

ICS 67.250

CCS C 53

DB34

安徽省地方标准

DB34/T 1994—2021

代替 DB34/T 1994—2013

食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法

Determination for the migration of Di-(2-ethylhexyl)isophthalate in food plastic packaging material-Gas Chromatography-Mass Spectrometry method

地方标准信息服务平台

2021-01-25 发布

2021-02-25 实施

安徽省市场监督管理局 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。

本文件代替 DB34/T 1994-2013《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定气相色谱-质谱法》，与 DB34/T 1994-2013 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

——修改了迁移实验条件，食品模拟物试液的制备按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求，对样品进行迁移试验，其中用异辛烷代替橄榄油作为油基食品模拟物（见 7.2，2013 年版的 6.1.3）。

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。

本文件由安徽省食品质量安全检验方法标准化技术委员会提出并归口。

本文件起草单位：安徽省食品药品检验研究院（安徽国家农副加工食品质量监督检验中心）。

本文件主要起草人：张居舟、汪永信、杨梅、聂磊、高柱、张安、王欣。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

——2013 年首次发布为 DB34/T 1994-2013，2021 年第一次修订。

地方标准信息服务平台

食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法

1 范围

本文件规定了食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定方法。
本文件适用于食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定。

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本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 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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

食品塑料包装材料采用食品模拟物浸泡，取浸泡液浓缩，正己烷溶解后离心，上清液经气相色谱-质谱测定，外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有说明，本文件所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 正己烷（ C_6H_{14} ）。

5.1.2 无水乙醇（ C_2H_5OH ）。

5.1.3 乙酸（ CH_3COOH ）。

5.1.4 配制酸性、酒精类食品模拟物所需试剂：按 GB 31604.1 的规定。

5.1.5 异辛烷：油基食品模拟物。

5.1.6 丙酮（ CH_3COCH_3 ）。

5.2 标准品

间苯二甲酸二（2-乙基）己酯标准品（CAS：137-89-3，纯度 $\geq 98\%$ ）。

5.3 标准溶液配制

5.3.1 间苯二甲酸二(2-乙基)己酯标准储备液(1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 准确称取间苯二甲酸二(2-乙基)己酯标准品 25 mg, 用正己烷溶解并定容至 25 mL, 于 4℃冰箱中避光保存, 有效期 6 个月。

5.3.2 间苯二甲酸二(2-乙基)己酯标准使用液(10 $\mu\text{g}/\text{mL}$): 准确移取 5.3.1 标准储备液 1 mL, 加入正己烷定容至 100 mL, 于 4℃冰箱中避光保存, 有效期 7 天。

5.3.3 间苯二甲酸二(2-乙基)己酯标准系列工作溶液: 准确移取 5.3.2 标准使用液, 用正己烷配制浓度为 0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、3.0 mg/L、8.0 mg/L、10.0 mg/L 的间苯二甲酸二(2-乙基)己酯的标准系列工作溶液, 现配现用。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪: 带电子轰击源(EI)。

6.2 离心机(≥ 4000 r/min)。

6.3 分析天平: 感量 0.1 mg, 0.01 g。

6.4 振荡器。

6.5 旋转蒸发器。

6.6 恒温干燥箱。

6.7 玻璃器皿。

6.8 迁移测试池。

注: 所用玻璃器皿洗净后, 用一级水淋洗 3 次, 丙酮浸泡 1 h, 在 200℃下烘烤 1 h, 冷却至室温备用。

7 分析步骤

7.1 食品模拟物试液的制备

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。

7.2 浸泡液的处理

7.2.1 将浸泡液放置至室温, 对于异辛烷或 95%乙醇水溶液($\geq 50\%$ 酒精类食品)模拟物浸泡液, 称取 $10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 浸泡液于梨形蒸馏瓶中, 在 45℃水浴中减压旋转蒸发至近干后挥干, 加入 1 mL 正己烷溶解, 涡旋振荡 3 min, 4000 r/min 离心 5 min, 收集上清液待测。

7.2.2 对于其他模拟物浸泡液(包括水基、酸性食品、 $< 50\%$ 酒精类食品模拟物), 称取 $10 \text{ g} \pm 0.01 \text{ g}$ 模拟物浸泡液于 25 mL 离心管中, 加入 4 mL 正己烷, 振荡提取 10 min, 4000 r/min 离心 5 min, 取出上层正己烷层, 再重复提取两次, 合并正己烷相于梨形蒸馏瓶中, 在 45℃水浴中减压旋转蒸发至近干后挥干, 加入 1 mL 正己烷溶解, 涡旋振荡 3 min, 4000 r/min 离心 5 min, 收集上清液待测。

7.2.3 样液可根据具体情况进行稀释, 使其测定值在标准曲线的线性范围内。

7.3 空白实验

按 7.1 和 7.2 处理未与食品接触材料接触的食品模拟物和替代溶剂。

7.4 仪器参考条件

7.4.1 气相色谱条件

气相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱：5%-二苯基-95%二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱（30.0 m × 0.25 mm × 0.25 μm）或柱效相当的色谱柱；
- b) 进样口温度：280℃；
- c) 升温程序：初始柱温 70℃，以 30℃/min 升温至 280℃，保持 6 min；
- d) 载气：氦气（纯度 ≥ 99.999%），恒流模式，流速为 1.0 mL/min；
- e) 进样方式：不分流进样；
- f) 进样量：1 μL。

7.4.2 质谱条件

质谱参考条件如下：

- a) 色谱与质谱接口温度：280℃；
- b) 离子源温度：230℃；
- c) 电离方式：电子轰击电离源（EI），70 eV；
- d) 监测方式：选择离子扫描模式（SIM），监测离子为 167, 279, 149 和 261；其相对丰度比：167: 279: 149: 261 = 100: 32: 26: 9；定量离子：167；
- e) 溶剂延迟：7 min。

7.5 标准曲线的制作

将系列标准工作液分别注入气相色谱-质谱仪中，测定间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的定量离子的峰面积，以标准工作液的浓度为横坐标，以间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的定量离子的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。

7.6 试样溶液的测定

将试样溶液注入气相色谱-质谱仪中，得到间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的定量离子的峰面积，根据标准曲线得到待测液中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯化合物的浓度。

7.7 定性分析

在 7.4 仪器条件下，试样和标准品的选择离子色谱峰在相同保留时间处（±0.5%）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不超过表1 规定的范围，此时可定性确证目标分析物。

表1 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	20~50（含）	10~20（含）	≤10
允许相对偏差/%	±10	±15	±20	±50

7.8 定量分析

本标准采用外标校准曲线法定量测定。以间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的标准溶液浓度为横坐标，定量离子的峰面积为纵坐标，作校准曲线线性回归方程，以试样的峰面积与标准曲线比较定量。

8 分析结果的表述

8.1 食品模拟物中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯化合物浓度的计算

食品模拟物中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯化合物的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{(c-c_0) \times V \times k}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- X ——食品模拟物试液中中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯含量，单位为毫克每千克 (mg /kg) ；
- c ——试样萃取液中中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯峰面积对应的质量浓度，单位为毫克每升(mg /L)；
- c_0 ——空白试样中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯的质量浓度，单位为毫克每升 (mg /L) ；
- V ——试样定容体积，单位为毫升 (mL) ；
- k ——稀释倍数；
- m ——食品模拟物试液质量，单位为克 (g) 。

注：计算结果保留三位有效数字。

8.2 间苯二甲酸二(2-乙基)己酯迁移量的计算

由 7.1 得到的试样溶液中中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯浓度，按 GB 5009.156 进行迁移量的计算，得到食品模拟物中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯的迁移量。结果保留三位有效数字。

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%。

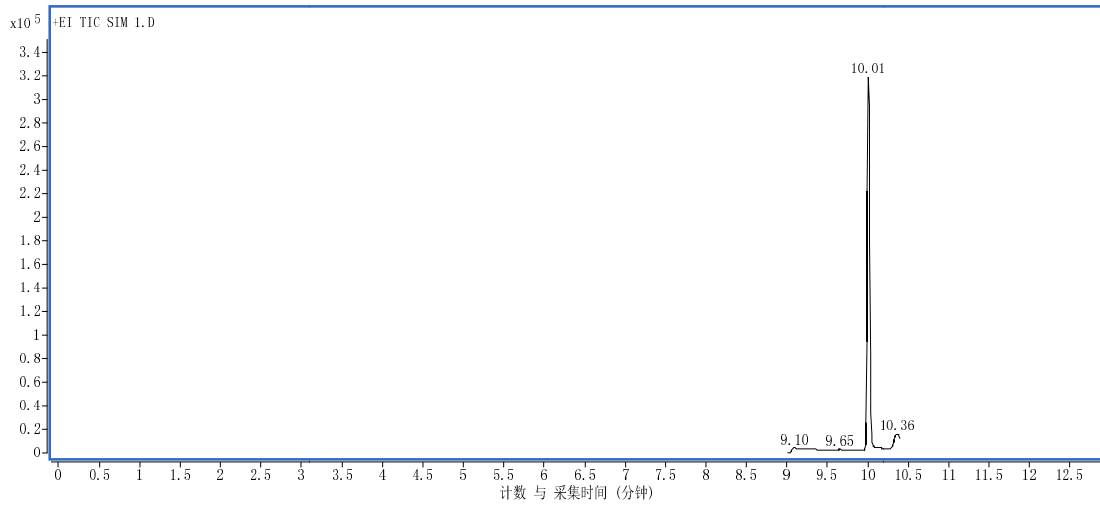
10 其它

本方法对水基、酸性食品、酒精类、油性食品模拟物中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯的测定低限(定量限)为 0.02 mg/kg。

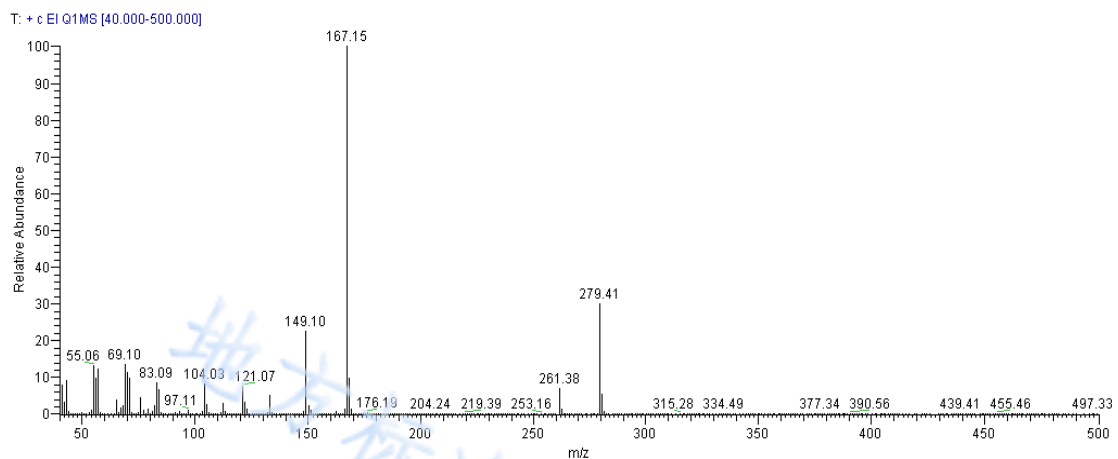
地方标准信息服务平台

附录 A
(资料性)

食品塑料包装材料中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯迁移试验相关谱图



图A.1 间苯二甲酸二(2-乙基)己酯标准物质的气相色谱-质谱选择离子色谱图



图A.2 间苯二甲酸二(2-乙基)己酯质谱图