《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 苯乙烯及乙苯的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草的基本情况（包括简要的起草过程、主要起草单位、起草人等）

（一）简述起草过程

本标准于2014年7月获得立项，并于当时开始标准修订工作。首先，查阅与食品接触材料及制品中苯乙烯及乙苯相关的国内外法律、法规、检测标准等资料。第二、确定本标准的整合方式及技术修订内容。第三、详细计划标准技术实施内容。第四、通过试验，优化并确认各项检测技术参数。第五、完成实验室内及实验室间的方法验证工作。第六、上报标准文本、编制说明等相关材料。

（二）起草单位、起草人

任务来源：国家卫生计生委《食品安全国家标准整合项目计划（2014-2015年）》。

起草单位：上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心。

起草人：周宇艳、马明、蔡婧、刘曙、张凯、沈康俊。

二、标准的重要内容及主要修改情况

（1）原标准不足：GB/T 5009.59-2003及GB/T 5009.98-2003两标准存在一定交叉、重复及不足，如：①使用填充柱作为分离色谱柱；②使用电钻粉碎样品③未考虑不溶性样品的提取方法。其他标准部分及技术路线保留。

（2）本标准重要内容：①进一步优化了气相色谱条件，保证分析的灵敏度、分离度符合检测要求；②使用冷冻研磨方式对不溶性样品进行粉碎，可提高粉碎程度、且在低温下可消除挥发性目标物的损失；③着重摸索了不溶性样品的前处理提取方法，使用二硫化碳以常温、超声提取、两次的方法进行目标物的完全提取。

（3）主要修改情况：①选择了HP-INNOWAX 30 m×0.32 mm(内径)×0.5μm作为分析色谱柱代替原标准填充柱，效果更好；②使用冷冻研磨仪粉碎样品，代替电钻粉碎，使得粉碎效果更佳、更安全、消除挥发物的发热二挥发损失；③更改标准名称为“食品接触材料及制品 苯乙烯及乙苯的测定；④增加了方法检出限及定量相。

（4）技术参数的优化过程

①色谱柱的选择

根据GB/T 5009.59-2003、GB/T 5009.98-2003，该填充柱使用聚乙二醇作为固定液，本实验对应选择了HP-INNOWAX 30 m×0.32 mm(内径)×0.5μm作为分析色谱柱。结果表明，该色谱柱对三种物质分析速度较快、响应值高、峰形尖锐、分离度较好。

②色谱柱升温程序的选择

本方法中，试验了若干中程序升温条件，最终确定为：“始温50℃下保持恒温1min，以10℃/min速率升温至140℃，再以20℃/min速率升温至220℃，恒温10min”。本程序升温条件，能使三种物质的出峰时间在10min以内，分析速度较快，且经过多组实际样品的测定均能保证目标物、内标物、杂质很好地分离，峰形对称、峰宽较窄、灵敏度较高，故确定其为色谱柱升温程序。

③其他常规色谱柱条件

另外，对载气流量、进样口温度、分流比、氢火焰离子化检测器温度、燃气流量、助燃器流量等进行选择并优化，同时考虑分析灵敏度，最终确定了条件（见文本）。

④.提取条件（不溶性物质）的选择

1. 样品颗粒大小的影响

本试验选择将不溶于溶剂的阳性聚酯树脂样品分别处理成①块状、②粒度约为5mm×5mm、③粒度约为1mm×1mm三种颗粒大小，分别考察使用超声提取20min后的提取量。结果表明，三种状态下均能使用溶剂二硫化碳提取出一定量的苯乙烯及乙苯，但是随着颗粒度的减少，该条件下提取出的目标物物更多。因此，本方法选择将样品粒度粉碎成粒度约1mm×1mm。若根据后续的方法摸索，在该粒度下无法完全提取，则需要进一步的增加样品的粉碎程度。

1. 提取时间的影响

将样品粉碎成粒径约为1mm×1mm后，称量八份同等质量样品（1.00g），使用超声在常温下使用10mL溶剂提取，考察了分别提取5min、10min、15min、20min、25min、30min、35min、40min条件下，提取出目标物的峰面积。结果表明，随着提取时间的增加，目标物的色谱峰面积不断增加，且在短时间内增幅较大、时间越长增幅逐渐减少（见图2）。这说明，时间越长提取量越高，且提取量越接近于完全，但仍然无法一次完成完全提取，考虑到分析时间、效率，确定提取时间为30min。

1. 提取次数的影响

将样品粉碎成粒径约为1mm×1mm后，称取一定1.00g的样品。加入10mL新鲜提取液，使用超声波清洗机在常温下提取30min，将提取液倒出。然后，第二次加入10mL新鲜提取液提取，使用超声波清洗机在常温下再次提取30min后，将提取液倒出。依据上述方法，再次提取第三次、第四次。最终，获得第一次提取液、第二次提取液、第三次提取液、第四次提取液，分别进样气相色谱进行比较。结果表明，第一次提取液、第二次提取液均含有目标物，但第二次提取物峰面积远远低于第一次峰面积，而第三、四次，提取液目标物峰为未检出。另外，考察了其他3种阳性样品，均为如此。因此，可确定在此提取条件下，提取两次可将样品中目标物完全提取。

⑤线性范围及检出限

按照上述气相色谱条件，分别将标准工作溶液依次进样气相色谱仪测定。以标准溶液中苯乙烯浓度（或乙苯浓度）为横坐标(单位为微克µg/mL），以对应苯乙烯峰面积（或乙苯峰面积）与内标物正十二烷峰面积之比为纵坐标，分别绘制标准曲线。获得苯乙烯的线性方程为y=1.1123x+0.0038，相关系数0.9998，线性范围为1.0μg/mL～100.0μg/mL，选择不含目标化合物的样品作为空白基质添加苯乙烯，以信噪比(S/N)为3确定其方法检出限为0.02mg/g，以信噪比(S/N)为10确定其方法定量限为0.05mg/g；获得乙苯的线性方程为y=1.0661x+0.004，相关系数0.9999，线性范围为1.0μg/mL～100.0μg/mL，选择不含目标化合物的样品作为空白基质添加乙苯，以信噪比(S/N)为3确定其方法检出限为0.02mg/g，以信噪比(S/N)为10确定其方法定量限为0.05mg/g。

4.方法的回收试验和精密度

采用在阴性空白样品中添加标准溶液的方法, 进行加标回收试验, 添加0.25mg/g 、1.0 mg/g、2.5mg/g三个水平的苯乙烯及乙苯, 每个浓度水平平行测定6次, 计算平均回收率和相对标准偏差(RSD)，结果见表1（可溶性物质）及表2（不可溶性物质）。

1. 可溶性样品

表1不溶性样品精密度及回收试验结果（n=6）

Tab.1 Results of test for recovery and precision

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标物 | 加入浓度  mg/g | 测定结果mg/g | | | | | | 平均回收量mg/g | 回收率/% | RSD/％ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 苯乙烯 | 0.25 | 0.236 | 0.227 | 0.237 | 0.235 | 0.226 | 0.231 | 0.23 | 92.80 | 2.1 |
| 1.00 | 0.948 | 0.934 | 0.964 | 0.951 | 0.949 | 0.953 | 0.95 | 94.98 | 1.1 |
| 2.50 | 2.395 | 2.386 | 2.384 | 2.382 | 2.379 | 2.47 | 2.40 | 95.97 | 1.5 |
| 乙苯 | 0.25 | 0.241 | 0.229 | 0.222 | 0.237 | 0.233 | 0.236 | 0.23 | 93.20 | 2.9 |
| 1.00 | 0.945 | 0.927 | 0.959 | 0.953 | 0.947 | 0.939 | 0.95 | 94.50 | 1.2 |
| 2.50 | 2.435 | 2.381 | 2.416 | 2.398 | 2.345 | 2.383 | 2.39 | 95.71 | 1.3 |

1. 不可溶性样品

表2不溶性样品精密度及回收试验结果（n=6）

Tab.2 Results of test for recovery and precision

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标物 | 加入浓度  mg/g | 测定结果mg/g | | | | | | 平均回收量mg/g | 回收率/% | RSD/％ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 苯乙烯 | 0.25 | 0.212 | 0.225 | 0.227 | 0.225 | 0.226 | 0.231 | 0.22 | 89.73 | 2.9 |
| 1.00 | 0.938 | 0.884 | 0.944 | 0.945 | 0.921 | 0.957 | 0.93 | 93.15 | 2.8 |
| 2.50 | 2.377 | 2.314 | 2.381 | 2.293 | 2.369 | 2.406 | 2.36 | 94.27 | 1.8 |
| 乙苯 | 0.25 | 0.221 | 0.216 | 0.219 | 0.229 | 0.231 | 0.224 | 0.22 | 89.33 | 2.6 |
| 1.00 | 0.901 | 0.927 | 0.922 | 0.949 | 0.925 | 0.889 | 0.92 | 91.88 | 2.3 |
| 2.50 | 2.405 | 2.321 | 2.342 | 2.268 | 2.312 | 2.283 | 2.32 | 92.87 | 2.1 |

三、国外有关法律、法规和标准情况的说明

我国强制性国家卫生标准GB9692-1988《食品包装用聚苯乙烯树脂卫生标准》规定聚苯乙烯树脂（PS）中苯乙烯残留量不得超过0.5％（相当于5mg/g）、乙苯残留量不得超过0.3％（3mg/g），而GB/T5009.59.2003《食品包装用聚苯乙烯树脂卫生标准的分析方法》是以上卫生标准的对应的分析方法标准。我国非强制性卫生标准GB/T14354-1933《玻璃纤维增强不饱和聚酯树脂食品容器》规定玻璃纤维增强不饱和聚酯树脂食品容器中苯乙烯残留不得超过0.1％（相当于1mg/g），而GB/T 5009.98-2003《食品容器及包装材料用不饱和聚酯树脂及其玻璃钢制品卫生标准分析方法》是该卫生标准对应的分析方法标准。美国法规FDA CFR177.1640《聚苯乙烯及橡胶改性聚苯乙烯》规定苯乙烯塑料中苯乙烯残留不得超过1％（相当于1mg/g），该法规同时提供相应的检测方法；日本、韩国食品卫生法均规定一般聚苯乙烯制品中苯乙烯、乙苯等残留量总量不得超过5mg/g，该法规同时提供了相应的检测方法。

四、其他需要在网上公开说明的事项

无。