



中华人民共和国国家标准

GB 31604.56—2023

食品安全国家标准 食品接触材料及制品 月桂内酰胺迁移量的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 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

食品安全国家标准

食品接触材料及制品

月桂内酰胺迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中月桂内酰胺迁移量的测定方法。
本标准适用于聚酰胺类食品接触材料及制品中月桂内酰胺迁移量的测定。

第一法 液相色谱法

2 原理

食品接触材料及制品进行迁移试验后,采用液相色谱检测。其中水性、酸性、含乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%(体积分数)乙醇经过滤后直接进样;含油脂食品模拟物经液液萃取和固相萃取后过滤进样;化学替代溶剂异辛烷通过去除溶剂和乙腈复溶后过滤进样。保留时间定性,外标法定量。

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 酸性、含乙醇、含油脂食品模拟物和化学替代溶剂:所用试剂按照 GB 5009.156 的规定。
- 3.1.2 乙腈(C_2H_3N):色谱纯。
- 3.1.3 甲酸(CH_2O_2):色谱纯。
- 3.1.4 氨水:氨的质量分数为 25%~28%。
- 3.1.5 无水乙醇(C_2H_6O)。

3.2 试剂配制

- 3.2.1 甲酸-水溶液:量取 5.0 mL 甲酸和 95 mL 水,混匀。
- 3.2.2 氨水-乙腈溶液:量取 2.0 mL 氨水、8.0 mL 水和 90 mL 乙腈,混匀。
- 3.2.3 甲酸-乙腈-水溶液:量取 20 mL 乙腈和 80 mL 水,吸取 100 μ L 甲酸,混匀。

3.3 标准品

月桂内酰胺标准品($C_{12}H_{23}NO$, CAS: 947-04-6, 又称十二内酰胺或氮杂环十三烷-2-酮):纯度 $\geq 98\%$,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 月桂内酰胺标准储备溶液(1 000 mg/L):称取 100 mg(精确至 0.1 mg)月桂内酰胺标准品,用

无水乙醇溶解后定容至 100 mL, 摇匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中, 于 4 °C 避光保存, 有效期 3 个月。

3.4.2 月桂内酰胺标准中间溶液(200 mg/L): 移取 5.0 mL 月桂内酰胺标准储备溶液至 25 mL 容量瓶中, 用无水乙醇定容至刻度, 摇匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中, 于 4 °C 避光保存, 有效期 3 个月。

3.4.3 水性、酸性、含乙醇食品模拟物或 95%(体积分数)乙醇标准工作溶液: 分别移取月桂内酰胺标准中间溶液 0.50 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10 mL 至 100 mL 容量瓶中, 用相应水性、酸性、含乙醇食品模拟物或 95%(体积分数)乙醇定容至刻度, 配制浓度分别为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L 和 20 mg/L 的标准工作溶液。临用现配。

3.4.4 含油脂食品模拟物标准工作溶液: 称取 2 g(精确至 0.01 g) 橄榄油, 分别加入 20 μ L、30 μ L、50 μ L 月桂内酰胺标准中间溶液和 20 μ L、40 μ L 月桂内酰胺标准储备溶液, 混匀, 配制成浓度分别为 2.0 mg/kg、3.0 mg/kg、5.0 mg/kg、10 mg/kg 和 20 mg/kg 的标准工作溶液。临用现配。上机前按照 5.1.3 与含油脂食品模拟物浸泡液同步处理。

3.4.5 异辛烷标准工作溶液: 分别移取月桂内酰胺标准中间溶液 0.50 mL、1.0 mL、2.5 mL、5.0 mL、10 mL 至 100 mL 容量瓶中, 用异辛烷定容至刻度, 标准工作溶液的浓度分别为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10 mg/L 和 20 mg/L。临用现配。上机前按照 5.1.4 与异辛烷浸泡液同步处理。

4 仪器和设备

4.1 高效液相色谱仪: 配有二极管阵列检测器或紫外检测器。

4.2 可调移液器: 量程 10 μ L~100 μ L 和量程 100 μ L~1 000 μ L。

4.3 分析天平: 感量 0.000 1 g(0.1 mg) 和感量 0.01 g。

4.4 有机微孔滤膜: 0.45 μ m。

4.5 涡旋混合器。

4.6 离心机。

4.7 氮气浓缩装置。

4.8 固相萃取装置。

4.9 混合型阳离子固相萃取小柱或等效净化柱: 150 mg/6 mL。

5 分析步骤

5.1 试液的制备

5.1.1 迁移试验

食品接触材料及制品按照 GB 5009.156 和 GB 31604.1 的要求开展迁移试验, 得到浸泡液。

5.1.2 水性、酸性、含乙醇食品模拟物和 95%(体积分数)乙醇试液

移取 1 mL~2 mL 迁移试验得到的水性、酸性、含乙醇食品模拟物和 95%(体积分数)乙醇浸泡液, 通过微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.3 含油脂食品模拟物试液

称取 2 g(精确到 0.01 g) 含油脂食品模拟物浸泡液于 15 mL 离心管中, 加入 4.0 mL 乙腈, 涡旋振荡提取 10 min, 以 8 500 r/min 离心 2 min, 取上清液。重复提取浸泡液一次, 合并两次提取液, 在 45 °C 下氮吹浓缩至约 0.5 mL。用 4.0 mL 甲酸-水溶液复溶后, 转移至用 3.0 mL 乙腈、纯水、甲酸-水溶液活化

的混合型阳离子固相萃取小柱。用 3.0 mL 甲酸-水溶液、乙腈依次淋洗,用 3.0 mL 氨水-乙腈溶液洗脱。洗脱液在 45 °C 下氮吹至干,加入 1.0 mL 甲酸-乙腈-水溶液,涡旋 1 min 复溶,微孔滤膜过滤后测定。

5.1.4 异辛烷试液

移取 1.0 mL 迁移试验得到的异辛烷浸泡液,45 °C 下用氮气吹至干,加入 1.0 mL 乙腈溶解残渣,微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.5 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和化学替代溶剂按 5.1.2、5.1.3 和 5.1.4 处理,得到空白试液。

5.2 仪器参考条件

仪器参考条件如下:

- a) 色谱柱: C₁₈ 柱,柱长 250 mm,柱内径 4.6 mm,粒径 5 μm,或者同等性能的色谱柱;
- b) 流动相:乙腈和水(50+50,体积比);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 进样量:20 μL;
- e) 柱温:25 °C;
- f) 检测波长:210 nm。

5.3 标准曲线的制作

按照 5.2 所列的仪器参考条件测定标准工作溶液。以标准工作溶液中月桂内酰胺的浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。月桂内酰胺标准溶液的参考色谱图见附录 A 中图 A.1。

5.4 试液的测定

按照 5.2 所列的仪器参考条件测定食品模拟物试液和空白试液,以保留时间定性,得到目标物峰面积,根据标准曲线得到试液中月桂内酰胺的浓度。按第 6 章计算月桂内酰胺迁移量。食品模拟物试液色谱峰的保留时间与标准工作溶液色谱峰的保留时间偏差应在 ±2.5% 范围内。

试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。

6 分析结果的表述

6.1 食品模拟物中月桂内酰胺迁移量的计算:

食品模拟物中月桂内酰胺的迁移量按式(1)计算。

$$X_1 = (c - c_0) \cdot N \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X₁ ——食品模拟物中月桂内酰胺的迁移量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);
- c ——食品模拟物试液中月桂内酰胺的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);
- c₀ ——空白试液中月桂内酰胺的含量,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);
- N ——稀释倍数。

6.2 食品接触材料及制品中月桂内酰胺特定迁移量的计算

6.2.1 非密封制品类食品接触材料及制品月桂内酰胺特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

除了盖子、密封圈、连接件等密封制品(以下简称密封制品)以外的食品接触材料及制品,月桂内酰胺特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(2)计算。

$$X_2 = X_1 \cdot \frac{V_1 \cdot S_0}{S_1 \cdot m_1} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- X_2 ——食品接触材料及制品中月桂内酰胺的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- V_1 ——迁移试验中试样浸泡液的体积或质量,单位为升(L)或千克(kg);
- S_0 ——食品接触材料及制品实际使用时接触食品的面积,单位为平方分米(dm²);
- S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm²);
- m_1 ——食品接触材料及制品实际使用时接触固态食品质量或液体食品体积对应的质量,单位为千克(kg);各种液态食品按密度为 1 kg/L 将体积换算为对应的质量。

结果至少保留 2 位有效数字。

6.2.2 密封制品类食品接触材料及制品月桂内酰胺特定迁移量的计算(以 mg/kg 表示)

当预期用途已知时,密封制品类食品接触材料及制品,月桂内酰胺特定迁移量以 mg/kg 表示时,按式(3)计算。

$$X_3 = X_1 \cdot \frac{V_1 \cdot S_0}{S_1 \cdot m_2} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- X_3 ——食品接触材料及制品中月桂内酰胺的特定迁移量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- V_1 ——迁移试验中试样浸泡液的体积或质量,单位为升(L)或千克(kg);
- S_0 ——密封制品实际使用时接触食品的面积,单位为平方分米(dm²);
- S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积,单位为平方分米(dm²);
- m_2 ——密封制品实际配套使用容器盛装固态食品质量或液体食品体积对应的质量,单位为千克(kg);各种液态食品按密度为 1 kg/L 将体积换算为对应的质量。

结果至少保留 2 位有效数字。

6.2.3 密封制品类食品接触材料及制品月桂内酰胺特定迁移量的计算(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,月桂内酰胺特定迁移量以 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。

$$X_4 = X_1 \cdot \frac{V_1}{n} \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- X_4 ——食品接触材料及制品中月桂内酰胺的特定迁移量,单位为毫克每件(mg/件);
- V_1 ——迁移试验中试样浸泡液的体积或质量,单位为升(L)或千克(kg);
- n ——迁移试验中浸泡用密封制品的数量,单位为件。

结果至少保留 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10%。

8 其他

水性、酸性、含乙醇食品模拟物及化学替代溶剂95%(体积分数)乙醇与异辛烷中月桂内酰胺方法检出限为0.5 mg/L,定量限为1.0 mg/L。含油脂模拟物中月桂内酰胺方法检出限为1.0 mg/kg,定量限为2.0 mg/kg。

食品接触材料及制品中月桂内酰胺特定迁移量的检出限与定量限,以食品模拟物中月桂内酰胺方法检出限与定量限为基础,按第6章换算。

第二法 液相色谱-串联质谱法

9 原理

食品接触材料及制品进行迁移试验后,采用液相色谱-串联质谱检测。其中水性、酸性、含乙醇食品模拟物及化学替代溶剂95%(体积分数)乙醇经过滤后直接进样;含油脂食品模拟物经液液萃取和固相萃取后过滤进样;化学替代溶剂异辛烷通过去除溶剂和乙腈复溶后过滤进样。保留时间和相对离子丰度比定性,外标法定量。

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

同3.1。

10.2 溶液配制

同3.2。

10.3 标准品

同3.3。

10.4 标准溶液配制

10.4.1 月桂内酰胺标准储备溶液(1 000 mg/L):同3.4.1。

10.4.2 月桂内酰胺标准中间溶液(10 mg/L):移取月桂内酰胺标准储备溶液1 mL于100 mL容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,摇匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于4℃避光保存,有效期3个月。

10.4.3 月桂内酰胺标准中间溶液(1.0 mg/L):移取月桂内酰胺标准储备溶液1 mL于10 mL容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,摇匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中,于4℃避光保存,有效期3个月。

10.4.4 水性、酸性、含乙醇食品模拟物及95%(体积分数)乙醇标准工作溶液:分别准确移取0.30 mL、

0.50 mL、1.0 mL、5.0 mL 和 10 mL 月桂内酰胺标准中间溶液(1.0 mg/L)至 100 mL 容量瓶中,用相应水性、酸性、含乙醇食品模拟物或 95%(体积分数)乙醇定容至刻度,配制成 0.003 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.050 mg/L、0.10 mg/L 的标准工作溶液。临用现配。

10.4.5 含油脂食品模拟物标准工作溶液:分别移取 12 μ L、20 μ L、40 μ L 月桂内酰胺标准中间溶液(1.0 mg/L)和 10 μ L、20 μ L 月桂内酰胺标准中间溶液(10 mg/L),加入到 2 g(精确到 0.01 g)含油脂食品模拟物中,混匀,配制成 0.006 mg/kg、0.010 mg/kg、0.020 mg/kg、0.050 mg/kg、0.10 mg/kg 的标准工作溶液。临用现配。上机前按照 12.1 与含油脂食品模拟物浸泡液同步处理。

10.4.6 异辛烷标准工作溶液:分别移取 0.30 mL、0.50 mL、1.0 mL、5.0 mL 和 10 mL 月桂内酰胺标准中间溶液(1.0 mg/L)至 100 mL 容量瓶中,用异辛烷定容至刻度,标准工作溶液的浓度分别为 0.003 mg/L、0.005 mg/L、0.010 mg/L、0.050 mg/L、0.10 mg/L。临用现配。上机前按照 12.1 与异辛烷浸泡液同步处理。

11 仪器和设备

11.1 液相色谱-串联质谱仪:配备电喷雾离子源(ESI)。

11.2 可调移液器:量程为 10 μ L~100 μ L 和量程为 100 μ L~1 000 μ L。

11.3 分析天平:感量 0.000 1 g(0.1 mg)和感量 0.01 g。

11.4 有机微孔滤膜:0.45 μ m。

11.5 涡旋混合器。

11.6 离心机。

11.7 氮气浓缩装置。

11.8 固相萃取装置。

11.9 混合型阳离子固相萃取小柱或等效净化柱:150 mg/6 mL。

12 分析步骤

12.1 样品前处理

同 5.1。

12.2 仪器参考条件

12.2.1 液相色谱条件

液相色谱参考条件如下:

- a) 色谱柱: C_{18} 色谱柱,柱长 100 mm,柱内径 2.1 mm,粒径 1.7 μ m,或者同等性能的色谱柱;
- b) 流动相:A 为含 0.1%(体积分数)甲酸的水溶液,B 为含 0.1%(体积分数)甲酸的乙腈溶液,洗脱梯度见表 1;
- c) 流速:0.3 mL/min;
- d) 柱温:40 $^{\circ}$ C;
- e) 进样量:2 μ L。

表 1 梯度淋洗条件

时间/min	A/%	B/%
0.0	60	40
0.5	60	40
0.6	50	50
4.0	50	50
4.1	2	98
5.2	2	98
5.3	60	40
7.0	60	40

12.2.2 质谱条件

质谱参考条件如下：

- 离子化模式：电喷雾电离正离子模式(ESI⁺)；
- 质谱扫描方式：多反应监测(MRM)；
- 喷雾电压：5 500 V；
- 雾化温度：500 ℃；
- 月桂内酰胺质谱条件参考表 2。

表 2 月桂内酰胺质谱参考条件

化合物	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碎裂电压/V	碰撞能量/eV
月桂内酰胺	198.2	83.1 ^a	80	28
	198.2	97.0	80	28
注：对于不同质谱仪器，仪器参数可能存在差异，测定前应优化质谱参数。				
^a 为定量离子。				

12.3 定性测定

按照 12.2 所列仪器参考条件测定食品模拟物试液和标准工作溶液，判定试液中存在相应目标物应满足以下条件：

- 试液中目标化合物色谱峰保留时间与标准工作溶液中目标化合物色谱峰保留时间差异在 ±2.5% 范围内；
- 选择的两组离子对的信号均出现；
- 定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准溶液的相对丰度偏差不超过表 3 的规定。

表 3 定性测定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	≤10
允许相对误差/%	±20	±25	±30	±50

12.4 标准曲线的制作

按照 12.2 所列的仪器参考条件测定标准工作溶液。以标准工作溶液中月桂内酰胺的浓度为横坐标,以对应峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。月桂内酰胺标准溶液多反应监测(MRM)参考色谱图见附录 A 中图 A.2。

12.5 定量测定

按照 12.2 所列的仪器参考条件测定食品模拟物试液和空白试液,得到目标物峰面积,根据标准曲线得到试液中月桂内酰胺的浓度。按第 13 章计算月桂内酰胺迁移量。

试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。

13 分析结果的表述

同第 6 章。

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

水性、酸性、含乙醇食品模拟物及 95%(体积分数)乙醇和异辛烷食品模拟物中月桂内酰胺的检出限为 0.001 mg/L,定量限为 0.003 mg/L。含油脂食品模拟物中月桂内酰胺的检出限为 0.002 mg/kg,定量限为 0.006 mg/kg。

食品接触材料及制品中月桂内酰胺特定迁移量的检出限与定量限,以食品模拟物中月桂内酰胺方法检出限与定量限为基础,按第 13 章换算。

附录 A
月桂内酰胺标准溶液的色谱图

不同食品模拟物中月桂内酰胺标准溶液的液相色谱图见图 A.1,液相色谱-串联质谱法 MRM 图见图 A.2。

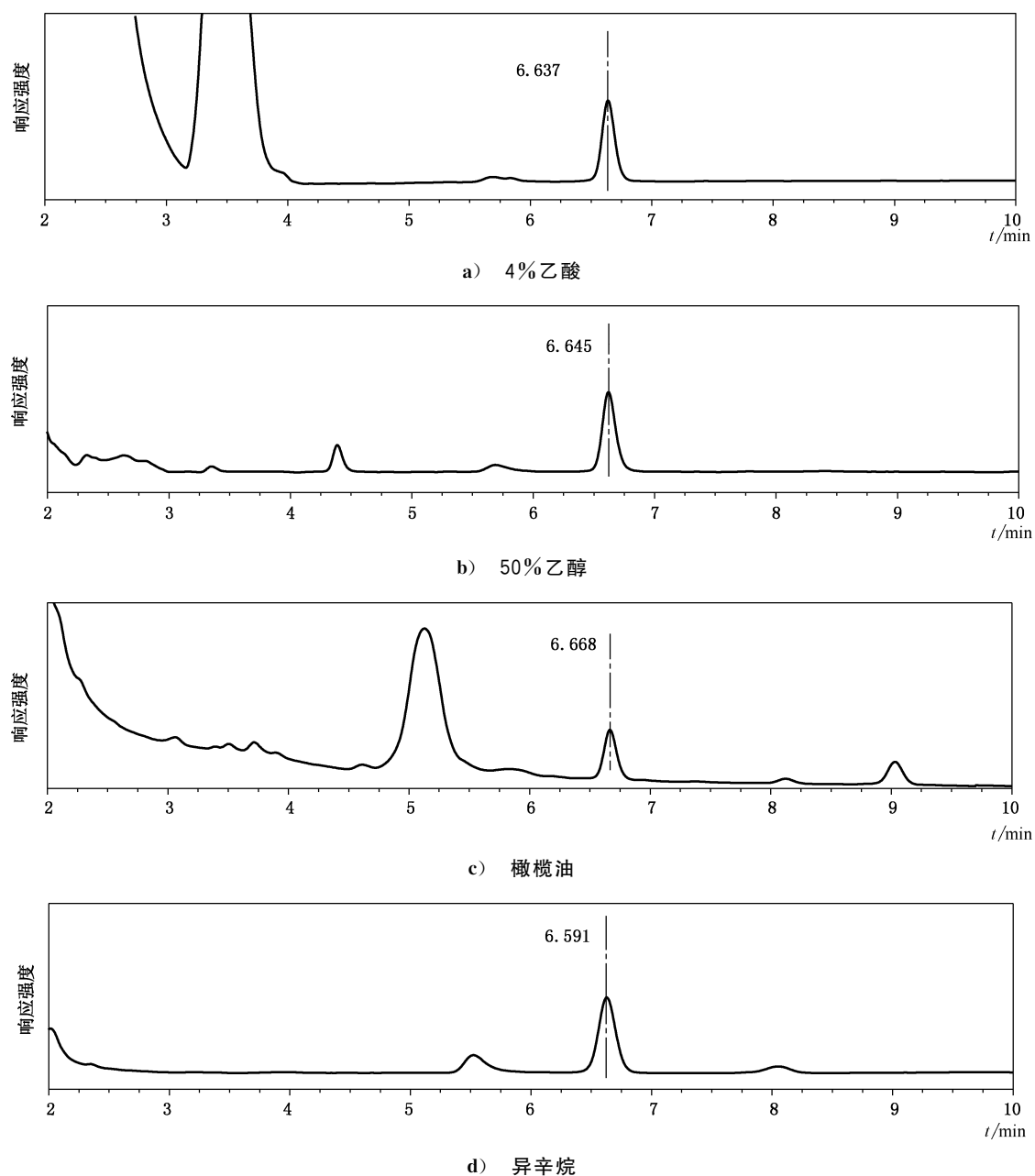


图 A.1 不同食品模拟物和化学替代溶剂中月桂内酰胺标准溶液(5 mg/L 或 5 mg/kg)的液相色谱图

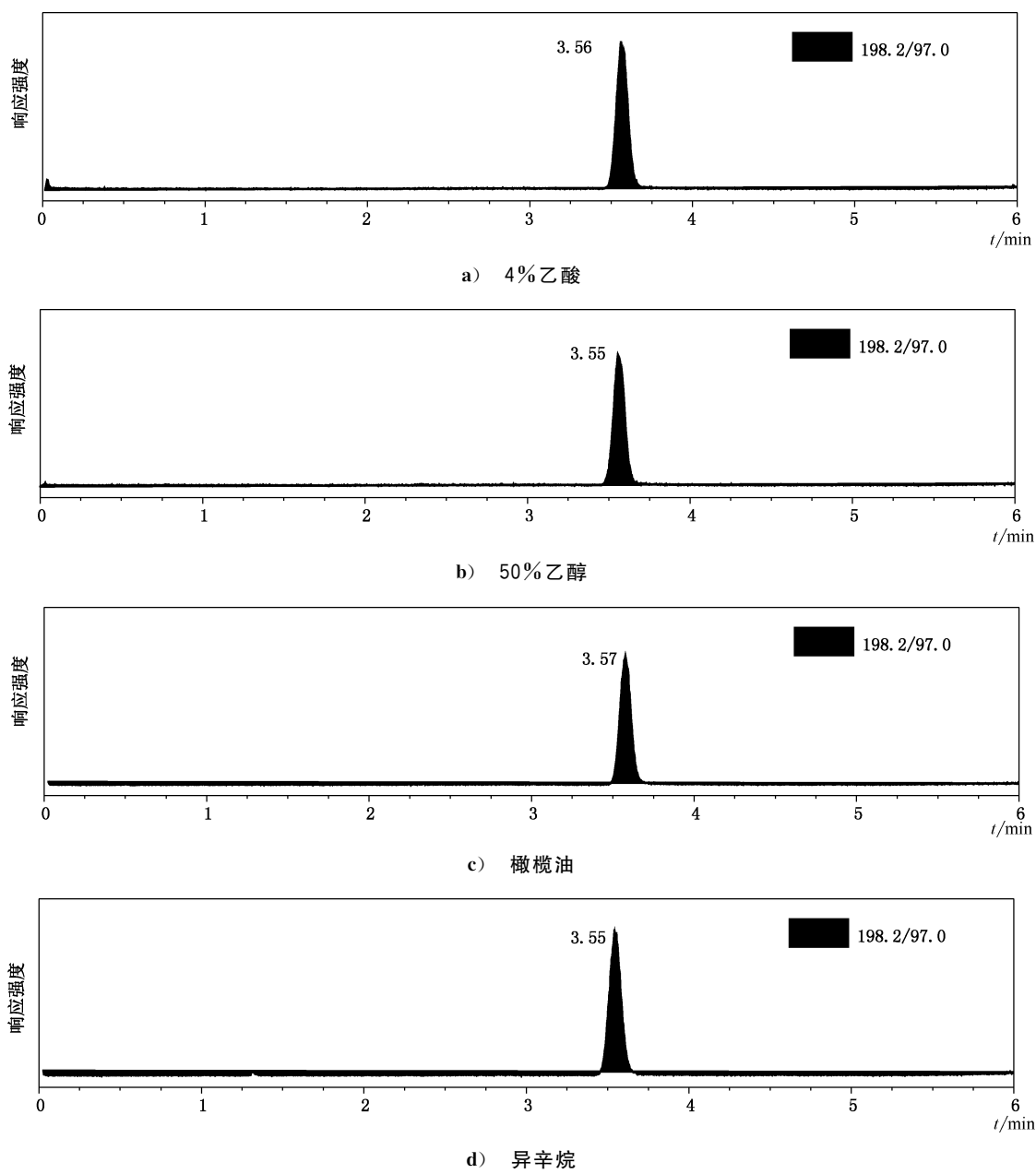


图 A.2 不同食品模拟物和化学替代溶剂中月桂内酰胺标准溶液(0.05 mg/L 或 0.05 mg/kg)的 MRM 图