



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.59—2003
代替 GB/T 5009.59—1996

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

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.59—1996《食品包装用聚苯乙烯树脂卫生标准的分析方法》。

本标准与 GB/T 5009.59—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。

食品包装用聚苯乙烯树脂卫生标准的分析方法

1 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苯乙烯树脂原料卫生指标的测定。

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 5009.58—2003 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—2003 中第 2 章。

4 干燥失重

4.1 原理

试样于 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 5.00 g~10.00 g 试样,平铺于已恒量的直径 40 mm 的称量瓶中,在 100℃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、精密度

同 GB/T 5009.58—2003 中 3.3 和 3.4。

5 挥发物

5.1 原理

试样于 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

于干燥后准确称量的 25 mL 烧杯内,称取 2.00 g~3.00 g 20 目~60 目之间的试样,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 结果计算

挥发物计算见式(1)和式(2):

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

式中:

- X ——试样于 138℃~140℃、85.3 kPa、干燥 2 h 失去的质量,单位为克每百克(g/100g);
- m_1 ——试样加烧杯的质量,单位为克(g);
- m_2 ——干燥后试样加烧杯的质量,单位为克(g);
- m_0 ——烧杯的质量,单位为克(g)。

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

式中:

- X_3 ——挥发物,单位为克每百克(g/100g);
- X_2 ——试样于 138℃~140℃、85.3 kPa、干燥 2 h 失去的质量,单位为克每百克(g/100 g);
- X_1 ——试样的干燥失重,单位为克每百克(g/100 g)。

计算结果保留两位有效数字。

5.6 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其算术平均值的 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,以试样的峰高与标准品的峰高相比,计算出试样相当的含量。

6.2 试剂

6.2.1 固定液:聚乙二醇丁二酸酯。

6.2.2 釉化 6201 红色担体。

取 60 目~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 次~3 次,将浸泡后的担体抽滤,并用水将母液稀释成 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 70 min,再在 950℃保持 30 min,经熔烧后的担体,用沸腾的水浸洗 4 次~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 m_0 ;滴加苯乙烯约 0.5 g,准确称量为 m_1 ,再滴加乙苯约 0.3 g,准确称量后为 m_2 。作为标准储备液。

苯乙烯和乙苯的浓度计算见式(3)和式(4):

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

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

取 1 mL 标准储备液于 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 参考色谱条件

- 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 目~80 目釉化 6201 红色担体。
- 6.4.1.2 柱温：130℃；气化温度：200℃。
- 6.4.1.3 载气(氮气)：柱前压力 1.8 kg/cm²~2.0 kg/cm²；氢气流速：50 mL/min；空气流速：700 mL/min。

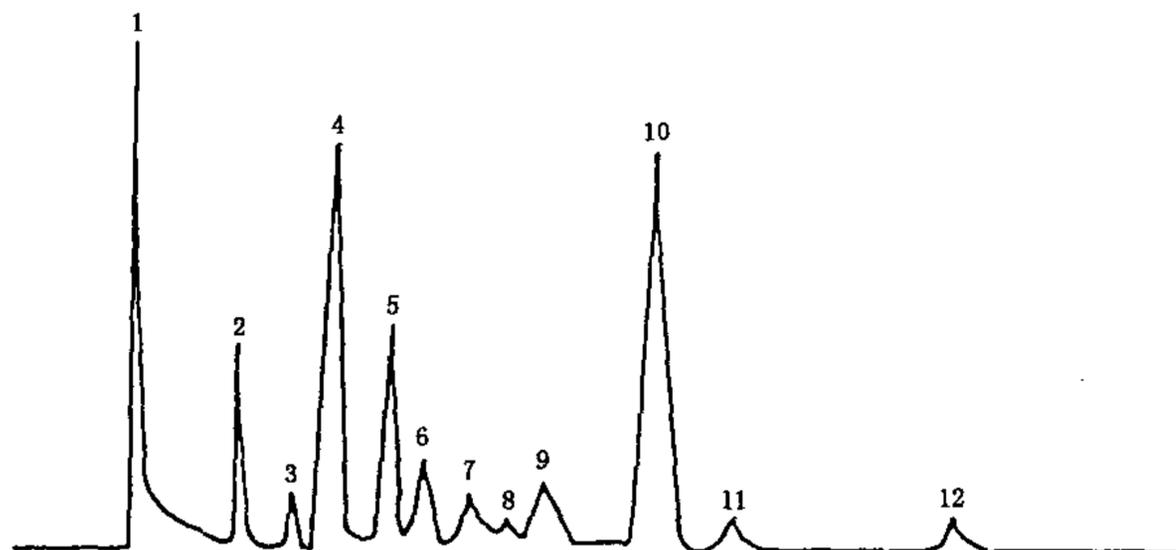
6.5 测定

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，以注入 0.5 μL 标准使用液求出的组分与正十二烷峰高相比较定量。

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。

注 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 聚苯乙烯试样计算。

气相色谱参考图见图 1。



- | | | |
|---------------|---------|--------------|
| 1——二硫化碳； | 5——乙苯； | 9——叔丁苯； |
| 2——苯； | 6——异丙苯； | 10——苯乙烯； |
| 3——甲苯； | 7——正丙苯； | 11——α-甲基苯乙烯； |
| 4——正十二烷(内标物)； | 8——甲乙苯； | 12——β-甲基苯乙烯 |

图 1

6.6 结果计算

见式(5)：

$$X = \frac{F_i \times (c_A \text{ 或 } c_B)}{F_s \times m} \times 1000 \dots\dots\dots(5)$$

式中：

- X —— 苯乙烯或乙苯挥发成分含量，单位为克每百克(g/100 g)；
- F_i —— 试样峰高和内标物比值；
- F_s —— 标准物峰高和内标物比值；

c_A ——苯乙烯的浓度,单位为克每毫升(g/ mL);

c_B ——乙苯的浓度,单位为克每毫升(g/ mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

计算结果保留两位有效数字。

6.7 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 正己烷提取物

按 GB/T 5009.58—2003 中第 5 章操作。
