



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.67—2003
代替 GB/T 5009.67—1996

食品包装用聚氯乙烯成型品卫生标准 的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of products
of polyvinyl chloride 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 5009.67—1996《食品包装用聚氯乙烯成型品卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.67—1996 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。

本标准由上海市卫生防疫站、杭州市卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布，1996 年第一次修订；本次为第二次修订。

食品包装用聚氯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聚氯乙烯成型品卫生指标的分析方法。

本标准适用于以食品包装用聚氯乙烯树脂为主要原料,按特定配方,以无毒或低毒的增塑剂、稳定剂等助剂经压延或吹塑等方法加工成的,用于各种糖果、糕点、饼干、卤味、酱菜、冷饮、调味品等食品的包装与饮料瓶的密封垫片等成型品的卫生指标的分析。

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

GB 9681 食品包装用聚氯乙烯成型品卫生标准

3 感官检查

色泽正常,无异味、异物。应符合 GB 9681 的规定。

4 取样方法

按生产厂产品批号(同一配方、同一原料、同一工艺、同一规格为一批),每批取样 10 只(以 500 mL/只计,小于 500 mL/只时,试样相应加倍)或 1 m 长,分别注明产品名称、批号、取样日期,其中半数供化验用,另一半数保存两个月,以备仲裁分析用。

5 试样处理

5.1 试样预处理:将试样用洗涤剂洗净,用自来水冲净,再用水淋洗三遍后晾干,备用。

5.2 浸泡条件:浸泡量以每平方厘米试样 2.0 mL 浸泡液计算。

5.2.1 水:60℃,浸泡 0.5 h。

5.2.2 乙酸(4%):60℃,浸泡 0.5 h。

5.2.3 乙醇(20%):60℃,浸泡 0.5 h。

5.2.4 正己烷:室温,浸泡 0.5 h。

6 氯乙烯单体

6.1 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,氯乙烯单体扩散,达到平衡时,取液上气体注入气相色谱仪中测定。

本方法最低检出限 0.2 mg/kg。

注:本方法可用于聚氯乙烯树脂的测定。

6.2 试剂

6.2.1 液态氯乙烯:纯度大于99.5%,装在50 mL~100 mL耐压容器内,并把其放于干冰保温瓶中。

6.2.2 N,N-二甲基乙酰胺(DMA):在相同色谱条件下,该溶剂不应检出与氯乙烯相同保留值的任何杂峰。否则,曝气法蒸馏除去干扰。

6.2.3 氯乙烯标准液A的制备:取一只平衡瓶,加24.5 mL DMA,带塞称量(准确至0.1 mL),在通风橱内,从氯乙烯钢瓶倒液氯乙烯约0.5 mL,于平衡瓶中迅速盖塞混匀后,再称量,贮于冰箱中。按式(1)、(2)计算浓度:

$$c_A = \frac{m_2 - m_1}{V} \times 1\,000 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$V = 24.5 + \frac{m_2 - m_1}{d} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_A ——氯乙烯单体浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL);

V ——校正体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——平衡瓶加溶剂的质量,单位为克(g);

m_2 —— m_1 加氯乙烯的质量,单位为克(g);

d ——氯乙烯相对密度,0.912 1 g/mL(20/20℃)。

注:为简化试验,氯乙烯相对密度(20/20℃)已满足体积校正要求。

6.2.4 氯乙烯标准使用液B的制备:用平衡瓶配制25.0 mL,依据A液浓度,求出欲加溶剂的体积,使氯乙烯标准使用液B的浓度为0.2 mg/mL。按式(3)、式(4)计算:

$$V_1 = 25 - V_2 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$V_2 = \frac{0.2 \times 25}{c_A} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

V_1 ——欲加DMA体积,单位为毫升(mL);

V_2 ——取A液的体积,单位为毫升(mL);

c_A ——氯乙烯标准A液浓度,单位为毫克每毫升(mg/mL)。

依据计算先把 V_1 体积DMA放入平衡瓶中,加塞,再用微量注射器取 V_2 体积的A液,通过胶塞注入溶剂中,混匀后为B液,贮于冰箱中。该氯乙烯标准使用液浓度为0.20 mg/mL。

6.3 仪器

6.3.1 气相色谱仪(GC):附氢火焰离子化检测器(FID)。

6.3.2 恒温水浴:70℃±1℃。

6.3.3 磁力搅拌器:镀铬铁丝2 mm×20 cm为搅拌棒。

6.3.4 磨口注射器:1,2,5 mL,配5号针头,用前验漏。

6.3.5 微量注射器:10、50、100 μL。

6.3.6 平衡瓶:25 mL±0.5 mL,耐压0.5 kg/cm²,玻璃,带硅橡胶塞。

6.4 分析步骤

6.4.1 色谱参考条件

6.4.1.1 色谱柱:2 m 不锈钢柱,内径4 mm。

6.4.1.2 固定相:上试407有机担体,60目~80目,200℃老化4 h。

6.4.1.3 测定条件(供参考):柱温100℃,气化温度150℃,氮气20 mL/min,氢气30 mL/min,空气300 mL/min。

6.4.2 标准曲线的绘制

准备六个平衡瓶,预先各加3 mL DMA,用微量注射器取0.5、10、15、20、25 μg的B液,通过塞分别

注入各瓶中,配成 $0\ \mu\text{g}\sim 5.0\ \mu\text{g}$ 氯乙烯标准系列,同时放入 $70^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$ 水浴中,平衡 30 min。分别取液上气 2 mL $\sim$ 3 mL 注入 GC 中。调整放大器灵敏度,测量峰高,绘制峰高与质量标准曲线。

注:曲线范围 $0\ \text{mg/kg}\sim 50\ \text{mg/kg}$,对聚氯乙烯树脂和成型品中氯乙烯含量是适用的。可以根据需要绘制不同含量范围的曲线。

6.4.3 试样测定

将试样剪成细小颗粒,准确称取 $0.1\text{g}\sim 1\text{g}$ 放入平衡瓶中,加搅拌棒和 3 mL DMA 后,立即搅拌 5 min,以下按 6.4.2“放入 $70^\circ\text{C}\pm 1^\circ\text{C}$ ……”操作。量取峰高,在标准曲线上求得含量供计算。

6.4.4 结果计算

见式(5)。

$$X = \frac{m_1 \times 1\ 000}{m_2 \times 1\ 000} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

X ——试样中氯乙烯单体含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_1 ——标准曲线求出氯乙烯质量,单位为微克(μg);

m_2 ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6.4.5 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 15%。

7 高锰酸钾消耗量

按 GB/T 5009.60—2003 中第 4 章操作。

8 蒸发残渣

按 GB/T 5009.60—2003 中第 5 章操作。

9 重金属

按 GB/T 5009.60—2003 中第 6 章操作。

10 脱色试验

按 GB/T 5009.60—2003 中第 7 章操作。