

上海市食品接触材料协会团体标准

T/SAFCM XXX-2025

食品接触材料及制品 螺环乙二醇 迁移量的测定

Determination of Migration of Spiro glycol in Food Contact Materials and Products

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-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螺环乙二醇迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中螺环乙二醇迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中螺环乙二醇迁移量的测定。

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采用食品模拟物或化学替代溶剂进行迁移试验，螺环乙二醇迁移到食品模拟物中，水性、含乙醇类食品模拟物和化学溶剂替代溶剂（95%乙醇）浸泡液直接检测，酸性食品模拟物经二氯甲烷萃取，氢氧化钠中和后检测，油脂类模拟浸泡液经甲醇萃取后检测，溶液中螺环乙二醇通过气相色谱柱分离，采用氢火焰离子化检测器（FID），保留时间定性，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（ CH_3OH ）：色谱纯。

5.1.2 二氯甲烷（ CH_2Cl_2 ）：色谱纯。

5.1.3 乙酸（ CH_3COOH ）：分析纯。

5.1.4 乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ）：分析纯。

5.1.5 氢氧化钠（ NaOH ）：分析纯。

5.1.6 橄榄油：须符合GB 5009.156中附录A的要求。

5.2 试剂配制

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

氢氧化钠溶液（5 mol/L）：称取20 g氢氧化钠于100 mL容量瓶中，水溶液定容，摇匀，静置。

5.3 标准品

螺环乙二醇标准品（CAS No: 1455-42-1），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 标准溶液配置

5.4.1 标准储备液（1000 mg/L）

准确称取 10 mg（精确到 0.01 mg）螺环乙二醇标准品（5.3）于 10 mL 容量瓶中，甲醇溶解，定容至刻度摇匀。于 0 °C~4 °C 避光保存，有效期 6 个月。

5.4.2 标准中间溶液 I（100 mg/L）

准确移取1.00 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。于0 °C~4 °C 冰箱中密封保存，有效期为3个月。

5.4.3 标准中间溶液 II

分别准确移取100 μ L、200 μ L、400 μ L、800 μ L、1200 μ L和2000 μ L标准储备液（5.4.1）于10 mL 棕色容量瓶中，用甲醇定容至刻度，充分摇匀后静置，得到质量浓度分别为10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L、80 mg/L、120 mg/L和200 mg/L的标准中间液。于0°C~4°C冰箱中密封保存，有效期为3个月。

5.4.4 4%（体积分数）乙酸标准工作溶液 A

分别准确移取 100 μ L、200 μ L、400 μ L、600 μ L 和 1000 μ L 质量浓度为 100 mg/L 的标准中间液 I（5.4.2）至 6 个 10 mL 容量瓶中，用模拟物定容。准确移取上述标准溶液 2.0 mL 于试管中，加入 2.0 mL 二氯甲烷溶液，0.6 mL 氢氧化钠溶液（5 mol/L），涡旋振荡 2 min，静置 10 min，取下层溶液经 0.45 μ m 有机相尼龙微孔滤膜过滤，得到质量浓度分别为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L 和 10 mg/L 的标准工作溶液。临用现配。

5.4.5 水和含乙醇食品模拟物（10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇）标准工作溶液B

分别准确移取20 μ L、40 μ L、80 μ L、120 μ L和200 μ L质量浓度为100 mg/L的标准中间液 I（5.4.2）至6个10 mL容量瓶中，分别准确加入2.0 mL对应的空白食品模拟物(水、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇)，再用甲醇稀释定容至刻度，充分摇匀后静置，得到质量浓度分别为0.20 mg/L、0.40 mg/L、0.80 mg/L、1.20 mg/L和2.00 mg/L的螺环乙二醇标准工作溶液。临用现配。

5.4.6 化学替代溶剂（95%（体积分数）乙醇）标准工作溶液C

分别准确移取100 μ L、200 μ L、400 μ L、600 μ L和1000 μ L质量浓度为100 mg/L的标准中间液 I（5.4.2）至6个10 mL容量瓶中，再用相应的化学替代溶剂（95%乙醇）定容至刻度，充分摇匀后静置，得到质量浓度分别为1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L和10 mg/L的螺环乙二醇标准工作溶液。临用现配。

5.4.7 含油脂食品模拟物标准工作溶液D

分别准确称取2.0 g(精确至0.001 g)橄榄油于5个具塞离心管中, 分别加入不同质量浓度的标准中间液II(5.4.3)各100 μ L, 充分摇匀后静置, 得到质量分数分别为1.0 mg/kg、2.0 mg/kg、4.0 mg/kg、6.0 mg/kg和10 mg/kg的标准工作溶液, 分别加入2.0 mL甲醇溶液萃取, 涡旋振荡2 min后, 静置10 min, 取1 mL上层清液, 经0.45 μ m有机相尼龙微孔滤膜过滤后, 得到质量浓度分别为1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L和10 mg/L的螺环乙二醇标准工作溶液。临用现配。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱仪: 配备液体进样器和FID检测器。

6.2 分析天平: 感量为0.01 mg、0.01 g。

6.3 有机尼龙微孔滤膜: 孔径为0.45 μ m。

6.4 涡旋振荡器。

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

食品接触材料及制品按照GB 31604.1和GB 5009.156的要求进行迁移试验。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试, 应置于0 $^{\circ}$ C~4 $^{\circ}$ C冰箱中避光保存, 有效期不超过1周。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 浸泡液的处理

7.2.1.1 4%(体积分数)乙酸食品模拟物浸泡液

4%乙酸: 准确移取迁移试验后的浸泡液2.0 mL于试管中, 加入2.0 mL二氯甲烷溶液, 0.6 mL氢氧化钠溶液(5 mol/L), 涡旋振荡2 min, 静置10 min, 取下层溶液经0.45 μ m有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测。

7.2.1.2 水和含乙醇食品模拟物浸泡液

水、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇: 准确移取迁移试验后的浸泡液2.0 mL于10 mL容量瓶中, 用甲醇稀释并定容至刻度, 充分摇匀, 经0.45 μ m有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测。

7.2.1.3 化学替代溶剂(95%乙醇)浸泡液

取1 mL浸泡液, 经0.45 μ m有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测。

7.2.1.4 含油脂食品模拟物浸泡液

准确称取迁移试验中得到的橄榄油浸泡液2.0 g(精确至0.001g)于具塞玻璃试管中，加入2 mL甲醇萃取，涡旋振荡2 min后，静置10 min，取1 mL上层清液，经0.45 μm 有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测。

7.2.2 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处理，得到空白试液。

7.3 测定

7.3.1 参考色谱条件

气相色谱条件如下：

- a) 色谱柱：(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷，30 m×320 μm×0.25 μm毛细管柱或性能类似的分析柱；
- b) 程序升温：60 °C保持2 min，以15 °C/min升至300 °C，保持10 min；
- c) 进样口温度：320 °C；
- d) 检测器温度：300 °C；
- e) 氢气流量：30 mL/min；
- f) 空气流速：400 mL/min；
- g) 色谱柱流速：水基模拟物（水、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇）、化学替代溶剂（95%乙醇）：2 mL/min；含油脂食品模拟物：1 mL/min；
- h) 进样方式：（1）水基模拟物（水、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇）：脉冲不分流进样，脉冲压力：30 psi；（2）水基模拟物（4%乙酸）、化学替代溶剂（95%乙醇）和含油脂食品模拟物：脉冲分流进样，分流比5:1，脉冲压力：30 psi。
- i) 进样量：1 μL。

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。以标准工作液中螺环乙二醇浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。螺环乙二醇的参考色谱图见附录A中图A.1~A.4。

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。

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螺环乙二醇特定迁移量的计算（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，螺环乙二醇特定迁移量以 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——螺环乙二醇的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——样品试液中螺环乙二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中螺环乙二醇的含量，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螺环乙二醇特定迁移量的计算（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螺环乙二醇特定迁移量以 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 ——螺环乙二醇的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——样品试液中螺环乙二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中螺环乙二醇的含量，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螺环乙二醇特定迁移量的计算（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螺环乙二醇特定迁移量以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 ——螺环乙二醇特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c ——样品试液中螺环乙二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中螺环乙二醇的含量，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15 %。

10 其他

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、含乙醇食品模拟物、化学替代溶剂（95%乙醇）及含油脂食品模拟物中螺环乙二醇迁移量的方法检出限为1.0 mg/kg，定量限为2.0 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、含乙醇食品模拟物、化学替代溶剂（95%乙醇）及含油脂食品模拟物中螺环乙二醇迁移量的检出限与定量限按照第8章换算。

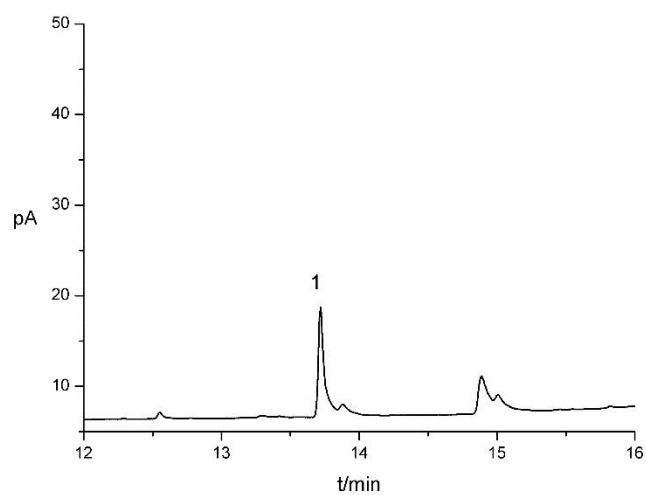
11 试验报告

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；
- f) 其他（相关标准规定内容）。

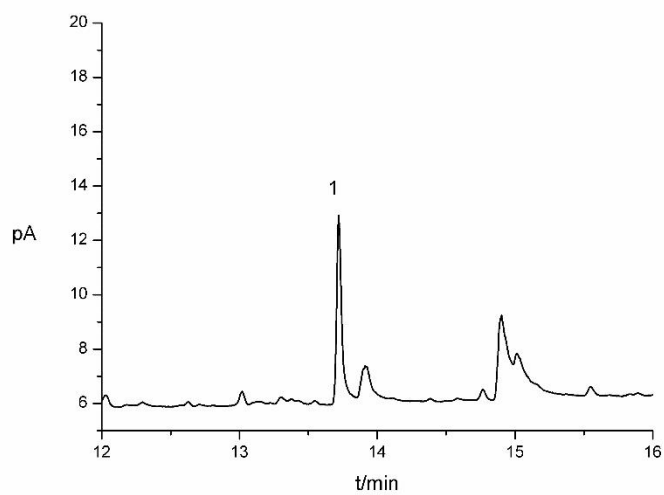
附录 A
螺环乙二醇的参考色谱图

各种食品模拟物和化学替代溶剂中的螺环乙二醇的参考色谱图见图A. 1~ A. 4。



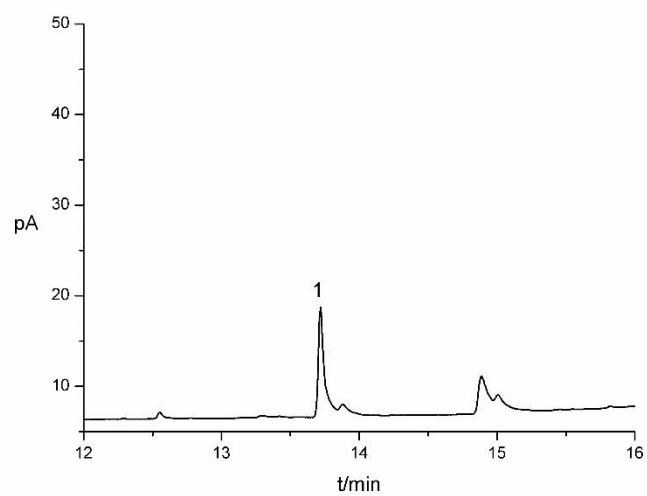
标引序号说明：1—螺环乙二醇

图A. 1 4%乙酸中螺环乙二醇标准溶液（10mg/L）的气相色谱图



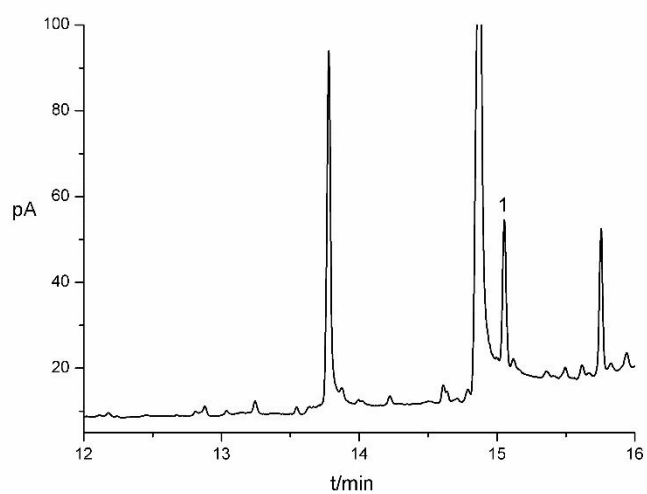
标引序号说明：1—螺环乙二醇

图A. 2 10%乙醇中螺环乙二醇标准溶液（2mg/L）的气相色谱图



标引序号说明：1—螺环乙二醇

图A.3 95%乙醇中螺环乙二醇标准溶液（10mg/L）的气相色谱图



标引序号说明：1—螺环乙二醇

图A.4 橄榄油中螺环乙二醇标准溶液（10mg/kg）的气相色谱图