



中华人民共和国国家标准

GB 5009.156—2016

食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移 试验预处理方法通则

2016-10-19 发布

2017-04-19 实施

中华人民共和国
国家卫生和计划生育委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.156—2003《食品用包装材料及其制品的浸泡试验方法通则》。

本标准与 GB/T 5009.156—2003 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验预处理方法通则”;
- 修改了术语和定义;
- 增加了试验总则;
- 增加了试剂和材料;
- 增加了设备与器具;
- 修改了采样与制样方法;
- 修改了试样接触面积;
- 增加了试样接触面积与食品模拟物体积比;
- 修改了试样清洗;
- 修改了试验方法;
- 增加了迁移量的测定要求;
- 修改了结果表述要求;
- 删除了原标准“附录 A 食品用包装材料采样方法”;
- 删除了原标准“附录 B 浸泡试验项目及试验条件”;
- 增加了附录 A、附录 B、附录 C、附录 D。

食品安全国家标准

食品接触材料及制品迁移 试验预处理方法通则

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品迁移试验预处理方法的试验总则、试剂和材料、设备与器具、采样与制样方法、试样接触面积、试样接触面积与食品模拟物体积比、试样的清洗和特殊处理、试验方法、迁移量的测定要求和结果表述要求。

本标准适用于食品接触材料及制品的迁移试验预处理。

2 术语和定义

2.1 迁移测试池

安装、固定待测试样，注入食品模拟物进行迁移试验预处理的装置。

2.2 空心制品

从制品口沿水平面至其内部最低水平面的深度大于 25 mm 的制品。

2.3 扁平制品

从制品口沿水平面至其内部最低水平面的深度小于或等于 25 mm 的制品。

3 试验总则

3.1 本标准为食品接触材料及制品迁移试验预处理方法，经预处理获得的浸泡液应按照相关检验方法标准的规定进行迁移量测定。相应食品安全国家标准对于迁移试验预处理有特殊规定时，应符合相应标准的规定。

3.2 食品接触材料及制品迁移试验条件及食品模拟物的选择应按照 GB 31604.1 及相关产品标准的规定执行。

3.3 迁移试验测定对象为在合理预期使用条件下可能与食品直接接触的面。

4 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。

4.1 试剂

4.1.1 冰乙酸(CH₃COOH)。

4.1.2 无水乙醇(C₂H₅OH)。

- 4.1.3 异辛烷(C₈H₁₈)。
- 4.1.4 正庚烷(C₇H₁₆)。
- 4.1.5 正己烷(C₆H₁₄)。
- 4.1.6 95%乙醇(C₂H₅OH)。
- 4.1.7 植物油(橄榄油、玉米油):参见附录 A 中表 A.1。
- 4.1.8 氢氧化钠(NaOH)。
- 4.1.9 硝酸(HNO₃),优级纯。
- 4.1.10 碳酸氢钠(NaHCO₃)。
- 4.1.11 硫酸镁(MgSO₄·7H₂O)。
- 4.1.12 二水合氯化钙(CaCl₂·2H₂O)。
- 4.1.13 一水合柠檬酸(C₆H₈O₇·H₂O)。
- 4.1.14 氯化钠(NaCl)。
- 4.1.15 碳酸钾(K₂CO₃)。
- 4.1.16 亚硝酸钠(NaNO₂)。
- 4.1.17 盐酸(HCl)。

4.2 试剂配制

- 4.2.1 4%乙酸溶液(体积分数):量取 20.0 mL 冰乙酸(4.1.1),加 480 mL 水,混匀。
- 4.2.2 10%乙醇溶液(体积分数):量取 50.0 mL 无水乙醇(4.1.2),加 450 mL 水,混匀。
- 4.2.3 20%乙醇溶液(体积分数):量取 100.0 mL 无水乙醇(4.1.2),加 400 mL 水,混匀。
- 4.2.4 50%乙醇溶液(体积分数):量取 250.0 mL 无水乙醇(4.1.2),加 250 mL 水,混匀。
- 4.2.5 65%乙醇溶液(体积分数):量取 325.0 mL 无水乙醇(4.1.2),加 175 mL 水,混匀。
- 4.2.6 0.1 mol/L 硝酸溶液:量取 6.4 mL 硝酸(4.1.9)加入水中,并定容至 1 000 mL。
- 4.2.7 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:称取 1.0 g 氢氧化钠(4.1.8)于聚乙烯或聚四氟乙烯塑料烧杯中,加水溶解至 250 mL。冷却后,转移到塑料(PET 除外)瓶中,待用。
- 4.2.8 5 g/L 柠檬酸溶液:称取 5.47 g 一水合柠檬酸(4.1.13),加水溶解至 1 000 mL。
- 4.2.9 1 g/L 柠檬酸溶液:称取 1.09 g 一水合柠檬酸(4.1.13),加水溶解至 1 000 mL。
- 4.2.10 人造自来水储备液:称取 1.2 g 碳酸氢钠(4.1.10)、0.7 g 硫酸镁(4.1.11)、1.2 g 二水合氯化钙(4.1.12),加水溶解至 1 000 mL。
- 4.2.11 人造自来水:量取 500 mL 人造自来水储备液(4.2.10),加水至 10 L,混匀。用 0.1 mol/L 硝酸溶液(4.2.6)或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.2.7)调节 pH 至 7.5,搅拌 10 min。最终的人造自来水各离子浓度分别为(可允许误差为±20%):Ca²⁺, 16.4 mg/L; Mg²⁺, 3.3 mg/L; HCO₃⁻, 44.0 mg/L; Cl⁻, 28.4 mg/L; SO₄²⁻, 13.0 mg/L; Na⁺, 16.0 mg/L。储存于密闭容器中,保存期不超过 7 d。
- 4.2.12 0.1 mol/L 盐酸溶液:量取 9 mL 盐酸(4.1.17)加入水中,并定容至 1 000 mL。
- 4.2.13 人工唾液:将 4.2 g 碳酸氢钠(4.1.10)、0.5 g 氯化钠(4.1.14)、0.2 g 碳酸钾(4.1.15)和 30 mg 亚硝酸钠(4.1.16)溶于水中并稀释至 900 mL。调节 pH 至 9.0,必要时滴加 0.1 mol/L 盐酸溶液(4.2.12)或 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液(4.2.7)。转移至 1 000 mL 的容量瓶中,加水定容至刻度。

5 设备与器具

5.1 天平

感量为 1 mg。

5.2 试样支架

试样支架应能够支撑试样,保持试样之间分开,且保证试样与模拟物完全接触,其材质不影响迁移量测定结果。支架的选择参见附录 B 中图 B.1、图 B.2,也可使用其他符合要求的支架。

5.3 玻璃棒和玻璃珠

用于对食品模拟物的液位进行细微调整,以使试样表面完全浸入模拟物中,也可采用其他合适方法。

5.4 迁移测试池

迁移测试池应无渗漏,其材质不影响迁移量测试结果。挥发性物质的测定应使用气密性的迁移测试池和顶部预留空间较小的迁移测试池。迁移测试池的种类参见附录 B 中图 B.3~图 B.6,也可使用其他符合要求的迁移测试池。

5.5 恒温设备

恒温设备(恒温箱、培养箱、水浴锅、冰箱等)应保证迁移试验达到规定的温度,并可控制食品模拟物温度,温度的误差应符合附录 C 中表 C.1 的规定。

6 采样与制样方法

6.1 所采样品应具有代表性。样品应完整、无变形、规格一致。采样数量应能满足检验项目对试样量的需要,供检测与复测之用。

6.2 样品的采集和存储应避免样品受污染和变质。当试样含有挥发性物质时,应采用低温保存或密闭保存等方式。

6.3 迁移试验预处理应尽可能在样品原状态下进行。如因技术原因无法对样品进行直接测试,可将样品进行切割或按照实际加工条件制得符合测试要求的试样。切割时,应避免对试样测试表面造成机械损伤,应尽可能将切割操作过程产生的试样温升降至最低。

6.4 对于组合材料及制品,应尽可能按接触食品的各材质材料的要求分别采样。

6.5 对于形状不规则、容积较大或难以测量计算表面积的制品,可采用其原材料(如板材)或取同批制品中有代表性制品裁剪一定面积板块作为试样。

6.6 对于树脂或粒料、涂料、油墨和粘合剂等与实际成型品有明显差异的食品接触材料,应当按照实际加工条件制成成型品或片材进行迁移试验预处理。

7 试样接触面积

7.1 一般要求

应采用合适的方法准确测定试样中与食品模拟物接触的面积。不同形态试样面积的测定参照 7.2~7.6 进行,也可采用其他准确测定面积的方法。

7.2 空心制品面积

空心制品的面积为接触食品模拟物的面积总和,即接触食品模拟物的空心制品的内底部和内侧面面积之和。有规格的空心制品按其规格计算;无规格的空心制品,食品模拟物液面与空心制品上边缘(溢出面)的距离不超过 1 cm。需加热煮沸的空心制品加入食品模拟物的量应能保证加热煮沸时液体

不会溢出,接触容积不得小于容积的 4/5。边缘有花彩者应浸过花面。

7.3 扁平制品面积

将扁平制品(一体的圆形口)反扣于纸上,沿制品边缘画下轮廓,记下此参考面积(S)。对于圆形的扁平制品可以量取其直径(D)按式(1)计算其参考面积。对于盛放食品模拟物时液面至上边缘的距离小于 1 cm 的扁平制品,将制品反扣于纸上,沿制品边缘画下轮廓,轮廓面积即为制品单面面积。

$$S = \left(\frac{D}{2} - l \right)^2 \pi \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

S ——面积,单位为平方厘米(cm^2);

D ——直径,单位为厘米(cm);

l ——食品模拟物至制品边缘距离,单位为厘米(cm);

π ——圆周率,3.14。

7.4 全浸没法中试样面积

全浸没试验时,试样厚度小于或等于 0.5 mm 时,计算面积取试样的单面面积;试样厚度大于 0.5 mm 并且小于或等于 2 mm 时,计算面积取试样正反两面面积之和,即单面面积乘以 2;试样厚度大于 2 mm 时,计算面积取试样正反两面面积及其侧面积之和。

7.5 迁移测试池法中试样面积

试样面积以试样实际接触食品模拟物或其他化学溶剂的面积计算。

7.6 不同形状的制品面积测定方法举例

7.2~7.5 未包含的部分特殊形状的制品面积测定方法实例参见附录 D。

8 试样接触面积与食品模拟物体积比(S/V)

8.1 采用不同的试验方法,选择合适的 S/V 对试样进行迁移试验预处理。

8.2 因技术原因无法采用实际的 S/V 或常规 S/V (6 dm^2 接触面积对应 1 L 或 1 kg 食品模拟物)时,可调整 S/V 使模拟物中待测迁移物达到合适的浓度以满足方法检测要求。

8.3 迁移试验预处理中试样 S/V 应确保在整个试验过程中,食品模拟物中待测迁移物的浓度始终处于不饱和状态。

9 试样的清洗和特殊处理

9.1 试样应洁净,无污染。

9.2 试样应按实际使用情形进行清洁。使用前无需清洗的试样(如一次性餐具)可用不脱绒毛布或软刷清除试样表面的异物。

9.3 使用前有清洗或特殊处理要求的试样,按照标签或说明书上的要求进行清洗或处理后,用蒸馏水或去离子水冲 2 次~3 次,自然晾干,必要时可用洁净的滤纸将试样表面水分吸干净,但纸纤维不得存留试样表面。

9.4 清洗或处理过的试样应防止污染,且不得用手直接接触试样表面,应用镊子夹持或戴棉质手套传递试样。

10 试验方法

10.1 一般要求

10.1.1 迁移试验预处理过程中,如食品模拟物受热蒸发导致体积减少,应加入食品模拟物定容至原体积。

10.1.2 测定挥发性物质时,应采用适宜的密封措施以防止待测物质损失。

10.1.3 迁移试验时间应从食品模拟物达到选定的迁移试验温度后开始计时,迁移试验时间的误差应符合附录 C 中表 C.2 的规定。

10.1.4 迁移试验预处理结束后,应将浸泡液立即转移至干净的器皿中以备后续迁移量测定使用。

10.1.5 进行迁移试验预处理时,应同时做空白试验。

10.2 灌装法

10.2.1 一般方法

将已达到试验温度的食品模拟物加入空心制品中。如果空心制品有指定的标准容量,可采用添加玻璃棒或玻璃珠等方法对食品模拟物的液位做细微调整。记录加入的食品模拟物体积,然后将试样置于已达到试验温度的恒温设备中,按规定的试验条件(温度、时间)进行迁移试验。塑料薄膜袋、复合包装袋等试样应取其预期接触食品的接触面作为测试面,将袋置于适当大小的烧杯中,在袋中加入适量已达到试验温度的食品模拟物,接触已计算面积的区域,并按该试样规定的试验条件进行迁移试验预处理。

10.2.2 制袋法

塑料膜(袋)、复合包装膜(袋)等也可采用制袋法,封合好后切开袋子的一角,其孔径便于注入食品模拟物,将试样袋放入试样支架(如图 B.2 所示的支架或类似装置)中。将已达到试验温度的食品模拟物注入试样袋中,开口角热封或用夹子固定。

10.3 全浸没法

在试验用容器中注入已达到试验温度的食品模拟物,将试样完全浸没在食品模拟物中,记录加入的食品模拟物体积,按规定的试验条件(温度、时间)进行迁移试验。为确保试样完全分开,可在每两片试样中间插入玻璃棒。可用添加玻璃棒和玻璃珠等方法压住易漂浮的试样(如薄膜等),使其完全浸入食品模拟物中。如试样无法完全浸入食品模拟物中,可采用添加玻璃棒或玻璃珠等方法对食品模拟物的液位做细微调整使试样表面完全浸入。薄膜、板材和样片也可使用支架来固定(见图 B.1、图 B.2)。

10.4 回流法

将试样置于全玻璃蒸馏器的烧瓶中,加入食品模拟物 200 mL,确保试样完全浸入。保持温和回流至规定时间。

10.5 迁移测试池法

用量筒量取食品模拟物装入烧瓶中。将烧瓶及迁移测试池放入恒温设备中,使之达到试验温度。另取面积大于迁移测试池密封区域的试样,装入从恒温设备中取出的迁移测试池中,重新装配迁移测试池,拧紧螺丝。将装有食品模拟物的烧瓶从恒温设备中取出,通过加注孔将食品模拟物从烧瓶转移至迁移测试池中,记录加入的食品模拟物体积。将迁移测试池放回已达到试验温度的恒温设备中。试验结

束后,将迁移测试池从恒温设备取出,尽快恢复至室温,当食品模拟物为精制橄榄油或玉米油时,冷却后温度不得低于 10 ℃。

11 迁移量的测定要求

11.1 特定迁移量的测定要求

取 10.2、10.3、10.4、10.5 获得的浸泡液适量做分析。对于挥发性物质,可以用注射器通过铝箔盖抽取,如果使用广口玻璃容器,则通过封口膜抽取。采用迁移测试池法的试样应将注射器插入注入隔膜,从每个迁移测试池中取出浸泡液,按照特定迁移量的测定方法进行分析。

11.2 总迁移量的测定要求

取 10.2、10.3、10.4、10.5 获得的浸泡液,按照总迁移量的测定方法进行分析。

12 结果表述要求

12.1 一般要求

12.1.1 结果计算和表述应反映食品接触材料及制品在可预见使用情形下实际的接触面积与所接触食品体积(质量)比(S/V)。当实际 S/V 已知时,应按照可预见使用情形下的最大 S/V (如最小包装情况)对迁移试验所得数值进行计算和表述;当实际 S/V 未知时,应按照常规的 6 dm² 表面积对应 1 kg 或 1 L 模拟物对迁移试验所得数值进行计算和表述。婴幼儿专用食品接触材料及制品,应按实际或可预见情形下的容器的实际容量进行计算和表述,以 mg/kg 表示。

12.1.2 结果表述应至少包括迁移试验条件(温度、时间、食品模拟物)以及结果表述所用的 S/V 等相关信息。

12.2 总迁移量和特定迁移量

12.2.1 总迁移量结果表示为每千克食品模拟物中非挥发性迁移物的毫克数(mg/kg),或每平方分米接触面积迁移出的非挥发性迁移物的毫克数(mg/dm²)。对婴幼儿专用食品接触材料及制品,以 mg/kg 表示。

12.2.2 特定迁移量结果表示为每千克食品或食品模拟物中迁移物质的毫克数(mg/kg),或食品接触材料及制品与食品或食品模拟物接触的每平方分米面积中迁移物质的毫克数(mg/dm²)。

12.2.3 如果按照实际 S/V 进行试验,则以试验中的接触面积和模拟物体积计算结果;如果未按实际 S/V 进行试验,则试验结果应按实际 S/V 进行换算;如果实际 S/V 未知且未按 6 dm² 接触面积对应 1 kg 或 1 L 食品模拟物的比例进行试验时,试验结果应按照 6 dm² 对应 1 kg 或 1 L 食品模拟物的比例进行换算。

12.3 盖子、垫圈、连接件等密封制品

如果制品的预期用途已知,按预期密封的容器的实际容量计算,以 mg/L 或 mg/kg 表示,或按预期密封制品和密封容器总的接触面积计算,以 mg/dm² 表示。如果制品的预期用途未知,以 mg/件(面积)表示。

附 录 A
油脂类食品模拟物要求

表 A.1 油脂类食品模拟物要求

脂肪酸碳链名称	6~12	14	16	18 : 0	18 : 1	18 : 2	18 : 3
脂肪酸(以甲酯计) (气相色谱面积归一化法)/%	<1	<1	1.5~20	<7	15~85	5~70	<1.5

附录 B
支架和迁移测试池

单位为毫米

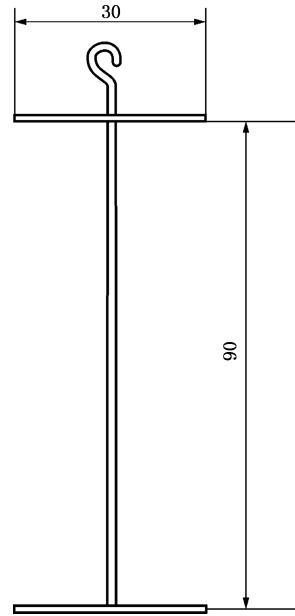


图 B.1 十字形支架

单位为毫米

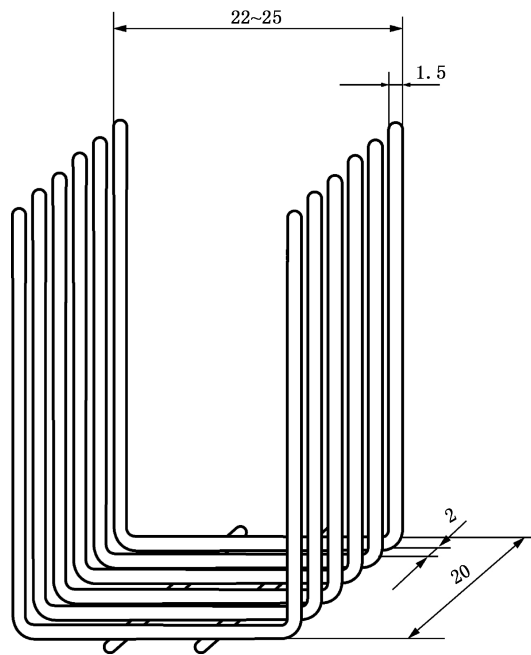
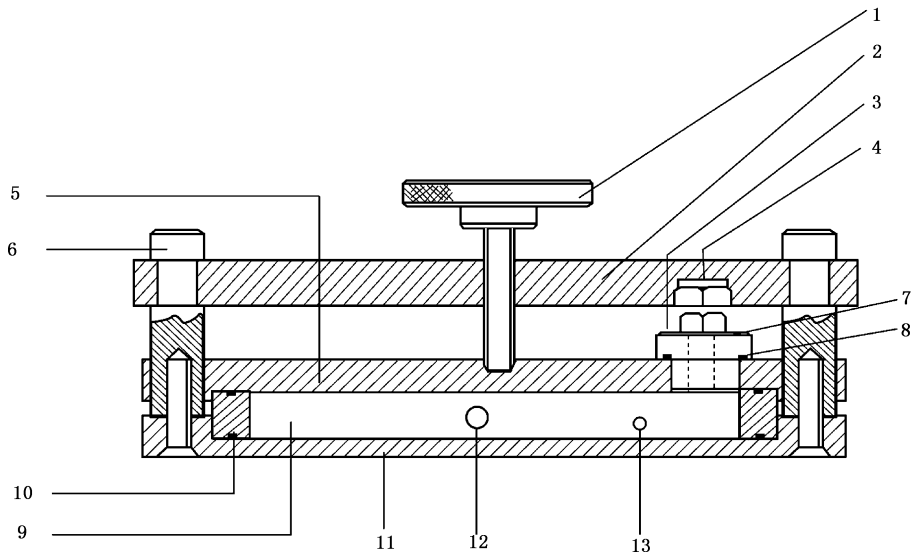


图 B.2 大支架

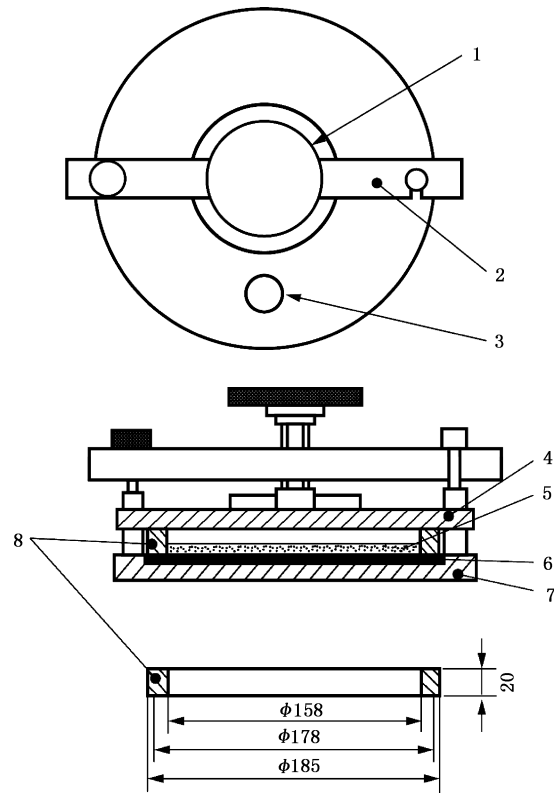
单位为毫米



说明：

- 1 —— 夹紧螺钉；
- 2 —— 夹板；
- 3 —— 加注孔塞子；
- 4 —— 隔膜；
- 5 —— 项板；
- 6 —— 夹紧柱(一对)；
- 7 —— 密封垫片；
- 8 —— O形密封圈；
- 9 —— 迁移测试池密封圈；
- 10—— O形圈(一对)；
- 11—— 基板；
- 12—— 排液孔；
- 13—— 热电偶附件。

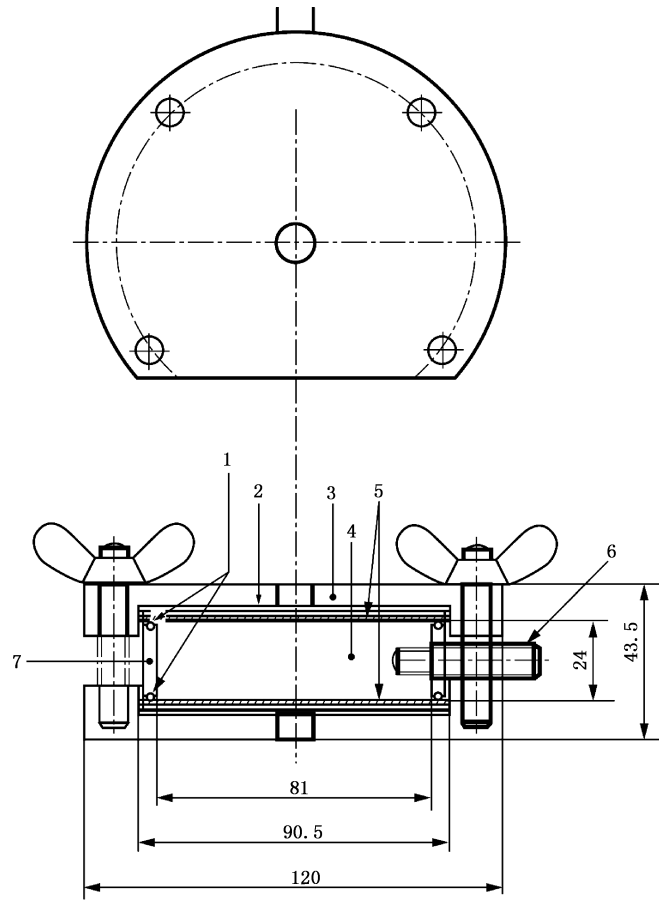
图 B.3 迁移测试池 A



说明：

- 1——夹紧螺钉；
- 2——夹紧柱；
- 3——加注孔塞子；
- 4——盖子；
- 5——食品模拟物；
- 6——橡胶垫；
- 7——基板；
- 8——密封。

图 B.4 迁移测试池 B



说明：

- 1——密封圈；
- 2——盖子(不锈钢)；
- 3——池体(铝)；
- 4——模拟物；
- 5——试验样品；
- 6——塞子(聚四氟乙烯)；
- 7——环(不锈钢)。

图 B.5 迁移测试池 C

单位为毫米

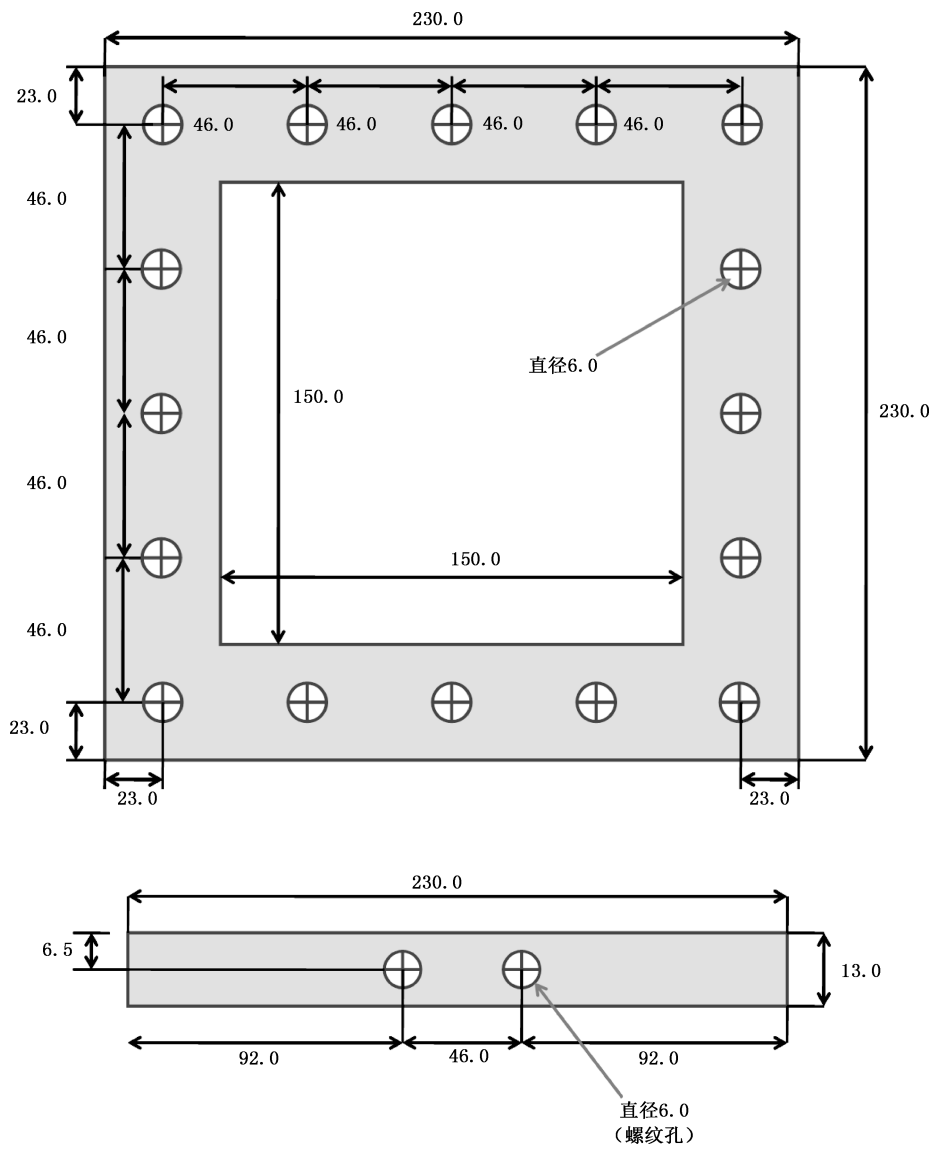


图 B.6 迁移测试池 D

附 录 C
迁移试验温度和时间的误差

表 C.1 迁移试验温度和误差

迁移试验温度和误差
5 °C ±1 °C
20 °C ±1 °C
40 °C ±1 °C
50 °C ±2 °C
60 °C ±2 °C
70 °C ±2 °C
100 °C ±3 °C
121 °C ±3 °C
130 °C ±5 °C
150 °C ±5 °C
175 °C ±5 °C

表 C.2 迁移试验时间和误差

迁移试验时间和误差
30 min+1 min
60 min+1 min
90 min+3 min
120 min+5 min
180 min+7 min
210 min+8 min
240 min+9 min
270 min+10 min
300 min+12 min
360 min+15 min
24 h+0.5 h
48 h+0.5 h
240 h+ 5 h

附录 D
特殊形状的制品面积测定方法实例

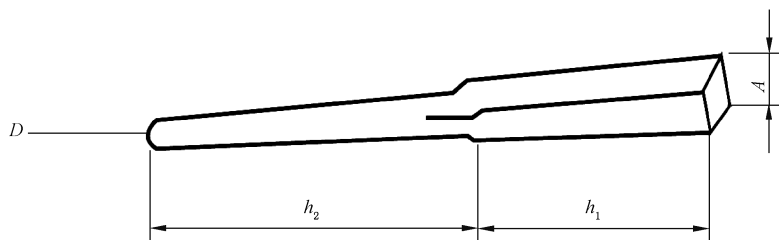
D.1 筷(尾方头圆):全部浸入模拟物。其面积为长方形面积加圆柱形面积之和。计算公式见式(D.1)。

$$S = A^2 + 4Ah_1 + \pi Dh_2 \quad \dots\dots\dots(D.1)$$

式中:

- S ——面积,单位为平方厘米(cm²);
- A ——筷方头边长,单位为厘米(cm);
- h₁ ——筷方形部分长度,单位为厘米(cm);
- D ——筷圆头直径,单位为厘米(cm);
- h₂ ——筷圆形部分长度,单位为厘米(cm);
- π ——圆周率,3.14。

式(D.1)中各字母意义见图 D.1



说明:

- A ——筷方头边长;
- h₁ ——筷方形部分长度;
- D ——筷圆头直径;
- h₂ ——筷圆形部分长度。

图 D.1 筷

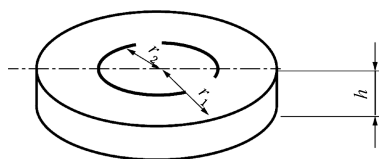
D.2 奶瓶盖:全部浸入模拟物。其面积为环面积加圆周面积之和的 2 倍。计算公式见式(D.2)。

$$S = 2[\pi(r_1^2 - r_2^2) + 2\pi r_1 h] \quad \dots\dots\dots(D.2)$$

式中:

- S ——面积,单位为平方厘米(cm²);
- r₁ ——奶瓶盖半径,单位为厘米(cm);
- r₂ ——内孔半径,单位为厘米(cm);
- h ——奶瓶盖高度,单位为厘米(cm);
- π ——圆周率,3.14。

式(D.2)中各字母意义见图 D.2。



说明:

r_1 ——奶瓶盖半径;

r_2 ——内孔半径;

h ——奶瓶盖高度。

图 D.2 奶瓶盖

D.3 碗边缘:边缘有花饰者倒扣于模拟物,浸入 2 cm 深。其面积为被浸泡的圆台侧面积的 2 倍。计算公式见式(D.3)。

$$S = [\pi l (r_1 + r_2)] \times 2 = 4\pi (r_1 + r_2) \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

S ——面积,单位为平方厘米(cm^2);

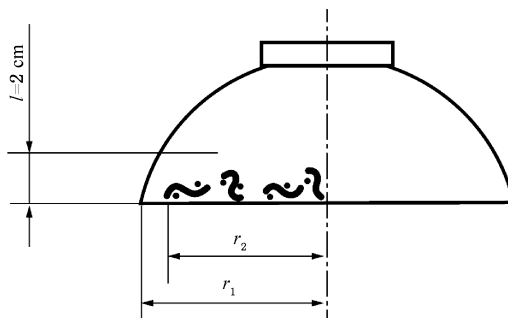
l ——碗浸入模拟物的深度,单位为厘米(cm);

r_1 ——碗口半径,单位为厘米(cm);

r_2 ——碗浸入模拟物上层的半径,单位为厘米(cm);

π ——圆周率,3.14。

式(D.3)中各字母意义见图 D.3。



说明:

l ——碗浸入模拟物的深度;

r_1 ——碗口半径;

r_2 ——碗浸入模拟物上层的半径。

图 D.3 碗边缘

D.4 圆柱形杯口边缘:边缘有花饰者倒扣于模拟物,浸入 2 cm 深。其面积为浸泡的圆柱体面积的 2 倍。计算公式见式(D.4)。

$$S = 2\pi r \times l \times 2 = 4\pi r l \dots\dots\dots (D.4)$$

式中:

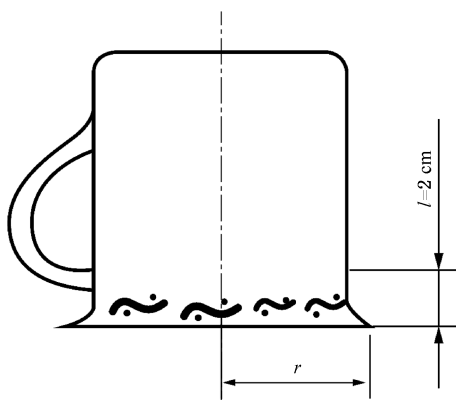
S ——面积,单位为平方厘米(cm^2);

r ——杯口半径,单位为厘米(cm);

l ——杯子高度,单位为厘米(cm);

π ——圆周率,3.14。

式(D.4)中各字母意义见图 D.4。



说明:

R —— 杯口半径;

l —— 杯子高度。

图 D.4 圆柱形杯口边缘

D.5 汤勺:其面积为球冠面积。计算公式见式(D.5)。

$$S = \pi(r^2 + h^2) \dots\dots\dots (D.5)$$

式中:

S —— 面积,单位为平方厘米(cm^2);

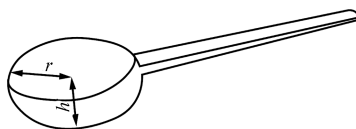
r —— 汤勺半径,单位为厘米(cm);

h —— 汤勺深度,单位为厘米(cm);

π —— 圆周率,3.14。

全部浸入模拟物时乘以 2。

式(D.5)中各字母意义见图 D.5。



说明:

r —— 汤勺半径;

h —— 汤勺深度。

图 D.5 汤勺

D.6 塑料饮料吸管:全部浸入模拟物。其面积为圆柱体侧面积的 2 倍。计算公式见式(D.6)。

$$S = \pi D h \times 2 \dots\dots\dots (D.6)$$

式中:

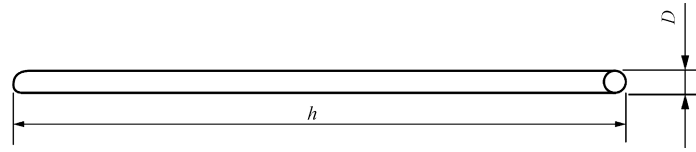
S —— 面积,单位为平方厘米(cm^2);

D —— 直径,单位为厘米(cm);

h —— 吸管长度,单位为厘米(cm);

π —— 圆周率,3.14。

式(D.6)中各字母意义见图 D.6。



说明：

h ——吸管长度；

D ——吸管直径。

图 D.6 塑料饮料吸管

