



中华人民共和国国家标准

GB ××××—××××

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 氟迁移量的测定

(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

食品安全国家标准

食品接触材料及制品 氟迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中氟迁移量的测定方法。

本标准适用于食品接触用涂料及涂层材料及制品中氟离子迁移量的测定。

2 原理

食品接触材料及制品经水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物、含油脂食品模拟物（橄榄油）或化学替代溶剂 [95%（体积分数）乙醇和异辛烷] 浸泡后，采用离子色谱测定，以保留时间定性，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 水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物、橄榄油、95%（体积分数）乙醇和异辛烷：依据 GB 5009.156 的规定。

3.1.2 正戊烷（C₅H₁₂）。

3.1.3 丙酮（C₃H₆O）。

3.1.4 氢氧化钾（KOH）：优级纯。

3.1.5 碳酸钠（Na₂CO₃）：优级纯。

3.2 试剂配制

3.2.1 水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物、含油脂食品模拟物（橄榄油）、95%（体积分数）乙醇和异辛烷：按照 GB 5009.156 的规定配制。

3.2.2 0.4%（体积分数）乙酸溶液：量取 2.0 mL 冰乙酸，加 498 mL 水，混匀。

3.3 标准品

3.3.1 氟化钠标准品（NaF，CAS 号：7681-49-4）：纯度≥99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

3.3.2 氟化钠（NaF，CAS 号：7681-49-4）标准溶液（1000 mg/L）：经国家认证并授予标准物质证书的标准氟化钠水溶液。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 氟离子标准溶液（1000 mg/L）：准确称取 0.2210 g 经 105 °C 干燥 1 h 的氟化钠标准品，溶于水，移入 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，将溶液转移至塑料容器中，于 0 °C ~4 °C 下密闭保存，保存期 6 个月。或氟化钠标准溶液（1000 mg/L）。

3.4.2 氟离子标准中间液 A (10.0 mg/L)：移取 1.0 mL 氟标准溶液至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，将溶液转移至塑料容器中，于 0 °C~4 °C 下密闭保存，保存期 1 个月。

3.4.3 氟离子标准中间液 B (1.0 mg/L)：移取 10.0 mL 氟离子标准中间液 A (10.0 mg/L) 至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，将溶液转移至塑料容器中，于 0 °C~4 °C 下密闭保存，保存期 1 个月。

3.4.4 10% (体积分数) 乙醇溶液、水和 0.4% (体积分数) 乙酸溶液中的系列标准工作液：分别移取氟离子标准中间液 B (1.0 mg/L) 1.00 mL、2.00 mL、5.00 mL 和氟离子标准中间液 A (10.0 mg/L) 1.00 mL、2.00 mL 至 100 mL 容量瓶中，用 10% (体积分数) 乙醇定容至刻度，摇匀，得到氟离子浓度分别为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L 和 0.20 mg/L 的系列标准工作液，临用现配。采用相同的方法使用相应的溶液配制水和 0.4% (体积分数) 乙酸溶液中的系列标准工作液。

注：试验中应使用不含氟器皿，如聚乙烯塑料器皿、无氟玻璃器皿等。

4 仪器和设备

4.1 离子色谱仪：配电导检测器。

4.2 移液器：量程 1 mL~10 mL。

4.3 无氟水相微孔滤膜：0.45 μm。

4.4 分析天平：感量 0.01 g、0.0001 g 和 0.00001 g。

5 分析步骤

5.1 试样制备

5.1.1 试样迁移试验

根据待测样品的预期用途和使用条件，按照 GB 5009.156 和 GB 31604.1 规定的迁移试验方法及试验条件进行迁移试验，得到食品模拟物试液。迁移试验所得食品模拟物试液如不能立即测试，应置于 4 °C 冰箱中避光保存。若进行下一步试验，应将食品模拟物试液恢复至室温后使用。

5.1.2 水性食品模拟物、酸性食品模拟物、含乙醇食品模拟物和 95% (体积分数) 乙醇试液处理

5.1.2.1 水性食品模拟物试液处理

水和 10% (体积分数) 乙醇食品模拟物试液移取约 2 mL 通过微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.2.2 酸性食品模拟物试液处理

4% (体积分数) 乙酸食品模拟物试液移取 10.0 mL 至 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，移取约 2 mL 通过微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.2.3 含乙醇食品模拟物和 95% (体积分数) 乙醇试液处理

20% (体积分数)、50% (体积分数) 和 95% (体积分数) 乙醇食品模拟物试液分别移取 10.0 mL 至 20 mL、50 mL 和 100 mL 容量瓶中，用水定容至刻度，摇匀，移取约 2 mL 通过微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.3 含油脂食品模拟物 (橄榄油) 试液处理

称取 20.0±0.2 g (精确到 0.01 g) 橄榄油试液于分液漏斗中，加入 2 mL 丙酮和 40 mL 正₂

戊烷，混匀。加入 5 mL 水，振摇 5 min，静置。完全分层后，将下层水相通过慢速滤纸放入 20 mL 容量瓶中。重复用水萃取两次。合并萃取液，用水定容，混匀。移取约 2 mL 通过微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.4 异辛烷试液处理

移取 20 mL 异辛烷试液于分液漏斗中，加入 5 mL 水，振摇 5 min，静置。完全分层后，将下层水相通过慢速滤纸放入 20 mL 容量瓶中。重复用水萃取两次，合并萃取液，用水定容，混匀。移取约 2 mL 通过微孔滤膜过滤后供测定。

5.1.5 空白试液的制备和处理

将未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物按照 5.1.2、5.1.3 或 5.1.4 对应的步骤处理。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 色谱柱 I：具有烷醇季铵功能团的阴离子色谱柱（4 mm×250 mm），粒径 9 μm，适用于氢氧根淋洗液。或其他等效阴离子色谱柱。

色谱柱 II：具有季铵功能团的中离子色谱柱（4 mm×250 mm），粒径 4.6 μm，适用于碳酸盐淋洗液。或其他等效阴离子色谱柱。

5.2.2 使用氢氧化钾淋洗液（或等效淋洗液），流速：1.0 mL/min，柱温：30 °C，进样量：25 μL，分析时间：35 min，梯度淋洗程序见表 1。

表1.梯度淋洗程序

时间/min	氢氧化钾淋洗液/mmol/L
0.0	3.0
20.0	3.0
20.1	50
25.0	50
25.1	3.0
35.0	3.0

使用碳酸钠淋洗液（或等效淋洗液），浓度：3 mmol/L，流速：0.6 mL/min，柱温：35 °C，进样量：25 μL，分析时间：35 min。

注：上述条件为仪器参考条件，可根据不同的仪器和色谱柱，对参考工作条件作适当调整，以满足检测需要。

5.3 标准曲线的制作

在上述参考条件下，按浓度由低到高的次序依次测定水、10%（体积分数）乙醇和0.4%（体积分数）乙酸溶液中的系列标准工作液，以系列标准工作液浓度为横坐标，以氟离子的峰面积为纵坐标，绘制标准曲线。各系列标准工作液中氟离子的离子色谱图参见附录A。

5.4 试样溶液的测定

将5.1中获得的试样溶液在上述仪器参考条件下进样测试。水、异辛烷和橄榄油的试样溶液使用水系列标准工作液，10%（体积分数）、20%（体积分数）、50%（体积分数）和95%（体积分数）乙醇的试样溶液使用10%（体积分数）乙醇系列标准工作液，4%（体积分数）乙酸的试样溶液使用0.4%（体积分数）乙酸系列标准工作液，根据色谱峰的保留时间对氟离子进行定性分析，用外标法进行定量分析。目标化合物色谱峰的保留时间与相应标准色谱峰的保留时间相比较，变化范围应在±2.5%之内。

注：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。

6 分析结果的表述

6.1 食品模拟物中氟迁移量的计算：

食品模拟物中氟迁移量，按式（1）计算：

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

式中：

X_1 ——食品模拟物中氟迁移量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

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

c_0 ——空白试液中氟的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

N ——稀释倍数。

结果至少保留2位有效数字。

6.2 食品接触材料及制品中氟特定迁移量的计算

6.2.1 非密封制品类食品接触材料及制品氟特定迁移量的计算（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，氟特定迁移量以mg/kg表示时，按式（2）进行计算：

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

式中：

X_2 ——食品接触材料及制品中氟特定迁移量，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_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；

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）。

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氟特定迁移量的计算（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，氟特定迁移量以mg/kg表示时，按式（3）进行计算：

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

式中：

X_3 ——食品接触材料及制品中氟特定迁移量，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_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。

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（ dm^2 ）；
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氟特定迁移量的计算（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，氟特定迁移量以mg/件表示时，按式（4）进行计算，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氟特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

V_1 ——试样浸泡液的体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

n ——浸泡用密封制品的数量，单位件。

结果至少保留 2 位有效数字。

7 精密度

食品模拟物中氟离子迁移量的测定结果 $\leq 0.10 \text{ mg/L}$ 时，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20 %。

食品模拟物中氟离子迁移量的测定结果 $> 0.10 \text{ mg/L}$ ，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

水和10%（体积分数）乙醇食品模拟物中氟迁移量的方法检出限为0.005 mg/kg，定量限为0.010 mg/kg。

20%（体积分数）乙醇、异辛烷和橄榄油食品模拟物中氟迁移量的方法检出限为0.010 mg/kg，定量限为0.020 mg/kg。

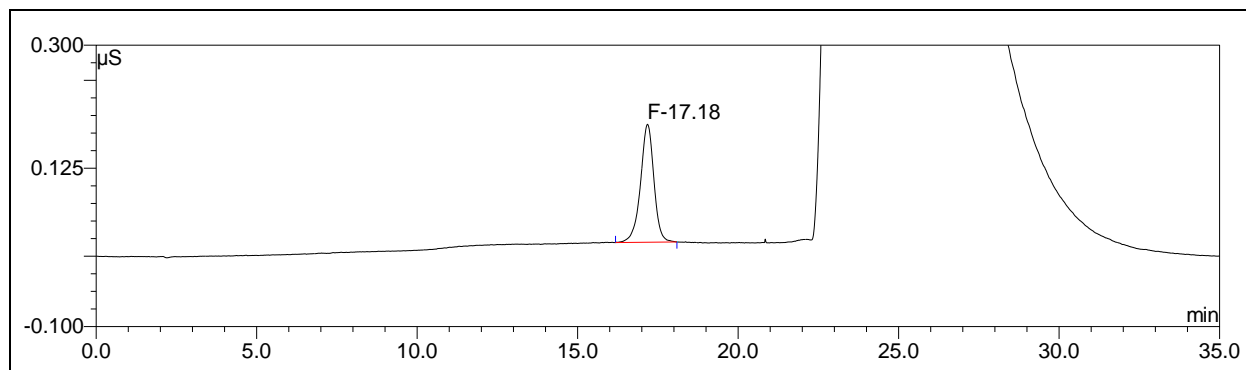
50%（体积分数）乙醇食品模拟物中氟迁移量的方法检出限为0.025 mg/kg，定量限为0.050 mg/kg。

95%（体积分数）乙醇和4%（体积分数）乙酸食品模拟物中氟迁移量的方法检出限为0.050 mg/kg，定量限为0.100 mg/kg。

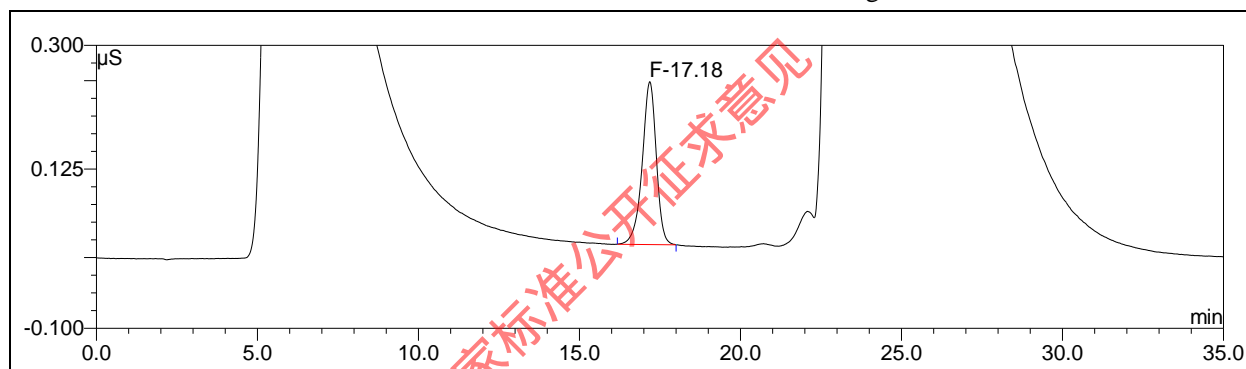
食品接触材料及制品中氟迁移量的检出限与定量限，以食品模拟物中氟迁移量的方法检出限与定量限为基础，按6.2进行计算。

附录 A

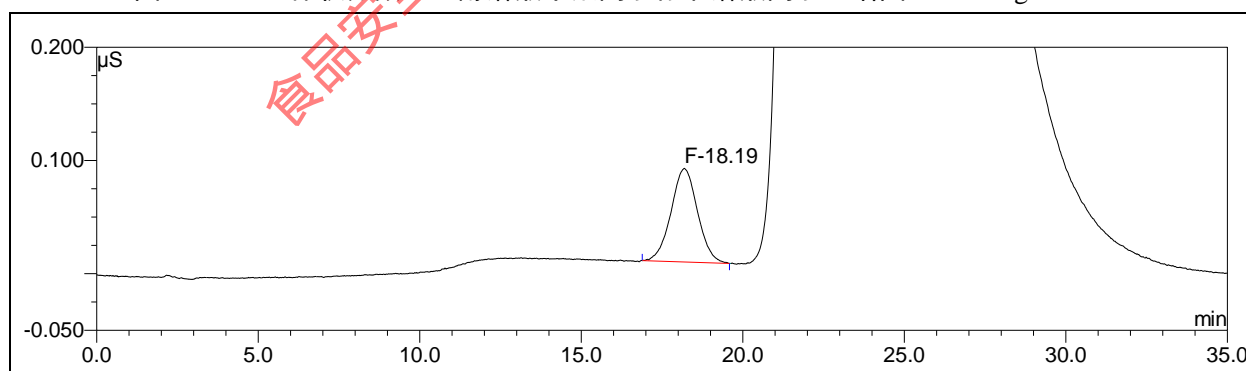
氟离子标准溶液离子色谱图



图A.1 水中氟离子标准溶液离子色谱图 (0.20 mg/L)



图A.2 10% (体积分数) 乙醇溶液中氟离子标准溶液离子色谱图 (0.20 mg/L)



图A.3 0.4% (体积分数) 乙酸溶液中氟离子标准溶液离子色谱图 (0.20 mg/L)