



中华人民共和国国家标准

GB 31604.46—xxxx

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 游离酚的测定和迁移量的测定

(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

前 言

本标准代替GB 31604.46-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 游离酚的测定和迁移量的测定》。

本标准与GB 31604.46-2016相比，主要变化如下：

- 修改了范围；
- 修改了第一部分中检出限和定量限；
- 修改了第二部分中分析步骤和结果表述；
- 增加了第三部分 苯酚迁移量的测定。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 游离酚的测定和迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品游离酚的测定和迁移量测定方法。

本标准第一部分适用于食品接触用环氧酚醛树脂涂料中游离酚的测定；第二部分适用于食品接触用聚碳酸酯塑料材料及制品、涂料及涂层中游离酚迁移量（以苯酚计）的测定；第三部分适用于食品接触材料及制品苯酚迁移量的测定。

第一部分 游离酚的测定

2 原理

涂料中酚与溴反应生成三溴苯酚，剩余的溴与碘化钾作用析出的碘用硫代硫酸钠滴定，根据硫代硫酸钠溶液消耗量计算出游离酚的含量。

3 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。

3.1 试剂

- 3.1.1 盐酸（HCl）。
- 3.1.2 三氯甲烷（CHCl₃）。
- 3.1.3 乙醇（C₂H₆O）。
- 3.1.4 碘化钾（KI）。
- 3.1.5 可溶性淀粉[（C₆H₁₀O₅）_n]。
- 3.1.6 溴水（Br₂）。
- 3.1.7 无水碳酸钠（Na₂CO₃）。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 碘化钾溶液（100 g/L）：称取1.00 g碘化钾，用水溶解并稀释至10 mL。
- 3.2.2 淀粉指示液（10 g/L）：称取1.0 g可溶性淀粉，加少量水调至糊状，然后倒入100 mL沸水中，煮沸片刻，临用现配。

3.3 标准品

- 3.3.1 硫代硫酸钠（Na₂S₂O₃·5H₂O，CAS号：10102-17-7）：优级纯，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。
- 3.3.2 溴酸钾（KBrO₃，CAS号：7758-01-2）：优级纯，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。
- 3.3.3 溴化钾（KBr，CAS号：7758-02-3）：优级纯，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 硫代硫酸钠标准滴定溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 0.1 \text{ mol/L}$]

称取 26 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)，加 0.2 g 无水碳酸钠，溶于 1000 mL 水中，缓缓煮沸 10 min，冷却，置于棕色试剂瓶中，于暗处保存两周后过滤，使用前按照 GB/T 5009.1 标定。

3.4.2 溴标准溶液 [$c(\frac{1}{2}\text{Br}_2) = 0.1 \text{ mol/L}$]

称取 3.0 g 溴酸钾及 25.0 g 溴化钾，溶于 1000 mL 水中，摇匀，使用前按照 GB/T 5009.1 标定。

4 仪器和设备

4.1 天平：感量为 0.01 g、0.1 mg。

4.2 水蒸气蒸馏设备：示意图见附录 A 图 A.1。

5 分析步骤

5.1 试样蒸馏

称取 1.0 g（精确到 0.01 g）食品接触用环氧酚醛树脂涂料试样，放入蒸馏瓶内，加入 20 mL 乙醇溶解（水基改性环氧树脂涂料，则加入 20 mL 水），再加入 50 mL 水，然后用水蒸气加热蒸馏出游离酚，馏出溶液收集于 500 mL 容量瓶中，控制在 40 min~50 min 内馏出蒸馏液 300 mL~400 mL，最后取 5 滴新蒸出液样，加 1 滴~2 滴溴水，如无白色沉淀，证明酚已蒸完，即可停止蒸馏，蒸馏液用水稀释至刻度，充分摇匀，备用。

5.2 滴定

移取 100 mL 蒸馏液，置于 500 mL 具塞锥形瓶中，加入 25 mL 溴标准溶液、5 mL 盐酸，在室温下放入暗处 15 min，加入 10 mL 碘化钾溶液，在暗处放置 10 min，加 1 mL 三氯甲烷，用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至淡黄色，加 1 mL 淀粉指示液，继续滴定至蓝色消退为终点。

5.3 空白试验

用 20 mL 乙醇加水稀释至 500 mL，然后移取 100 mL 稀释后的溶液（水基改性环氧树脂涂料，则移取 100 mL 水），按照步骤 5.2 方法进行测定。

6 分析结果的表述

样品中游离酚的含量按式（1）计算：

$$X = \frac{15.68 \times (V_1 - V_2) \times c \times V_3}{m \times V_4} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X——试样中游离酚的含量，单位为克每千克（g/kg）；

15.68 ——与 1.0 L 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当苯酚的质量，单位为克每摩尔（g/mol）；

V_1 ——试剂空白滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积，单位为毫升（mL）；

V_2 ——滴定试样消耗硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积，单位为毫升（mL）；

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的实际浓度，单位为摩尔每升（mol/L）；

V_3 ——蒸馏液定容体积，单位为毫升（mL）；

V_4 ——滴定时移取蒸馏液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——样品质量，单位为克（g）；
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 5 %。

8 其它

本方法的检出限为 0.4 g/kg，定量限为 2.0 g/kg。

第二部分 游离酚迁移量的测定

9 原理

在碱性条件（pH 9.0~10.5）及氧化剂铁氰化钾存在的溶液中，游离酚与 4-氨基安替吡啉发生显色反应，形成安替吡啉染料，用比色定量。其中水浸泡液中安替吡啉染料用三氯甲烷萃取后比色定量；当浸泡液中乙醇体积分数高于 20%时，用水稀释后进行显色反应；异辛烷浸泡液中游离酚经水萃取后进行显色反应。

10 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。

10.1 试剂

- 10.1.1 无水乙醇（ C_2H_6O ）。
- 10.1.2 冰乙酸（ $C_2H_4O_2$ ）。
- 10.1.3 异辛烷（ C_8H_{18} ）。
- 10.1.4 95 % 乙醇。
- 10.1.5 4-氨基安替吡啉（ $C_{11}H_{13}N_3O$ ）。
- 10.1.6 铁氰化钾[$K_3Fe(CN)_6$]。
- 10.1.7 氯化铵（ NH_4Cl ）。
- 10.1.8 碳酸钠（ Na_2CO_3 ）。
- 10.1.9 三氯甲烷（ $CHCl_3$ ）。
- 10.1.10 无水硫酸钠（ Na_2SO_4 ）。
- 10.1.11 氢氧化钠（ $NaOH$ ）。
- 10.1.12 氨水（ $NH_3 \cdot H_2O$ ）：体积分数28%~30%。

10.2 试剂配制

- 10.2.1 水基食品模拟物中4%（体积分数）乙酸溶液、10%（体积分数）乙醇溶液、20%（体积分数）乙醇溶液、50%（体积分数）乙醇溶液，按GB 5009.156的规定操作。
- 10.2.2 4-氨基安替吡啉溶液：准确称取1.0 g 4-氨基安替吡啉，用水溶解并稀释至50 mL，4 °C 保存，一周内使用。
- 10.2.3 氯化铵缓冲液：称取20.0 g氯化铵溶解于100 mL氨水中，密封，4°C 保存。
- 10.2.4 铁氰化钾溶液：称取4.0 g铁氰化钾，用水溶解并稀释至50 mL。

10.2.5 氢氧化钠溶液：称取0.4 g氢氧化钠，用水溶解并稀释至100 mL。

10.3 标准品

苯酚（ C_6H_6O ，CAS号：108-95-2）标准溶液（1000 mg/L）：或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

10.4 标准溶液配制

10.4.1 标准中间液（100 mg/L）

准确移取 5.0 mL 苯酚标准溶液（1000 mg/L）于 50 mL 容量瓶中，用乙醇定容至刻度，混匀。置于 4℃ 冰箱避光保存，有效期 1 个月。

10.4.2 标准中间液（10 mg/L）

准确移取 1.0 mL 苯酚标准溶液（1000 mg/L）于 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。临用现配。

10.4.3 水中系列标准工作液

分别准确移取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、4.0 mL、6.0 mL、10.0 mL 苯酚标准中间液（10 mg/L）于 6 个 200 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，混匀。标准系列工作液中苯酚的浓度分别为 0.00 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.30 mg/L、0.50 mg/L。

10.4.4 4%（体积分数）乙酸溶液中系列标准工作液

分别准确移取 0 mL、0.125 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、3.00 mL 苯酚标准中间液（100 mg/L）于 6 个 50 mL 容量瓶中，用 4%（体积分数）乙酸溶液定容至刻度，混匀。标准系列工作液中苯酚的浓度分别为 0.00 mg/L、0.25 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、6.00 mg/L。

10.4.5 10%（体积分数）乙醇溶液中系列标准工作液

分别准确移取 0 mL、0.125 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、3.00 mL 苯酚标准中间液（100 mg/L）于 6 个 50 mL 容量瓶中，用 10%（体积分数）乙醇溶液定容至刻度，混匀。标准系列工作液中苯酚的浓度分别为 0.00 mg/L、0.25 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、6.00 mg/L。

10.4.6 异辛烷中系列标准工作液

分别准确移取 0 mL、0.25 mL、0.50 mL、1.00 mL、1.50 mL、3.00 mL 苯酚标准中间液（100 mg/L）于 6 个 50 mL 容量瓶中，用异辛烷定容至刻度，混匀。标准系列工作液中苯酚的浓度分别为 0.00 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、3.00 mg/L、6.00 mg/L。

10.5 材料

10.5.1 尼龙滤膜：0.45 μm。

11 仪器和设备

11.1 可见分光光度计。

11.2 天平：感量 0.01 g、0.1 mg。

12 分析步骤

12.1 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，可置于室温或 4℃ 冰箱中保存，保存期不超过 3 天。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后使用。

12.2 浸泡液前处理

12.2.1 水浸泡液的处理

移取 200 mL 浸泡液置于分液漏斗中，依次加入 1.0 mL 4-氨基安替吡啉溶液、1.0 mL 铁氰化钾溶液，每加入一种试剂，要充分摇匀，放置 10 min，加入 10.0 mL 三氯甲烷，振摇 2 min，静止分层后将三氯甲烷层经无水硫酸钠过滤到具塞比色管中待测。

12.2.2 4%（体积分数）乙酸浸泡液的处理

移取 50.0 mL 浸泡液置于三角瓶中，加入 7.20 g 碳酸钠，轻摇至完全溶解，依次加入 1.0 mL 4-氨基安替吡啉溶液、1.0 mL 铁氰化钾溶液，每加入一种试剂，要充分摇匀，放置 10 min，待测。

12.2.3 10%（体积分数）乙醇浸泡液、20%（体积分数）乙醇浸泡液的处理

移取 50.0 mL 浸泡液置于三角瓶中，依次加入 1.0 mL 氯化铵缓冲溶液、1.0 mL 4-氨基安替吡啉溶液、1.0 mL 铁氰化钾溶液，每加入一种试剂，要充分摇匀，放置 10 min，待测。

12.2.4 50%（体积分数）乙醇浸泡液、95%（体积分数）乙醇（化学替代溶剂）浸泡液的处理

移取 10.0 mL 浸泡液于三角瓶中加入 40.0 mL 水混匀，按 12.2.3 进行处理得到待测液。

12.2.5 异辛烷（化学替代溶剂）浸泡液的处理

移取 50.0 mL 浸泡液置于分液漏斗中，加入 50.0 mL 水混匀，振摇 2 min，静止分层按 12.2.3 进行处理后，取水层（下层）溶液经尼龙滤膜过滤后，待测。

12.3 空白试验

按 12.2 处理未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物、化学替代溶剂。

12.4 标准曲线绘制

各食品模拟物、化学替代溶剂中系列标准工作液按相应的浸泡液进行相同的处理后，按表 1 规定的条件测定各食品模拟物中系列标准工作液的吸光度。以标准工作液的吸光度为纵坐标，以相应的标准工作液中苯酚质量浓度为横坐标，绘制标准曲线。其中 10%（体积分数）乙醇溶液中标准曲线可用于 20%（体积分数）乙醇浸泡液、50%（体积分数）乙醇浸泡液、95%（体积分数）乙醇浸泡液中游离酚迁移量的测定。

表 1 各食品模拟物和化学替代溶剂中检测条件汇总表

食品模拟物名称	比色皿规格	检测波长
水	2 cm	460 nm
10%（体积分数）乙醇溶液 （适用于 20%（体积分数）乙醇溶液、50%（体积分数）乙醇溶液、95%（体积分数）乙醇溶液）	1 cm	500 nm
4%（体积分数）乙酸溶液	1 cm	500 nm
异辛烷	1 cm	500 nm

12.5 试样溶液的测定

按表 1 规定的条件测定各待测试液（12.2）、空白试液（12.3）的吸光度。由标准曲线读取各试样浸泡液、空白浸泡液中游离酚（以苯酚计）的含量 c 、 c_0 。

13 分析结果的表述

13.1 非密封制品类食品接触材料及制品游离酚（以苯酚计）的迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

非密封制品类食品接触材料及制品游离酚（以苯酚计）迁移量以 mg/kg 表示时，按式（2）进行计算：

$$X_1 = \frac{(c-c_0) \times V}{S} \times k \times F \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X_1 ——游离酚（以苯酚计）的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中游离酚（以苯酚计）的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中游离酚（以苯酚计）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）；

S ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

k ——显色反应前浸泡液的稀释倍数，其中 50%（体积分数）乙醇溶液、95%（体积分数）乙醇溶液稀释倍数均为 5，其他食品模拟物浸泡液、化学替代溶剂浸泡液中稀释倍数均为 1；

F ——食品接触材料及制品在可预见使用情形下实际的接触面积与食品体积（质量）之间的比值（ S/V ），各种液态食品密度通常以 1 kg/L 计，单位为平方分米每千克（ dm^2/kg ）。当实际 S/V 已知时， F 即为可预见使用情形下的最大 S/V ；当实际 S/V 未知时， F 采用 6 dm^2/kg ，即 6 dm^2 食品接触材料及制品接触 1 kg 食品。

结果保留 2 位有效数字。

13.2 密封制品类食品接触材料及制品游离酚（以苯酚计）迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，游离酚（以苯酚计）迁移量以 mg/kg 表示时，按式（3）进行计算：

$$X_2 = \frac{(c-c_0) \times V}{S} \times k \times \frac{S_0}{V_3} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X_2 ——游离酚（以苯酚计）的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中游离酚（以苯酚计）的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中游离酚（以苯酚计）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）；

S ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

k ——显色反应前浸泡液的稀释倍数，其中 50%（体积分数）乙醇溶液、95%（体积分数）乙醇溶液稀释倍数均为 5，其他食品模拟物浸泡液、化学替代溶剂浸泡液中稀释倍数均为 1；

S_0 ——密封制品实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

V_3 ——密封制品实际使用容器盛装食品的质量，单位为千克（kg），各种液态食品按密度为 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。

13.3 密封制品类食品接触材料及制品游离酚（以苯酚计）迁移量的计算（以 mg/件表示）

密封制品类食品接触材料及制品游离酚（以苯酚计）迁移量以 mg/件表示时，按式（4）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。

$$X_3 = \frac{(c-c_0) \times V}{n} \times k \dots\dots\dots (4)$$

式中：

X_3 ——游离酚（以苯酚计）特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c ——试样浸泡液中游离酚（以苯酚计）的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中游离酚（以苯酚计）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，单位为件。

k ——显色反应前浸泡液的稀释倍数，其中 50%（体积分数）乙醇溶液、95%（体积分数）乙醇溶液稀释倍数均为 5，其他食品模拟物浸泡液、化学替代溶剂浸泡液中稀释倍数均为 1；

结果保留 2 位有效数字。

14 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 %。

15 其它

本方法对各浸泡液中游离酚（以苯酚计）的检出限和定量限见表 2。游离酚（以苯酚计）迁移量的检出限和定量限根据第 13 章进行计算。

表 2 各浸泡液中游离酚（以苯酚计）的检出限和定量限汇总表

食品模拟物	检出限	定量限
水	0.010 mg/L	0.033 mg/L
4%（体积分数）乙酸溶液	0.10 mg/L	0.25 mg/L
10%（体积分数）乙醇溶液	0.10 mg/L	0.25 mg/L
20%（体积分数）乙醇溶液	0.10 mg/L	0.25 mg/L
50%（体积分数）乙醇溶液	0.50 mg/L	1.3 mg/L
95%（体积分数）乙醇溶液	0.50 mg/L	1.3 mg/L
异辛烷	0.20 mg/L	0.5 mg/L

第三部分 苯酚迁移量的测定

16 原理

水、4%（体积分数）乙酸溶液、10%（体积分数）乙醇溶液、20%（体积分数）乙醇溶液、50%（体积分数）乙醇溶液浸泡液直接进样测定；95%（体积分数）乙醇溶液浸泡液经水稀释后进样测定；橄榄油、异辛烷浸泡液经 80% 甲醇溶液萃取后进样测定。浸泡液中的苯酚经液相色谱柱分离，荧光检测器测定，外标法定量。

17 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。

17.1 试剂

17.1.1 冰乙酸（ $C_2H_4O_2$ ）。

17.1.2 无水乙醇（ C_2H_6O ）。

17.1.3 95%乙醇。

17.1.4 异辛烷 (C₈H₁₈)。

17.1.5 橄榄油：化学纯，符合GB 5009.156的要求。

17.1.6 甲醇 (CH₄O)：色谱纯。

17.1.7 乙腈 (C₂H₃N)：色谱纯。

17.2 试剂配制

17.2.1 4% (体积分数) 乙酸溶液、10% (体积分数) 乙醇溶液、20% (体积分数) 乙醇溶液、50% (体积分数) 乙醇溶液的配制按GB 5009.156操作。

17.2.2 80%甲醇溶液：量取80 mL甲醇和20 mL水，混匀。

17.3 标准品

苯酚 (C₆H₆O, CAS号：108-95-2) 标准溶液 (1000 mg/L)：或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

17.4 标准溶液配制

17.4.1 标准中间液 (100 mg/L)

准确移取苯酚标准溶液 (1000 mg/L) 1.00 mL于10 mL容量瓶中，用甲醇稀释并定容，混匀。置于4℃冰箱避光保存，有效期1个月。

17.4.2 标准中间液 (10 mg/L)

准确移取苯酚标准溶液 (1000 mg/L) 0.50 mL于50 mL容量瓶中，用甲醇稀释并定容，混匀。临用现配。

17.4.3 水基食品模拟物系列标准工作溶液

分别准确移取标准中间液 (100 mg/L) 0.01 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.30 mL、0.60 mL于5个10 mL容量瓶中，用4% (体积分数) 乙酸溶液定容。得到质量浓度分别为0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、3.00 mg/L、6.00 mg/L标准工作溶液。

水、10% (体积分数) 乙醇溶液、20% (体积分数) 乙醇溶液、50% (体积分数) 乙醇溶液标准工作溶液的配制参照4% (体积分数) 乙酸溶液标准工作溶液的配制方法进行。

17.4.4 油基食品模拟物系列标准工作溶液

分别准确称取5.00 g (精确到0.01 g) 橄榄油于5个具塞玻璃离心管中，分别加入0.015 mL、0.05 mL、0.10 mL、0.15 mL、0.30 mL标准中间液 (100 mg/L)，涡旋混匀，得到分别为0.30 mg/kg、1.00 mg/kg、2.00 mg/kg、3.00 mg/kg、6.00 mg/kg标准工作溶液。

17.4.5 异辛烷系列标准工作溶液

分别准确移取标准中间液 (10 mg/L) 0.10 mL、0.50 mL、1.00 mL、3.00 mL、6.00 mL于5个10 mL容量瓶，用80%甲醇溶液定容，得到质量浓度分别为0.10 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、3.00 mg/L、6.00 mg/L标准工作溶液。

17.4.6 95% (体积分数) 乙醇系列标准工作溶液

分别准确移取标准中间液 (100 mg/L) 0.02 mL、0.10 mL、0.20 mL、0.40 mL、0.60 mL于5个10 mL容量瓶中，用95% (体积分数) 乙醇溶液定容。得到质量浓度分别为0.20 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L、4.00 mg/L、6.00 mg/L标准工作溶液。

17.5 材料

17.5.1 亲水PTFE滤膜：聚四氟乙烯 (PTFE)，0.45 μm。

17.5.2 尼龙滤膜：0.45 μm。

18 仪器和设备

- 18.1 液相色谱仪：配荧光检测器。
 18.2 涡旋振荡器。
 18.3 分析天平：感量0.01 g、0.1 mg。
 18.4 离心机：转速 \geq 4000 r/min。
 18.5 移液器：量程为100 μ L、1 mL、5 mL

19 分析步骤

19.1 试液的制备

19.1.1 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，可置于室温或4 $^{\circ}$ C冰箱中保存，保存期不超过3天。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后使用。

19.1.2 浸泡液的处理

19.1.2.1 水基食品模拟物试验的制备

移取迁移试验所得浸泡液（1~2）mL，经亲水PTFE滤膜过滤后，待测。

19.1.2.2 油基食品模拟物试液的制备

准确称取迁移试验所得橄榄油浸泡液5.00 g（精确至0.01 g）至具塞玻璃离心管中，准确移取10.0 mL 80%甲醇溶液至离心管中，2500 r/min涡旋振荡5 min，4000 r/min离心5 min，取上层溶液经尼龙滤膜过滤后，待测。

19.1.2.3 异辛烷（化学替代溶剂）浸泡液的处理

准确移取迁移试验所得异辛烷浸泡液5.00 mL于具塞玻璃离心管中，准确移取5.00 mL 80%甲醇溶液至离心管中，1500 r/min涡旋振荡1 min，4000 r/min离心5 min，取下层溶液经尼龙滤膜过滤后，待测。

19.1.2.4 95%（体积分数）乙醇（化学替代溶剂）浸泡液的处理

准确移取迁移试验所得95%（体积分数）乙醇浸泡液5.00 mL于具塞玻璃离心管中，准确移取5.00 mL水至离心管中，混匀，经亲水PTFE滤膜过滤后，待测。

19.1.3 空白试液的制备

按5.1.1和5.1.2处理未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物、化学替代溶剂。

19.2 液相参考条件

- a) 色谱柱：C₁₈柱，3.0 μ m，4.6 mm \times 100 mm（或等效色谱柱）。
 b) 流动相：水和甲醇，梯度洗脱程序见表2。
 c) 流速：1.0 mL/min。
 d) 柱温：40 $^{\circ}$ C。
 e) 进样量：5 μ L。
 f) 荧光检测器：激发波长272 nm，发射波长320 nm。

表 3 液相色谱法梯度洗脱程序

时间/min	水/%	甲醇/%
0	95%	5
4	80	20
8	80	20

9	10	90
13	10	90
13.01	95	5
15	95	5

19.3 标准曲线的绘制

异辛烷中标准工作液，按照19.2所列的仪器参考条件进行测定。其他食品模拟物、化学替代溶剂中标准工作液均按19.1.2中相应的浸泡液分析步骤处理，按照19.2所列的仪器参考条件进行测定。以标准工作溶液中苯酚的浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，得到线性方程。苯酚标准工作溶液的色谱图参见附录B图B.1~图B.8。

19.4 试液的测定

按照19.2所列的仪器参考条件，分别对试样溶液（19.1.2）和空白溶液（19.1.3）进行测定，得到目标物峰面积，从标准曲线计算试样溶液、空白溶液中苯酚的含量 c 、 c_0 。

20 分析结果的表述

20.1 非密封制品类食品接触材料及制品苯酚特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

食品接触材料及制品苯酚特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（5）进行计算：

$$X_4 = \frac{(c-c_0) \times V}{S} \times F \dots \dots \dots (5)$$

式中：

X_4 ——苯酚的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中苯酚的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中苯酚的含量，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）；

S ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

F ——食品接触材料及制品在可预见使用情形下实际的接触面积与食品体积（质量）比（S/V），各种液态食品密度通常以1 kg/L计，单位为平方分米每千克（dm²/kg）。当实际S/V已知时， F 即为可预见使用情形下的最大S/V；当实际S/V未知时， F 采用6 dm²/kg，即6 dm²食品接触材料及制品接触1 kg食品。

结果保留2位有效数字。

20.2 密封制品类食品接触材料及制品苯酚特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，苯酚特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（6）进行计算：

$$X_5 = \frac{(c-c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{V_3} \dots \dots \dots (6)$$

式中：

X_5 ——苯酚的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中苯酚的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中苯酚的含量，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）；

S ——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_0 ——密封制品实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

V_3 ——密封制品实际使用容器盛装食品的质量，单位为千克（ kg ），各种液态食品按密度为 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。

20.3 密封制品类食品接触材料及制品苯酚特定迁移量的计算（以 mg/件 表示）

密封制品类食品接触材料及制品苯酚特定迁移量以 mg/件 表示时，按式（7）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。

$$X_6 = \frac{(c-c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (7)$$

式中：

X_6 ——苯酚特定迁移量，单位为毫克每件（ mg/件 ）；

c ——试样浸泡液中苯酚的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/kg ）；

c_0 ——空白浸泡液中苯酚的含量，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，单位为件。

结果保留 2 位有效数字。

21 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应超过其算术平均值的 10 %。

22 其他

本方法对各浸泡液中苯酚的检出限和定量限见表 4。苯酚迁移量的检出限和定量限根据第 20 章进行计算。

表 4 苯酚迁移量检出限和定量限汇总表
(迁移试验中 S/V 与实际使用情形下 S/V 相同)

食品模拟物	检出限	定量限
水	0.03 mg/kg	0.10 mg/kg
4%（体积分数）乙酸溶液	0.03 mg/kg	0.10 mg/kg
10%（体积分数）乙醇溶液	0.03 mg/kg	0.10 mg/kg
20%（体积分数）乙醇溶液	0.03 mg/kg	0.10 mg/kg
50%（体积分数）乙醇溶液	0.03 mg/kg	0.10 mg/kg
95%（体积分数）乙醇溶液	0.06 mg/kg	0.20 mg/kg
异辛烷	0.03 mg/kg	0.10 mg/kg
橄榄油	0.10 mg/kg	0.30 mg/kg

附录 A

水蒸气蒸馏装置示意图

水蒸气蒸馏装置示意图见图 A.1。

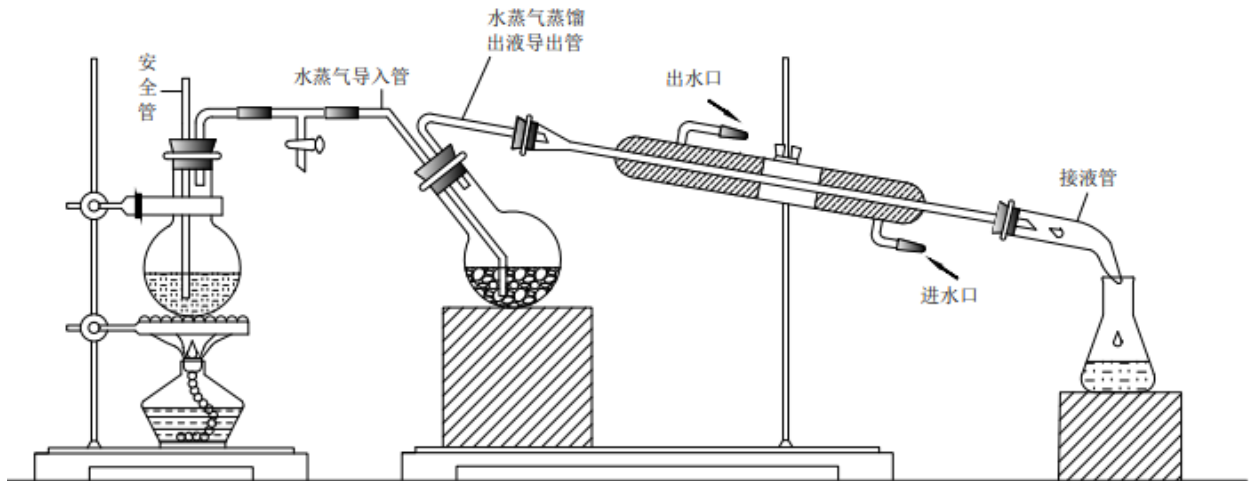


图 A.1 水蒸气蒸馏装置示意图

附录 B

苯酚标准工作溶液色谱图

水中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图见图 B.1。

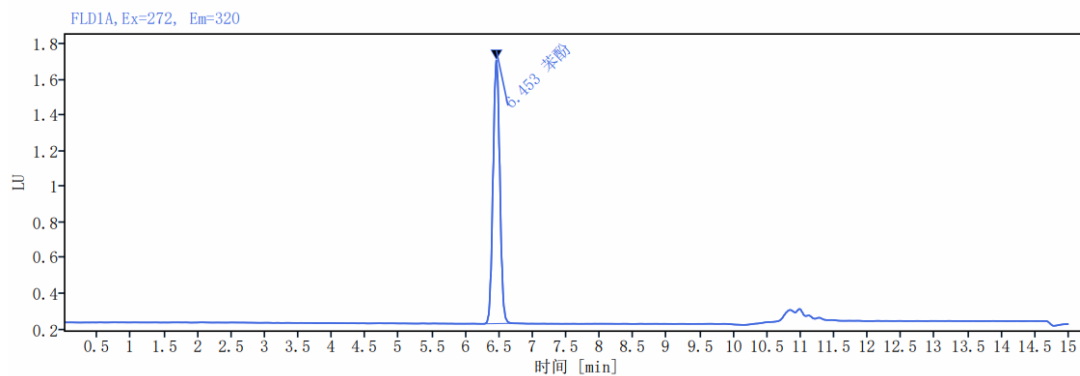


图 B.1 水中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图

4%（体积分数）乙酸溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图见图 B.2。

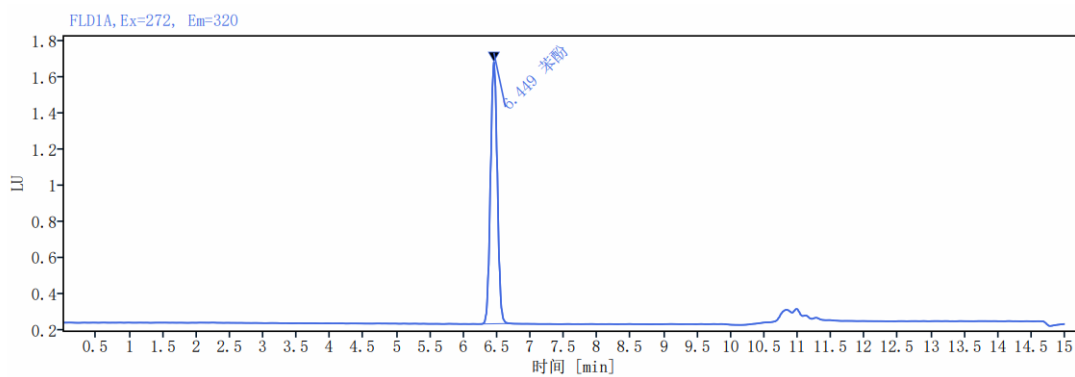
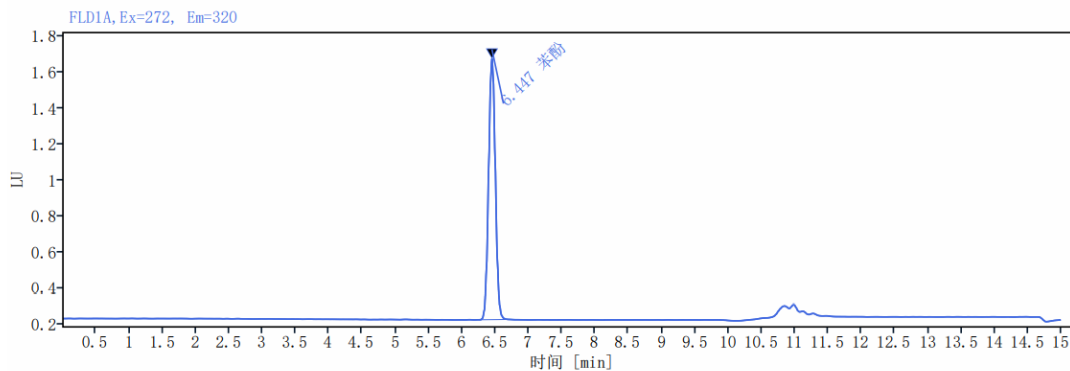


图 B.2 4%（体积分数）乙酸溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图

10%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图见图 B.3。



图B.3 10%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图

20%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图见图 B.4。

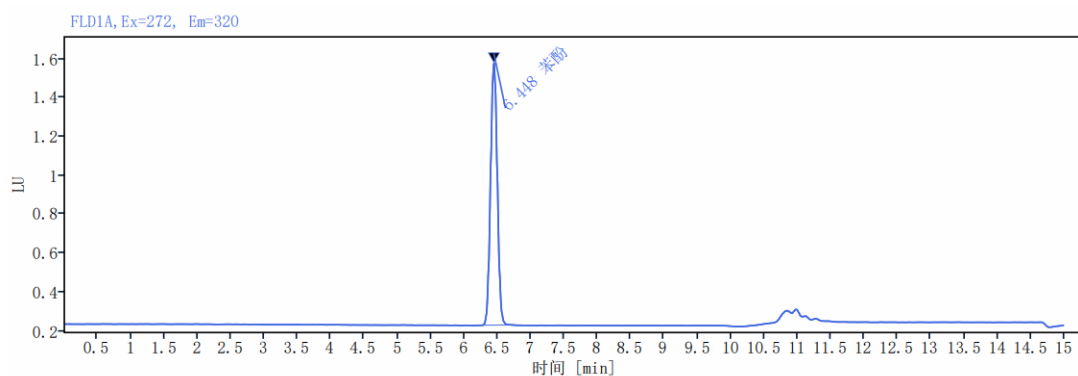


图 B.4 20%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图

50%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图见图 B.5。

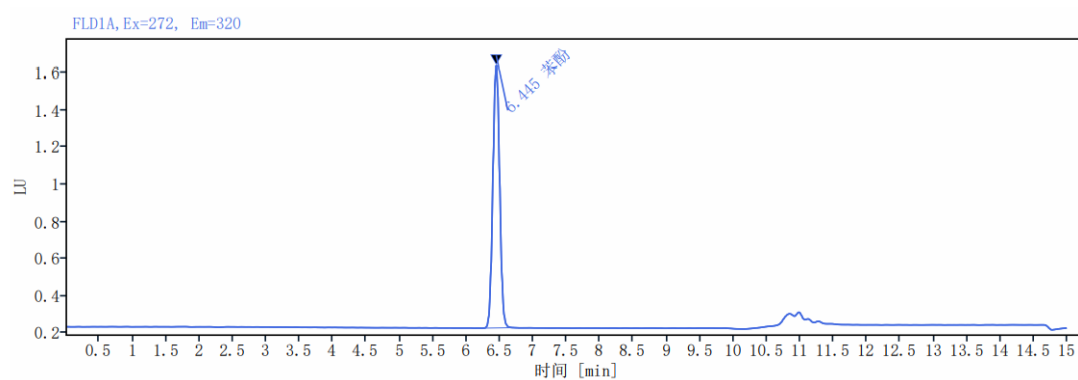


图 B.5 50%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（3.0 mg/L）色谱图

95%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（6.0 mg/L）色谱图见图 B.6。

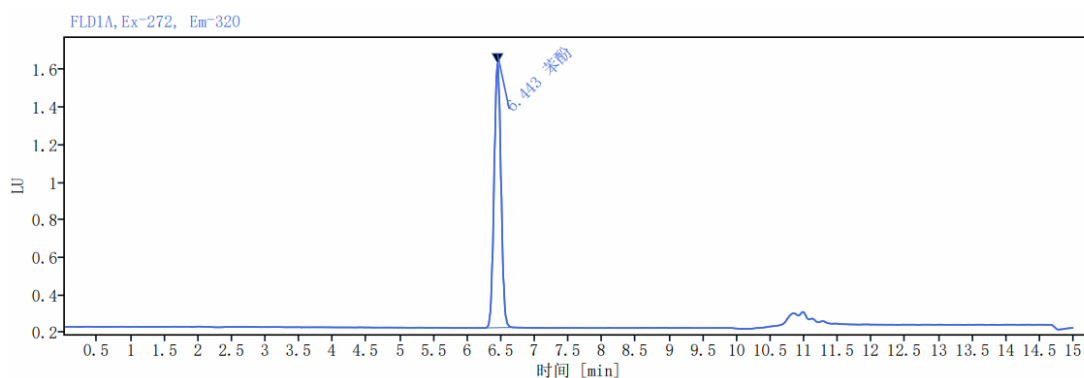


图 A.6 95%（体积分数）乙醇溶液中苯酚标准工作液（6.0 mg/L）色谱图

异辛烷的 80% 甲醇提取液（苯酚含量 3.0 mg/L）色谱图见图 B.7。

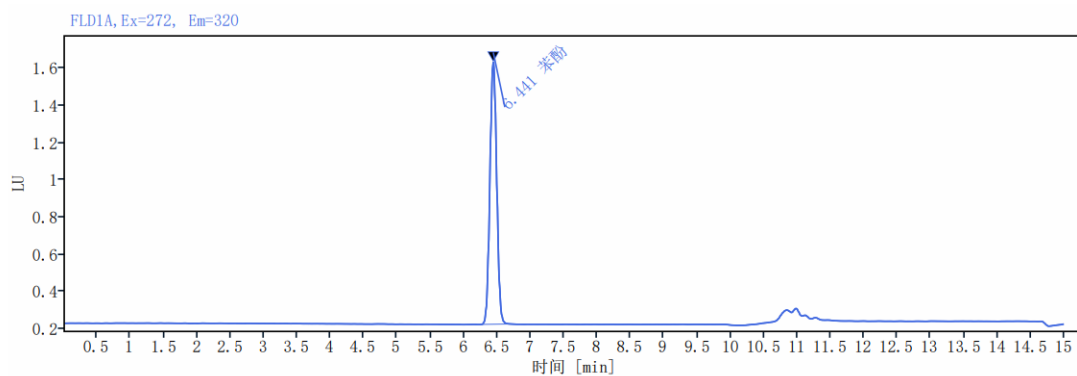


图 B.7 异辛烷的 80% 甲醇提取液（3.0 mg/L）色谱图

橄榄油（苯酚含量 3.0 mg/kg）的 80% 甲醇提取液色谱图见图 B.8。

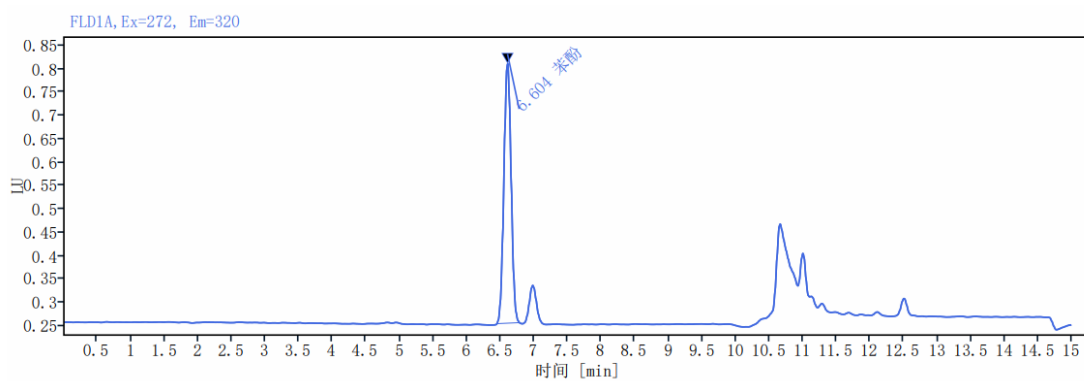


图 B.8 橄榄油（苯酚含量 3.0 mg/kg）的 80% 甲醇提取液色谱图