

中华人民共和国国家标准

GB31604.27—××××

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

环氧乙烷和环氧丙烷的测定和迁移量的
测定

(征求意见稿)

××××-××-××发布

××××-××-××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 31604.27-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 塑料中环氧乙烷和环氧丙烷的测定》。

本标准与GB 31604.27-2016相比，主要变化如下：

——标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品 环氧乙烷和环氧丙烷的测定和迁移量的测定”；

——修改了范围；

——修改了“第一篇 环氧乙烷和环氧丙烷残留量的测定”；

——增加了“第二篇 环氧乙烷和环氧丙烷迁移量的测定”。

食品安全国家标准公开征求意见

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 环氧乙烷和环氧丙烷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中环氧乙烷和环氧丙烷残留量的顶空气相色谱和顶空气相色谱-质谱测定方法，以及环氧乙烷和环氧丙烷迁移量的顶空气相色谱和顶空气相色谱-质谱测定方法。

第一篇适用于食品接触用塑料、涂料和涂层、橡胶、纸和纸板，以及使用油墨或黏合剂的食品接触材料及制品中环氧乙烷和环氧丙烷的测定。

第二篇适用于食品接触用塑料、涂料和涂层、橡胶、纸和纸板，以及使用油墨或黏合剂的食品接触材料及制品在玉米油食品模拟物中环氧乙烷和环氧丙烷迁移量的测定。

第一篇 环氧乙烷和环氧丙烷残留量的测定

第一法 顶空气相色谱法

2 原理

食品接触材料及制品中环氧乙烷和环氧丙烷经N,N-二甲基乙酰胺（DMAC）提取，加入乙醚作为内标，采用顶空进样，目标物质在气相色谱毛细管柱中分离，用氢火焰离子化检测器检测，以保留时间定性，内标法定量。

3 试剂和材料

3.1 试剂

N,N-二甲基乙酰胺（简称 DMAC， C_4H_9NO ）：色谱纯，色谱图上与 0.1 mg/L 环氧乙烷或环氧丙烷有相同保留时间的杂质峰面积不得超过 1%。

注：若色谱图上与 0.1 mg/L 环氧乙烷或环氧丙烷有相同保留时间的杂质峰面积超过 1%，蒸馏或 110 °C 油浴加热 2 h 可有效去除杂质。

3.2 标准品

3.2.1 环氧乙烷（ C_2H_4O ，CAS 号：75-21-8）：经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液，浓度为 10000 mg/L，用 DMAC 作溶剂。

3.2.2 环氧丙烷（ C_3H_6O ，CAS 号：75-56-9）：纯度 $\geq 99\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.2.3 乙醚（ $C_4H_{10}O$ ，CAS 号：60-29-7）：纯度 $\geq 99.5\%$ ，或经国家认证并授予标准物质证书

的标准品。色谱图上与环氧乙烷或环氧丙烷有相同保留时间的杂质峰面积不得超过 1%。

注：以上 3 种物质均具有较强挥发性，标准品应在冷藏和避光条件下密封保存。封装于安培瓶的标准品一经打开，应立即使用，不可再次熔封后作为标准品使用。在使用标准品时应注意个人防护，避免吸入或与皮肤接触。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 环氧乙烷标准储备液（1000 mg/L）

准确移取 1.00 mL 环氧乙烷标准溶液至 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，混匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中，于-18℃避光密封储存，保质期为 3 个月。

3.3.2 环氧丙烷标准储备液（1000 mg/L）

准确称取 50 mg（精确到 0.0001 g）环氧丙烷至预先盛有 30 mL DMAC 的 50 mL 容量瓶中，用 DMAC 溶解并定容至刻度，混匀。或经国家认证并授予标准物质证书的标准溶液。将溶液转移至棕色玻璃容器中，于-18℃避光密封储存，保质期为 3 个月。

3.3.3 环氧乙烷和环氧丙烷混合标准系列中间溶液

分别准确移取 50 μL、100 μL、200 μL、500 μL、1000 μL、2000 μL 环氧乙烷和环氧丙烷标准储备液于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，得到混合标准系列中间溶液。环氧乙烷和环氧丙烷浓度均为 5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L、200.0 mg/L。将溶液转移至棕色玻璃容器中，于-18℃避光密封储存，保质期为 3 个月。

3.3.4 乙醚内标储备液（1000 mg/L）

准确移取 50 mg（精确至 0.0001 g）乙醚于预先盛有 30 mL DMAC 的 50 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，混匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中，于-18℃避光密封储存，保质期为 3 个月。

3.3.5 乙醚内标中间溶液（20 mg/L）

准确移取 200 μL 乙醚内标储备液于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，混匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中，溶于-18℃避光密封储存，保质期为 3 个月。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器（FID）和顶空自动进样器。

4.2 顶空瓶：20 mL，配备铝盖和丁基橡胶或硅树脂橡胶隔垫，隔垫接触样品面应涂有聚四氟乙烯。

4.3 分析天平：感量 0.1 mg。

4.4 冷冻研磨仪。

4.5 水平振荡器。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 试样处理

可溶于DMAC的试样直接称量；不溶于DMAC的试样，使用冷冻研磨仪将其破碎成粒径小于1 mm×1 mm后立刻称量；不能用冷冻研磨仪进行破碎的试样，用剪刀等切割工具将其破碎成2 mm×2 mm以下，立刻称量。

注：由于目标物具有较强挥发性，应避免在无冷冻装置的常温粉碎设备中进行长时间粉碎而造成样品发

热，导致目标物挥发损失。

5.1.2 试样溶液的制备

称取 1.0 g（精确到 0.001 g）试样于 20 mL 顶空瓶中，加入 5.0 mL DMAC，再加入 50 μ L 乙醚内标中间溶液于顶空瓶中，立即用盖密封。可溶于 DMAC 的试样，用水平振荡器以 2 s/次的频率振荡顶空瓶直至试样溶解；对于不溶于 DMAC 的试样，用机械振荡器以 2 s/次的频率振荡 4 h。若试样浓度超出线性范围，可在加入内标溶液前用 DMAC 适当稀释，使其浓度于线性范围内。

注：若 5.0 mL DMAC 无法浸没试样时，添加 10 mL DMAC 进行试样溶液的制备，其余步骤按 5.1.2 步骤同样处理。

5.1.3 空白溶液的制备

除不加试样外，其余步骤按照 5.1.2 步骤同样处理，制得空白溶液，置于顶空自动进样器，待测。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 顶空进样器条件

- a) 平衡时间：可溶于 DMAC 的试样为 30 min，不溶于 DMAC 的试样为 60 min。
- b) 炉温：100 $^{\circ}$ C。
- c) 定量环温度：105 $^{\circ}$ C。
- d) 传输线温度：110 $^{\circ}$ C。

5.2.2 气相色谱条件

- a) 色谱柱：键合苯乙烯-二乙烯苯的 PLOT 柱，15 m \times 0.32 mm \times 20 μ m，或同等性能色谱柱。
- b) 进样口温度：150 $^{\circ}$ C。
- c) 进样方式：分流进样，分流比为 1:1。
- d) 检测器温度：280 $^{\circ}$ C。
- e) 柱温箱：初始温度为 50 $^{\circ}$ C；每分钟 10 $^{\circ}$ C 升到 120 $^{\circ}$ C 恒温 5 min；每分钟 30 $^{\circ}$ C 升到 250 $^{\circ}$ C 并恒温 2 min。
- f) 载气：氮气（纯度 \geq 99.999%）。
- g) 载气流速：2.0 mL/min。
- h) 氢气流速：40 mL/min。
- i) 空气流速：300 mL/min。

5.3 标准曲线的制作

分别于 6 个顶空瓶中准确加入 5.0 mL DMAC，再依次分别准确加入 50 μ L 的混合标准系列中间溶液和 50 μ L 乙醚内标中间溶液，立即用盖密封。混合标准系列工作溶液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度均为 0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L。按照 5.2 所列仪器参考条件，将上述混合标准系列工作溶液依次进样测定。以混合标准系列工作溶液中环氧乙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/L”表示，以环氧乙烷峰面积与乙醚峰面积比值为纵坐标绘制环氧乙烷标准曲线。以混合标准系列工作溶液中环氧丙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/L”表示，以环氧丙烷峰面积与乙醚峰面积比值为纵坐标绘制环氧丙烷标准曲线。

注：若试样溶液为 10 mL，分别于 6 个顶空瓶中准确加入 10.0 mL DMAC，再依次分别准确加入 50 μ L 的混合标准系列中间溶液和 50 μ L 乙醚内标中间溶液，立即用盖密封，混合标准系列工作溶液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度均为 0.025 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。

5.4 试样溶液和空白溶液的测定

5.4.1 定性测定

按照 5.2 所列的仪器参考条件，分别测定试样溶液和标准工作溶液，如果试样溶液与浓度相当的标准工作溶液色谱峰保留时间偏差在±0.5%范围内，则可判断试样中存在相应的待测物。DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱图参见附录 A。

5.4.2 定量测定

将试样溶液和空白溶液注入顶空气相色谱仪测定，得到环氧乙烷峰面积与乙醚峰面积之比、环氧丙烷峰面积与乙醚峰面积之比，由标准曲线得到试样溶液和空白溶液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度。

6 分析结果的表述

试样中环氧乙烷和环氧丙烷的含量按式（1）计算：

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中残留环氧乙烷或环氧丙烷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_i ——依据校准曲线获得的试样溶液中环氧乙烷或环氧丙烷的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

c_0 ——依据校准曲线获得的空白溶液中环氧乙烷或环氧丙烷的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

V ——试样溶液体积，单位为毫升（mL）；

f ——试样溶液的稀释倍数；

m ——样品称样量，单位克（g）。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，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应超过其算术平均值的20%。

8 其他

当称样量为1.0 g，本方法对环氧乙烷和环氧丙烷的检出限均为0.08 mg/kg，定量限均为0.25 mg/kg。

第二法 顶空气相色谱-质谱法

9 原理

食品接触材料及制品中环氧乙烷和环氧丙烷经N,N-二甲基乙酰胺（DMAC）提取，加入乙醚作为内标，采用顶空进样，目标物质在气相色谱毛细管柱中分离，用质谱检测器检测，

采用保留时间定性，内标法定量。

10 试剂和材料

10.1 试剂

同 3.1

10.2 标准品

同 3.2

10.3 标准溶液配制

10.3.1 环氧乙烷标准储备液（1000 mg/L）

同 3.3.1

10.3.2 环氧丙烷标准储备液（1000 mg/L）

同 3.3.2

10.3.3 环氧乙烷和环氧丙烷混合标准系列中间溶液

同 3.3.3。

10.3.4 乙醚内标储备液（1000 mg/L）

同 3.3.4

10.3.5 乙醚内标中间溶液（20 mg/L）

同 3.3.5。

11 仪器和设备

11.1 气相色谱-质谱联用仪：配备电子轰击离子源（EI）和顶空自动进样器。

11.2 顶空瓶：同 4.2。

11.3 天平：同 4.3。

11.4 冷冻研磨仪。

11.5 机械振荡器。

12 分析步骤

12.1 试样制备

12.1.1 试样处理

同 5.1.1。

12.1.2 试样溶液的制备

同 5.1.2。

12.1.3 空白溶液的制备

同 5.1.3

12.2 仪器参考条件

12.2.1 顶空进样器条件

a) 平衡时间：可溶于 DMAC 的试样为 30 min，不溶于 DMAC 的试样为 60 min。

b) 炉温：100 °C。

- c) 定量环温度：105 °C。
- d) 传输线温度：110 °C。

12.2.2 气相色谱条件

- a) 色谱柱：键合苯乙烯-二乙烯苯的 PLOT 柱，15 m×0.32 mm×20 μm，或同等性能色谱柱。
- b) 进样口温度：200 °C。
- c) 柱温：初始温度 60 °C，每分钟 2 °C 升到 90 °C；每分钟 20 °C 升到 210 °C；每分钟 30 °C 升到 260 °C 并恒温 5 min。
- d) 进样方式：分流进样，分流比为 5: 1。
- e) 载气：氦气（纯度≥99.999%）。
- f) 载气流速：1.0 mL/min。

12.2.3 质谱条件

- a) 质谱接口温度：280 °C。
- b) 四极杆温度：150 °C。
- c) 离子源温度：230 °C。
- d) 电离方式：EI。
- e) 电离能量：70 eV。
- f) 测定方式：选择离子模式（SIM）。特征离子的选择见表 2。

12.3 标准曲线的制作

分别于 6 个顶空瓶中准确加入 5.0 mL DMAC，再依次分别准确加入 50 μL 的混合标准系列中间溶液和 50 μL 乙醚内标中间溶液，立即用盖密封。混合标准系列工作溶液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度均为 0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L、2.00 mg/L。按照 12.2 所列仪器参考条件，将上述混合标准系列工作溶液依次进样测定。以混合标准系列工作溶液中环氧乙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/L”表示，以环氧乙烷定量离子峰面积与乙醚定量离子峰面积比值为纵坐标绘制环氧乙烷标准曲线。以混合标准系列工作溶液中环氧丙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/L”表示，以环氧丙烷定量离子峰面积与乙醚定量离子峰面积比值为纵坐标绘制环氧丙烷标准曲线。DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱-质谱法选择离子色谱图见附录 B。

注：若试样溶液为 10 mL，分别于 6 个顶空瓶中准确加入 10.0 mL DMAC，再依次分别准确加入 50 μL 的混合标准系列中间溶液和 50 μL 乙醚内标中间溶液，立即用盖密封，混合标准系列工作溶液中环氧乙烷和环氧丙烷浓度均为 0.025 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.25 mg/L、0.50 mg/L、1.00 mg/L。

12.4 试样溶液和空白溶液的测定

12.4.1 定性测定

在相同的试验条件下进行样品测定时，若试样溶液中待测物色谱峰的保留时间与相应的标准品色谱峰的保留时间的偏差在±0.5%以内，并且在扣除背景后的样品质谱图中，所选择的离子均出现，且试样溶液谱图中定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶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，则可判定为试样中存在该种待测物。环氧乙烷、环氧丙烷和乙醚的特征离子见表 2。

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, $K/\%$	$K \geq 50$	$20 < K < 50$	$10 < K \leq 20$	$K \leq 10$
允许的相对偏差/ $\%$	± 20	± 25	± 30	± 50

表 2 环氧乙烷、环氧丙烷与乙醚的特征离子

化学名称	分子式	定性离子	定量离子
环氧乙烷	C_2H_4O	29, 43, 44	44
环氧丙烷	C_3H_6O	39, 57, 58	58
乙醚	$C_4H_{10}O$	31, 45, 74	74

12.4.2 定量测定

将试样溶液和空白溶液注入顶空气相色谱-质谱联用仪测定, 得到环氧乙烷定量离子峰面积与乙醚定量离子峰面积之比、环氧丙烷定量离子峰面积与乙醚定量离子峰面积之比, 由标准曲线得到试样溶液和空白溶液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度。

13 分析结果的表述

同6。

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应超过算术平均值的20%。

15 其他

当称样量为1.0 g, 本方法对环氧乙烷和环氧丙烷的检出限均为0.08 mg/kg, 定量限均为0.25 mg/kg。

第二篇 环氧乙烷和环氧丙烷迁移量的测定

第一法 顶空气相色谱法

16 原理

食品接触材料及制品按照GB 31604.1和GB 5009.156的规定进行迁移试验后, 对玉米油食品模拟物中环氧乙烷和环氧丙烷采用顶空进样, 目标物质在气相色谱毛细管柱中分离, 用氢火焰离子化检测器检测, 采用保留时间定性, 外标法定量。

17 试剂和材料

17.1 试剂

17.1.1 含油脂食品模拟物: 玉米油, 符合 GB 5009.156 的要求。

17.1.2 N,N-二甲基乙酰胺 (简称 DMAC, C_4H_9NO): 同 3.1。

17.2 标准品

同 3.2。

17.3 标准溶液配制

17.3.1 环氧乙烷标准储备液（1000 mg/L）

同 3.3.1。

17.3.2 环氧丙烷标准储备液（1000 mg/L）

同 3.3.2。

17.3.3 环氧乙烷和环氧丙烷混合标准系列中间溶液

分别准确移取 30 μL 、100 μL 、200 μL 、500 μL 、1000 μL 环氧乙烷和环氧丙烷标准储备液于容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，得到环氧乙烷和环氧丙烷混合标准系列中间溶液。环氧乙烷和环氧丙烷浓度均为 3.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L、100.0 mg/L。将溶液转移至棕色玻璃容器中，于 -18 $^{\circ}\text{C}$ 避光密封储存，保质期为 3 个月。

18 仪器和设备

18.1 气相色谱仪：配备氢火焰离子化检测器（FID）和顶空自动进样器。

18.2 顶空瓶：同 4.2。

18.3 天平：同 4.3。

19 分析步骤

19.1 试样制备

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，食品模拟物选用玉米油，浸泡液恢复至室温后按照 19.1.2 处理。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中避光保存不超过 72 h，恢复至室温后按照 19.1.2 处理。

19.1.2 迁移试液的制备

准确称取 5.00 g（精确至 0.01 g）玉米油食品模拟物浸泡液于顶空瓶中，分别准确加入 50 μL DMAC，立刻用盖密封，混匀，待测。

19.1.3 空白试液的制备

未与食品接触材料及制品试样接触的玉米油食品模拟物按 19.1.1 和 19.1.2 处理即得空白试液。

19.2 仪器参考条件

19.2.1 顶空进样器条件

- a) 平衡时间：30 min。
- b) 炉温：100 $^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 定量环温度：105 $^{\circ}\text{C}$ 。
- d) 传输线温度：110 $^{\circ}\text{C}$ 。

19.2.2 气相色谱条件

- a) 色谱柱：键合苯乙烯-二乙烯苯的 PLOT 柱，15 m \times 0.32 mm \times 20 μm ，或同等性能色谱柱。
- b) 进样口温度：150 $^{\circ}\text{C}$ 。
- c) 进样方式：分流进样，分流比为 1: 1。
- d) 检测器温度：280 $^{\circ}\text{C}$ 。

- e) 柱温箱：初始温度为 50 °C，每分钟 10 °C 升到 120 °C 恒温 1 min；每分钟 30 °C 升到 250 °C 并恒温 2 min。
- f) 载气：氮气（纯度≥99.999%）。
- g) 载气流速：2.0 mL/min。
- h) 氢气流速：40 mL/min。
- i) 空气流速：300 mL/min。

19.3 标准曲线的制作

于5个顶空瓶中分别准确称取5.0 g（精确至0.01 g）玉米油，再依次分别准确加入50 μL 的混合标准系列中间溶液，立刻用盖密封。环氧乙烷和环氧丙烷的浓度均为0.03 mg/kg、0.1 mg/kg、0.2 mg/kg、0.5 mg/kg、1.0 mg/kg。按照19.2所列仪器参考条件，将上述混合标准系列工作溶液依次注入顶空气相色谱仪中，测定相应的峰面积。以混合标准系列工作溶液中的环氧乙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/kg”表示，以环氧乙烷峰面积为纵坐标绘制环氧乙烷标准曲线。以混合标准系列工作溶液中的环氧丙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/kg”表示，以环氧丙烷峰面积为纵坐标绘制环氧丙烷标准曲线。

19.4 试样溶液的测定

19.4.1 定性测定

按照 19.2 所列的仪器参考条件，分别测定试样溶液和标准工作溶液，如果试样溶液与浓度相当的标准工作溶液色谱峰保留时间偏差在±0.5%范围内，则可判断试样中存在相应的待测物。玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷顶空气相色谱图参见附录 C。

19.4.2 定量测定

将试样溶液（19.1.2）和空白试液（19.1.3）注入顶空气相色谱仪中测定，得到环氧乙烷和环氧丙烷的峰面积，根据标准曲线得到试样浸泡液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度。

试样溶液可根据具体情况稀释，使其测定值在标准曲线的线性范围内。

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玉米油食品模拟物中环氧乙烷和环氧丙烷特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

非密封制品类食品接触材料及制品试样中环氧乙烷和环氧丙烷特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（2）进行计算：

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

式中：

X_i ——环氧乙烷或环氧丙烷的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——浸泡液中环氧乙烷或环氧丙烷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中环氧乙烷或环氧丙烷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

V ——迁移试验中试样浸泡液质量，单位为千克（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可预见使用情形下实际的接触面积与食品质量比（以下简称实际 S/V ），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与 1 kg 食品

接触。以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，计算结果保留 2 位有效数字。

20.2 密封制品类食品接触材料及制品玉米油食品模拟物中环氧乙烷和环氧丙烷特定迁移量的计算（以 mg/件表示）

密封制品类食品接触材料及制品试样中环氧乙烷和环氧丙烷特定迁移量以 mg/件表示时，按式（3）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。

$$X_i = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X_i ——环氧乙烷或环氧丙烷的特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c ——浸泡液中环氧乙烷或环氧丙烷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中环氧乙烷或环氧丙烷的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

V ——迁移试验中试样浸泡液质量，单位为千克（kg）；

n ——浸泡用密封制品的数量，单位为件。

以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，计算结果保留 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得超过其算术平均值的 20 %。

22 其它

本方法对玉米油食品模拟物浸泡液中环氧乙烷和环氧丙烷的检出限均为 0.01 mg/kg，定量限均为 0.03 mg/kg。

第二法 顶空气相色谱-质谱法

23 原理

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的规定进行迁移试验后，对玉米油食品模拟物中环氧乙烷和环氧丙烷采用顶空进样，目标物质在气相色谱毛细管柱中分离，用质谱检测器进行检测，采用保留时间定性，外标法定量。

24 试剂和材料

24.1 试剂

同 17.1。

24.2 标准品

同 17.2。

24.3 标准溶液配制

24.3.1 环氧乙烷标准储备液（1000 mg/L）

同 3.3.1。

24.3.2 环氧丙烷标准储备液（1000 mg/L）

同 3.3.2。

24.3.3 环氧乙烷和环氧丙烷混合标准系列中间溶液

同 17.3.3。

25 仪器和设备

25.1 气相色谱质谱联用仪：配备电子轰击离子源（EI）和顶空自动进样器。

25.2 顶空瓶：同 4.2。

25.3 天平：同 4.3。

26 分析步骤

26.1 试样制备

26.1.1 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，浸泡液恢复至室温后按照 26.1.2 处理。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于 4 °C 冰箱中避光保存不超过 72 h，恢复至室温后按照 26.1.2 处理。

26.1.2 迁移试液的制备

同 19.1.2。

26.1.3 空白试液的制备

同 19.1.3。

26.2 仪器参考条件

26.2.1 顶空进样器条件

- a) 平衡时间：30 min。
- b) 炉温：100 °C。
- c) 定量环温度：105 °C
- d) 传输线温度：110 °C。

26.2.2 气相色谱条件

- a) 色谱柱：键合苯乙烯-二乙烯苯的 PLOT 柱，15 m×0.32 mm×20 μm，或同等性能色谱柱。
- b) 进样口温度：200 °C。
- c) 柱温：初始温度 60 °C，每分钟 2 °C 升到 90 °C；每分钟 20 °C 升到 210 °C；每分钟 30 °C 升到 260 °C 并恒温 5 min。
- d) 进样方式：分流进样，分流比为 5: 1。
- e) 载气：氦气（纯度≥99.999%）。
- f) 载气流速：1.0 mL/min。

26.2.3 质谱条件

- a) 质谱接口温度：280 °C。
- b) 四极杆温度：150 °C。
- c) 离子源温度：230 °C。
- d) 电离方式：EI。

e) 电离能量：70 eV。

f) 测定方式：选择离子模式（SIM）。特征离子的选择见表 2。

26.3 标准曲线的制作

分别于5个顶空瓶中准确称取5.00 g（精确至0.01 g）玉米油，再依次分别准确加入50 μ L 的混合标准系列中间溶液，立刻用盖密封。环氧乙烷和环氧丙烷的浓度均为0.03 mg/kg、0.1 mg/kg、0.2 mg/kg、0.5 mg/kg、1.0 mg/kg。按照26.2所列仪器参考条件，将上述混合标准系列工作溶液依次注入顶空气相色谱-质谱联用仪中，测定相应的峰面积。以混合标准系列工作溶液中的环氧乙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/kg”表示，以环氧乙烷定量离子峰面积为纵坐标绘制环氧乙烷标准曲线。以混合标准系列工作溶液中的环氧丙烷的浓度为横坐标，单位以“mg/kg”表示，以环氧丙烷定量离子峰面积为纵坐标绘制环氧丙烷标准曲线。玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷的顶空气相色谱-质谱法选择离子色谱图参见附录D。

26.4 试样溶液的测定

26.4.1 定性测定

同 12.4.1。

26.4.2 定量测定

将试样溶液（26.1.2）和空白试液（26.1.3）注入顶空气相色谱-质谱联用仪中测定，得到环氧乙烷和环氧丙烷定量离子峰面积，根据标准曲线得到试样浸泡液中环氧乙烷和环氧丙烷的浓度。

试样溶液可根据具体情况稀释，使其测定值在标准曲线的线性范围内。

27 分析结果的表述

同 20。

28 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 20 %。

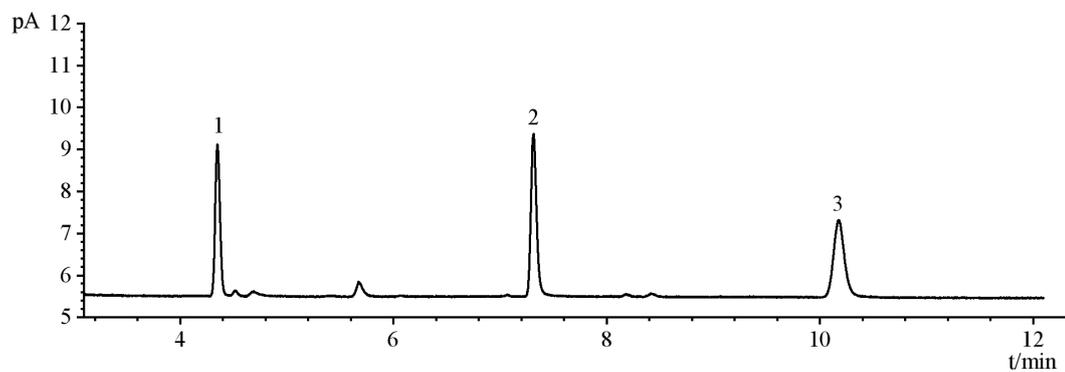
29 其它

本方法对玉米油食品模拟物浸泡液中环氧乙烷和环氧丙烷的检出限均为0.01 mg/kg，定量限均为0.03 mg/kg。

附录 A

DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱图

DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱图见图 A.1



说明:

1-环氧乙烷;

2-环氧丙烷;

3-乙醚。

注: 环氧乙烷浓度为0.5 mg/L、环氧丙烷浓度为0.5 mg/L, 乙醚浓度为0.2 mg/L。

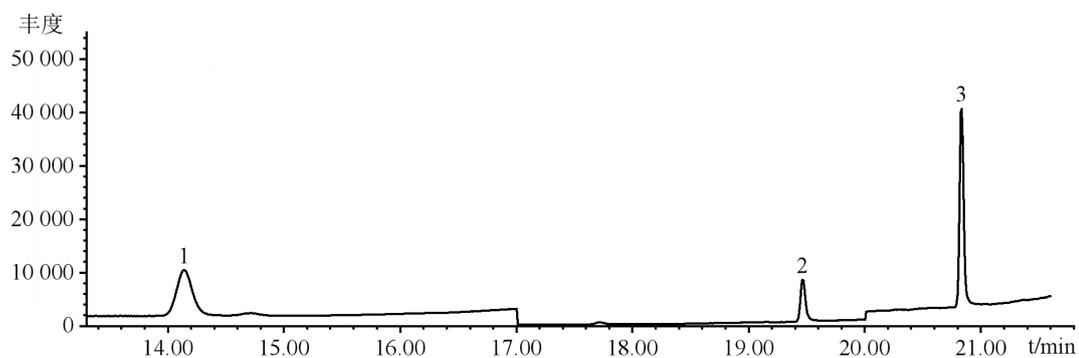
图 A.1 DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱图

食品安全国家标准公开征求意见

附录 B

DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱-质谱选择离子色谱图

DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱-质谱选择离子色谱图见图 B.1



说明:

1-环氧乙烷;

2-环氧丙烷;

3-乙醚。

注: 环氧乙烷浓度为0.5 mg/L、环氧丙烷浓度为0.5 mg/L, 乙醚浓度为0.2 mg/L。

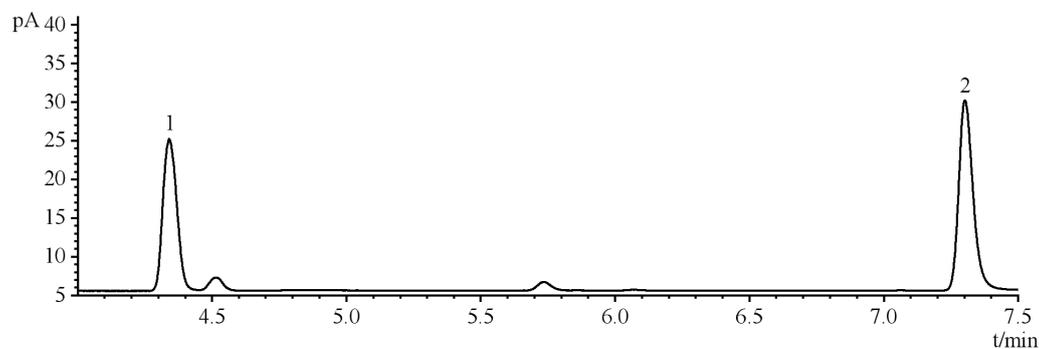
图 B.1 DMAC 中环氧乙烷、环氧丙烷、乙醚的顶空气相色谱-质谱选择离子色谱图

食品安全国家标准征求意见稿

附录 C

玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷的顶空气相色谱图

玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷顶空气相色谱图见图C.1



说明:

1-环氧乙烷;

2-环氧丙烷。

注: 环氧乙烷浓度为1.0 mg/L、环氧丙烷浓度为1.0 mg/L。

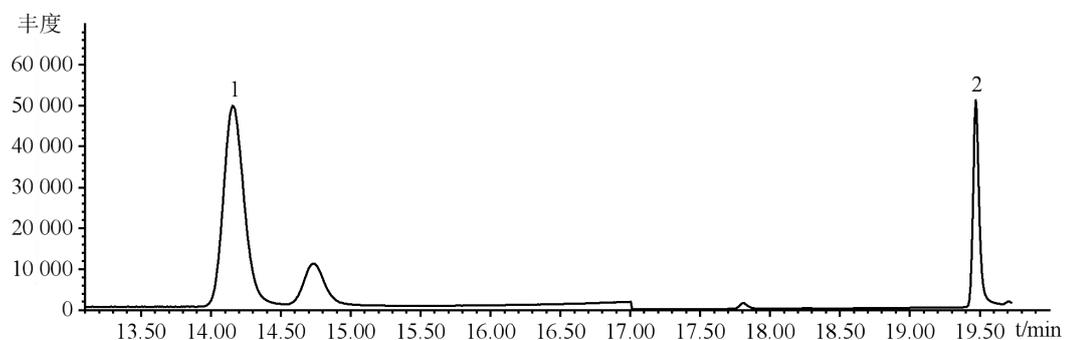
图 C.1 玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷的顶空气相色谱图

食品安全国家标准公开征求意见

附录 D

玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷的顶空气相色谱-质谱选择离子色谱图

玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷的顶空气相色谱-质谱选择离子色谱图见图D.1



说明:

1-环氧乙烷;

2-环氧丙烷。

注: 环氧乙烷浓度为1.0 mg/L、环氧丙烷浓度为1.0 mg/L。

图 D.1 玉米油中环氧乙烷和环氧丙烷的顶空气相色谱-质谱选择离子色谱图

食品安全国家标准公开征求意见