

# 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 双酚 A-二缩水甘油 醚、双酚 F-二缩水甘油醚及其羟基和氯化 衍生物迁移量的测定

(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 双酚 A-二缩水甘油醚、双酚 F-二缩水甘油醚及其羟基和氯化衍生物迁移量的测定

### 1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中双酚A-二缩水甘油醚（Bisphenol A diglycidyl ether, BADGE）、双酚F-二缩水甘油醚（Bisphenol F diglycidyl ether, BFDGE）及其羟基和氯化衍生物迁移量的测定方法。

本标准适用于塑料、食品接触用涂料及涂层和黏合剂类食品接触材料及制品中双酚A-二缩水甘油醚（BADGE）、双酚A-二(2,3-二羟基丙基)醚（BADGE·2H<sub>2</sub>O）、双酚A-(2,3-二羟基丙基)缩水甘油醚（BADGE·H<sub>2</sub>O）、双酚A-二(3-氯-2-羟基丙基)醚（BADGE·2HCl）、双酚A-(3-氯-2-羟基丙基)缩水甘油醚（BADGE·H<sub>2</sub>O·HCl）、双酚F-二缩水甘油醚（BFDGE）、双酚A-(3-氯-2-羟基丙基)(2,3-二羟基丙基)醚（BADGE·HCl）、双酚F-二(2,3-二羟基丙基)醚（BFDGE·2H<sub>2</sub>O）、双酚F-二(3-氯-2-羟基丙基)醚（BFDGE·2HCl）迁移量的测定。

### 2 方法原理

食品接触材料及制品根据 GB 31604.1 及 GB 5009.156 进行迁移试验后，采用液相色谱-质谱/质谱法进行检测。其中水、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%乙醇经过滤后直接进样，化学替代溶剂异辛烷与含油脂食品模拟物经乙腈萃取、过滤后进样。峰面积外标法定量。

### 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 乙酸铵（CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub>）。
- 3.1.2 乙腈（CH<sub>3</sub>CN）：色谱纯。
- 3.1.3 冰醋酸（CH<sub>3</sub>COOH）。
- 3.1.4 异辛烷（C<sub>8</sub>H<sub>18</sub>）：色谱纯。
- 3.1.5 橄榄油：需符合GB 5009.156中附录A的要求。

#### 3.2 试剂配制

3.2.1 水性、酸性、含乙醇和含油脂食品模拟物及化学替代溶剂：所用试剂要求及配制方法应满足GB 31604.1和GB 5009.156的规定。

3.2.2 乙酸铵溶液（5 mmol/L）：称取0.385 g 乙酸铵于1 000 mL烧杯中，加入1 000 mL水溶解，混匀，抽滤后备用。

#### 3.3 标准品

3.3.1 BADGE (C<sub>21</sub>H<sub>24</sub>O<sub>4</sub>, CAS 号: 1675-54-3): 纯度≥90%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.2 BADGE·2H<sub>2</sub>O (C<sub>21</sub>H<sub>28</sub>O<sub>6</sub>, CAS 号: 5581-32-8): 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.3 BADGE·H<sub>2</sub>O (C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>O<sub>5</sub>, CAS 号: 76002-91-0): 纯度≥94%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.4 BADGE·2HCl (C<sub>21</sub>H<sub>26</sub>Cl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, CAS 号: 4809-35-2): 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.5 BADGE·H<sub>2</sub>O·HCl (C<sub>21</sub>H<sub>27</sub>ClO<sub>5</sub>, CAS 号: 227947-06-0): 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.6 BFDGE (C<sub>19</sub>H<sub>20</sub>O<sub>4</sub>, CAS 号: 2095-03-6): 纯度≥92%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.7 BADGE·HCl (C<sub>21</sub>H<sub>25</sub>ClO<sub>4</sub>, CAS 号: 13836-48-1): 纯度≥98%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.8 BFDGE·2H<sub>2</sub>O (C<sub>19</sub>H<sub>24</sub>O<sub>6</sub>, CAS 号: 72406-26-9): 纯度≥95%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

3.3.9 BFDGE·2HCl (C<sub>21</sub>H<sub>22</sub>Cl<sub>2</sub>O<sub>4</sub>, CAS 号: 374772-79-9): 纯度≥90%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质/标准样品。

#### 3.4 标准溶液配制

##### 3.4.1 标准储备液 (1 000 mg/L)

准确称取 9 种标准物质各 100 mg (精确至 0.0001 g), 用乙腈溶解后, 转移至 9 个 100 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度后摇匀。将溶液转移至棕色玻璃容器中, 于 -20±2 °C 下避光密封保存, 有效期为 6 个月。

注: 配制的标准储备液浓度应按照该标准品给出的实际纯度进行相应的折算。

##### 3.4.2 混合标准中间液

3.4.2.1 混合标准中间液 A (溶剂为乙腈): 分别吸取 0.75 mL、1.5 mL、2.5 mL、5.0 mL、10.0 mL、15.0 mL 9 种化合物的标准储备液 (3.4.1) 于 6 个 50 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 混匀, 得到混合标准中间液, 每种化合物的质量浓度分别为 15 mg/L、30 mg/L、50 mg/L、100 mg/L、200 mg/L 和 300 mg/L。将溶液转移至棕色容器中, 于 0°C~4°C 下避光密封保存, 有效期为 3 个月。

3.4.2.2 混合标准中间液 B (溶剂为丙酮): 分别吸取 0.15 mL、0.30 mL、0.50 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL 的 9 种化合物的标准储备液 (3.4.1) 于 6 个 50 mL 容量瓶中, 用丙酮定容至刻度, 混匀, 得到混合标准中间液, 每种化合物的质量浓度分别为 3.0 mg/L、6.0 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、40 mg/L 和 60 mg/L。将溶液转移至棕色容器中, 于 0°C~4°C 下避光密封保存, 有效期为 3 个月。

##### 3.4.3 混合标准系列工作溶液

3.4.3.1 水、4% (体积分数) 乙酸、10% (体积分数) 乙醇、20% (体积分数) 乙醇、50% (体积分数) 乙醇、95% (体积分数) 乙醇混合标准系列工作溶液

分别吸取 0.10 mL 混合标准中间液 A 于 6 个 10 mL 容量瓶中, 用对应食品模拟物定容至刻度, 混匀, 得到混合标准系列工作溶液, 得到 9 种化合物的质量浓度分别为: 0.15 mg/L、0.30 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L 和 3.0 mg/L, 临用现配。各取 1 mL 标准工作溶液, 经

0.22  $\mu\text{m}$  有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

#### 3.4.3.2 化学替代溶剂异辛烷混合标准系列工作溶液

准确移取 2.0 mL 异辛烷至 6 支玻璃试管中，分别准确吸取 0.10 mL 混合标准中间液 B，混匀，得到混合标准系列工作溶液，得到 9 种化合物的质量浓度分别为：0.15 mg/L、0.30 mg/L、0.50 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L 和 3.0 mg/L。再分别加入 2.0 mL 乙腈萃取，涡旋振荡 30 s，静置分层后，取下层乙腈层溶液经 0.22  $\mu\text{m}$  有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

#### 3.4.3.3 含油脂食品模拟物混合标准工作溶液

准确称取 2.0 g 橄榄油（精确至 0.01 g）至 6 支玻璃试管中，分别准确吸取 0.10 mL 混合标准中间液 B，充分摇匀后静置，得到混合标准系列工作溶液，9 种化合物的质量浓度分别为 0.15 mg/kg、0.30 mg/kg、0.50 mg/kg、1.0 mg/kg、2.0 mg/kg 和 3.0 mg/kg，临用现配。在每支试管中准确加入 2.0 mL 正己烷，混匀。再加入 2.0 mL 乙腈萃取，涡旋振荡 3 min，静置分层。取上层乙腈层溶液经 0.22  $\mu\text{m}$  有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

## 4 仪器与设备

4.1 液相色谱串联质谱仪：配电喷雾离子源（ESI）

4.2 分析天平：感量分别为 0.0001g、0.01g 和 0.1g。

4.3 移液器：量程为 10~200  $\mu\text{L}$ 、1000  $\mu\text{L}$ 。

4.4 恒温干燥箱或恒温水浴装置。

4.5 涡旋混合器。

4.6 有机相尼龙微孔滤膜：孔径为 0.22  $\mu\text{m}$ 。

## 5 分析步骤

### 5.1 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。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于 0°C~4°C 冰箱中避光保存，保存期不超过 36 小时。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后使用。

### 5.2 试液制备

#### 5.2.1 化学替代溶剂异辛烷浸泡液

准确移取 2.0 mL 迁移实验后得到的异辛烷浸泡液于试管中，加入 2.0 mL 乙腈提取液，涡旋振荡 30 s 后静置分层，下层乙腈层溶液经 0.22  $\mu\text{m}$  有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

#### 5.2.2 含油脂食品模拟物浸泡液

准确称取 2.0 g（精确至 0.01 g）迁移实验后得到的橄榄油浸泡液于离心管中，加入 2.0 mL 正己烷，再加入 2.0 mL 乙腈涡旋振荡提取 3 min 后静置分层，取上层乙腈层溶液经 0.22  $\mu\text{m}$  有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

#### 5.2.3 其他食品模拟物浸泡液

移取迁移试验后得到的浸泡液约 1 mL，经 0.22  $\mu\text{m}$  有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

#### 5.2.4 空白试验

按 5.2.1~5.2.3 分别处理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，得到空白试验的试液，待上机测定。

### 5.3 仪器参考条件

#### 5.3.1 仪器参考条件

- a) 色谱柱：表面多孔 C<sub>18</sub>，150 mm × 3.0 mm（内径），粒径 2.7 μm 或同等性能色谱柱。
- b) 流动相：5 mmol/L 乙酸铵溶液与乙腈，梯度洗脱步骤见表 1。
- c) 流速：0.4 mL/min。
- d) 柱温：40 °C。
- e) 进样量：5 μL。
- f) 电离方式：电喷雾电离（ESI），正离子。
- g) 扫描方式：多反应监测（MRM），定性离子对、定量离子对和其他质谱参数参见附录 A。

表 1 梯度洗脱步骤

时间/ min	5 mmol/L 乙酸铵溶液 %	乙腈 %
0	90	10
2.0	45	55
7.0	45	55
7.5	40	60
12.0	40	60
12.5	10	90
14.0	10	90
14.1	90	10
17.0	90	10

### 5.4 标准曲线的绘制

按照 5.3 所列的仪器参考条件，对标准工作溶液进行测定，以标准工作溶液中单种目标物的浓度为横坐标，以对应的定量离子峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，得到线性方程。

### 5.5 试液的测定

#### 5.5.1 定性判定

按照仪器参考条件（5.3）测定食品模拟物试样溶液和标准工作溶液，如果食品模拟物试样溶液与标准溶液的质量色谱峰保留时间偏差在±2.5%范围以内；定性离子对的相对丰度与浓度相当的混合基质标准溶液的相对丰度一致，相对丰度偏差不得超过表 2 的规定，则可判断样品中存在相应的待测物。9 种目标物的主要参考质谱参数参见附录 A，9 种目标物液相色谱-质谱/质谱多反应监测（MRM）色谱图参见附录 B。

表 2 定性确证时相对离子丰度最大容许偏差

相对离子丰度, K/%	K ≥ 50	20 < K < 50	10 < K ≤ 20	K ≤ 10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

### 5.5.2 定量测定

将试样溶液和空白试样溶液（5.2.4）注入液相色谱-质谱/质谱仪中，得到峰面积，根据标准曲线得到待测液中目标物的浓度。

## 6 分析结果的表述

### 6.1 非密封制品类食品接触材料及制品单种目标物特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于除了盖子、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，单种目标物特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（1）进行计算：

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$X_1$ ——单种目标物的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$c$ ——试样浸泡液中单种目标物的含量，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

$c_0$ ——空白浸泡液中单种目标物的含量，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

$V$ ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（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（dm<sup>2</sup>）；

$S_0$ ——样品实际使用时与食品接触的面积，单位为平方分米（dm<sup>2</sup>）；

$m_1$ ——样品实际接触固态食品的质量，或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量，单位为千克（kg）；各种液态食品按密度为1 kg/L将其体积换算为相应的质量。

计算结果至少保留2位有效数字。

### 6.2 密封制品类食品接触材料及制品单种目标物特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，单种目标物特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（2）进行计算：

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{m_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$X_2$ ——单种目标物的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

$c$ ——试样浸泡液中单种目标物的含量，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

$c_0$ ——空白浸泡液中单种目标物的含量，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

$V$ ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（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（dm<sup>2</sup>）；

$S_0$ ——密封制品实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（dm<sup>2</sup>）；

$m_2$ ——密封制品实际使用容器盛装固态食品的质量，或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量，单位为千克（kg）；各种液态食品按密度为1 kg/L将其体积换算为相应的质量。

计算结果至少保留2位有效数字。

### 6.3 密封制品类食品接触材料及制品单种目标物特定迁移量的计算（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单种目标物特定迁移量以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。

$$X_3 = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$X_3$ ——单种目标物特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

$c$ ——试样浸泡液中单种目标物的含量，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

$c_0$ ——空白浸泡液中单种目标物的含量，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

$V$ ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

$n$ ——浸泡用密封制品的数量，单位为件。

计算结果至少保留 2 位有效数字。

## 7 精密度

在重复性条件下，获得 2 次独立测试结果的绝对差值不得超过算术平均值的 15%。

## 8 其他

本方法在水性、酸性、含乙醇食品模拟物和化学替代溶剂浸泡液中单种目标物含量的检出限均为 0.050 mg/L，定量限均为 0.15 mg/L；在含油脂食品模拟物浸泡液中单种目标物含量的检出限均为 0.050 mg/kg，定量限均为 0.15 mg/kg。各目标物迁移量的检出限和定量限根据第 6 章进行换算。

食品安全国家标准公开征求意见稿

## 附录 A

## 典型质谱条件

- A.1 干燥气温度：350 °C。  
 A.2 干燥气流量：8 L/min。  
 A.3 雾化器压力：310.3 kPa（45 psi）。  
 A.4 毛细管电压：3500 V。  
 A.5 离子源温度：100 °C。  
 A.6 碰撞电压、定性离子、定量离子见表 A.1。

表 A.1 碰撞电压、定性离子、定量离子

序号	化合物	分子式	分子量	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碎裂电 压/ V	碰撞能 量/ V
1	BFDGE	C <sub>19</sub> H <sub>20</sub> O <sub>4</sub>	312.36	330.2	163.3*	50	10
					133.1		15
2	BADGE·2H <sub>2</sub> O	C <sub>21</sub> H <sub>28</sub> O <sub>6</sub>	376.44	394.2	135.1*	50	40
					209.1		20
3	BADGE·H <sub>2</sub> O	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> O <sub>5</sub>	358.43	376.2	209.3*	50	10
					191.1		20
4	BADGE·2HCl	C <sub>21</sub> H <sub>26</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	413.33	430.0	227.0*	100	10
					135.2		22
5	BADGE·HCl	C <sub>21</sub> H <sub>25</sub> ClO <sub>4</sub>	376.87	394.2	227.0*	50	10
					135.0		22
6	BADGE·H <sub>2</sub> O·HCl	C <sub>21</sub> H <sub>27</sub> ClO <sub>5</sub>	394.89	412.0	227.1*	50	15
					135.2		40
7	BFDGE·2H <sub>2</sub> O	C <sub>19</sub> H <sub>24</sub> O <sub>6</sub>	348.39	366.1	181.1*	55	15
					107.1		35
8	BADGE	C <sub>21</sub> H <sub>24</sub> O <sub>4</sub>	340.41	358.1	191.1*	60	15
					161.1		20
9	BFDGE·2HCl	C <sub>21</sub> H <sub>22</sub> Cl <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	385.28	402.1	199.1*	55	5
					181.1		15

\*定量离子。

## 附录 B

BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物液相色谱-质谱/质谱总离子流 (TIC) 色谱图和多反应监测 (MRM) 色谱图

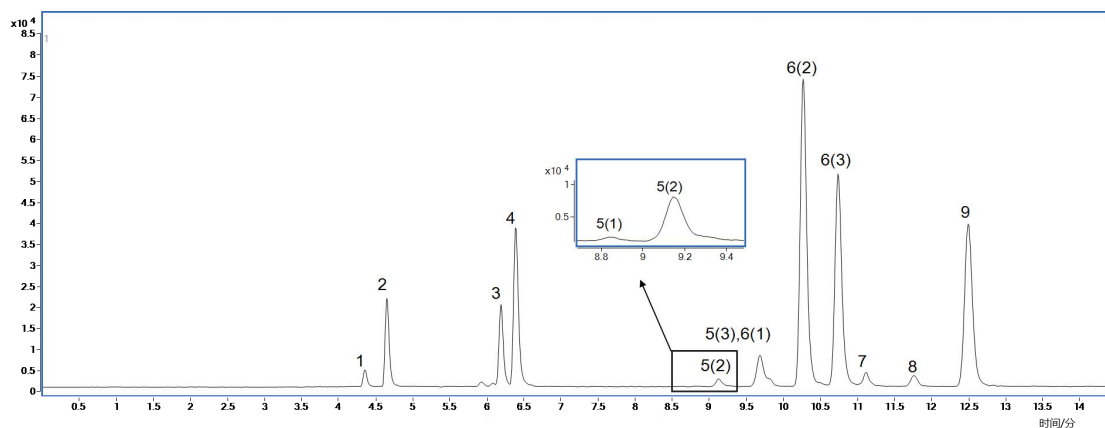


图 B.1 水中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)

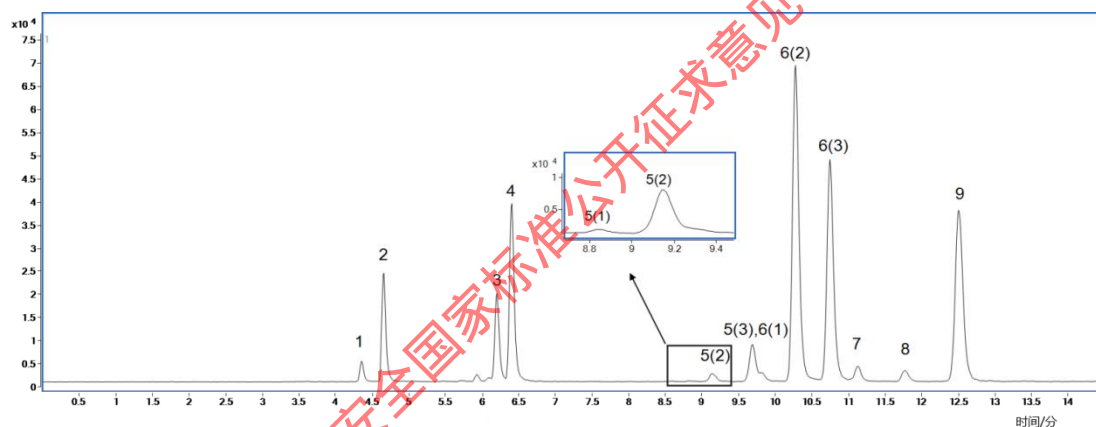


图 B.2 4%乙酸中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)

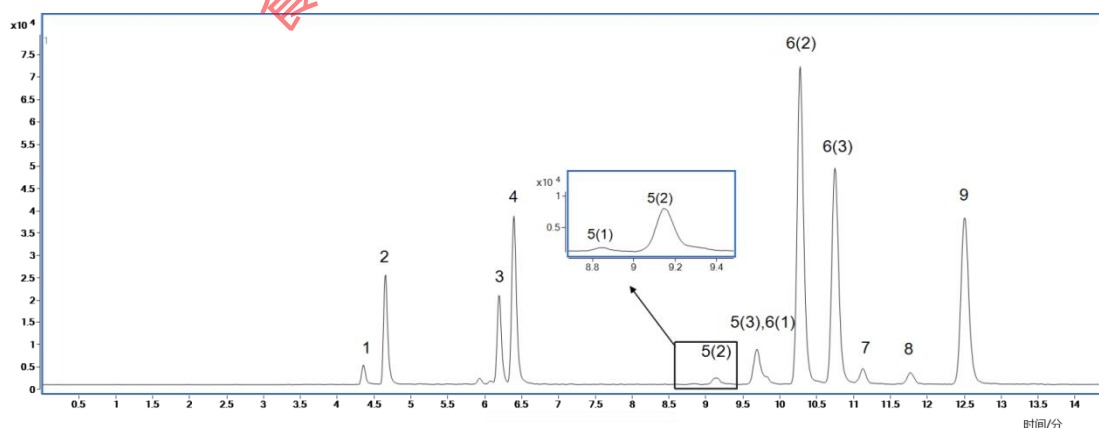


图 B.3 10%乙醇中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)

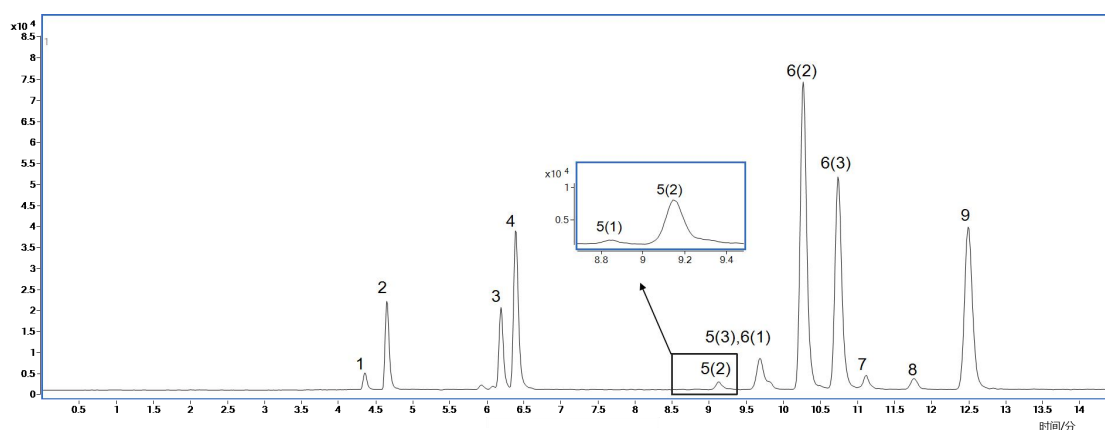


图 B.4 20%乙醇中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)

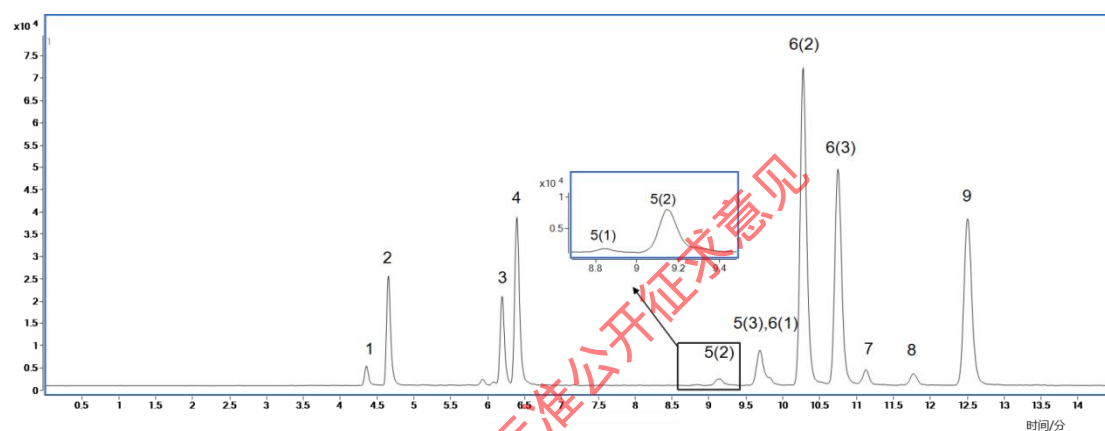


图 B.5 50%乙醇中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)

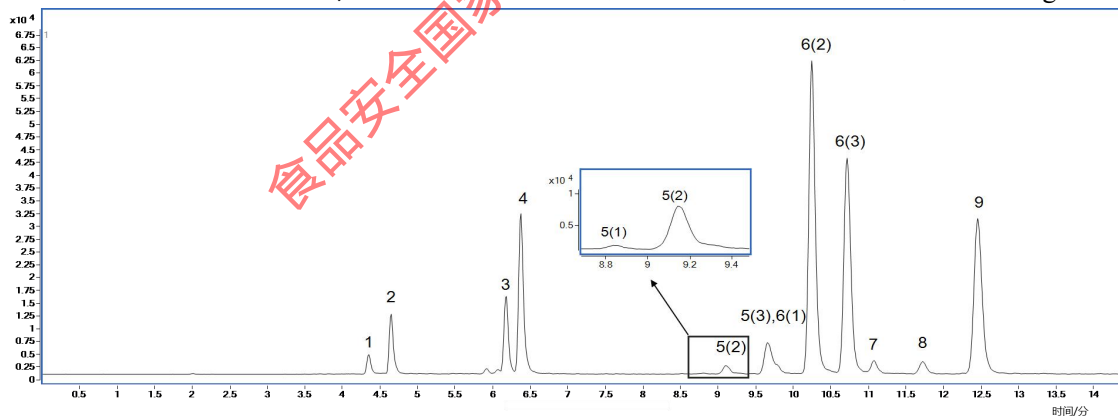


图 B.6 化学替代溶剂 95%乙醇中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)

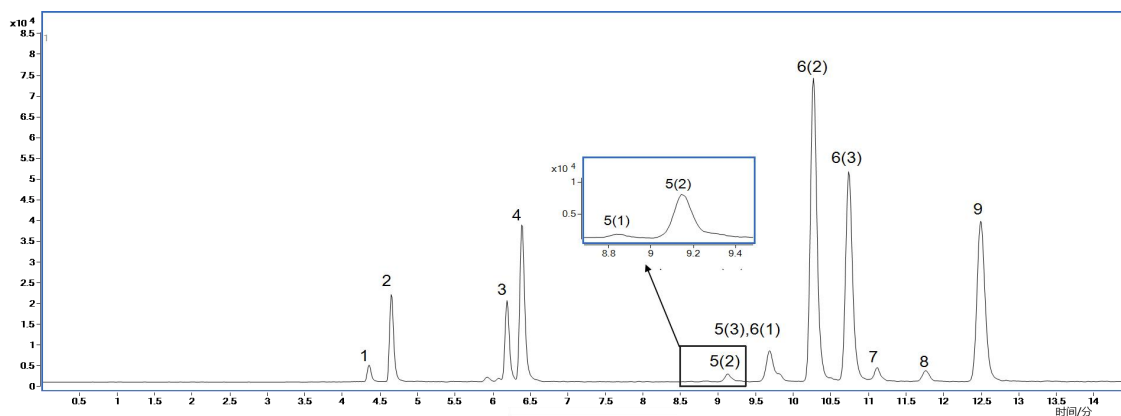
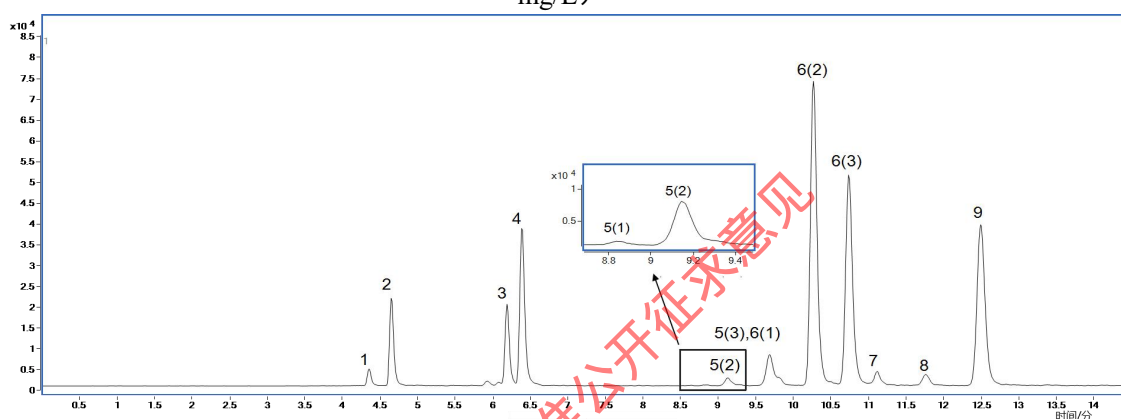


图 B.7 化学替代溶剂异辛烷中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/L)



说明:

1-BFDGE·2H<sub>2</sub>O

2-BADGE·2H<sub>2</sub>O

3-BADGE·H<sub>2</sub>O·HCl

4-BADGE·H<sub>2</sub>O

5- BFDGE·2HCl, 5(1),5(2),5(3)分别为其三种同分异构体的色谱峰

6-BFDGE, 6(1),6(2),6(3)分别为其三种同分异构体的色谱峰

7-BADGE·2HCl

8-BADGE·HCl

9-BADGE

图 B.8 橄榄油中 BADGE, BFDGE 及其羟基和氯化衍生物总离子流色谱图 (0.15 mg/kg)

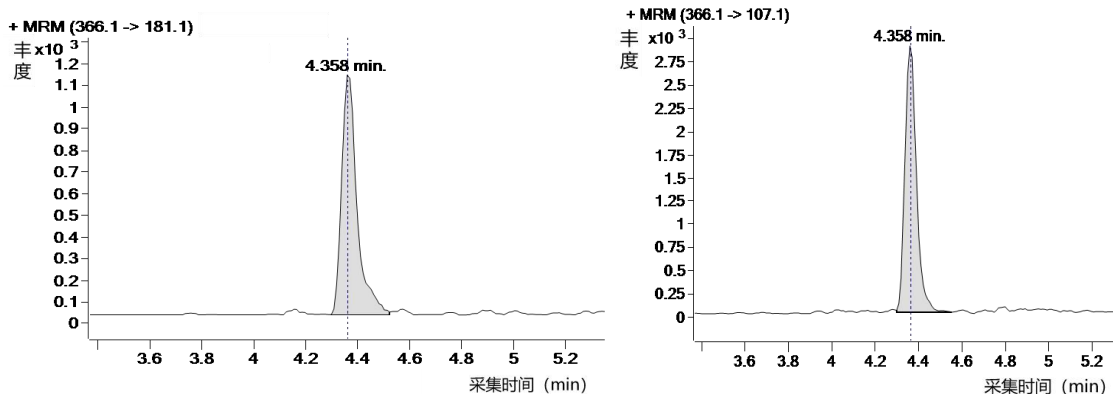


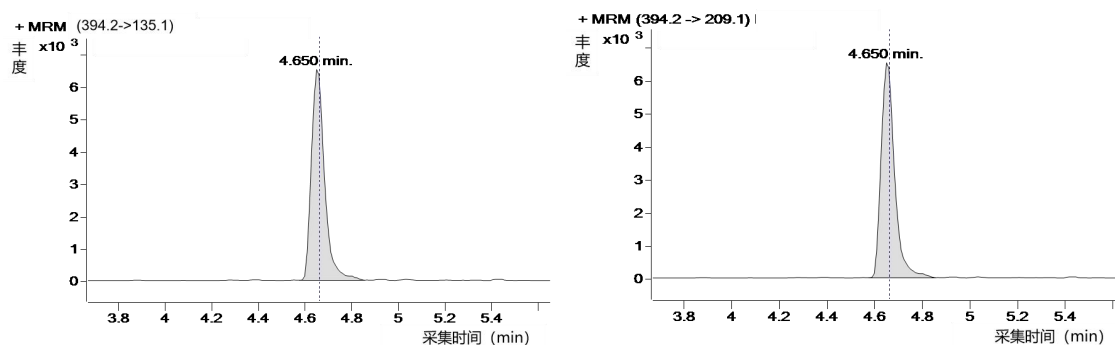
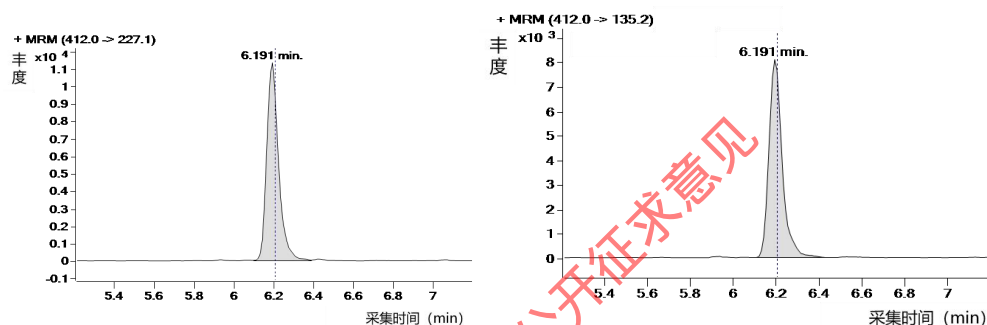
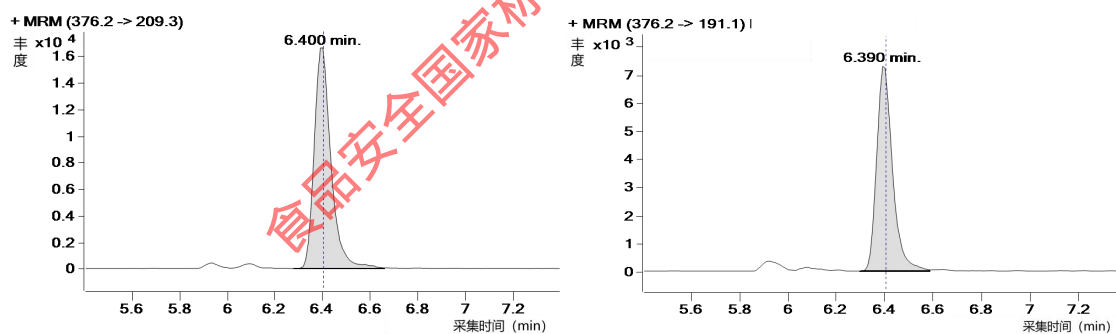
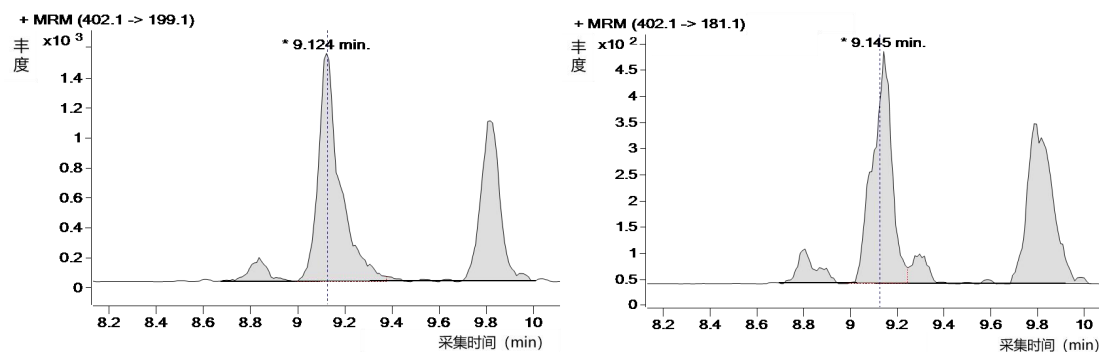
图 B.9 BFDGE·2H<sub>2</sub>O 的 MRM 参考谱图图 B.10 BADGE·2H<sub>2</sub>O 的 MRM 参考谱图图 B.11 BADGE·H<sub>2</sub>O·HCl 的 MRM 参考谱图图 B.12 BADGE·H<sub>2</sub>O 的 MRM 参考谱图

图 B.13 BFDGE·2HCl 及其三种同分异构体的 MRM 参考谱图

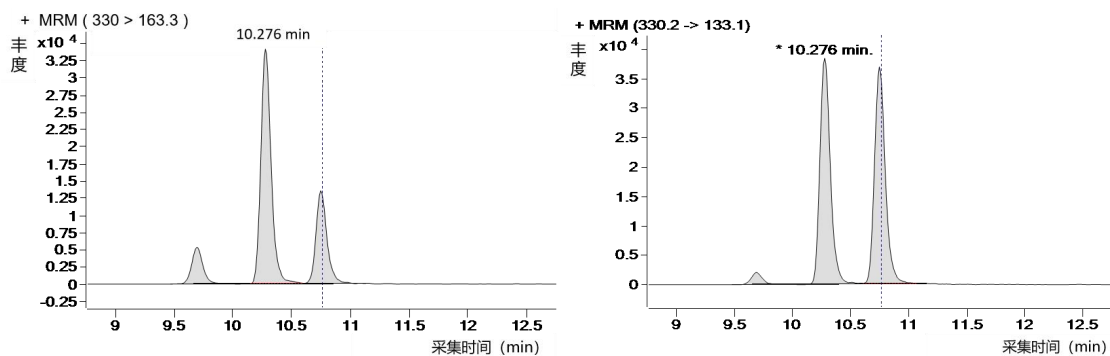


图 B.14 BFDGE 及其三种同分异构体的 MRM 参考谱图

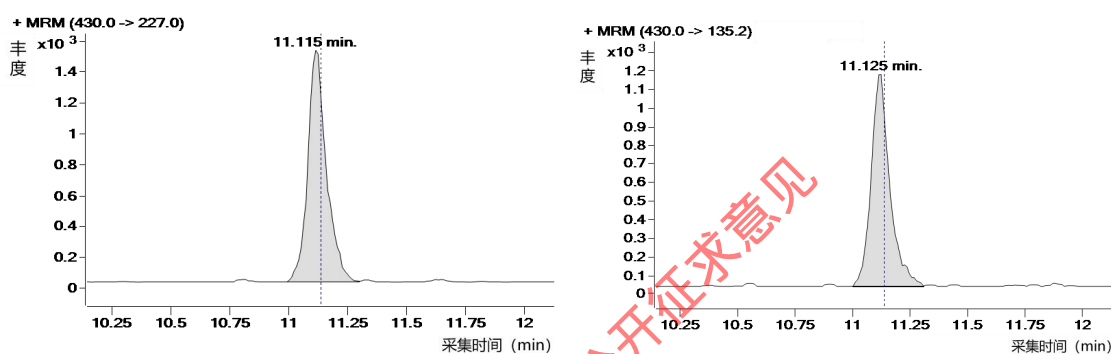


图 B.15 BADGE-2HCl 的 MRM 参考谱图

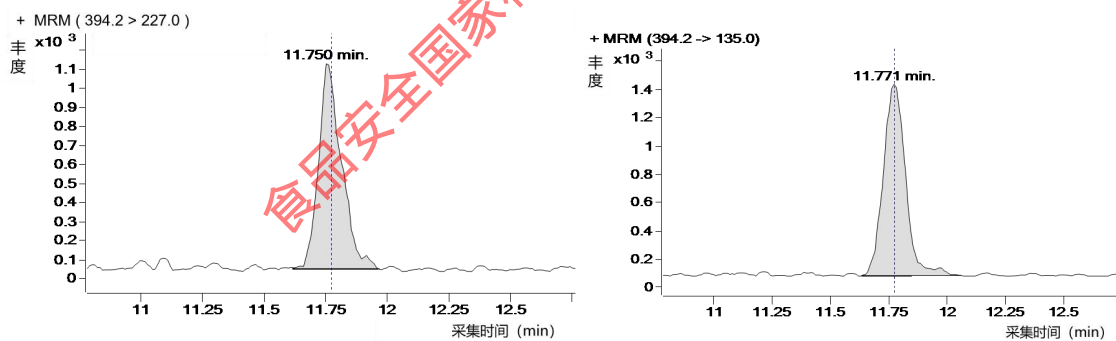


图 B.16 BADGE-HCl 的 MRM 参考谱图

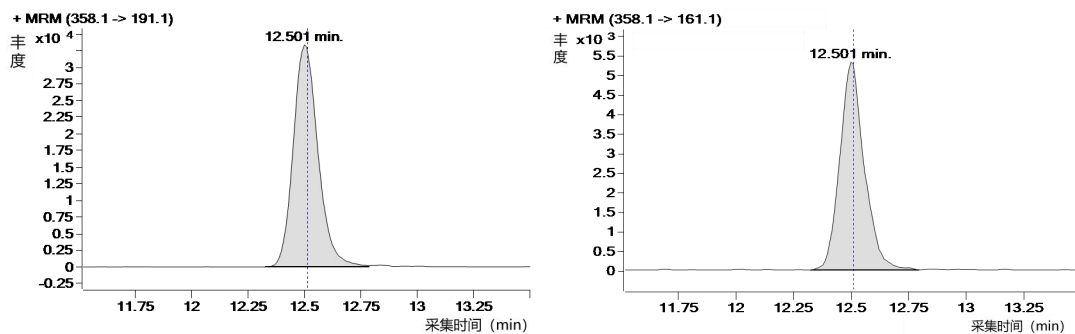


图 B.17 BADGE 的 MRM 参考谱图