

# 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-甲基-1,3-丁二烯 的测定和迁移量的测定 (征求意见稿)

Determination of migration of 2-methyl-1,3-butadiene in food contact  
materials and products

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：上海市质量监督检验技术研究院、常州工业及消费品检验有限公司、名创优品（广州）有限责任公司、双枪科技股份有限公司、山东省产品质量检验研究院、普研（上海）标准技术服务有限公司、上海市食品接触材料协会。

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中 2-甲基-1,3-丁二烯的测定和迁移量的测定

## 1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中2-甲基-1,3-丁二烯的测定和迁移量的测定方法。  
本文件适用于食品接触材料及制品中2-甲基-1,3-丁二烯的测定和迁移量的测定。

## 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。

## 2-甲基-1,3-丁二烯的测定

## 3 原理

食品接触材料及制品经N,N-二甲基乙酰胺溶解或分散于顶空瓶中，加热使待测成分达到气液平衡，然后定量吸取顶空气体进行气相色谱测定，根据保留时间定性，以外标法定量。

## 4 试剂和材料

### 4.1 试剂

N,N-二甲基乙酰胺 (DMAC)：色谱纯。

### 4.2 标准品

2-甲基-1,3-丁二烯标准品 (CAS No: 78-79-5)，纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

### 4.3 2-甲基-1,3-丁二烯标准溶液配制

4.3.1 标准储备液 (1000 mg/L)：准确称取 0.100 g (精确到 0.01 mg) 2-甲基-1,3-丁二烯标准品 (4.2) 于 100 mL 容量瓶中，用 DMAC 溶解，定容至刻度。摇匀，于 4 °C 保存，有效期 3 个月。

4.3.2 标准中间溶液 (100 mg/L)：分别准确移取 1.00 mL 标准储备液 (4.3.1) 于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，摇匀，于 4 °C 保存，有效期 1 个月。

4.3.3 标准工作溶液: 移取0.05 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL和1.00 mL的标准中间溶液(4.3.2)于10 mL容量瓶中, 用DMAC定容, 混匀, 配制成浓度为: 0.50 mg/L, 2.00 mg/L, 4.0 mg/L, 6.0 mg/L, 8.0 mg/L和10.0 mg/L。用移液管分别移取5.0 mL DMAC于6个顶空瓶中, 立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入100  $\mu$ L的上述系列标准中间溶液, 混匀, 质量相当于0.05  $\mu$ g、0.2  $\mu$ g、0.4  $\mu$ g、0.6  $\mu$ g、0.8  $\mu$ g和1.0  $\mu$ g。现配现用。

## 5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪: 配氢火焰检测器(FID)和顶空进样器。

5.2 分析天平: 感量为0.1 mg、0.01 mg。

## 6 分析步骤

### 6.1 样品制备

取食品接触材料及制品10 g, 用粉碎机粉碎或者用剪刀剪成粒径小于或等于0.2 cm的碎片, 混匀, 装入洁净的容器内。

### 6.2 试液制备

称取0.5 g(精确至0.01 g)样品于20 mL顶空瓶中, 加入5.0 mL DMAC, 立即加盖密封, 充分振摇, 使瓶中试样溶解或分散于顶空瓶中, 气相色谱仪测定, 同时做空白实验。

### 6.3 测定

#### 6.3.1 参考色谱条件:

##### 顶空进样器条件

- a) 样品平衡时间: 30 min;
- b) 顶空瓶温度: 80  $^{\circ}$ C;
- c) 定量环温度: 90  $^{\circ}$ C;
- d) 传输线温度: 100  $^{\circ}$ C;
- e) 压力平衡时间: 0.1 min;
- f) 进样时间: 0.1 min;

##### 气相色谱条件

a) 色谱柱: 6%氰丙基苯94%二甲基硅氧烷色谱柱, 柱长60 m, 内径0.32 mm, 膜厚1.8  $\mu$ m, 或等效色谱柱;

- b) 程序升温: 40  $^{\circ}$ C保持5 min, 以20  $^{\circ}$ C/min升至220  $^{\circ}$ C, 保持6 min;
- c) 进样口温度: 250  $^{\circ}$ C;
- d) 检测器温度: 250  $^{\circ}$ C;
- e) 载气: 氮气;
- f) 载气流速: 3.0 mL/min;
- g) 进样方式: 分流进样, 分流比5:1;
- h) 进样量: 1 mL;
- i) 氢气流速: 30 mL/min;

j) 空气流速：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-甲基-1,3-丁二烯浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。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，对空白试验试液和样品试液（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 试样中2-甲基-1,3-丁二烯的计算（以mg/kg表示）

食品接触材料及制品中2-甲基-1,3-丁二烯以mg/kg表示时，按式（1）进行计算：

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

式中：

X——2-甲基-1,3-丁二烯的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c——试样浸泡液中2-甲基-1,3-丁二烯的含量，单位为毫克每升（μg）；

c<sub>0</sub>——空白浸泡液中2-甲基-1,3-丁二烯的含量，单位为毫克每升（μg）；

m——试样的称样量，单位为克（g）；

结果至少保留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

方法检出限为0.1 mg/kg，定量限为0.2 mg/kg。

# 2-甲基-1,3-丁二烯迁移量的测定

## 10 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浸泡，2-甲基-1,3-丁二烯迁移到食品模拟物中，采用直接顶空进样，气相色谱法进行测定，保留时间定性，外标法定量。

## 11 试剂和材料

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。

### 11.1 试剂

11.1.1 N,N-二甲基乙酰胺（DMAC）：色谱纯

11.1.2 乙酸（C<sub>2</sub>H<sub>4</sub>O<sub>2</sub>）：AR

11.1.3 乙醇（C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O）：AR

11.1.4 玉米油：CR

### 11.2 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。

### 11.3 标准品

2-甲基-1,3-丁二烯标准品（CAS No: 78-79-5），纯度≥99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

### 11.4 2-甲基-1,3-丁二烯标准溶液配制

11.4.1 标准储备液（1000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确到 0.01 mg）2-甲基-1,3-丁二烯标准品（11.3）于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 溶解，定容至刻度摇匀。摇匀，于 4 °C 保存，有效期 3 个月。

11.4.2 标准中间溶液（100 mg/L）：分别准确移取 1.00 mL 标准储备液（11.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，摇匀，于 4 °C 保存，有效期 1 个月。

11.4.3 标准工作溶液：移取 0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL、0.80 mL、1.00 mL 的标准中间溶液（11.4.2）于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容，混匀，配制成浓度为：1.0 mg/L，2.0 mg/L，4.0 mg/L，6.0 mg/L，8.0 mg/L 和 10.0 mg/L。

11.4.4 2-甲基-1,3-丁二烯水基、酸性、酒精类食品模拟物介质标准工作溶液：用移液管分别移取 5.0 mL 水基、酸性、酒精类食品模拟物于 6 个顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入 50 μL 2-甲基-1,3-丁二烯标准中间溶液，混匀，顶空瓶中 2-甲基-1,3-丁二烯的量相当于 0.05 μg、0.1 μg、0.2 μg、0.3 μg、0.4 μg 和 0.5 μg。

11.4.5 2-甲基-1,3-丁二烯玉米油介质或化学替代模拟物标准工作溶液：分别称取 5.0 g（精确到 0.01 g）玉米油介质或替代模拟物于 6 个顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入 50 μL 2-甲基-1,3-丁二烯标准中间溶液，混匀，顶空瓶中 2-甲基-1,3-丁二烯的量相当于 0.05 μg、0.1 μg、0.2 μg、0.3 μg、0.4 μg 和 0.5 μg。

## 12 仪器和设备

12.1 气相色谱仪：配备顶空进样器和氢火焰离子化检测器（FID）。

12.2 分析天平：感量为 0.1 mg、0.01 mg。

## 13 分析步骤

### 13.1 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%乙醇食品模拟物及玉米油介质或化学溶剂替代溶剂异辛烷。

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 4 °C 冰箱中避光保存 1 周。测试前，应将浸泡液恢复至室温后进行下一步试验。

### 13.2 试液制备

#### 13.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

从迁移试验所得浸泡液中移取 5.0 mL 食品模拟物于顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入 50 μL 的 DMAC，混匀待测。

#### 13.2.2 玉米油食品模拟物试液的制备

从迁移试验所得浸泡液中称取 5.0 g（精确至 0.1 mg）玉米油食品模拟物或油脂替代物（异辛烷）至顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入 50 μL 的 DMAC，混匀待测。

#### 13.2.3 空白试液的制备

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。

### 13.3 测定

#### 13.3.1 参考色谱条件

##### 顶空进样器条件

- a) 样品平衡时间：30 min；
- b) 顶空瓶温度：60 °C；
- c) 定量环温度：70 °C；
- d) 传输线温度：80 °C；
- e) 压力平衡时间：0.1 min；
- f) 进样时间：0.1 min；

##### 气相色谱条件(除含乙醇食品模拟物)

a) 色谱柱：6%氰丙基苯94%二甲基硅氧烷色谱柱，柱长60 m，内径0.32 mm，膜厚1.8 μm，或等效色谱柱；

- b) 程序升温：40 °C 保持 5 min，以 20 °C/min 升至 220 °C，保持 6 min；
- c) 进样口温度：250 °C；

- d) 检测器温度: 250 °C;
- e) 载气: 氮气;
- f) 载气流速: 3.0 mL/min;
- g) 进样方式: 分流进样, 分流比5:1;
- h) 进样量: 1 mL;
- i) 氢气流速: 30 mL/min;
- j) 空气流速: 400 mL/min;

气相色谱条件(含乙醇的食品模拟物)

- a) 色谱柱: 聚苯乙烯-二乙烯基苯色谱柱, 柱长30 m, 内径0.32 mm, 膜厚20 μm, 或等效色谱柱;
- b) 程序升温: 60 °C保持0 min, 以20 °C/min升至180 °C, 保持10 min, 以25 °C/min升至250 °C, 保持5 min;
- c) 进样口温度: 250 °C;
- d) 检测器温度: 250 °C;
- e) 载气: 氮气;
- f) 载气流速: 4.0 mL/min;
- g) 进样方式: 分流进样, 分流比5:1;
- h) 进样量: 1 mL;
- i) 氢气流速: 30 mL/min;
- j) 空气流速: 400 mL/min;

### 13.3.2 绘制标准工作曲线

按照13.3.1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-甲基-1,3-丁二烯浓度为横坐标, 单位以“mg/L或mg/kg”表示, 以2-甲基-1,3-丁二烯面积为纵坐标, 绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录A图A.2。

## 14 分析结果的表述

### 14.1 食品接触材料及制品 2-甲基-1,3-丁二烯特定迁移量的计算 (以 mg/kg 表示)

由标准曲线得到试样溶液中2-甲基-1,3-丁二烯的浓度, 按GB 5009.156进行迁移量计算, 得到食品接触材料及制品中2-甲基-1,3-丁二烯的迁移量。食品接触材料及制品中2-甲基-1,3-丁二烯迁移量以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-甲基-1,3-丁二烯的特定迁移量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- c——试样浸泡液中2-甲基-1,3-丁二烯的含量, 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-甲基-1,3-丁二烯的含量, 单位为毫克每升 (mg/L) 或毫克每千克 (mg/kg);
- V<sub>1</sub>——迁移试验使用模拟物的体积或质量, 单位为升 (L) 或千克 (kg);

S1——迁移试验中试样与模拟物接触的面积，单位为平方分米（dm<sup>2</sup>）；

S2——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>）；

V2——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S2/V2）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。

#### 14.2 密封用制品类食品接触材料及制品2-甲基-1,3-丁二烯特定迁移量的计算（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-甲基-1,3-丁二烯特定迁移量以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-甲基-1,3-丁二烯特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c——试样浸泡液中2-甲基-1,3-丁二烯的含量，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-甲基-1,3-丁二烯的含量，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2位有效数字。

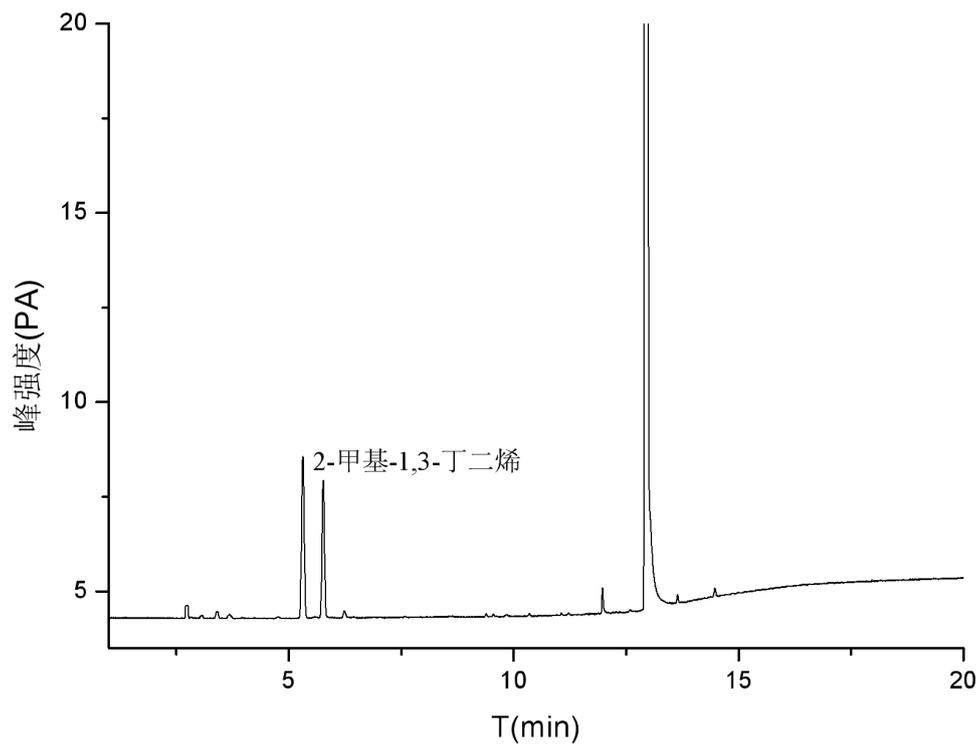
#### 15 精密度

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%。

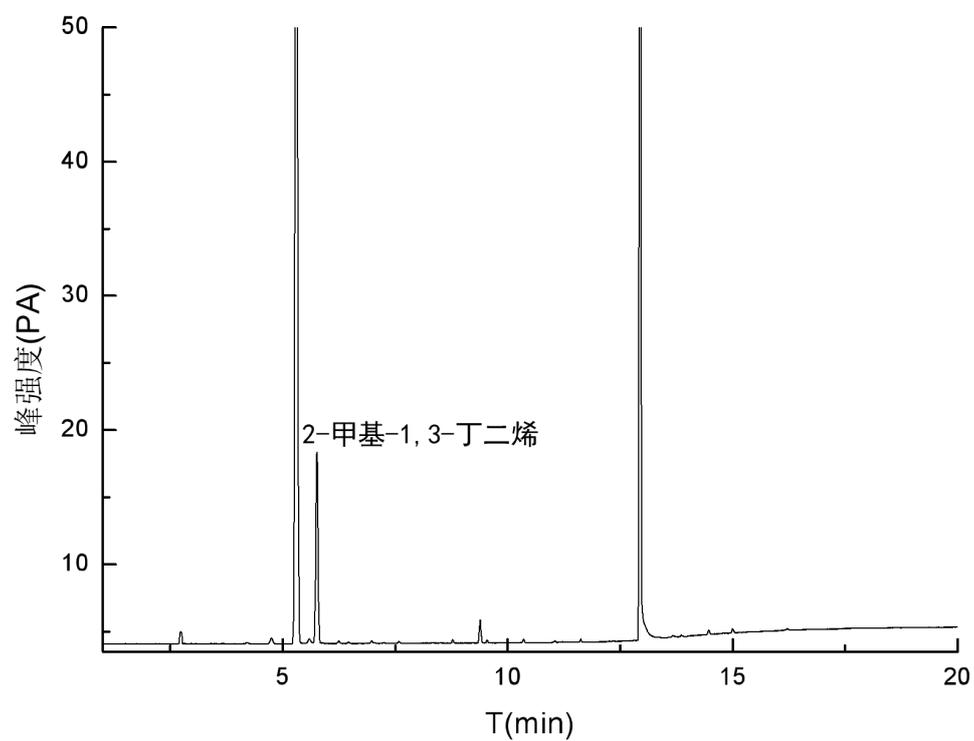
#### 16 其他

本方法对水基、酸性、酒精类以及玉米油食品模拟物中2-甲基-1,3-丁二烯的检出限为0.01 mg/kg，定量限为0.02 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-甲基-1,3-丁二烯的检出限均为0.01 mg/kg，定量限为0.02 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-甲基-1,3-丁二烯的检出限和定量限按第14章进行计算。

附录 A  
(资料性附录)  
2-甲基-1,3-丁二烯标准溶液色谱图



图A.1 2-甲基-1,3-丁二烯残留量标准溶液的色谱图 (0.10mg/L)



图A.2 2-甲基-1,3-丁二烯迁移量标准溶液的色谱图 (0.10mg/L)