

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 甲基丙烯酰胺 迁移量的测定

Determination of Migration of Methacrylamide 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 甲基丙烯酰胺迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中甲基丙烯酰胺迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中甲基丙烯酰胺迁移量的测定。

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、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，酸性食品模拟物加氨水中和后进样测定，含油脂食品模拟物经水提取，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、甲酸：色谱纯。

5.1.2 乙醇、乙酸、氨水：分析纯。

5.1.3 橄榄油：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

甲基丙烯酰胺标准品（CAS No: 79-39-0），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（1000mg/L）

准确称取 10mg（精确到 0.1mg）甲基丙烯酰胺标准品（5.3），用甲醇溶解，转移至 10mL 容量瓶中，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 0.10mL 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 水、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）0.005 mL、0.01mL、0.02 mL、0.04 mL、0.06 mL、0.08 mL、0.10 mL 于 7 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 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L 的标准工作溶液。现配现用。

5.4.4 酸性食品模拟物标准工作溶液

分别准确移取标准中间液（5.4.2）0.005 mL、0.01mL、0.02 mL、0.04 mL、0.06 mL、0.08 mL、0.10 mL 于 7 个 10 mL 容量瓶中，用酸性食品模拟物溶液定容至刻度，得到质量浓度分别为 0.005 mg/L、0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.04 mg/L、0.06 mg/L、0.08 mg/L、0.10 mg/L 的标准工作溶液。然后分别移取工作溶液约 5.0 mL，加入 0.5 mL 氨水混匀，0.45 μm 滤膜过滤后待测。现配现用。

5.4.5 含油脂食品模拟物标准工作溶液

分别称取 2.0 g（精确到 1 mg）橄榄油于 7 个具塞离心管中，分别加入甲基丙烯酰胺标准中间液（5.4.2）0.001 mL、0.02mL、0.04 mL、0.08 mL、0.12 mL、0.16 mL、0.20 mL，依次加入 2 mL 水，涡旋 1min，超声提取 20 min，经 4000 r/min 离心 5 min，收集下层水溶液，配制成浓度为 0.005 mg/kg、0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.04 mg/kg、0.06 mg/kg、0.08 mg/kg、0.10 mg/kg 的标准工作溶液，经 0.45 μm 滤膜过滤待测。现配现用。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱-串联质谱仪：配电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量为 0.1mg，0.01mg。

6.3 离心机：最高转速 > 5000 r/min。

6.4 涡旋振荡器。

6.5 微孔滤膜：0.45 μm 。

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、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、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 μm滤膜过滤后，待测。

7.2.2 酸性食品模拟物试液

取迁移试验所得的酸性食品模拟物浸泡液约5.0 mL，加入0.5 mL氨水混匀，0.45 μm滤膜过滤后待测。

7.2.3 含油脂食品模拟物试液

称取2.0 g（精确到1 mg）橄榄油浸泡液于具塞离心管中，加入2 mL水，涡旋1min，超声提取20 min，经4000 r/min离心5 min，收集下层水溶液，经0.45μm滤膜过滤待测。

7.2.4 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），分别按照7.2.1、7.2.2和7.2.3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

- a) 色谱柱：EC C₁₈柱，柱长50 mm，内径2.1 mm，粒径1.8 μm，或性能相当者；
- b) 流动相：甲醇：0.1%甲酸水(v/v)=10:90；
- c) 流速：0.3 mL/min；
- d) 柱温：35℃；
- e) 进样量：5 μL。

7.3.1.2 质谱参考条件

- a) 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) 气体温度300℃；

- d) 流速：7 L/min；
- e) 雾化器压力：45 psi；
- f) 鞘气温度：325 °C；
- g) 流速：12L/min；
- h) 毛细管电压3500 V；
- i) 质谱条件参考如表1。

表1. 甲基丙烯酰胺质谱参考条件

化合物	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	碎裂电压/V	碰撞能量/eV
甲基丙烯酰胺	86.0	69.0*	30	10
	86.0	58.1	30	10

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。以标准工作液中甲基丙烯酰胺浓度为横坐标，以对应的定量离子峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。甲基丙烯酰胺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（±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甲基丙烯酰胺特定迁移量的计算（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，甲基丙烯酰胺特定迁移量以 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——甲基丙烯酰胺的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——样品试液中甲基丙烯酰胺的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中甲基丙烯酰胺的含量，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（dm²）；
 S_2 ——试样实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（dm²）；
 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甲基丙烯酰胺特定迁移量的计算（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甲基丙烯酰胺特定迁移量以 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 ——甲基丙烯酰胺的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c ——样品试液中甲基丙烯酰胺的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；
 c_0 ——空白试液中甲基丙烯酰胺的含量，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（dm²）；
 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（dm²）；
 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甲基丙烯酰胺特定迁移量的计算（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甲基丙烯酰胺特定迁移量以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 ——甲基丙烯酰胺特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；
 c ——样品试液中甲基丙烯酰胺的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；
 c_0 ——空白试液中甲基丙烯酰胺的含量，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、含油脂食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）中甲基丙烯酰胺迁移量的方法检出限为0.005 mg/kg，定量限为0.01 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、含油脂食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）中甲基丙烯酰胺迁移量的检出限与定量限按照第8章换算。

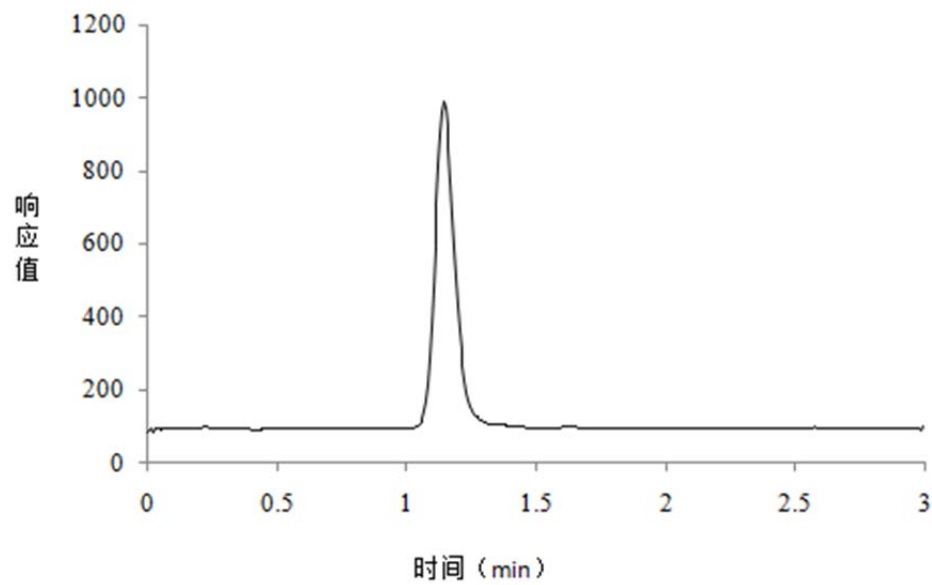
11 试验报告

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)
甲基丙烯酰胺的参考色谱图

甲基丙烯酰胺的参考色谱图见图A. 1。



图A. 1 甲基丙烯酰胺的参考色谱图 (0.1 mg/L)