

中华人民共和国国家标准
食品包装用聚苯乙烯树脂
卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of
Polystyrene resin for food packaging

GB/T 5009.59—1996

1 主题内容与适用范围

本标准规定了制作食具、食品容器或其他食品用工具的聚苯乙烯树脂卫生指标的测定方法。

本标准适用于制作食具、食品容器或其他食品用工具的聚乙烯树脂原料卫生指标的测定。

2 引用标准

GB 9692 食品包装用聚苯乙烯树脂卫生标准

GB/T 5009.58 食品包装用聚乙烯树脂卫生标准的分析方法

3 取样方法

同 GB/T 5009.58 中第 3 章。

4 干燥失重

4.1 原理

样品于 100℃干燥 3 h 失去的质量，即为干燥失重，表示此条件下挥发性物质的存在情况。

4.2 分析步骤

称取约 5.00~10.00 g 样品，平铺于已恒量的直径 40 mm 的称量瓶中，在 90~95℃干燥 3 h，于干燥器内冷却 30 min，称量，干燥失重不得超过 0.20 g/100 g。

4.3 计算、结果的表述、允许差

同 GB/T 5009.58 中第 4.3 和 4.4 条。

5 挥发物

5.1 原理

样品于 138~140℃、真空度为 85.3 kPa 时，干燥 2 h 减失的质量减去干燥失重的质量即为挥发物。

5.2 试剂

丁酮。

5.3 仪器

5.3.1 电扇。

5.3.2 真空干燥箱。

5.3.3 真空泵。

5.4 分析步骤

于已干燥准确称量的 25 mL 烧杯内，称取 2.00~3.00 g 20~60 目之间的样品，加 20 mL 丁酮，用玻璃棒搅拌，使完全溶解后，用电扇加速溶剂的蒸发，

待至浓稠状态，将烧杯移入真空干燥箱内，使烧杯搁置成 45°，密闭真空干燥箱，开启真空泵，保持温度在 138~140℃，真空度为 85.3 kPa，干燥 2 h 后，将烧杯移至干燥器内，冷却 30 min，称量，计算挥发物，减去干燥失重后，不得超过 1%。

5.5 计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad \text{..... (1)}$$

式中：X₁——样品中 138~140℃、85.3 kPa、干燥 2 h 失去的质量，g/100g；

m₁——样品加烧杯的质量，g；

m₂——干燥后样品加烧杯的质量，g；

m₀——烧杯的质量，g。

$$X_3 = X_1 - X_2 \quad \text{..... (2)}$$

式中：X₃——挥发物，g/100g；

X₁——样品于 138~140℃、85.3 kPa、干燥 2 h 失去的质量，g/100g；

X₂——样品的干燥失重，g/100g。

结果的表述：报告算术平均值的二位有效数。

5.6 允许差

相对相差≤10%。

6 苯乙烯及乙苯等挥发成分

6.1 原理

利用有机化合物在氢火焰中生成离子化合物进行检测，以样品的峰高与标准品的峰高相比，计算出样品相当的含量。

6.2 试剂

6.2.1 固定液：聚乙二醇丁二酸酯。

6.2.2 釉化 6210 红色担体。

取 60~80 目 6201 红色担体浸于硼砂溶液 (20 g/L) 中 2 昼夜，溶液体积约为担体体积的 10 倍，浸泡期间应搅拌 2~3 次，将浸泡后的担体抽滤，并以水将母液稀释成 2 倍体积，用相当于担体体积的稀释母液在吸滤情况下淋洗。将抽滤后的担体于 120℃ 烘干，然后置马弗炉中灼烧，在 860℃ 保持 7 min，再在 950℃ 保持 30 min，经溶烧后的担体，用沸腾的水浸洗 4~5 次，每次所用水量约为担体体积的 5 倍，浸洗时搅拌不宜过猛，以免破损担体颗粒，形成新生表面而影响处理效果。洗涤后的担体烘干、筛分即可应用。

6.2.3 内标物：正十二烷。

6.2.4 二硫化碳。

6.2.5 苯乙烯乙苯标准溶液：取一只 100 mL 容量瓶放入约 2/3 体积二硫化碳，准确称量为 m₀；滴加苯乙烯约 0.5 g，准确称量为 m₁，再滴加乙苯约 0.3 g，准确称量后 m₂。作为标准贮备液。

$$\text{苯乙烯浓度 } c_A (\text{g/mL}) = \frac{m_1 - m_0}{100} \quad \text{..... (3)}$$

$$\text{乙苯浓度 } c_B (\text{g/mL}) = \frac{m_2 - m_1}{100} \quad \text{..... (4)}$$

取 1 mL 标准贮备液于 25 mL 容量瓶中, 加 5 mL 正十二烷内标物后再加二硫化碳至刻度作为标准使用液。

6.3 仪器

6.3.1 气相色谱仪: 附有 FID 的检测器。

6.3.2 微量注射器。

6.4 分析步骤

6.4.1 色谱条件 (供参考)

6.4.1.1 色谱柱: 不锈钢柱, 内径 4 mm, 长 4 m。内装涂有 20% 聚乙二醇丁二酸酯的 60~80 目釉化 6201 红色担体。

6.4.1.2 柱温: 130℃; 汽化温度: 200℃。

6.4.1.3 载气 (氮气): 柱前压力 1.8~2.0 kg/cm²; 氢气流速: 50 mL/min; 空气流速: 700 mL/min。

6.5 测定

称取 1.00 g 聚苯乙烯, 置于 25 mL 容量瓶中, 加二硫化碳溶解, 并稀释至刻度。准确加入 5 μL 正十二烷充分振摇, 待混合均匀后, 取 0.5 μL 注入色谱仪, 待色谱峰流出后, 准确量出各被测组分与正十二烷的峰高, 并计算其比值, 按所得峰高比值, 与注入 0.5 μL 标准使用液求出的组分与正十二烷峰高比相比较定量。

注: ①若无内标物, 可采用外标法, 但各组分的配入量应尽量接近实际含量, 以减小偏差。

②标准溶液配制时, 可称入不同量的主要杂质组分, 均对 1 g 聚苯乙烯样品计算。

6.6 计算

$$X_4 = \frac{F_i \times (c_A \text{ 或 } c_B)}{F_s \times m} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中: X_4 ——苯乙烯或乙苯挥发成分含量, g/100g;

F_i ——样品峰高和内标物比值;

F_s ——标准物峰高和内标物比值;

c_A ——苯乙烯的浓度, g/mL;

c_B ——乙苯的浓度, g/mL;

m ——样品质量, g。

结果的表述: 报告算术平均值的二位有效数。

6.7 允许差

相对相差 ≤ 15%。

1—二硫化碳; 2—苯; 3—甲苯; 4—正十二烷 (内标物); 5—乙苯;

6—异丙苯; 7—正丙苯; 8—甲乙苯; 9—叔丁苯; 10—苯乙烯;

11—α-甲基苯乙烯; 12—β-甲基苯乙烯

7 正己烷提取物

按 GB/T 5009.58 中第 6 章操作。

附加说明：

本标准由卫生部卫生监督司提出。

本标准由上海市卫生防疫站负责起草。

本标准由卫生部委托技术归口单位卫生部食品卫生监督检验所负责解释。