

中华人民共和国

食品安全与卫生

强制性标准实用手册

PINANQUANYUWEISHENGQIANGZHIXINGBIAOZHUNSHIYONGSHOUCE



食品安全与卫生强制性标准实用手册

主 编 杨国义

(三)

青海人民出版社

2002·西宁

中华人民共和国国家标准 GB/T 5009.58—1996

代替 GB 5009.58—1985

食品包装用聚乙烯树脂 卫生标准的分析方法

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

中华人民共和国卫生部 1996-06-19 批准

1996-09-01 实施

1 主题内容与适用范围

本标准规定了制作食具、食品容器和食品用包装薄膜或其他食品用工具的聚乙烯树脂原料的各项卫生指标的测定方法。

本标准适用于制作食具、容器及食品用包装薄膜或其他食品用工具的聚乙烯树脂原料的各项卫生指标的测定。

2 引用标准

GB 9691 聚乙烯树脂卫生标准

3 取样方法

每批按包数的 10% 取样, 小批时不得少于 3 包。从选出的包数中, 用取样针等取样工具伸入每包深度的 3/4 处取样, 取出样品的总量不少于 2kg, 将此样品迅速混匀, 用四分法缩分为每份 500g, 装于两个清洁、干燥的 250mL 玻塞磨口广口瓶中, 瓶上粘贴标签, 注明生产厂名称、产品名称、批号及取样日期, 一瓶送化验室分析, 一瓶密封保存两个月, 以备作仲裁分析用。

4 干燥失重

4.1 原理

样品于 90~95℃ 干燥失去的质量即为干燥失重, 表示挥发性物质存在情况。

4.2 分析步骤

称取 5.00~10.00g 样品, 放于已恒量的扁称量瓶中, 厚度不超过 5mm, 然后于

90~95℃干燥2h,在干燥器中放置30min后称重,干燥失重不得超过0.15g/100g。

4.3 计算

$$X_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_3} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中: X_1 ——样品的干燥失重,g/100g;

m_1 —样品加称量瓶的质量, g;

m_2 —样品加称量瓶恒量后的质量,g;

m_3 —一样品质量, g。

结果的表述:报告算术平均值的三位有效数。

4.4 允许差

相对相差 $\leq 20\%$ 。

5 灼烧残渣

原理

样品经 800

称取 5.00~10.00g 样品, 放于已在 800℃ 灼烧至恒量的坩埚中, 先小心炭化, 再放于 800℃ 高温炉内灼烧 2h, 冷后取出, 放干燥器内冷却 30min, 称量, 再放进马弗炉

P3, J 300

$$X_2 = \frac{m_4 - m_5}{m_4} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中 x —— 样品的灼烧残渣 $\sim 100\text{mg}$

根据加残漆的质量

m — 空世界的质量 m_0

四、一样品质量

结果的表述: 报告算术平均值的三位有效数字

5.4 允许差

相对相差 $<20\%$ 。

6 正己烷提取物

6.1 原理

样品经正己烷提取的物质,表示能被油脂浸出的物质。

6.2 仪器

6.2.1 250 mL 全玻璃回流冷凝器。

6.2.2 浓缩器。

6.3 分析步骤

称取约 1.00~2.00g 样品(50~100 粒)于 250 mL 回流冷凝器的烧瓶中, 加 100mL 正己烷, 接好冷凝管, 于水浴中加热回流 2h, 立即用快速定性滤纸过滤, 用少量正己烷洗涤滤器及样品, 洗液与滤液合并。将正己烷放入已恒量的浓缩器的小瓶中, 浓缩并回收正己烷, 残渣于 100~105℃ 干燥 2h, 在干燥器中冷却 30min, 称量。正己烷提取物不得超过 2%。

6.4 计算

$$X_3 = \frac{m_7 - m_8}{m_9} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (3)$$

式中： X_3 ——样品中正己烷的提取物，g/100g；

m_7 ——残渣加浓缩器的小瓶的质量,g;

m_8 —浓缩器的小瓶的质量, g;

m_9 —一样品质量, g。

结果的表述：报告算术平均值的三位有效数。

6.5 允许差

相对相差 $\leq 5\%$ 。

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。

中华人民共和国国家标准 GB/T 5009.59—1996

代替 GB 5009.59—1985

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

中华人民共和国卫生部 1996-06-19 批准

1996-09-01 实施

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

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 85.3kPa 时，干燥 2h 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 25mL 烧杯内, 称取 2.00~3.00g 20~60 目之间的样品, 加 20mL 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°C, 真空度为 85.3kPa, 干燥 2h 后, 将烧杯移至干燥器内, 冷却 30min, 称量, 计算挥发物, 减去干燥失重后, 不得超过 1%。

5.5 计算

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

式中： X_1 ——样品于 $138\sim140^{\circ}\text{C}$ 、 85.3 kPa 、干燥 2 h 失去的质量， $\text{g}/100\text{g}$ ；

m_1 —样品加烧杯的质量, g;

m_2 ——干燥后样品加烧杯的质量, g;

m_0 ——烧杯的质量, g。

$$X_3 \equiv X_1 - X_2 \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中: X_2 ——挥发物,g/100g;

X_1 ——样品于 $138\sim140^{\circ}\text{C}$ 、 85.3kPa 、干燥 2h 失去的质量， $\text{g}/100\text{g}$ ；

X_1 —样品的干燥失重, g/100g。

结果的表述：报告算术平均值的三位有效数。

5.6 允许差

相对相差 $\leq 10\%$ 。

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 熏化 6201 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 70min,再在 950℃ 保持 30min,经熔烧后的担体,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 100mL 容量瓶放入约 2/3 体积二硫化碳,准确称量为 m_0 ;滴加苯乙烯约 0.5g,准确称量为 m_1 ;再滴加乙苯约 0.3g,准确称量后为 m_2 。作为标准贮备液。

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

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

取 1mL 标准贮备液于 25mL 容量瓶中,加 5mL 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 4mm,长 4m。内装涂有 20% 聚乙二醇丁二酸酯的 60~80 目熏化 6201 红色担体。

6.4.1.2 柱温:130℃;汽化温度:200℃。

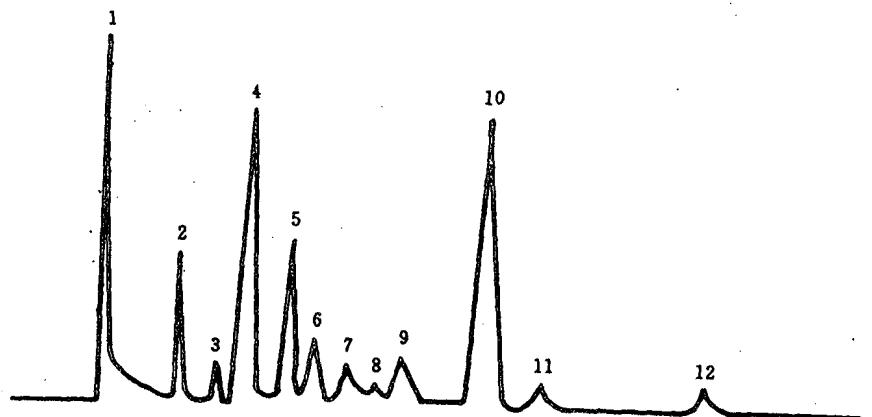
6.4.1.3 载气(氮气):柱前压力 1.8~2.0kg/cm²;氢气流速:50 mL/min;空气流速:700mL/min。

6.5 测定

称取1.00g聚苯乙烯,置于25mL容量瓶中,加二硫化碳溶解,并稀释至刻度。准确加入5μL正十二烷充分振摇,待混合均匀后,取0.5μL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0.5μL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1g聚苯乙烯样品计算。



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

6.6 计算

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

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 $\leq 15\%$ 。

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。

中华人民共和国国家标准 GB/T 5009.60—1996

代替 GB 5009.60—1985

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

Method for analysis of hygienic standard of products
of polyethylene, polystyrene and polypropylene for food packaging

中华人民共和国卫生部 1996-06-19 批准

1996-09-01 实施

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯为原料制作的食品容器、食具及食品用包装薄膜等制品各项卫生指标的测定方法。

本标准适用于以聚乙烯、聚苯乙烯、聚丙烯为原料制作的各种食具、容器及食品用包装薄膜或其他各种食品用工具、管道等制品中各项卫生指标的测定。

2 引用标准

GB 9687 食品包装用聚乙烯成型品卫生标准

GB 9688 食品包装用聚丙烯成型品卫生标准

GB 9689 食品包装用聚苯乙烯成型品卫生标准

3 取样方法

每批按 1% 取样品, 小批时取样数不少于 10 只(以 500mL 容积/只计; 小于 500mL/只时, 样品应相应加倍取量)。其中半数供化验用, 另半数供保存两个月, 以备仲裁分析用, 分别注明产品名称、批号、取样日期。样品洗净备用。

4 浸泡条件

4.1 水: 60℃, 保温 2h。

4.2 乙酸(4%): 60℃, 保温 2h。

4.3 乙醇(65%):室温,浸泡2h。

4.4 正己烷:室温,浸泡2h。

以上浸泡液按接触面积每平方厘米加2mL,在容器中则加入浸泡液至三分之二~五分之四容积为准。

5 高锰酸钾消耗量

5.1 原理

样品经用浸泡液浸泡后,测定其高锰酸钾消耗量,表示可溶出有机物质的含量。

5.2 试剂

5.2.1 硫酸(1+2)。

5.2.2 高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.01\text{mol/L}$]。

5.2.3 草酸标准滴定溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0.01\text{mol/L}$]。

5.3 分析步骤

5.3.1 锥形瓶的处理:取100mL水,放入250mL锥形瓶中,加入5mL硫酸(1+2)、5mL高锰酸钾溶液,煮沸5min,倒去,用水冲洗备用。

5.3.2 滴定:准确吸取100mL水浸泡液(有残渣则需过滤)于上述处理过的250mL锥形瓶中,加5mL硫酸(1+2)及10.0mL高锰酸钾标准滴定溶液(0.01mol/L),再加玻璃珠2粒,准确煮沸5min后,乘热加入10.0mL草酸标准滴定溶液(0.01mol/L),再以高锰酸钾标准滴定溶液(0.01mol/L)滴定至微红色,记取二次高锰酸钾溶液滴定量。

另取100mL水,按上法同样做试剂空白试验。

5.4 计算

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 31.6 \times 1000}{100} \quad \dots \dots \dots \quad (1)$$

式中: X_1 ——样品中高锰酸钾消耗量,mg/L;

V_1 ——样品浸泡液滴定时消耗高锰酸钾溶液的体积,mL;

V_2 ——试剂空白滴定时消耗高锰酸钾溶液的体积,mL;

c ——高锰酸钾标准滴定溶液的实际浓度, mol/L;

31.6——与1.0mL的高锰酸钾标准滴定溶液 [$c(1/5\text{KMnO}_4) = 0.001\text{mol/L}$]相当的高锰酸钾的质量,mg。

结果的表述:报告算术平均值的三位有效数。

5.5 允许差

相对相差≤10%。

6 蒸发残渣

6.1 原理

样品经用各种溶液浸泡后,蒸发残渣即表示在不同浸泡液中的溶出量。此四种溶液为模拟接触水、酸、酒、油不同性质食品的情况。

6.2 分析步骤

取各浸泡液 200mL,分次置于预先在 $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥至恒量的 50 mL 玻璃蒸发皿或恒量过的小瓶浓缩器(为回收正己烷用)中,在水浴上蒸干,于 $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥 2h,在干燥器中冷却 0.5h 后称量,再于 $100 \pm 5^{\circ}\text{C}$ 干燥 1h,取出,在干燥器中冷却 0.5h,称量。

同时进行空白试验。

6.3 计算

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) \times 1000}{200} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中: X_2 ——样品浸泡液(不同浸泡液)蒸发残渣,mg/L;

m_1 ——样品浸泡液蒸发残渣质量,mg;

m_2 ——空白浸泡液的质量,mg。

结果的表述:报告算术平均值的三位有效数。

6.4 允许差

相对相差≤10%。

7 重金属

7.1 原理

浸泡液中重金属(以铅计)与硫化钠作用,在酸性溶液中形成黄棕色硫化铅,与标准比较不得更深,即表示重金属含量符合标准。

7.2 试剂

7.2.1 硫化钠溶液:称取 5g 硫化钠,溶于 10mL 水和 30mL 甘油的混合液中,或将 30mL 水和 90mL 甘油混合后分成二等份,一份加 5g 氢氧化钠溶解后通入流化氢气体(硫化铁加稀盐酸)使溶液饱和后,将另一份水和甘油混合液倒入,混合均匀后装入瓶中,密塞保存。

7.2.2 铅标准溶液:准确称取 0.1598g 硝酸铅,溶于 10mL 硝酸(10%)中,移入 1000mL 容量瓶内,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 $100\mu\text{g}$ 铅。

7.2.3 铅标准使用液:吸取 10.0mL 铅标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 $10\mu\text{g}$ 铅。

7.3 分析步骤

吸取 20.0mL 乙酸(4%)浸泡液于 50 mL 比色管中,加水至刻度。另取 2mL 铅标准使用液于 50mL 比色管中,加 20mL 乙酸(4%)溶液,加水至刻度混匀,两液中各加硫化钠溶液 2 滴,混匀后,放 5min,以白色为背景,从上方或侧面观察,样品呈色不能比标准溶液更深。

结果的表述:呈色大于标准管样品,重金属(以 Pb 计)报告值 > 1 。

8 脱色试验

取洗净待测食具一个,用沾有冷餐油、乙醇(65%)的棉花,在接触食品部位的小面积内,用力往返擦拭 100 次,棉花上不得染有颜色。

四种浸泡液也不得染有颜色。

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。

中华人民共和国国家标准 GB/T 5009.61—1996

代替 GB 5009.61—1985

食品包装用三聚氰胺成型品 卫生标准的分析方法

Method for analysis of hygienic standard of
products of tripolycyanamide for food packaging

中华人民共和国卫生部 1996-06-19 批准

1996-09-01 实施

1 主题内容与适用范围

本标准规定了以三聚氰胺为原料制作的各种食具、容器及其他各种食品用工具的各项卫生指标的测定方法。

本标准适用于以三聚氰胺为原料制作的各种食具、容器及其他各种食品用工具的各项卫生指标的测定。

2 引用标准

GB/T 5009.60 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 9690 食品包装用三聚氰胺成型品卫生标准

3 取样方法

按 GB/T 5009.60 中第 3 章操作。

4 浸泡条件

按 GB/T 5009.60 中第 4 章操作。

5 高锰酸钾消耗量

按 GB/T 5009.60 中第 5 章操作。

6 蒸发残渣

按 GB/T 5009.60 中第 6 章操作。

7 重金属

按 GB/T 5009.60 中第 7 章操作。

8 甲醛

8.1 原理

甲醛与盐酸苯肼在酸性情况下经氧化生成红色化合物,与标准系列比较定量,最低检出限为 5mg/L。

8.2 试剂

8.2.1 盐酸苯肼溶液(10g/L):称取 1g 盐酸苯肼,加 80mL 水溶解,再加 2mL 盐酸(10 + 2),加水稀释至 100mL,过滤,贮存于棕色瓶中。

8.2.2 铁氰化钾溶液(20g/L)。

8.2.3 盐酸(10 + 2):量取 100mL 盐酸,加水稀释至 120mL。

8.2.4 甲醛标准溶液:吸取 2.5mL 36% ~ 38% 甲醛溶液,置于 250mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,用碘量法标定,最后稀释至每毫升相当于 100 μg 甲醛。

8.2.5 甲醛标准使用液:吸取 10.0mL 甲醛标准溶液,置于 100mL 容量瓶中,加水稀释至刻度。此溶液每毫升相当于 10.0 μg 甲醛。

8.3 分析步骤

吸取 10.0mL 乙酸(4%)浸泡液于 100mL 容量瓶中,加水至刻度,混匀。再吸取 2mL 此稀释液于 25mL 比色管中。吸取 0,0.2,0.4,0.6,0.8,1.0mL 甲醛标准使用液(相当 0,2,4,6,8,10 μg 甲醛),分别置于 25mL 比色管中,加水至 2mL。于样品及标准管各加 1mL 盐酸苯肼溶液摇匀,放置 20min。各加铁氰化钾溶液(20g/L)0.5mL,放置 4min,各加 2.5mL 盐酸(10 + 2),再加水至 10 mL,混匀。在 10 ~ 40 min 内以 1cm 比色杯,以零管调节零点,在 520nm 波长处测吸光度,绘制标准曲线比较。

8.4 计算

$$X = \frac{m \times 1000}{10 \times \frac{V}{100} \times 1000}$$

式中: X —浸泡液中甲醛的含量, mg/L;

m —测定时所取稀释液中甲醛的质量, μg ;

V —测定时所取稀释浸泡液体积, mL。

结果的表述:报告算术平均值的三位有效数。

8.5 允许差

1000

相对相差≤10%。

9 脱色试验

按 GB/T 5009.60 中第 8 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。