



中华人民共和国国家标准

GB XXXX—XXXX

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 溶剂残留量的测定

(征求意见稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局

发布

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 溶剂残留量的测定

1. 范围

本标准规定了食品接触用复合材料及制品中溶剂残留量的测定方法。

本标准适用于食品接触用复合材料及制品中环己烷、甲基环己烷、丙酮、乙酸乙酯、甲醇、乙酸异丙酯、丁酮、异丙醇、乙醇、乙酸正丙酯、4-甲基-2-戊酮、正丙醇、乙酸丁酯、异丁醇、正丁醇、乙二醇甲醚醋酸酯、丙二醇甲醚醋酸酯、丙二醇甲醚、丙二醇乙醚、苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯、间二甲苯25种溶剂残留量的测定。

2. 原理

将食品接触材料及制品试样置于顶空瓶中，加热使待测组分达到固-液-气平衡，顶空进样器进样，经气相色谱柱分离后，采用质谱检测器进行检测，外标法定量。

3. 试剂和材料

3.1 试剂

N,N-二甲基甲酰胺（ C_3H_7NO ）：色谱纯。

3.2 标准品

环己烷、甲基环己烷、丙酮、乙酸乙酯、甲醇、乙酸异丙酯、丁酮、异丙醇、乙醇、乙酸正丙酯、4-甲基-2-戊酮、正丙醇、乙酸丁酯、异丁醇、正丁醇、乙二醇甲醚醋酸酯、丙二醇甲醚醋酸酯、丙二醇甲醚、丙二醇乙醚、苯、甲苯、乙苯、邻二甲苯、对二甲苯、间二甲苯：纯度 $\geq 98\%$ ，详细信息见附录A。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 单一标准物质储备液（200 g/L）：准确称取2 g（精确至0.1 mg）任一标准品置于10 mL容量瓶中，用*N,N*-二甲基甲酰胺溶解并定容至刻度，混匀，于-18℃下避光保存，有效期6个月。

3.3.2 非苯类混合标准中间液（10 g/L）：分别移取2.5 mL各非苯类标准储备液（200 g/L）于50 mL容量瓶中，加*N,N*-二甲基甲酰胺定容至刻度，混匀，于-18℃下避光保存，有效期6个月。

3.3.3 苯类混合标准中间液（10 g/L）：移取0.5 mL各苯类标准储备液（200 g/L）于10 mL容量瓶中，加*N,N*-二甲基甲酰胺定容至刻度，混匀，于-18℃下避光保存，有效期6个月。

3.3.4 混合标准中间液（非苯类溶剂5000 mg/L/苯类溶剂500 mg/L）：移取25.00 mL非苯类混合标准中间液（10 g/L）、2.5 mL苯类混合标准中间液（10 g/L）于50 mL容量瓶中，加*N,N*-二甲基甲酰胺定容至刻度，混匀，所得混合标准中间液中非苯类溶剂浓度均为5000 mg/L，苯类溶剂浓度均为500 mg/L。于-18℃下避光保存，有效期6个月。

3.3.5 混合标准系列中间液：分别移取0.2 mL、0.4 mL、1.0 mL、2.0 mL、5.0 mL、10.0 mL混合标准中间液（非苯类溶剂5000 mg/L/苯类溶剂500 mg/L）于6个10 mL容量瓶中，加*N,N*-二甲基甲酰胺定容至刻度，混匀。得到的6个混合标准中间液中每种非苯类溶剂浓度依次为100 mg/L、200 mg/L、500 mg/L、

1000 mg/L、2500 mg/L、5000 mg/L，每种苯类溶剂浓度依次为10 mg/L、20 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、250 mg/L、500 mg/L。临用现配。

3.3.6 混合标准系列工作液：分别用微量进样针准确移取10 μ L上述6个混合标准系列中间液于6个均装有0.01 m^2 空白基质的顶空瓶中，迅速封盖。所得待测体系中每种非苯类溶剂浓度分别为0.1 mg/m^2 、0.2 mg/m^2 、0.5 mg/m^2 、1.0 mg/m^2 、2.5 mg/m^2 、5.0 mg/m^2 。每种苯类溶剂浓度分别为0.01 mg/m^2 、0.02 mg/m^2 、0.05 mg/m^2 、0.1 mg/m^2 、0.25 mg/m^2 、0.50 mg/m^2 。临用现配。

4. 仪器和设备

4.1 气相色谱-质谱联用仪：配备顶空进样器、EI源。

4.2 天平：感量为0.1 mg。

4.3 真空干燥箱：极限压力 1 kPa。

4.4 顶空瓶：20 mL，使用前125 $^{\circ}\text{C}$ 烘干4 h以上。

4.5 移液器：量程分别为5 mL、1 mL、200 μ L、100 μ L。

4.6 微量进样针：10 μ L。

5. 分析步骤

5.1 样品保存

用铝箔紧紧包裹装入无目标溶剂的密闭容器中，在实验室保存时，置于-18 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱保存。

注：样品中溶剂残留量与样品运输、保存等环境条件有关，本标准仅规定了实验室接收后的保存条件。

5.2 试样制备

5.2.1 一般要求

样品制备应迅速，每个样品制备两个平行试样。若样品有印刷图案，平行试样应取相同的印刷版面。若取样位置对检测结果有影响，结果报出时，报出最大的检测结果，并注明取样位置。卷膜样品，在取样前除去最外部的6~8层；多层/多个样品层叠存放时，取中间位置的样品。

5.2.2 复合软包装材料及制品

裁取试样0.01 m^2 （以单面计），迅速卷曲后确保样品高度不超过5 cm，放入顶空瓶中，再加入10 μ L *N,N*-二甲基甲酰胺，封盖待测。

5.2.3 其他复合软包装材料及制品

裁取试样0.01 m^2 （以单面计），迅速将试样剪成1 cm \times 3 cm左右的长条，尽快置于顶空瓶中，再加入10 μ L *N,N*-二甲基甲酰胺，封盖待测。

5.2.4 空白基质的制备

除不加*N,N*-二甲基甲酰胺以外，按5.2.1~5.2.3制备试样置于敞口顶空瓶中，放入真空干燥箱中，90 $^{\circ}\text{C}$ 真空干燥24 h，取出后保存于干燥器中备用。平行制样7份。

5.3 空白试验

取空白基质，加入10 μ L *N,N*-二甲基甲酰胺，封盖待测。

5.4 仪器参考条件

5.4.1 顶空进样器条件

a) 顶空恒温温度：80 $^{\circ}\text{C}$ ；

- b) 进样环温度：90 ℃；
- c) 传输线温度：100 ℃；
- d) 顶空平衡时间：30 min；
- e) 环平衡时间：0.05 min；
- f) 加压时间：0.2 min；
- g) 进样时间：1 min；

5.4.2 气相色谱-质谱参考条件

- a) 色谱柱：聚乙二醇毛细管柱，长度30 m，内径0.32 mm，膜厚0.25 μm或性能相当者；
- b) 升温程序：初始温度50 ℃保持3 min，以10 ℃/min的升温速率升温至70 ℃保持1 min，12 ℃/min的速率升温至160 ℃保持1 min，后运行2 min；
- c) 进样口温度：200 ℃；
- d) 进样模式：分流进样，分流比为15:1；
- e) 离子源温度：230 ℃；
- f) 载气：氦气，流速1.0 mL/min；
- g) 接口温度：260 ℃；
- h) 扫描模式：SIM，详细参数见表附录B。

5.5 标准曲线的绘制

按照5.4所列的仪器参考条件，对混合标准系列工作液进行测定，分别以标准工作液中各目标溶剂的浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制各目标溶剂的标准曲线，得到线性方程。混合标准工作溶液的色谱图参见附录C。

5.6 定性判定标准

在相同的实验条件下进行样品测定时，若试样中待测物色谱峰保留时间与相应的标准工作液中目标溶剂色谱峰保留时间偏差在±0.5%范围内，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，且样品谱图中定性离子的相对丰度与浓度相近的标准工作液谱图中对应定性离子的相对丰度进行比较，偏差不超过表1规定的范围，则可判断试样中存在相应的待测物。

表1 离子相对丰度比最大允许误差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤10
允许的最大偏差/%	± 10	± 15	± 20	± 50

5.7 定量测定

按照5.4所列的仪器参考条件，对试样、空白进行测定，由标准曲线读取各目标溶剂的浓度。

6. 分析结果的表述

食品接触材料及制品中每种溶剂残留量按公式（1）计算：

$$X = c - c_0 \cdots \cdots \cdots (1)$$

式中：

X——食品接触材料及制品中某一溶剂残留量，单位为毫克每平方米（mg/m²）；

c——试样中该溶剂残留量，单位为毫克每平方米（mg/m²）；

c₀——空白试验中该溶剂的含量，单位为毫克每平方米（mg/m²）；

计算结果保留 2 位有效数字。

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20%。

8. 其他

当取样面积为 0.01 m^2 （以单面计）时，本方法对每种非苯类溶剂的检出限均为 0.05 mg/m^2 ，定量限均为 0.1 mg/m^2 。每种苯类溶剂的检出限均为 0.005 mg/m^2 ，定量限均为 0.01 mg/m^2 。

附录 A

溶剂标准品基本信息

本方法适用的溶剂标准品名称、CAS 号、分子式、分类情况见表 A.1。

表A.1 溶剂标准品基本信息表

序号	名 称	CAS 号	分子简式	分类
1	环己烷	110-82-7	C ₆ H ₁₂	非苯类溶剂
2	甲基环己烷	108-87-2	C ₇ H ₁₄	
3	丙酮	67-64-1	C ₃ H ₆ O	
4	乙酸乙酯	141-78-6	C ₄ H ₈ O ₂	
5	甲醇	67-56-1	CH ₄ O	
6	乙酸异丙酯	108-21-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	
7	丁酮	78-93-3	C ₄ H ₈ O	
8	异丙醇	67-63-0	C ₃ H ₈ O	
9	乙醇	64-17-5	C ₂ H ₆ O	
10	乙酸正丙酯	109-60-4	C ₅ H ₁₀ O ₂	
11	4-甲基-2-戊酮	108-10-1	C ₆ H ₁₂ O	
12	正丙醇	71-23-8	C ₃ H ₈ O	
13	乙酸丁酯	123-86-4	C ₆ H ₁₂ O ₂	
14	异丁醇	78-83-1	C ₄ H ₁₀ O	
15	正丁醇	71-36-3	C ₄ H ₁₀ O	
16	乙二醇甲醚醋酸酯	110-49-6	C ₅ H ₁₀ O ₃	
17	丙二醇甲醚醋酸酯	108-65-6	C ₆ H ₁₂ O ₃	
18	丙二醇甲醚	107-98-2	C ₄ H ₁₀ O ₂	
19	丙二醇乙醚	1569-02-4	C ₅ H ₁₂ O ₂	
20	苯	71-43-2	C ₆ H ₆	苯类溶剂
21	甲苯	108-88-3	C ₇ H ₈	
22	乙苯	100-41-4	C ₈ H ₁₀	
23	邻二甲苯	95-47-6	C ₈ H ₁₀	
24	对二甲苯	106-42-3	C ₈ H ₁₀	
25	间二甲苯	108-38-3	C ₈ H ₁₀	

附录 B

溶剂定量和定性离子表

25 种溶剂定量离子和定性离子信息见表 B.1。

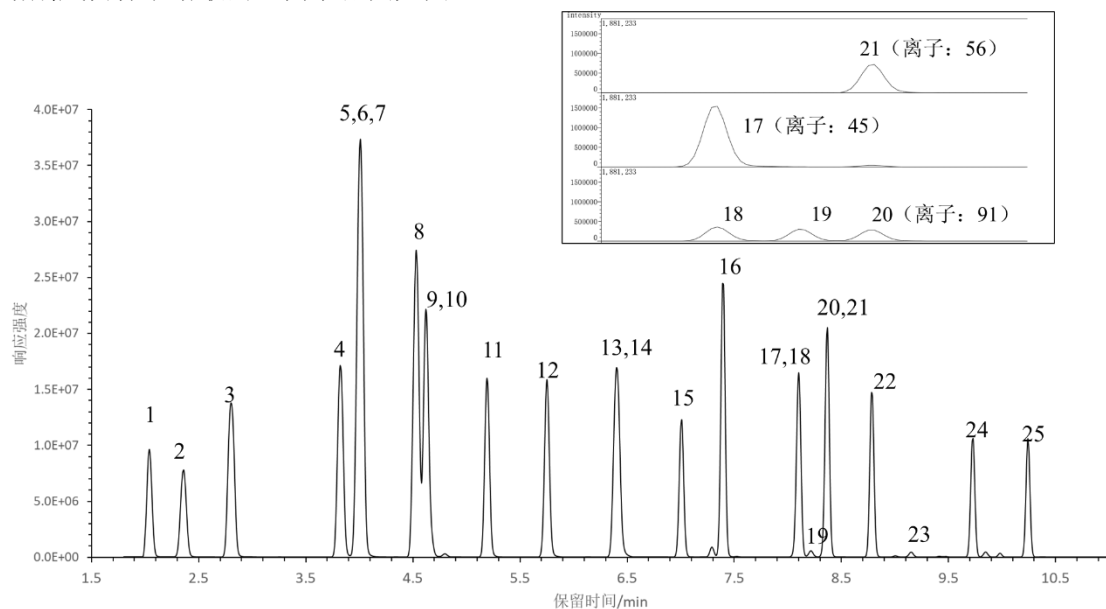
表B.1 溶剂定量离子和定性离子信息表

序号	名 称	CAS 号	定量离子	定性离子	相对丰度
1	环己烷	110-82-7	56	84, 41, 69	100:84:65:37
2	甲基环己烷	108-87-2	83	55, 98, 41	100:80:50:50
3	丙酮	67-64-1	43	58, 42	100:40:10
4	乙酸乙酯	141-78-6	43	45, 29, 70	100:23:23:18
5	甲醇	67-56-1	31	32, 29	100:75:50
6	乙酸异丙酯	108-21-4	61	43, 87, 59	100:59:27:15
7	丁酮	78-93-3	72	43, 57, 29	100:74:72:37
8	异丙醇	67-63-0	45	43, 59	100:14:14
9	乙醇	64-17-5	31	45, 46, 43	100:87:35:30
10	乙酸正丙酯	109-60-4	43	61, 73, 42	100:35:19:15
11	4-甲基-2-戊酮	108-10-1	43	58, 85, 100	100:31:15:13
12	正丙醇	71-23-8	31	42, 59, 29	100:23:17:17
13	乙酸丁酯	123-86-4	43	56, 41, 73	100:32:16:16
14	异丁醇	78-83-1	43	41, 42, 33	100:70:68:44
15	正丁醇	71-36-3	56	41, 43, 31	100:94:78:76
16	乙二醇甲醚醋酸酯	110-49-6	43	45, 58	100:52:42
17	丙二醇甲醚醋酸酯	108-65-6	43	45, 72	100:30:17
18	丙二醇甲醚	107-98-2	45	47, 31	100:41:15
19	丙二醇乙醚	1569-02-4	45	59, 31	100:75:55
20	苯	71-43-2	78	52, 39	100:18:13
21	甲苯	108-88-3	91	92, 65	100:62:14
22	乙苯	100-41-4	91	106, 51	100:30:13
23	邻二甲苯	95-47-6	91	106, 105, 51	100:60:24:15
24	对二甲苯	106-42-3	91	106, 105, 51	100:60:30:10
25	间二甲苯	108-38-3	91	106, 105, 51	100:61:30:12

附录 C

混合标准工作溶液色谱图

溶剂残留标准溶液的总离子流图见图 C.1。



说明:

- | | | |
|--------------------|-------------------------|-------------------------|
| 1 环己烷 (2.11 min) | 10 苯 (4.67 min) | 19 对二甲苯 (8.24 min) |
| 2 甲基环己烷 (2.50 min) | 11 乙酸正丙酯 (5.2 min) | 20 间二甲苯 (8.37 min) |
| 3 丙酮 (2.90 min) | 12 4-甲基-2-戊酮 (5.78 min) | 21 正丁醇 (8.40 min) |
| 4 乙酸乙酯 (3.85 min) | 13 正丙醇 (6.41 min) | 22 丙二醇乙醚 (8.79 min) |
| 5 甲醇 (4.0 min) | 14 甲苯 (6.43 min) | 23 邻二甲苯 (9.18 min) |
| 6 乙酸异丙酯 (4.0 min) | 15 乙酸丁酯 (7.0 min) | 24 丙二醇甲醚醋酸酯 (9.75 min) |
| 7 丁酮 (4.0 min) | 16 异丁醇 (7.4 min) | 25 乙二醇甲醚醋酸酯 (10.25 min) |
| 8 异丙醇 (4.5 min) | 17 丙二醇甲醚 (8.09 min) | |
| 9 乙醇 (4.62 min) | 18 乙苯 (8.11 min) | |

图C.1 溶剂残留标准溶液的总离子流图