



# 中华人民共和国国家标准

GB 31604.14—2016

---

## 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 1-辛烯和四氢呋喃迁移量的测定

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

---

中华人民共和国  
国家卫生和计划生育委员会 发布

## 前 言

本标准代替 GB/T 23296.4—2009《食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 1-辛烯和四氢呋喃的测定 气相色谱法》。

本标准与 GB/T 23296.4—2009 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 1-辛烯和四氢呋喃迁移量的测定”;
- 增加了气相色谱-质谱法;
- 修改了食品模拟物试液的制备;
- 修改了分析结果的表述;
- 修改了检出限和定量限。

# 食品安全国家标准

## 食品接触材料及制品

### 1-辛烯和四氢呋喃迁移量的测定

#### 1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中 1-辛烯和四氢呋喃迁移量的测定方法。  
本标准适用于食品接触材料及制品中 1-辛烯和四氢呋喃迁移量的测定。

#### 第一法 气相色谱法

#### 2 原理

食品模拟物中 1-辛烯、四氢呋喃经顶空进样后,在色谱柱中与内标物及其他组分分离,用氢火焰离子化检测器检测,以内标法定量。

#### 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 *N,N*-二甲基乙酰胺(DMAC,  $C_4H_9NO$ ):纯度 $>99.0\%$ 。

3.1.2 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

##### 3.2 试剂配制

3.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物:按 GB 5009.156 操作。

##### 3.3 标准品

3.3.1 1-辛烯( $C_8H_{16}$ , CAS 号:111-66-0),纯度 $\geq 99.5\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.3.2 异辛烷( $C_8H_{18}$ , CAS 号:540-84-1),纯度 $\geq 99.5\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.3.3 四氢呋喃(THF,  $C_4H_8O$ , CAS 号:109-99-9),纯度 $\geq 98.0\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

3.3.4 四氢吡喃(THP,  $C_5H_{10}O$ , CAS 号:142-68-7),纯度 $\geq 99.9\%$ ,或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

##### 3.4 标准溶液配制

3.4.1 1-辛烯标准储备液(2 mg/mL):量取 45 mL DMAC 于 50 mL 容量瓶中,带塞称量(精确至

0.000 1 g)。再加入 1-辛烯 100 mg,约 150  $\mu\text{L}$ ,重新称量(精确至 0.000 1 g)。用 DMAC 定容。精确计算 1-辛烯的浓度。于 4  $^{\circ}\text{C}$  避光保存,有效期 3 个月。

3.4.2 1-辛烯标准中间溶液(200  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):准确移取 1-辛烯标准储备液 1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中,用 DMAC 定容。保存条件同 3.4.1。

3.4.3 1-辛烯水基、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 1.0 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 200  $\mu\text{L}$  异辛烷内标中间溶液,混匀。按附录 A 中表 A.1 用微量注射器透过隔垫向瓶中加入 1-辛烯标准中间溶液及 DMAC,混匀。

3.4.4 1-辛烯橄榄油介质标准工作溶液:分别称取 1 g(精确至 0.01 g)橄榄油于 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 200  $\mu\text{L}$  异辛烷内标中间溶液,混匀。按照附录 A 中表 A.1 所列,向瓶中加入同样体积的 1-辛烯标准中间溶液及 DMAC,混匀。

3.4.5 异辛烷内标储备液(2  $\text{mg}/\text{mL}$ ):量取 45 mL DMAC 于 50 mL 容量瓶中,带塞称量(精确至 0.001 g)。再加入 100 mg 异辛烷,约 150  $\mu\text{L}$ ,重新称量(精确至 0.000 1 g),用 DMAC 定容。精确计算异辛烷的浓度。保存条件同 3.4.1。

3.4.6 异辛烷内标中间溶液(120  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):移取 3.0 mL 异辛烷内标储备液于 50 mL 容量瓶中,用 DMAC 定容。保存条件同 3.4.1。

3.4.7 水基、酸性、酒精类 THF 标准储备液(2.2  $\text{mg}/\text{mL}$ ):量取 99 mL 水于 100 mL 容量瓶中,带塞称量(精确至 0.000 1 g)。加入 220 mg THF,约 250  $\mu\text{L}$ ,重新称重(精确至 0.000 1 g),用水定容。精确计算 THF 的浓度。于 4  $^{\circ}\text{C}$  避光保存,有效期 1 个星期。

3.4.8 水基、酸性、酒精类 THF 标准中间溶液(22  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):量取 90 mL 水于 100 mL 容量瓶中,再移入 1.0 mL 水基 THF 标准储备液,用水定容。保存条件同 3.4.7。

3.4.9 THF 水基、酸性、酒精类食品模拟物介质标准工作溶液:分别量取 45 mL 水基、酸性、酒精类食品模拟物于 6 个 50 mL 容量瓶中。按表 A.2 加入一定体积的水基、酸性、酒精类 THF 标准中间溶液,用对应的食品模拟物定容。

准确移取上述溶液各 10.0 mL 分别于 6 个顶空瓶中,立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器移取 100  $\mu\text{L}$  水基、酸性、酒精类 THF 内标中间溶液透过隔垫加入各项空瓶中,混匀。

3.4.10 水基、酸性、酒精类 THF 内标储备液(1  $\text{mg}/\text{mL}$ ):量取 99 mL 水于 100 mL 容量瓶中,带塞称量(精确至 0.000 1 g),加入 100 mg THF,约 150  $\mu\text{L}$ ,重新称量(精确至 0.000 1 g),用水定容。精确计算 THF 的浓度。保存条件同 3.4.7。

3.4.11 水基、酸性、酒精类 THF 内标中间溶液(70  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):量取 90 mL 水于 100 mL 容量瓶中,再移入 7.0 mL 水基 THF 内标储备液,用水定容。保存条件同 3.4.7。

3.4.12 油性 THF 标准储备液(1.0  $\text{mg}/\text{mL}$ ):量取 45 mL DMAC 于 50 mL 容量瓶中,带塞称量(精确至 0.000 1 g)。再加入 50 mg THF,约 60  $\mu\text{L}$ ,重新称量(精确至 0.000 1 g),用 DMAC 定容。精确计算 THF 的浓度。保存条件同 3.4.7。

3.4.13 油性 THF 标准中间溶液(50  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):移取 1.0 mL 油性 THF 标准储备液于 20 mL 容量瓶中,用 DMAC 定容。保存条件同 3.4.7。

3.4.14 THF 橄榄油介质标准工作溶液:分别称取 10 g(精确至 0.01 g)橄榄油于 6 个顶空瓶中,立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器移取 100  $\mu\text{L}$  油性 THF 内标中间溶液透过隔垫分别加入各项空瓶中。按表 A.3 所示,向每个顶空瓶中加入一定体积的油性 THF 标准中间溶液和 DMAC,配制与表 A.3 所列浓度相近的标准工作溶液。

3.4.15 油性 THF 内标储备液(1  $\text{mg}/\text{mL}$ ):量取 45 mL DMAC 于 50 mL 容量瓶中,带塞称量(精确至 0.000 1 g)。再加入 50 mg THF,约 60  $\mu\text{L}$  重新称量(精确至 0.000 1 g),用 DMAC 定容。精确计算 THF 的浓度。保存条件同 3.4.7。

3.4.16 油性 THP 内标中间溶液(75  $\mu\text{g}/\text{mL}$ ):移取 1.5 mL 油性 THP 内标储备液于 20 mL 容量瓶中,用 DMAC 定容。保存条件同 3.4.7。

## 4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪:配备自动顶空进样器和氢火焰离子化检测器(FID)。

4.2 顶空瓶:20 mL,配备铝盖和丁基橡胶或硅树脂橡胶隔垫,隔垫接触样品一面应涂有聚四氟乙烯。

注:THF 可用于制造内涂聚四氟乙烯的丁基橡胶隔垫,这将对 THF 的分析产生严重干扰。因此在试验前应对隔垫进行净化处理,用蒸馏水至少煮沸 15 min,再晾干。已净化未使用的隔垫,下次使用时应再次净化。

4.3 容量瓶:10 mL、25 mL、50 mL、100 mL。

4.4 微量注射器:25  $\mu\text{L}$ 、50  $\mu\text{L}$ 、100  $\mu\text{L}$ 、250  $\mu\text{L}$ 、500  $\mu\text{L}$ 。

4.5 移液管:1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、10 mL。

4.6 分析天平:感量 0.000 1 g、0.01 g。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

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。如果得到的食品模拟物试液不能马上进行下一步试验,应将食品模拟物试液于 0  $^{\circ}\text{C}$ ~4  $^{\circ}\text{C}$  冰箱中避光保存。

应将所得食品模拟物试液冷却或恢复至室温后进行下一步试验。

### 5.2 试液制备

#### 5.2.1 用于测定 1-辛烯的水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

从迁移试验中移取 1.0 mL 水基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 200  $\mu\text{L}$  异辛烷内标中间溶液和 200  $\mu\text{L}$  DMAC,混匀。

#### 5.2.2 用于测定 1-辛烯的橄榄油介质食品模拟物试液的制备

从迁移试验中称取 1 g(精确至 0.01 g)橄榄油介质食品模拟物至顶空瓶中,以下按 5.2.1“立即用隔垫和铝盖密封……”的操作步骤进行处理。

#### 5.2.3 用于测定四氢呋喃的水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

从迁移试验中移取 10.0 mL 水基、酸性、酒精类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加入 100  $\mu\text{L}$  水基、酸性、酒精类 THP 内标中间溶液,混匀。

#### 5.2.4 用于测定四氢呋喃的橄榄油介质食品模拟物试液的制备

从迁移试验中称取 10 g(精确至 0.01 g)橄榄油介质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加入 100  $\mu\text{L}$  油性 THP 内标中间溶液(3.4.16),再用微量注射器迅速加入 300  $\mu\text{L}$  DMAC,混匀。

### 5.3 空白试液的制备

按照 5.2 所述步骤处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

## 5.4 测定

### 5.4.1 气相色谱测定参考条件

顶空进样器条件列出如下：

- a) 样品平衡时间:60 min;
- b) 顶空瓶温度:70 ℃;
- c) 进样针温度:70 ℃;
- d) 平衡罐转速:500 r/min。

气相色谱条件列出如下：

- a) 色谱柱:(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,柱长 30.0 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25 μm,或性能类似的分析柱;
- b) 程序升温:测定 1-辛烯时,60 ℃保持 6.5 min,再以 30 ℃/min 的速率升温至 240 ℃,保持 3 min;测定四氢呋喃时,50 ℃保持 5 min;
- c) 进样口温度:150 ℃;
- d) 检测器温度:300 ℃;
- e) 载气:氮气;
- f) 载气流速:测定 1-辛烯时为 1.0 mL/min;测定四氢呋喃时为 2.5 mL/min;
- g) 进样方式:分流进样,分流比 10:1;
- h) 进样量:250 μL;
- i) 氢气流速:30 mL/min;
- j) 空气流速:400 mL/min。

### 5.4.2 绘制标准工作曲线

按照 5.4.1 所列测定条件,对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作溶液中 1-辛烯或四氢呋喃浓度为横坐标,单位以“mg/L 或 mg/kg”表示,以 1-辛烯/异辛烷或四氢呋喃/四氢吡喃的峰面积比值为纵坐标,绘制标准曲线。标准色谱图参见图 B.1 和图 B.2。

## 6 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中 1-辛烯或四氢呋喃的浓度,按 GB 5009.156 进行迁移量计算,得到食品接触材料及制品中 1-辛烯或四氢呋喃的迁移量。计算结果保留两位有效数字。

## 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 10%。

## 8 其他

本方法的水基、酸性、酒精类模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃检出限分别为 2.0 mg/L 和 0.1 mg/L;橄榄油模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃检出限分别为 2.0 mg/kg 和 0.1 mg/kg。

本方法的水基、酸性、酒精类模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃定量限分别为 6.0 mg/L 和 0.3 mg/L;

橄榄油模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃定量限分别为 6.0 mg/kg 和 0.3 mg/kg。

## 第二法 气相色谱-质谱法

### 9 原理

食品模拟物中 1-辛烯、四氢呋喃经顶空进样后,在色谱柱中与内标物及其他组分分离,用质谱检测器检测,以内标法定量。

### 10 试剂和材料

同第 3 章。

### 11 仪器和设备

11.1 气相色谱-质谱联用仪:配备 EI 源。

11.2 顶空瓶、容量瓶、微量注射器、移液管和分析天平的规格同 4.2~4.6。

### 12 分析步骤

#### 12.1 试样制备

同 5.1。

#### 12.2 试液制备

同 5.2。

#### 12.3 空白试液的制备

按照 12.2 所述步骤处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

#### 12.4 测定

##### 12.4.1 气相色谱-质谱测定参考条件

顶空进样器条件列出如下:

- a) 样品平衡时间:60 min;
- b) 顶空瓶温度:70 °C;
- c) 进样针温度:70 °C;
- d) 平衡罐转速:500 r/min。

气相色谱-质谱条件列出如下:

- a) 色谱柱:(5%-苯基)-甲基聚硅氧烷石英毛细管柱,柱长 30.0 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.25  $\mu\text{m}$  (质谱专用柱)或性能类似的分析柱;
- b) 程序升温:初始温度 38 °C,保持 7 min,40 °C/min 升至 240 °C,保持 3 min;
- c) 进样口温度:150 °C;

- d) 离子源温度:230 ℃;
- e) 载气:氦气,0.9 mL/min;
- f) 进样方式:分流进样,分流比 10 : 1;
- g) 进样量:250  $\mu$ L;
- h) 传输线温度:250 ℃;
- i) 电离方式:EI;
- j) 溶剂延迟:2.2 min;
- k) 质谱扫描方式:选择离子模式(SIM),8 min 后关闭灯丝;
- l) 异辛烷定量离子  $m/z$  57,定性离子  $m/z$  58、99;1-辛烯定量离子  $m/z$  70,定性离子  $m/z$  83、112;四氢呋喃定量离子  $m/z$  72,定性离子  $m/z$  71、73;四氢吡喃定量离子  $m/z$  85,定性离子  $m/z$  67、86。

#### 12.4.2 绘制标准工作曲线

按照 12.4.1 所列测定条件,对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作溶液中 1-辛烯或四氢呋喃浓度为横坐标,单位以“mg/L 或 mg/kg”表示,以 1-辛烯/异辛烷或四氢呋喃/四氢吡喃的峰面积比值为纵坐标,绘制标准曲线。气相色谱-质谱总离子流图参见附录 B。

#### 12.4.3 确证

取试液(12.2),参照 12.4.1 中所述的气相色谱-质谱条件进行内标法确证试验。参照图 B.3 和图 B.4 中 1-辛烯或四氢呋喃的气相色谱-质谱总离子流图,在相同的实验条件下,如果确证试样中色谱峰保留时间与标准溶液在 $\pm 2.5\%$ 范围内,并且在扣除背景后的样品质谱图中定性离子的相对丰度与浓度接近的标准溶液谱图对应的定性离子的相对丰度进行比较,相对丰度偏差不超过表 1 的规定,则可判断样品中存在相应的待测物。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度	>50%	20%~50%	10%~20%	$\leq 10\%$
允许的相对偏差	$\pm 20\%$	$\pm 25\%$	$\pm 30\%$	$\pm 50\%$

### 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得超过算术平均值的 10%。

### 15 其他

本方法的水基、酸性、酒精类模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃检出限分别为 2.0 mg/L 和 0.1 mg/L;橄榄油模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃检出限分别为 2.0 mg/kg 和 0.1 mg/kg。

本方法的水基、酸性、酒精类模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃定量限分别为 6.0 mg/L 和 0.3 mg/L;橄榄油模拟物中的 1-辛烯和四氢呋喃定量限分别为 6.0 mg/kg 和 0.3 mg/kg。



附 录 A  
标准工作溶液配制表

表 A.1 标准工作溶液中 1-辛烯和 DMAC 的体积

标准工作溶液	加入 1-辛烯标准中间溶液的量 $\mu\text{L}$	加入 DMAC 的量 $\mu\text{L}$	在标准工作溶液中 1-辛烯的近似浓度 $\text{mg/L}$
0	0	200	0
1	10	190	2
2	50	150	10
3	75	125	15
4	100	100	20
5	150	50	30

表 A.2 水基、酸性、酒精类 THF 标准工作溶液中 THF 的体积

标准工作溶液	加入水基、酸性、酒精类 THF 标准中间溶液添加量 $\text{mL}$	标准工作溶液中 THF 浓度 $\text{mg/L}$
0	0	0
1	0.2	0.09
2	0.5	0.22
3	1.5	0.66
4	2.5	1.10
5	3.5	1.54

表 A.3 油性 THF 标准工作溶液中 THF 和 DMAC 体积

标准工作溶液	加入油性 THF 标准中间溶液添加量 $\mu\text{L}$	DMAC 添加量 $\mu\text{L}$	标准工作溶液中 THF 的浓度 $\text{mg/kg}$
0	0	300	0
1	12	288	0.06
2	50	250	0.25
3	120	180	0.60
4	200	100	1.00
5	300	0	1.50

附录 B  
气相色谱法和气相色谱-质谱法标准品谱图

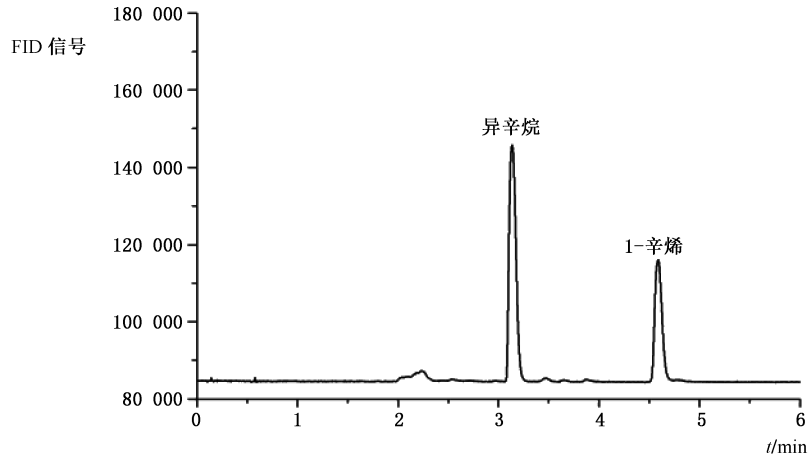


图 B.1 1-辛烯标准气相色谱图

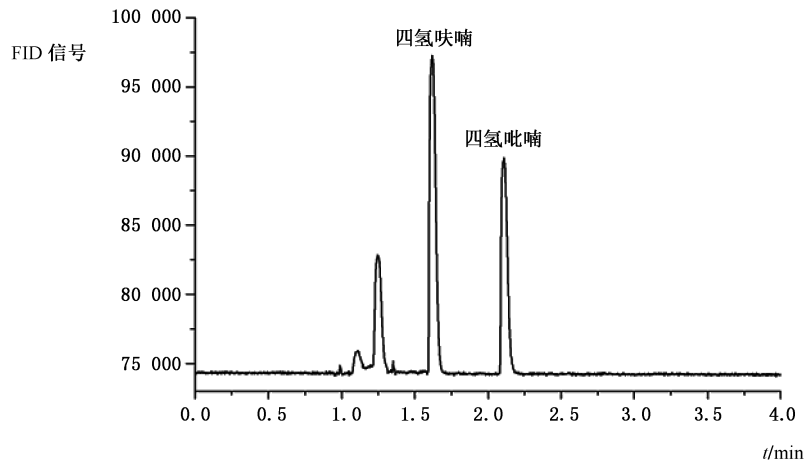


图 B.2 四氢呋喃标准气相色谱图

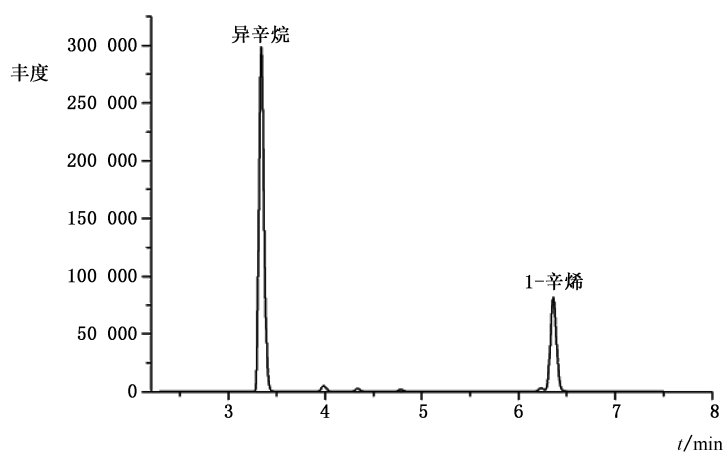


图 B.3 1-辛烯气相色谱-质谱总离子流 (SIM) 图

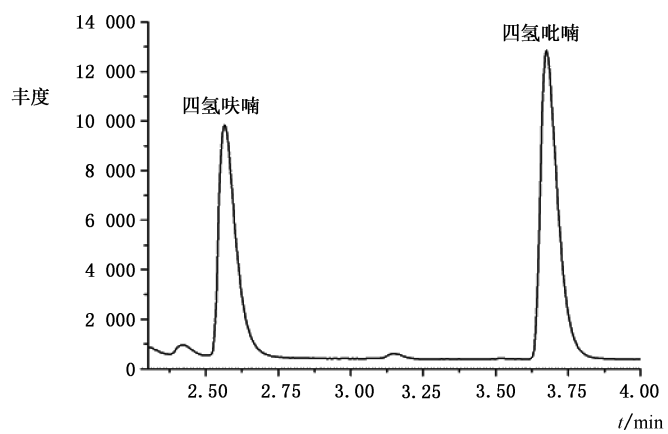


图 B.4 四氢呋喃气相色谱-质谱总离子流 (SIM) 图

