

# 上海市食品接触材料协会团体标准

---

## 食品接触材料及制品 2, 2, 4, 4-四甲基 -1, 3-环丁二醇迁移量的测定

Determination of Migration of 2, 2, 4, 4-Tetramethyl-1, 3-cyclobutanediol  
in Food Contact Materials and Products

(征求意见稿)

2021-XX-XX 发布

2021-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 2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁二醇迁移量的测定

## 1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁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2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇迁移量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 原理

食品接触材料及制品采用食品模拟物浸泡，2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇迁移到食品模拟物中，通过气相色谱法进行分离，测定食品模拟物中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的迁移量。水基、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇）采用甲醇稀释后检测，油脂类食品模拟物经过甲醇萃取后利用气相色谱法检测，外标法定量。

## 4 试剂和材料

### 4.1 试剂

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

4.1.1 甲醇（CH<sub>4</sub>O）：色谱纯。

4.1.2 乙酸（C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>）。

4.1.3 乙醇（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）。

4.1.4 油脂类食品模拟物（橄榄油）：化学纯

### 4.2 试剂配制

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

### 4.3 标准品

2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇（CAS No: 3010-96-6），纯度≥98%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

#### 4.4 标准溶液

4.4.1 标准储备液 (1000 mg/L): 准确称取 50 mg (精确到 0.01 mg) 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇标准品 (4.3) 于 50 mL 容量瓶中, 甲醇溶解, 定容至刻度, -20℃密封保存。

4.4.2 标准中间溶液 (100 mg/L): 准确移取标准储备液 (4.4.1) 1.00mL 于 10 mL 容量瓶中, 甲醇溶解, 定容至刻度, 混匀。

##### 4.4.3 标准工作溶液的制备

###### 4.4.3.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂标准工作溶液

分别准确移取标准中间溶液 (4.4.2) 0.02 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.50mL于10 mL容量瓶中, 分别准确加入2.0 mL相应食品模拟物后, 用甲醇定容, 混匀, 配制成浓度为: 0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、5.00 mg/L的标准工作液。现配现用。

###### 4.4.3.2 油脂类食品模拟物标准工作溶液

分别准备移取标准储备液 (4.4.1) 0 mL、0.40 mL、0.80 mL、1.20 mL、1.60 mL、2.00 mL于5个10 mL 容量瓶中, 甲醇定容, 摇匀。得到质量浓度分别为0 mg/L、40 mg/L、80 mg/L、120 mg/L、160 mg/L、200 mg/L的系列标准工作溶液。现用现配。

分别称取油脂类食品模拟物 2.0 g (精确到 0.001g) 于 6 个 25mL 离心管中, 分别准确上述系列标准工作溶液 50  $\mu$ L, 得到浓度分别为 0 mg/kg、1.00 mg/kg、2.00 mg/kg、3.00 mg/kg、4.00 mg/kg、5.00 mg/kg 的系列标准工作溶液。分别加入 2.0 mL 甲醇摇匀, 涡旋振荡 2 min, 离心分层, 取上清液待测。

#### 5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪: 配置氢火焰离子化检测器 (FID)。

5.2 分析天平: 感量为 1 mg, 0.01 mg。

5.3 有机相微孔滤膜: 0.45  $\mu$ m。

5.4 离心机: 最高转速 > 3 000 r/min。

#### 6 分析步骤

##### 6.1 样品迁移试验

本标准迁移试验采用 4%乙酸, 10%乙醇, 20%乙醇, 50%乙醇食品模拟物、油脂类食品模拟物 (橄榄油) 及化学溶剂替代溶剂 95%乙醇。

迁移实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  $^{\circ}$ C~4  $^{\circ}$ C 冰箱中避光保存。测试前, 应将浸泡液恢复至室温后进行下一步试验。

##### 6.2 浸泡液的处理

###### 6.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物的处理

移取浸泡液 2.0 mL 于 10 mL 容量瓶中, 加入甲醇摇匀后, 定容, 取样上机。

###### 6.2.2 油脂类食品模拟物的处理

称取浸泡液 2.0 g (精确到 0.001g) 于离心管中, 加入 2.0 mL 甲醇摇匀, 涡旋振荡 2 min, 离心分层, 取上清液经过 0.45  $\mu$ m 滤膜过滤后, 待测。

###### 6.2.3 空白试液的处理

未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物作为空白试液。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 参考色谱条件：

- a) 色谱柱：聚乙二醇色谱柱：30 m×0.25 mm×0.25 μm（或等效色谱柱）；
- b) 进样口温度：250℃；
- c) 进样方式：不分流进样；
- d) 流速：1.0 mL/min；
- e) 进样量：1 μL；
- f) 升温程序：60℃保持2 min，15℃/min升温至240℃，保持6 min；
- g) 检测器（FID）温度：250℃；
- h) 载气：氢气流量：30 mL/min；空气流量：400 mL/min。

#### 6.3.2 绘制标准工作曲线

按照6.3.1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2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标（2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇具有2种顺反结构的同分异构体，在气相色谱图上会出现两个目标峰，峰面积以两个目标峰的加合计算），绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录A中的A.1。

#### 6.3.3 试液的测定

按照6.3.1所列参考色谱条件，对空白试液和样品试液（6.2）依次进样测定，根据保留时间定性，采用外标法定量。

## 7 分析结果的表述

### 7.1 食品接触材料及制品2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇特定迁移量的计算（以mg/kg表示）

食品接触材料及制品中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇迁移量以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——2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——试样浸泡液中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c<sub>0</sub>——空白浸泡液中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V<sub>1</sub>——迁移试验使用食品模拟物的体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

S<sub>1</sub>——迁移试验中试样与食品模拟物接触的面积，单位为平方分米（dm<sup>2</sup>）；

S<sub>2</sub>——试样实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（dm<sup>2</sup>）；

V<sub>2</sub>——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。

如样品的实际接触面积/体积比（即 $S_2/V_2$ ）未知，则按照每6 dm<sup>2</sup>的试样面积与1 kg的食品接触进行计算。

结果至少保留2位有效数字。

## 7.2 密封用制品类食品接触材料及制品2, 2, 4, 4-四甲基-1, 3-环丁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2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇特定迁移量以mg/件表示时，按式（2）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。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X——2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c——试样浸泡液中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

$c_0$ ——空白浸泡液中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

n——浸泡用密封制品的数量，单位件。

结果至少保留到2位有效数字。

## 8 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%。

## 9 其他

本方法对水基、酸性、酒精类、油脂类食品模拟物（橄榄油）及化学替代溶剂95%乙醇中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的检出限为0.5 mg/kg，定量限为1.0 mg/kg。当迁移试验中S/V与实际使用情形下S/V相同时，本方法对各食品模拟物中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的检出限均为0.5 mg/kg，定量限为1.0 mg/kg；当迁移试验中S/V与实际使用情形下S/V不同时，本方法对各食品模拟物中2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇的检出限和定量限按第7章进行计算。

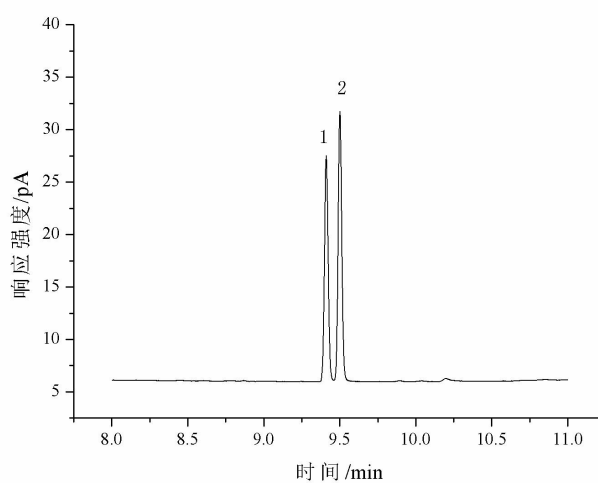


附 录 A

附 录 B (资料性附录)

附 录 C标准溶液气相色谱图

标准溶液气相色谱图见图A.1。



注：峰1,2均为2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇

图A.1 2,2,4,4-四甲基-1,3-环丁二醇标准溶液气相色谱图 (10 mg/L)