 丙酮，旋蒸至近干，用甲醇准确定容至 5 mL，涡旋混匀，经 0.45 μ m 滤膜过滤待测。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：带电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量为 0.1 mg，0.01 mg。

6.3 离心机：最高转速 ≥ 4000 r/min。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 旋转蒸发器。

6.6 固相萃取柱：PSA/Silica 复合填料柱（1 g，6 mL）或相当者。

6.7 微孔滤膜：0.45 μ m。

7 分析步骤

7.1 食品模拟物的制备

7.1.1 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）。

7.1.2 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。测试前，应将浸泡液恢复至室温后进行下一步试验。

7.2 试液制备

7.2.1 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 μ m滤膜过滤后，待测。

7.2.2 含油脂食品模拟物试液

称取5.0 g（精确到1 mg）玉米油浸泡液于离心管中，加入100 μ L正己烷，涡旋1 min，再加入4 mL乙腈，涡旋1 min，超声提取20 min，4000 r/min离心5 min，收集上清液。残渣中再加入4 mL乙腈，涡旋1 min，4000r/min离心5 min。再加入2 mL乙腈重复提取1次，合并3次上清液，待净化。取固相萃取小柱（6.6），依次加入5 mL二氯甲烷、5 mL乙腈活化，弃去流出液；将待净化液加入固相萃取小柱，收集流出液；再加入5 mL乙腈，收集流出液，合并两次收集的流出液后，加入1 mL丙酮，旋蒸至近干，用甲醇准确定容至5 mL，涡旋混匀，经0.45 μ m滤膜过滤待测。

7.2.3 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），按照7.2.1、7.2.2处理，得到空白试液。

7.3 测定

7.3.1 参考色谱条件

7.3.1.1 液相色谱参考条件

- 色谱柱：C₁₈柱，柱长50 mm，内径4.6 mm，粒径2.7 μ m，或性能相当者；
- 流动相：甲醇：0.1%甲酸水(v/v)=50:50；
- 流速：0.4 mL/min；
- 柱温：35℃；
- 进样量：5 μ L。

7.3.1.2 质谱参考条件

- 离子化模式：电喷雾电离正离子模式（ESI⁺）；

- b) 质谱扫描模式：多反应监测（MRM）；
- c) 喷雾电压：3500 V；
- d) 雾化温度：350℃；
- e) 质谱条件参考如表1。

表1. 间苯二甲酸二甲酯质谱参考条件

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碎裂电压/V	碰撞电压/V
间苯二甲酸二甲酯	195	163	120	15
	195	151*	120	10
	195	105	120	15

注：对于不同质谱仪器，仪器参数可能存在差异，测定前应优化质谱参数。
*为定量离子。

7.3.2 绘制标准工作曲线

按照7.3.1所列参考色谱条件，对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作液中间苯二甲酸二甲酯浓度为横坐标，以对应的定量离子峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。间苯二甲酸二甲酯的参考色谱图见附录A中图A.1。

7.3.3 试液的测定

按照7.3.1所列参考色谱条件，对空白试液和样品试液（7.2）依次进行测定，根据保留时间定性，采用外标法定量。

7.3.4 定性

试样待测液和标准品的选择离子在相同保留时间处（ $\pm 1\%$ ）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合表2，可定性确证目标分析物。

表2 离子相对丰度比最大允许偏差

项目	要求			
相对离子丰度, $K/\%$	$K \geq 50$	$20 < K < 50$	$10 < K \leq 20$	$K \leq 10$
最大允许偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

8 分析结果的表述

8.1 非密封制品类食品接触材料及制品间苯二甲酸二甲酯特定迁移量的计算（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，间苯二甲酸二甲酯特定迁移量以 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 ——间苯二甲酸二甲酯的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——样品试液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中间苯二甲酸二甲酯的含量，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（ dm^2 ）；
 S_2 ——试样实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；
 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。
 结果保留2位有效数字。

8.2 密封制品类食品接触材料及制品间苯二甲酸二甲酯特定迁移量的计算（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间苯二甲酸二甲酯特定迁移量以 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 ——间苯二甲酸二甲酯的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c ——样品试液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；
 c_0 ——空白试液中间苯二甲酸二甲酯的含量，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（ dm^2 ）；
 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（ dm^2 ）；
 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。
 结果保留2位有效数字。

8.3 密封制品类食品接触材料及制品间苯二甲酸二甲酯特定迁移量的计算（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间苯二甲酸二甲酯特定迁移量以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 ——间苯二甲酸二甲酯特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；
 c ——样品试液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；
 c_0 ——空白试液中间苯二甲酸二甲酯的含量，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。
 结果保留2位有效数字。

9 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 %。

10 检出限和定量限

当迁移试验中S/V与样品实际使用情形下S/V相同时，本方法对水、酸性、酒精类及化学替代溶剂（95%乙醇）中间苯二甲酸二甲酯迁移量的方法检出限为0.005 mg/kg，定量限为0.01 mg/kg。含油脂食品模拟物中间苯二甲酸二甲酯迁移量的方法检出限为0.01 mg/kg，定量限为0.02 mg/kg。当迁移试验中S/V与样品实际使用情形下S/V不同时，本方法对水、酸性、酒精类及化学替代溶剂（95%乙醇）和含油脂食品模拟物中间苯二甲酸二甲酯迁移量的检出限与定量限按照第8章换算。

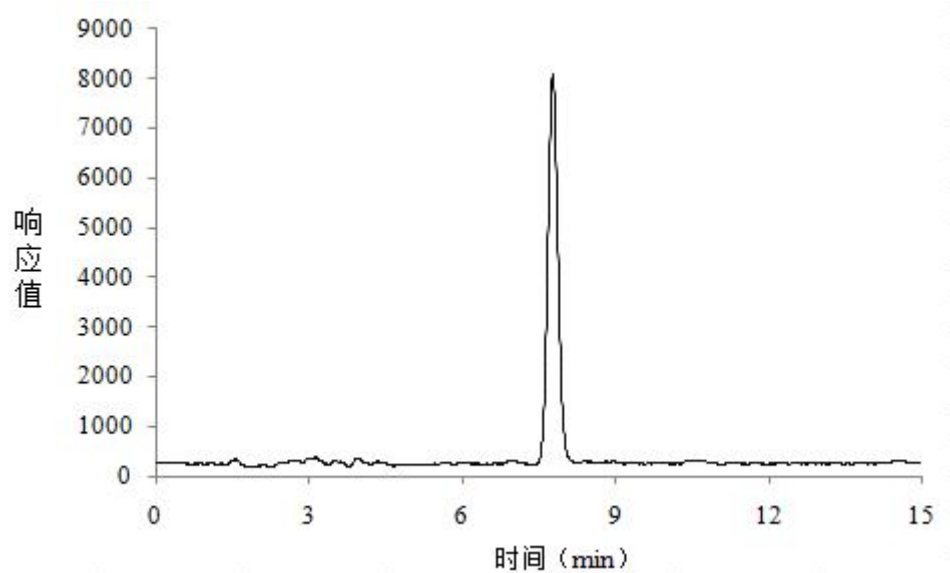
11 试验报告

试验报告至少包括以下几个方面内容：

- a) 样品信息；
- b) 本文件的编号（包括年号）；
- c) 测定结果；
- d) 与本文件的任何偏离，及观察到的异常现象；
- e) 测试日期。

附 录 A
(资料性附录)
间苯二甲酸二甲酯的参考色谱图

间苯二甲酸二甲酯的参考色谱图见图A.1。



图A.1 间苯二甲酸二甲酯的参考色谱图 (0.2mg/L)