



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.100—2003
代替 GB/T 13119—1991

食品包装用发泡聚苯乙烯成型品 卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of
products of foamed polystyrene for food packaging

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 13119—1991《食品包装用发泡聚苯乙烯成型品卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 13119—1991 相比主要修改如下：

——按 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分：化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准由北京市卫生防疫站、卫生部食品卫生监督检验所、上海市沪湾区卫生防疫站负责起草。

本标准主要起草人：王云龙、张洪祥、劳宝法。

原标准于 1991 年首次发布，本次为第一次修订。

食品包装用发泡聚苯乙烯成型品 卫生标准的分析方法

1 范围

本标准规定了食品包装用发泡聚苯乙烯成型品卫生标准的分析方法。

本标准适用于以聚苯乙烯树脂为原料,添加二氟二氯甲烷为发泡剂制成的食品包装制品。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 5009.60—2003 食品包装用聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯成型品卫生标准的分析方法

3 取样方法

按生产厂家产品批号,每批按0.1%取样,小批量每批随机取样不得少于15只,其中三分之一供检验用,三分之一供复验用,三分之一保存两个月供作仲裁分析用。

4 感官检查

保持聚苯乙烯树脂原料固有的白色,无异臭、异物。

5 试样处理

5.1 成型品呈薄层状时,每个试样剪成约2 cm×5 cm的若干小片(一批5只),从每只中取一片,按两面面积约100 cm²,以1 cm²试样加入2 mL浸泡液(如果有一定厚度,以每小片表面积计,按总面积用上述原则加入浸泡液)。

5.2 水浸泡:60℃,保温2 h。把试样条放入300 mL三角瓶中,将浸泡液预热到60℃时用量筒取预先计算的加入量,倒入三角瓶中进行保温2 h,取出备用。试样片上浮时,设法使其浸入溶液中并避免粘在一起。

5.3 4%乙酸浸泡:按5.2原则以4%乙酸60℃保温2 h。

5.4 65%乙醇浸泡:按5.2原则以65%乙醇60℃保温2 h。

5.5 正己烷浸泡:按5.2原则常温(20℃±5℃)浸泡2 h。

6 高锰酸钾消耗量

按GB/T 5009.60—2003中第4章操作。

7 蒸发残渣

7.1 原理

试样经用各种溶液浸泡后,蒸发残渣即表示在不同浸泡液中的溶出量。此四种溶液为模拟接触水、酸、酒、油不同性质食品溶出情况。

7.2 分析步骤

取各浸泡液200 mL,分次置于预先在105℃干燥至恒重的直径75 mm的玻璃蒸发皿或浓缩器中,

干燥 2 h,在干燥器中冷却 0.5 h 后称量水、乙酸、乙醇溶出残渣,再于 105℃干燥 1 h,称至恒重(恒重误差 1 mg,正己烷溶出残渣不需恒重)。

7.3 结果计算

按 GB/T 5009.60—2003 中 5.3。

8 重金属

按 GB/T 5009.60—2003 中第 6 章操作。

9 二氟二氯甲烷

9.1 原理

根据气体有关定律,将试样放入密封平衡瓶中,用溶剂溶解。在一定温度下,二氟二氯甲烷扩散,达到平衡时,取液上气体注入气相色谱仪中测定。

本方法检出限 2.3 mg/kg。

9.2 试剂

9.2.1 液态二氟二氯甲烷(简称 F-12):纯度大于 99.5%,装在耐压金属罐内保存。

9.2.2 N-N 二甲基乙酰胺(DMA):在相同色谱条件下,该溶剂不应检出与 F-12 相同保留值的任何杂峰。否则,应在不超过 100℃条件下将 DMA 倒入大烧杯内,放在电热帽中蒸发,赶走沸点低的杂质,以免干扰。

9.2.3 F-12 标准液的制备:把干燥平衡瓶和塞一起准确称量(精确至 0.000 1 g)为 m_1 ,放入 DMA 溶剂,瓶口处留存 1 mL 左右空间,盖塞,准确称量为 m_2 。取 F-12 气 5 mL 通过胶塞针头在平衡瓶空间注入气体,摇动 DMA 溶解后,准确称量为 m_3 。

9.2.4 配制 F-12 浓度的计算:见式(1)。

$$c = \frac{m_3 - m_2}{(m_2 - m_1)d} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——配制 F-12 浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

m_1 ——平衡瓶的质量,单位为克(g);

m_2 ——平衡瓶加溶剂的质量,单位为克(g);

m_3 ——平衡瓶加溶剂加 F-12 气体后的质量,单位为克(g);

d ——DMA 相对密度, $d_4^{20℃} = 0.935$ 。

9.3 仪器

9.3.1 气相色谱仪(GC):附氢火焰离子化检测器(FID)。

9.3.2 超级恒温水浴:精度±1℃。

9.3.3 平衡瓶:25 mL±1 mL。

9.3.4 磨口注射器:2 mL,5 mL,配 5 号牙科针头。

9.3.5 微量注射器:50 μL,100 μL。

9.4 分析步骤

9.4.1 色谱条件

9.4.1.1 色谱柱:1.5 m×3 mm(i. d.)。

9.4.1.2 固定相:Porapak Q(80 目~100 目)或上试 407 有机担体(60 目~80 目)。

9.4.1.3 测定条件(供参考):柱温 110℃,气化温度 180℃,检测器温度 180℃,氮气 30 mL/min,氢气 30 mL/min,空气 300 mL/min。进样量 2 mL 气体。

9.4.2 标准曲线的绘制

在 5 个平衡瓶中各加入 3 mL DMA,盖塞,用微量注射器取 0,10,20,30,40 μL 标准溶液通过胶塞

注入瓶中(相当于 $0 \mu\text{g} \sim 40 \mu\text{g}$ F-12),轻轻摇匀放入 $65^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 恒温水浴中平衡 15 min。分别取液上气 2 mL 注入气相色谱仪中,以 F-12 含量为横坐标,峰高为纵坐标绘制标准曲线。

9.4.3 试样测定

将快餐盒剪成碎屑,用四分法取样,称取 $0.2 \text{ g} \sim 0.5 \text{ g}$ 放入平衡瓶中。加入 3 mL DMA 溶解,立即盖塞,轻轻摇匀,放入 $65^\circ\text{C} \pm 1^\circ\text{C}$ 恒温水浴中平衡 15 min,同样取 2 mL 气体注入气相色谱仪,测峰高,在标准曲线上查出质量数(μg)。

9.4.4 结果计算

试样中 F-12 的含量用式(2)计算:

$$X = \frac{m_1 \times 1\,000}{m \times 1\,000} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

X ——试样 F-12 含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——从标准曲线求出的 F-12 质量,单位为微克(μg);

m ——试样质量,单位为克(g)。