



中国检验检疫科学研究院测试评价中心
中检科（北京）测试认证有限公司

CNCA-22-05(2022)

食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定 能力验证计划技术报告



中国检验检疫科学研究院测试评价中心

二〇二二年十一月

目录

前言	1
1 计划执行情况	2
1.1 检测项目简介	2
1.2 参加实验室概述	3
1.3 方案设计及计划实施	5
1.3.1 计划要求与样品设计	5
1.3.2 样品制备与储存	5
1.3.3 样品标识与分发包装	6
1.3.4 防串通措施	6
1.3.5 计划日程	7
1.3.6 协作单位分工	7
1.4 样品均匀性、稳定性评估	8
1.4.1 样品均匀性评估	8
1.4.2 样品稳定性评估	9
2 能力评价的原则	11
3 统计结果处理及能力评价	11
3.1 结果数据的频率分布	11
3.2 统计分析的具体方法	12
3.3 指定值的不确定度	12
3.4 统计量汇总	13
3.5 合格结果、不合格结果参加者综述	13

3.6 不合格参加者代码汇总.....	14
4 技术分析	14
4.1 检测方法与仪器的汇总统计.....	14
4.1.1 检测方法的汇总	14
4.2 方法的等效性评估.....	15
4.2.1 采用 F 检验和 t 检验评估方法的等效性	15
4.2.2 不同方法的统计量汇总	16
4.4 检测过程的质量控制.....	17
4.4.1 标准物质的影响	17
4.4.2 标准曲线的配制过程	18
4.4.3 加标回收试验	19
4.4.4 其他影响因素	19
5 总结	20
6 建议	20
7 能力验证组织情况	21
7.1 计划的组织者	21
7.2 计划协调者.....	21
7.3 技术运作人员	21
7.4 数理统计人员	21
7.5 本报告编写人员	21
参考文献	22
附录 A 参加者结果和结果评价.....	23

附录 B 实验室结果分布情况.....	27
附录 C 样品均匀性和稳定性检验	28
C1 均匀性检验	28
C2 稳定性检验	29
附录 D 参试指导书.....	32
附录 E 结果提交.....	34
附录 F 报名邀请	35
附录 G 能力验证结果通知单	40
附录 H.1 检测方法（GB 31604.10-2016）	41
附录 H.2 检测方法（GB/T 23296.16-2009）	48

前言

本报告是对 CNCA-22-05(2022)食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定能力验证计划结果的总结。由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责起草，国家市场监督管理总局批准发布。

“CNCA-22-05(2022)食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定”能力验证计划是由市场监管总局组织的能力验证项目之一，由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责协调及实施。本次能力验证的目的是为了了解该检测领域的检测能力，通过能力验证方式提高相关实验室食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的检测水平，识别实验室间的差异，加强重点领域实验室能力建设，督促其保持和提高食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的检测能力。

本次能力验证计划按照 GB/T 27043-2012 《合格评定 能力验证的通用要求》及认监委相关要求实施。根据《市场监管总局办公厅关于开展 2022 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2022〕19 号）规定，具备相关项目（参数）检验检测能力的国家级资质认定检验检测机构应当参加能力验证项目。对未按本《通知》要求参加能力验证及能力验证结果不合格的检验检测机构，市场监管总局将依据《检验检测机构资质认定管理办法》等相关规定督促其进行整改和验证。

中国检验检疫科学研究院测试评价中心是 CNAS 认可的能力验证提供者（注册号：CNAS PT0026），依据 ISO/IEC 17043:2010《合格评定 能力验证的通用要求》的要求运作能力验证计划。关于选择能力验证计划以及能力验证结果利用（含对不合格结果的纠正措施）等相关要求和政策参见 CNAS-RL02:2018《能力验证规则》。

1 计划执行情况

1.1 检测项目简介

双酚 A (Bisphenol A, BPA) 俗称 2,2-二(4-羟基苯基)丙烷, 又称二酚基丙烷, 具有一定的生理毒性, 可能导致机体内分泌失调, 具有一定的致癌性。双酚 A 作为生产塑料制品的重要单体, 是生产制造酚醛树脂以及聚氯乙烯 (PVC) 稳定剂等产品的重要原料, 广泛用于制造食品接触材料及制品, 如餐具、奶瓶、水瓶等。食品接触材料中的双酚 A 会在食品加工及食用过程中迁移到食品内, 存在随着食物的转移进入人体的风险。

由于双酚 A 的巨大使用量以及其具有的潜在性危害, 双酚 A 的使用安全性在国际上得到越来越多的关注。2009 年, 美国国会提案制定《2009 年双酚 A 消费者信息法》要求所有整体或部分含有双酚 A 或可能向食品释放双酚 A 的食品容器均需在标签上注明警告语。2010 年, 美国陆续出台了禁止婴儿产品中含有双酚 A 的法规。2011 年 01 月, 美国参议院提出的议案 HR432 中明确禁止可重复使用的饮料或食物容器中含有双酚 A。2011 年, 欧盟发布了法规 (EU)No10/2011、指令 2011/8/EU 和修订条例(EU)No321/2011, 规定供 12 个月以下婴幼儿使用的聚碳酸酯奶瓶中不得含有双酚 A。2016 年 03 月, 欧盟向世界贸易组织发布了 G/TBT/N/EU/370 号通报, 将塑料食品接触材料中双酚 A 的特定迁移限量由(EU)No10/2011 法规的 0.6 mg/kg 修订为 0.05 mg/kg。2008 年, 国际上部分国家与地区针对双酚 A 限量的法规政策陆续颁布。我国相关机构也对双酚 A 的准确检测也投入了越来越多的关注。我国于 2017 年 03 月 01 日发布实施了《GB 31604.10-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 2,2-二(4-羟基苯基)丙烷(双酚 A)迁移量的测定》, 明确了检测方法, 并于 2017 年 04 月 19 日发布实施了《GB 4806.10-2016 食品安全国家标准 食品接触用涂料及涂层》, 规定了食品接触材料中双酚 A 的总迁移量的最大限量为 0.6 mg/kg。因此, 对双酚 A 迁移量检测的准确性和内外部质量控制就尤为重要。

面对日趋完善的食品接触材料卫生标准体系, 监测潜在的风险, 确保食品

接触材料的质量安全，开展本次能力验证计划是十分必要的。通过此次计划，实验室可了解自身对食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的检测能力和检测水平，识别和掌握在仪器设备自动化程度快速发展时代的检测人员基本能力，能够进一步推动相关项目检测能力的提升，对开展食品接触材料及制品中双酚 A 迁移量的质量控制具有十分重要的意义。

1.2 参加实验室概述

本次能力验证共有 22 个省、自治区、直辖市的共 97 家实验室参加。主要涉及各省市海关技术中心、市场监管实验室（中心或所）以及第三方检测机构。其中强制参加实验室为 86 家，自愿参加实验室为 11 家，具体地域和行业分布情况见图 1 与图 2。

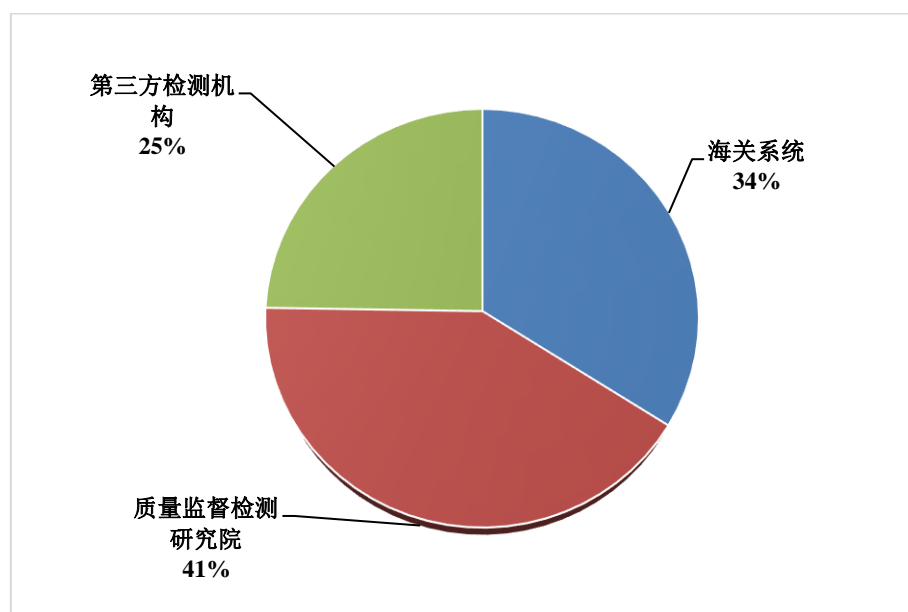


图 1 参试机构概况

参加能力验证的 97 家实验室中，各省市海关系统共 33 家，占比 34%；市场监管实验室（中心或所）共 40 家，占比 41%；第三方检测实验共有 24 家，占比 25%。

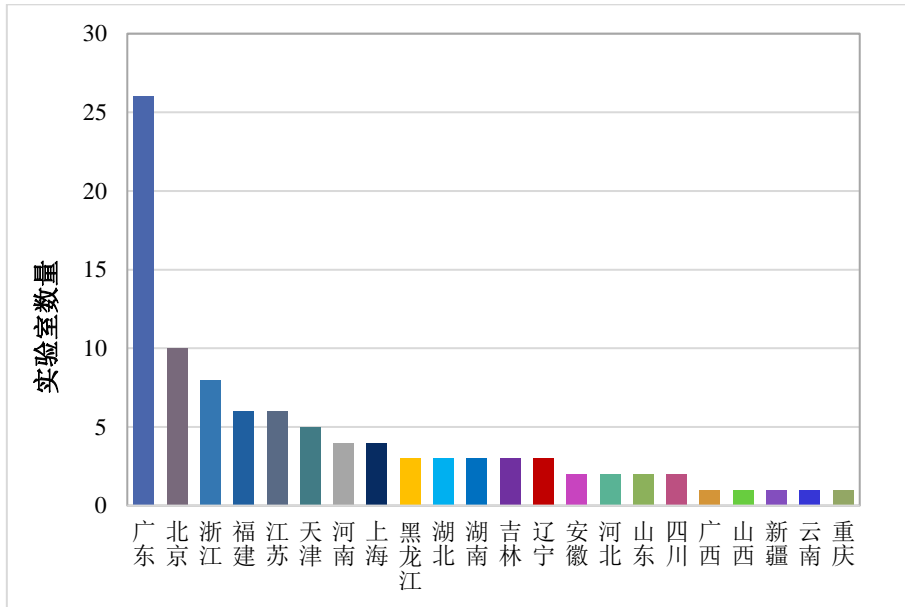


图 2 参试实验室地域分布

本次能力验证共涉及 22 个省、自治区、直辖市，其中东南部地区参加的实验室数量较多，西南部地区参加的实验室数量较少。

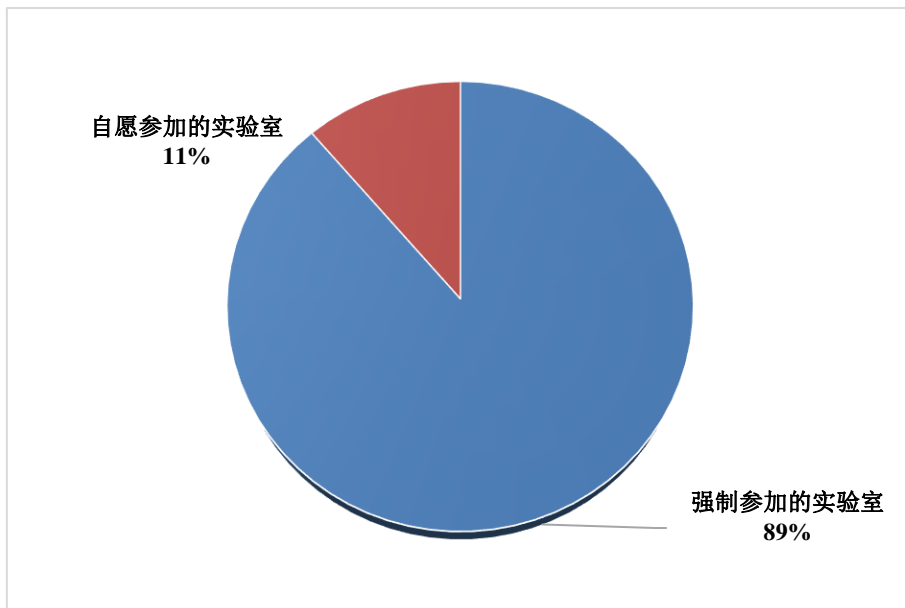


图 3 强制参加实验室与自愿参加实验室占比情况

本次能力验证中需强制参加实验室为 86 家，占比 89%；自愿参加实验室为 11 家，占比 11%；具体情况见图 3

1.3 方案设计 & 计划实施

本次能力验证方案设计与实施遵循 GB/T 27043-2012《合格评定能力验证的通用要求》、CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和评价指南》、CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》和认监委能力验证的有关要求。

1.3.1 计划要求与样品设计

本次能力验证计划的测试项目为：双酚 A 迁移量，为定量检测项目。项目设计 2 个不同的浓度水平，每个实验室发送 1 份样品，一份样品包含同一浓度的两个塑料杯，用于平行实验，实验室需反馈一个检测结果，计算结果以两次独立测定结果的算术平均值表示。结果汇报以食品模拟物中双酚 A 的浓度计，单位为 mg/L，保留两位有效数字。

本次能力验证对检测方法没有特殊要求，建议参加实验室应优先使用日常检测的常用方法，要求参加实验室自收到样品起 7 个工作日内提交结果。

推荐使用方法：GB 31604.10-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 2,2-二(4-羟基苯基)丙烷(双酚A)迁移量的测定》。

1.3.2 样品制备与储存

本次能力验证综合考虑 GB 4806.7-2016《食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品》的要求和日常检测工作中实际样品情况，由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责联系供应商按设计浓度定制样品，选用定制的白色塑料杯作为能力验证样品，共制备了 I、II 两组样品，样品规格均为 200mL，根据双酚 A 迁移量的测定浓度梯度进行区分，两组样品各 300 份，共制备 600 份样品，包括均匀性检验、稳定性检验、方法等效性分析、测试用样品。两组样品根据内部编号分别贴加标签，以免混淆。制备完成的样品置于常温保存。

1.3.3 样品标识与分包装

样品标识如图 4，样品编号为“22-Wxxx”。其中“22”代表年度，字母“W”代表样品，“xxx”代表 3 位随机数字，每个样品的标识均具有唯一性。

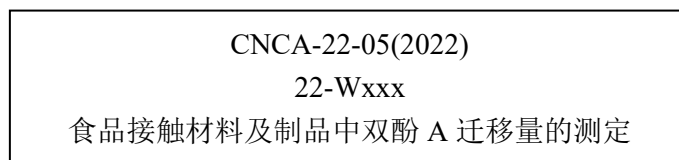


图 4 样品标识

样品发放时，采用两层包装。第一层为塑料气泡袋，内装检测样品；第二层为塑料泡沫模具；第三层为统一订制的硬质牛皮包装盒进行外包装并加贴封胶带，同时内附参试指导书。纸盒外侧粘贴带有参加实验室代码的快递单，通过京东快递发放给各参加实验室，样品常温运输，到达实验室后，常温保存，具体能力验证样品如图 5 所示。



图5 能力验证样品示意图

1.3.4 防串通措施

本次能力验证样品分为两个批次，两个批次的样品随机分发给实验室，每

个参加实验室均收到一份同浓度样品，一份样品包含同一浓度的两个塑料杯，用于平行实验，每一份样品均被赋予一个唯一性代码，在本报告中，凡说明参加者的检测结果和能力评价时均以代码表示。

从结果的分布来看，基本不存在实验室间串通结果情况。

1.3.5 计划日程

本次能力验证计划从 2022 年 4 月 11 日起邀请实验室报名，2022 年 4 月开始设计方案，2022 年 5~7 月制备样品，2022 年 8 月 2 日向参加实验室发送样品，在 2022 年 8 月 30 日前完成全部结果的回收，随后对结果进行汇总、分析，9 月中旬发布中期结果汇总表，9 月 26 日向参加实验室邮寄结果通知单。2022 年 10 月完成最终的技术报告，具体能力验证计划日程安排见表 1。

表 1 能力验证计划的日程安排

序号	计划安排	时间安排
1	总局发布计划	4 月 1 日
2	发布能力验证项目邀请通知，实验室开始报名	4 月 11 日
3	完成能力验证方案设计	6 月 10 日
4	完成能力验证样品制备和均匀性检验	7 月 20 日
5	能力验证样品寄送	8 月 2 日
6	完成实验室结果回收	8 月 30 日
7	完成结果统计分析及评价	9 月 9 日
8	完成样品稳定性检验	9 月 20 日
9	完成结果通知单的邮寄	9 月 26 日
10	完成最终技术报告的编制	10 月 26 日

1.3.6 协作单位分工

本次能力验证由中国检验检疫科学研究院测试评价中心与大连中食国实检测技术有限公司共同协作完成。其中中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责方案设计、样品制备及发放、数据汇总统计处理、技术报告撰写等工作。大

连中食国实检测技术有限公司负责协作方案设计、技术报告的评审等工作。

1.4 样品均匀性、稳定性评估

1.4.1 样品均匀性评估

均匀性检验过程如下：将每个浓度的样品两两配对成一组，从每个浓度的样品中随机抽取 15 组样品，依据 GB 31604.10-2022 对食品接触材料及制品双酚 A 迁移量项目进行检测。

双酚 A 迁移量的测定为破坏性检测，无平行测定和重复性数据；本轮能力验证各浓度水平样品分别选用同一批次原料一次加工成型。均稳性检验均为随机抽样，对所有的样品进行编号，使用小程序随机数表进行随机抽样。

判定原则：

1) 样品发送前：

a) JJF1343-2012 4.3.5 瓶间均匀性评估方法

根据 JJF1343-2012 4.3.5 瓶间均匀性评估方法，将抽样样品的标准差与测量方法的精密度进行比较。若抽样样品的标准差小于测量方法的精密度，则表明样品内和样品间无显著性差异，样品是均匀的。可以进行样品发送。依据 GB 31604.10-2016，精密度为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 10%。

b) $S_s < 0.3 \sigma$ 准则

根据 ISO 5725-2 中，由测量方法的精密度（重复性标准差 σ_r 和再现性标准差 σ_R ）来导出能力评定的标准差；计算公式为：

$$\sigma = \sqrt{\sigma_R^2 - \sigma_r^2 \left(1 - \frac{1}{n}\right)}$$

式中： n — 参加者对物品的重复测量次数；

由于样品为只能单次取样的发样品，只能作一次测量，在这种情形下，重复测定次数 n 等于 1；因此：

$$\sigma = \sqrt{\sigma_R^2}$$

根据从严的标准，取 $\sigma_R = \sigma_r$ ；若抽样样品的标准偏差小于 0.3σ ，则判定样品均匀，不均匀标准差 S_s 将不影响能力验证结果的评价；

2) 参加实验室检测数据回收之后：采用 $S_s < 0.3\sigma_{pt}$ 进行均匀性核验。用均匀性测试结果的样品间不均匀性标准偏差 S_s 除以参加实验室检测数据汇总统计得出的标准偏差 σ ，以比值小于 0.3 为原则确定样品是否均匀。若 $S_s < 0.3\sigma_{pt}$ ，则表明样品间无显著性差异，样品是均匀的。

通过对样品均匀性检验数据的统计分析，表明样品之间不存在显著性差异，证明样品是均匀的。样品均匀性检验数据见附录 C1-1~C1-2。

1.4.2 样品稳定性评估

依据 CNAS-GL003:2018《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》，对样品采用两种类型的稳定性试验：一种是在模拟样品的运输条件下的短期稳定性试验，另一种是贮存温度(20°C~25°C)下的长期稳定性试验。

1) 短期稳定性模拟样品的实际运输条件，采用 t 检验法评定考察样品的短期稳定性。该试验通过随机抽取各批次样品各 12 份，其中 6 份样品送往海南，6 份样品送往黑龙江，再运回来模拟样品的运输条件；

在发送样品之前，通过 t 检验法对样品的稳定性进行检验。依据的统计公式如下（依据 CNAS-GL003:2018 5.2.2 中的内容）

$$t = \frac{|\bar{x}_2 - \bar{x}_1|}{\sqrt{\frac{(n_1-1)S_1^2 + (n_2-1)S_2^2}{n_1+n_2-2} \times \frac{n_1+n_2}{n_1 \times n_2}}}$$

式中： \bar{x}_1 — 第一次检验测量数据的平均值；

- x_2 — 第二次检验测量数据的平均值；
- s_1 — 第一次检验测量数据的标准偏差；
- s_2 — 第二次检验测量数据的标准偏差；
- n_1 — 第一次检验测量的测量次数；
- n_2 — 第二次检验测量的测量次数。

若 $t < \text{显著性水平 } \alpha$ (通常 $\alpha = 0.05$) 自由度为 $n_1 + n_2 - 2$ 的临界值 $t_{\alpha(n_1+n_2-2)}$, 则二个平均值之间无显著性差异。

2) 长期稳定性评估

a. 使用 t 检验验证样品的长期稳定性；

长期稳定性检验时间分别为能力验证样品配制完成后的第 0 天、第 5 天、第 10 天、第 30 天、第 60 天, 整个周期涵盖了能力验证计划全过程。每次对两个浓度水平的样品分别随机抽取 6 瓶, 采用 t 检验法评定考察样品的长期稳定性。

b. 使用 $|X-Y| \leq 0.3\sigma$ 验证样品的长期稳定性；

在实验室的结果返回之后, 再将各批次 12 份样本结果的均值与均匀性测试结果比较, 之间的绝对差值除以能力验证标准偏差 σ , 以比值小于 0.3 为原则确定在贮存温度条件下符合能力验证样品要求的最长保存时间。依据的统计公式如下 (依据 CNAS-GL003:2018 5.3 中的内容) :

$$|X-Y| \leq 0.3\sigma$$

式中: X--12 份样本结果的均值

Y--相应的均匀性测试结果均值

σ --标准偏差。

样品稳定性检验数据见附录 C2-1~C2-3。

2 能力评价的原则

本次能力验证结果统计与评价方法依据 ISO 13528:2015 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》、CNAS-GL002:2018 《能力验证结果的统计处理和评价指南》等标准规范中的相关要求进行。

本次能力验证采用 z 比分数对实验室进行评价。

z 比分数的计算公式为：
$$z = \frac{x - X}{\sigma}$$

x—参加者检测结果；

X—指定值；

σ —能力评定标准差。

z 比分数的大小代表各实验室的结果 (x) 与稳健估计值的偏离程度，符号“+”和“-”代表与稳健估计值的偏离方向。以下列准则评价参加者的结果，即：

| z | < 3.0 为合格结果；

| z | ≥ 3.0 为不合格结果，行动信号。

参加者宜根据行动信号对其测量程序进行检查，以防止新生问题或复发问题的出现。

3 统计结果处理及能力评价

3.1 结果数据的频率分布

将各参试实验室的结果进行汇总、统计、专业判断剔除粗大误差（如抄写错误、样品数据报错、小数点错误等），经技术分析，本次实验室结果均不存在异常值，因此无需进行异常值的剔除，统计每组结果分组数据的频率，根据分组及频率作直方图和正态分布曲线图（见附录B）。频率柱状分布图表明本次能力验证回收的结果总体单峰特征明显，近似对称分布，因此可以采用稳健统计方式进行数据处理。

3.2 统计分析的具体方法

采用稳健（Robust）统计技术确定指定值和能力评定标准差，即采用稳健统计的中位值作为指定值，标准化四分位距（NIQR）作为能力评定标准差。

按递增顺序排列 p 个数据，表示为：

$x_1, x_2, \dots, x_i, \dots, x_p$ 。

这些数据的中位值，可按下式计算：

$$\text{med}(x) = \begin{cases} x_{(p+1)/2} & p \text{ 为奇数} \\ \{x_{(p/2)} + x_{(p/2+1)}\} / 2 & p \text{ 为偶数} \end{cases}$$

可按照下式计算IQR和NIQR：

$$\text{IQR} = Q_3 - Q_1;$$

$$\text{NIQR} = 0.7413 * \text{IQR}$$

注：因子0.7413是从“标准”正态分布中导出。

本次能力验证给出以下统计量：结果总数 N ，中位值，指定值 X 的不确定度，标准化四分位距（NIQR），变异系数（CV）。本次能力验证评价的参数为每个样品分别的 z 值。有关统计量的意义及相关计算方法参见 CNAS-GL002:2018《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》。

3.3 指定值的不确定度

指定值 X 的不确定度计算公式为： $u_x = 1.25 \times s^* / \sqrt{p}$

式中： S^* —稳健标准差；

p —参加实验室的数量。

由于本次能力验证各项目指定值的不确定度 $u_x < 0.3\sigma$ ，故结果评价时，指定值的不确定度可忽略不计。

3.4 统计量汇总

本次能力验证共有 97 家实验室参加，97 家参加实验室报告结果，检测结果统计量见表 6，实验室检测结果和统计评价数据见附录 A。

注：为便于统计和实验室查看，在本报告表 2~表 4 和附录 B 中将样品标识赋予不同颜色区别，其中**橙色**对应第 I 组样品，**紫色**对应第 II 组样品。

表 2 检测结果统计量汇总

项目	样品组别	结果数 (个)	中位值 (mg/L)	标准化四分位距 (NIQR) (mg/L)	指定值不确定度 u_x	变异系数 CV(%)
双酚 A 迁移量	I	48	0.14	0.0074	0.0013	5.3
	II	49	0.70	0.030	0.0054	4.3

3.5 合格结果、不合格结果参加者综述

97 家实验室参加双酚 A 迁移量项目的测试，97 家实验室提交结果，共 97 家实验室 97 个结果。97 家实验室中 94 家实验室获得合格结果，满意率为 96.9%，3 家实验室为不合格结果，占 3.1%。

提交结果的 97 家实验室中，强制实验室为 86 家，合格家数为 84 家，合格率为 97.7%，2 家实验室为不合格结果，占 2.1%；自愿参加实验室为 11 家，合格家数为 10 家，占 90.9%，不合格实验室家数为 1 家，占 9.1%。

本计划项目评判为合格的结果情况见表 10，不合格的结果情况见表 11。各参加者结果和结果评价见附录 A。

表 3 结果合格情况

项目	样品组别	强制实验室结果汇总			自愿实验室结果汇总			合格率 (%)
		结果数 (个)	合格结果数 (个)	合格率 (%)	结果数 (个)	合格结果数 (个)	合格率 (%)	
双酚 A 迁移量	I	39	38	97.4	9	8	88.9	95.8
	II	47	46	97.9	2	2	100	98.0

3.6 不合格参加者代码汇总

表 4 不合格实验室汇总表

项目	组别	结果 (个)	强制实验室结果汇总			自愿实验室结果汇总			
			不合格 (个)	代码	占比 (%)	结果 (个)	不合格 (个)	代码	占比 (%)
双酚 A 迁移量	I	39	1	097	2.6	9	1	036	11.1
	II	47	1	094	2.1	2	0	—	0

4 技术分析

4.1 检测方法与仪器的汇总统计

4.1.1 检测方法的汇总

具体为反馈结果的 97 家实验室中，有 67 家实验室采用《GB 31604.10-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚 A）迁移量的测定》对双酚 A 迁移量进行检测，有 64 家获得合格结果，合格率为 95.5%。30 家实验室采用《GB/T 23296.16-2009 食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚 A）的测定 高效液相色谱法》对双酚 A 迁移量进行检测，30 家实验室均获得合格结果，合格率为 100%，具体检测方法统计情况见表 5。

表 5 检测方法汇总表

测定方法	单位 (家)	结果数 (个)	合格结果数 (个)	满意率 (%)
GB 31604.10-2016	67	67	64	95.5
GB/T 23296.16-2009	30	30	30	100

4.2 方法的等效性评估

4.2.1 采用 F 检验和 t 检验评估方法的等效性

检测项目：双酚 A 迁移量

差异性分析原理：使用相关项目涉及的检测方法检测同一批次样品，相同方法测试 10 次，通过检测方法两两比对，进行 F 检验和 t 检验验证两个方法的精密度是否存在差异性。

检测方法：GB 31604.10-2016，GB/T 23296.16-2009

等效性评估结果具体见表 6~表 9：

表 6 方法等效性评价 F 检验结果（I 组）

F 检验结果		
检测方法	GB 31604.10-2016	GB/T 23296.16-2009
均方	0.00002	0.00001
F	1.58	
$F_{0.95(9,10)}$	3.02	
结论	$F < F_{0.95(9,10)}$, 表明两个方法检测结果的精密度无显著性差异	

表 7 方法等效性评价 t 检验结果（I 组）

T 检验结果		
检测方法	GB 31604.10-2016	GB/T 23296.16-2009
平均值	0.14	0.14
标准偏差	0.0037	0.0036
检测次数	10	10
t 值	1.153	
$t_{0.05(18)}$	2.101	
结论	$t < t_{0.05(18)}$, 表明两个方法检测结果无显著性差异	

表 8 方法等效性评价 F 检验结果（II 组）

F 检验结果		
检测方法	GB 31604.10-2016	GB/T 23296.16-2009
均方	0.00023	0.00020
F	1.14	
$F_{0.95(9,10)}$	3.02	
结论	$F < F_{0.95(9,10)}$, 表明两个方法检测结果的精密度无显著性差异	

表 9 方法等效性评价 t 检验结果 (II 组)

t 检验结果		
检测方法	GB 31604.10-2016	GB/T 23296.16-2009
平均值	0.71	0.70
标准偏差	0.014	0.013
检测次数	10	10
t 值	1.104	
$t_{0.05(18)}$	2.101	
结论	$t < t_{0.05(18)}$, 表明两个方法检测结果无显著性差异	

4.2.2 不同方法的统计量汇总

表 10 第 I 组检测结果统计量汇总

检测方法	结果数 (个)	中位值 (mg/L)	标准化四分位距 (NIQR) (mg/L)	指定值不 确定度 u_x	变异系数 CV(%)
GB 31604.10-2016	34	0.14	0.0074	0.0016	5.3

表 11 第 II 组检测结果统计量汇总

检测方法	结果数 (个)	中位值 (mg/L)	标准化四分位距 (NIQR) (mg/L)	指定值不 确定度 u_x	变异系数 CV(%)
GB 31604.10-2016	33	0.70	0.030	0.0065	4.2

表 12 第 I 组检测结果统计量汇总

检测方法	结果数 (个)	中位值 (mg/L)	标准化四分位距 (NIQR) (mg/L)	指定值不 确定度 u_x	变异系数 CV(%)
GB/T 23296.16-2009	14	0.14	0.0074	0.0025	5.3

表 13 第 II 组检测结果统计量汇总

检测方法	结果数 (个)	中位值 (mg/L)	标准化四分位距 (NIQR) (mg/L)	指定值不 确定度 u_x	变异系数 CV(%)
GB/T 23296.16-2009	16	0.70	0.033	0.010	4.8

结论：通过对项目检测方法原理、关键技术参数等方面的评估以及对各检测方法的精密度、检测结果两两比对，相关检测结果无显著性差异，该项目检测方法具有技术等效性。使用不同方法得到的统计量（中位值和标准化四分位距）均与 3.4 得到的统计量大致相同，因此，该项目检测方法具有技术等效性。

4.4 检测过程的质量控制

本次能力验证活动对该领域实验室的检测水平有了一定了解，达到预期的效果。但仍有少数家实验室出现了不合格的结果。现将实验室产生偏差的可能原因分析归纳如下：

4.4.1 标准物质的影响

标准物质是定量测试的基础，是检测过程质量控制的关键要素，正确的使用标准物质能够保证测量量值的准确和可靠。进行分析测量之前，应充分考察标准物质的来源，保证测量的溯源性，同时考虑标准物质的供应量、相关费用、可获得性及相关测量技术，选择和使用有证标准物质。标准物质的保存应在规定的储存条件下进行，并在有效期内使用，对于开封时间比较长的标准物质，建议进行标准物质期间核查。使用过程中，要使用经过检定的满足要求的玻璃仪器，并采用标准物质对相应的化学分析方法进行校准。

本次能力验证有少部分实验室未在原始记录中体现标准物质证书编号/提供

者等相关信息，为分析结果的溯源性增加了难度，希望各机构能够在原始记录中做好标准物质相关信息的填写。

4.4.2 标准曲线的配制过程

校准曲线是描述被测物含量与检测仪器响应值或指示量定量关系的曲线，实验室应采用校准曲线的分析方法保证定量结果。在样品测得信号值后，从校准曲线上可以查得其含量(或浓度)。校准曲线的绘制，直接影响到样品分析结果的准确与否。实验室应加强对校准曲线的管理控制，充分保证检测数据可靠和准确，是实验室防范风险、做好实验室质量管理的重要环节。确定校准曲线的线性范围是使用校准曲线及确保测量值准确可靠的前提。标准曲线的范围包括三个方面：一、测量系统正常操作条件下标准曲线应当尽可能覆盖被测量值的范围，二、标准曲线每个浓度大致等间隔分布在曲线上；三、线性相关系数应满足定量要求。

本次能力验证中涉及的两个检测方法均给出了推荐的校正曲线的线性范围，但实际操作中，建议实验室应进行预实验，关注样品的特性值含量在校正曲线中的位置，选择合适的校正曲线的线性范围，获得更准确的定量结果。

部分不合格实验室存在标准曲线的配制、及标准曲线线性范围选择不合适的问题，具体分析如下：代码为 016、094 的实验室线性范围选择不合适，影响了校准曲线的线性斜率，导致结果不准确。代码为 070、085 的实验室，其标准曲线线性相关系数满足要求，但线性范围选择过宽，均为 0.0 mg/L~1.0 mg/L 的范围，影响了标准曲线的斜率，从而影响了测量的准确性。代码为 052 的实验室线性范围为 0.0 mg/L~1.2 mg/L，线性范围选择过宽，且高点检出响应偏低，降低了线性的斜率。代码为 071 的实验室校准曲线线性范围过宽，且高浓度点的权重大，曲线斜率偏高，因此导致结果偏低。

针对以上线性范围选择不合适的实验室，建议线性范围选择为 0.02mg/L、0.05mg/L、0.1mg/L、0.15mg/L、0.2mg/L。代码为 097 的实验室使用的是单点法校准，其使用的标准溶液浓度过高导致实验室检测结果不准确，对于单点法

校准，建议实验室进行预实验，选择合适的加标浓度。

另外，建议部分实验室完善原始记录中关于校准曲线配制过程的相关记录，以便进行进一步的分析。

4.4.3 加标回收试验

加标回收试验是指在测定样品的同时，于同一样品的子样中加入一定量的标准物质进行测定，将其测定结果扣除样品的测定值，以计算回收率。加标的数量和质量应该与样品中的待测物质的量监控在同一个范围内，其中所应注意的规定如下所示：（1）加标量尽量与样品中待测物含量相等或相近，并应注意对样品体积的影响。（2）在样品中准备测量的物体含量与检出限接近时，加标的质量和数量应控制在校准的曲线较低浓度的范围。（3）在任何情况下加标量均不得大于待测物含量的 3 倍。（4）加标后的测量定值不能超出方法的测量的上限 90%。（5）样品准备的测量物质中的浓度高出校准曲线所处的中间浓度时，加标的物体浓度须控制在准备的测量物质浓度的 50%。

本次能力验证中，在代码为 024 的实验室的加标试验中，加标浓度为 0.45mg/L，其以样品的测定值作为真实值，计算得到加标样品的回收率为 96.2%，建议实验室以加标浓度（0.45mg/L）作为准确值，来预估样品的浓度，可参考下方计算过程：

实验室测定值的峰面积为：2802878，稀释后测定值的峰面积应为 1121151.2，加标后测定值峰面积为：3035024，因此样品的浓度为：

$$\frac{1121151.2}{3035024-1121151.2} \times 0.45\text{mg/L} \times 25\text{mL} \div 10\text{mL} = 0.659\text{mg/L}。$$

此方法可用于预估待测值结果，设计合适的校准曲线再进行准确定量。

4.4.4 其他影响因素

影响检测结果准确性的因素还有检测人员、仪器设备及其条件设置、环境条件、试剂材料等，实验室在检测过程中应对这些因素进行核查，以确保这些

因素得到合理有效的控制。最后，实验室应注意对参试指导书的解读，按要求反馈检测结果。

5 总结

本次能力验证样品采用加工定制的塑料杯作为样品，样品按照设计浓度进行加工制备，充分的保证了样品的均匀性。样品基质与日常检测样品基体相似，有利于考察各实验室的实际检测水平，用此能力验证样品考察参加实验室的实际检测能力，具有很强的现实意义。

本次能力验证计划的参加实验室覆盖了全国 22 个省、自治区和直辖市，全国共有 97 家实验室参加。参加实验室类别涉及海关系统实验室、质量监督系统实验室和第三方检测机构，充分说明此次能力验证计划具有广泛的参与性和代表性。

本次能力验证计划，从方案的设计到实施，得到了市场监管总局、相关技术和统计专家的大力指导和帮助，从而使得本次能力验证计划方案实施严谨、进展顺利，获得参加实验室的广泛认可。

6 建议

本次能力验证个别实验室结果出现可疑或不满意情况，建议这些实验室参照本报告给出的信息，根据相关的标准和规范，结合自身的实际，认真对本实验室的数据进行评估，真正找出差距和问题所在，制定纠正措施，有效整改，对检测结果进行有效的质量控制，持续保持和提高技术能力及管理水平。

参加实验室提交结果时，建议严格按照参试指导书及能力验证平台在线结果提交的要求进行提交，以便协调者最后的统计分析。同时也建议参加实验室加强对上报结果和实验过程相关信息的审核。另外，存在实验室在能力验证平台在线报名时，选错报名项目的问题，建议实验室在线报名时，请务必仔细核对所报名项目的项目编号以及项目名称，避免出现选错报名项目等问题。

7 能力验证组织情况

7.1 计划的组织者

国家市场监督管理总局认可与检验检测监督管理司

联系人：郭栋

7.2 计划协调者

承担单位：中国检验检疫科学研究院测试评价中心

负责人：陈冬东

协作单位：大连中食国实检测技术有限公司

联系人：史立娟

7.3 技术运作人员

陈冬东、余丽波、卜丹丹、杨昭颖、霍思宇、董静、雷思佳、彭涛

7.4 数理统计人员

余丽波、卜丹丹、杨昭颖、霍思宇、董静、白雅欣、彭涛

7.5 本报告编写人员

余丽波、杨昭颖、卜丹丹、霍思宇

参考文献

1. CNAS-RL02:2018 《能力验证规则》
2. CNAS-GL002:2018 《能力验证结果的统计处理和能力评价指南》
3. CNAS-GL003:2018 《能力验证样品均匀性和稳定性评价指南》
4. ISO 13528:2015 《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》
5. CNAS-GL032:2018 《能力验证的选择核查与利用指南》

附录 A 参加者结果和结果评价

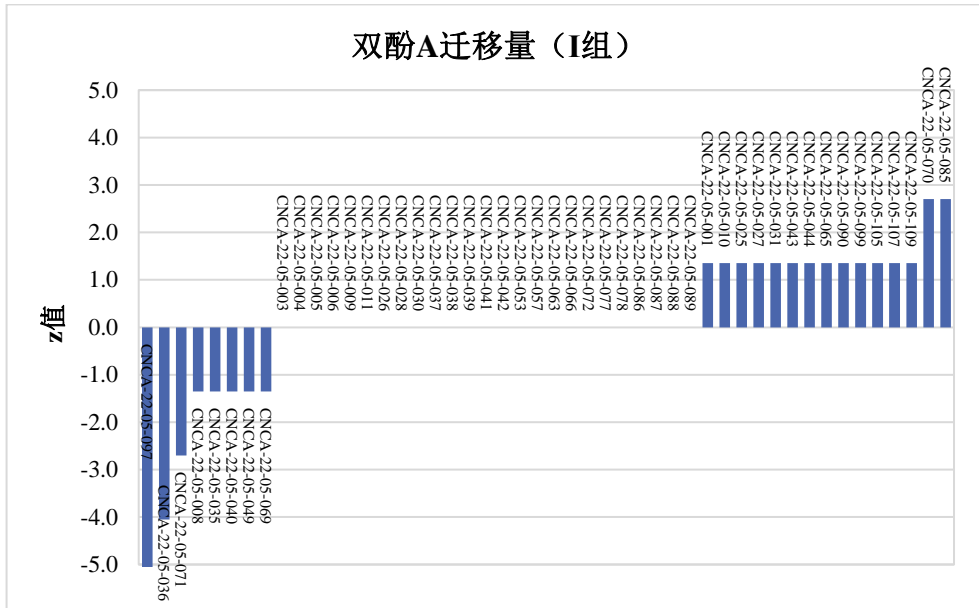
附表 A-1 参加者结果和结果评价汇总表（双酚 A 迁移量）

实验室代码	22-Wxxx 样品		双酚 A		
	编号	组别	W 结果 (mg/L)	z(W)	检测方法
CNCA-22-05-001	22-W186	I	0.15	1.4	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-003	22-W371	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-004	22-W523	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-005	22-W515	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-006	22-W753	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-008	22-W919	I	0.13	-1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-009	22-W794	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-010	22-W509	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-011	22-W771	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-012	22-W379	II	0.68	-0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-013	22-W215	II	0.72	0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-014	22-W672	II	0.70	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-015	22-W708	II	0.66	-1.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-016	22-W776	II	0.78	2.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-017	22-W648	II	0.71	0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-018	22-W871	II	0.70	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-019	22-W274	II	0.67	-1.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-020	22-W568	II	0.70	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-021	22-W715	II	0.68	-0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-022	22-W854	II	0.64	-2.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-023	22-W430	II	0.70	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-024	22-W600	II	0.63	-2.3	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-025	22-W485	I	0.15	1.4	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-026	22-W817	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-027	22-W101	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-028	22-W239	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-030	22-W525	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-031	22-W642	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-033	22-W208	II	0.69	-0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-035	22-W369	I	0.13	-1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-036	22-W160	I	0.11	-4.1	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-037	22-W865	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016

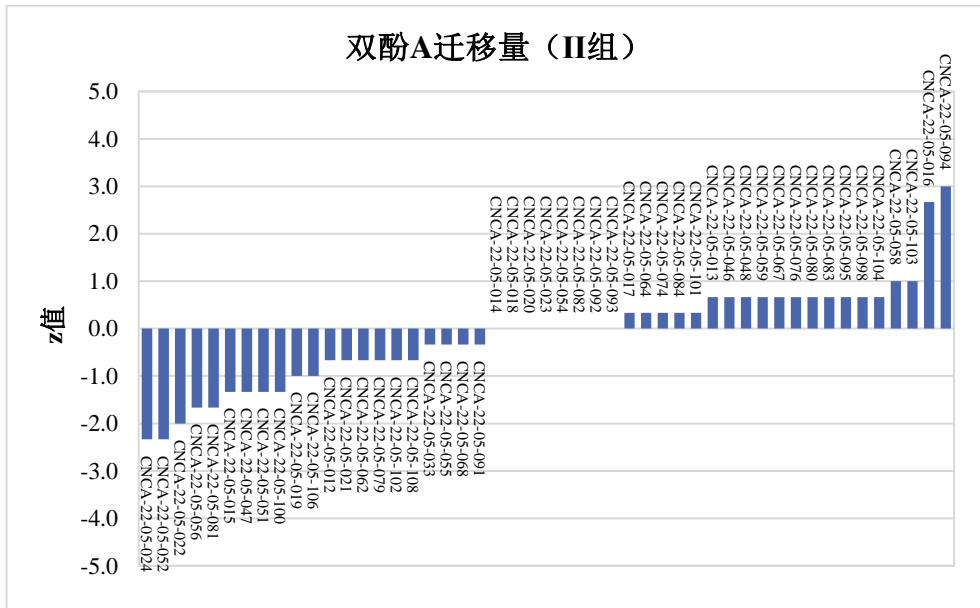
实验室代码	22-Wxxx 样品		双酚 A		
	编号	组别	W 结果 (mg/L)	z(W)	检测方法
CNCA-22-05-038	22-W150	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-039	22-W820	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-040	22-W741	I	0.13	-1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-041	22-W502	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-042	22-W361	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-043	22-W736	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-044	22-W491	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-046	22-W482	II	0.72	0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-047	22-W390	II	0.66	-1.3	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-048	22-W194	II	0.72	0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-049	22-W791	I	0.13	-1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-051	22-W453	II	0.66	-1.3	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-052	22-W683	II	0.63	-2.3	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-053	22-W898	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-054	22-W679	II	0.70	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-055	22-W970	II	0.69	-0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-056	22-W887	II	0.65	-1.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-057	22-W790	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-058	22-W629	II	0.73	1.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-059	22-W809	II	0.72	0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-062	22-W987	II	0.68	-0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-063	22-W627	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-064	22-W446	II	0.71	0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-065	22-W711	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-066	22-W262	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-067	22-W788	II	0.72	0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-068	22-W332	II	0.69	-0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-069	22-W429	I	0.13	-1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-070	22-W945	I	0.16	2.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-071	22-W864	I	0.12	-2.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-072	22-W695	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-074	22-W251	II	0.71	0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-076	22-W314	II	0.72	0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-077	22-W207	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-078	22-W769	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-079	22-W554	II	0.68	-0.7	GB 31604.10-2016

实验室代码	22-Wxxx 样品		双酚 A		
	编号	组别	W 结果 (mg/L)	z(W)	检测方法
CNCA-22-05-080	22-W494	II	0.72	0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-081	22-W275	II	0.65	-1.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-082	22-W413	II	0.70	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-083	22-W879	II	0.72	0.7	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-084	22-W869	II	0.71	0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-085	22-W529	I	0.16	2.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-086	22-W681	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-087	22-W213	I	0.14	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-088	22-W541	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-089	22-W816	I	0.14	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-090	22-W221	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-091	22-W501	II	0.69	-0.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-092	22-W540	II	0.70	0.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-093	22-W571	II	0.70	0.0	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-094	22-W193	II	0.79	3.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-095	22-W415	II	0.72	0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-097	22-W847	I	0.094	-6.2	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-098	22-W700	II	0.72	0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-099	22-W128	I	0.15	1.4	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-100	22-W162	II	0.66	-1.3	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-101	22-W323	II	0.71	0.3	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-102	22-W655	II	0.68	-0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-103	22-W104	II	0.73	1.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-104	22-W747	II	0.72	0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-105	22-W730	I	0.15	1.4	GB/T 23296.16-2009
CNCA-22-05-106	22-W188	II	0.67	-1.0	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-107	22-W442	I	0.15	1.4	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-108	22-W114	II	0.68	-0.7	GB 31604.10-2016
CNCA-22-05-109	22-W137	I	0.15	1.4	GB/T 23296.16-2009

注：|z|≤3.0 为合格结果；|z|>3.0 为不合格结果。

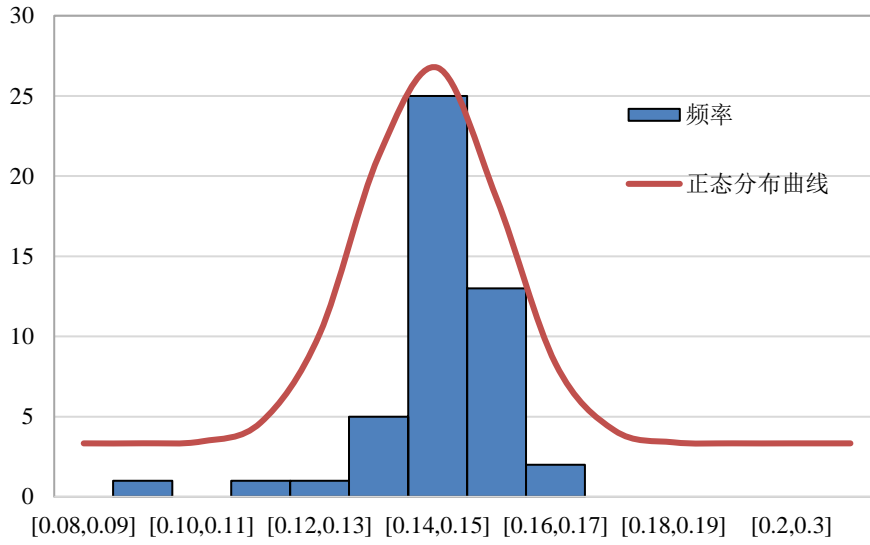


附图 A-1 参加者结果 z 比分数柱状图-双酚 A 迁移量 (I组)

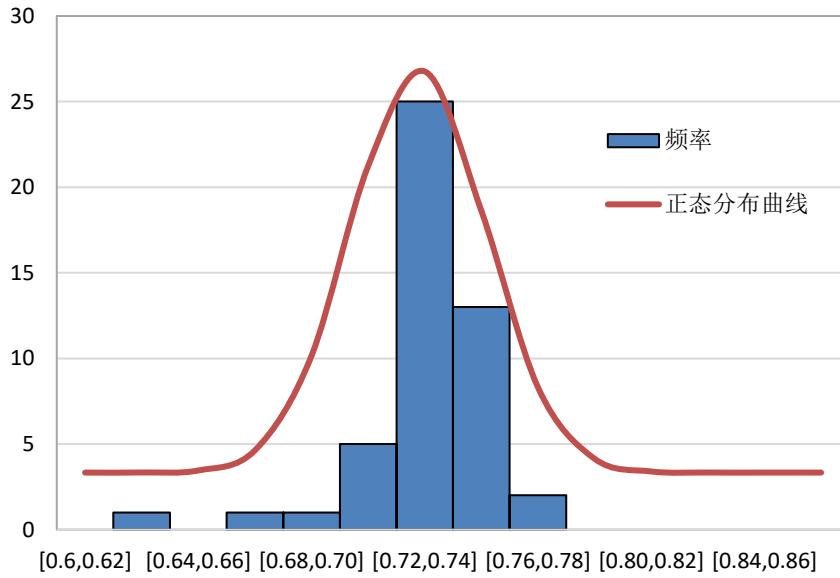


附图 A-2 参加者结果 z 比分数柱状图-双酚 A 迁移量 (II组)

附录 B 实验室结果分布情况



附图B-1 第I组检测结果分布情况



附图B-2 第II组检测结果分布情况

附录 C 样品均匀性和稳定性检验

C1 均匀性检验

C1-1 均匀性检验数据及统计量-发样前（双酚 A 迁移量）

双酚 A 迁移量, I 组				双酚 A 迁移量, II 组			
序号	结果 (mg/L)	序号	结果 (mg/L)	序号	结果 (mg/L)	序号	结果 (mg/L)
1	0.14	16	0.14	1	0.68	16	0.72
2	0.14	17	0.14	2	0.72	17	0.71
3	0.14	18	0.14	3	0.71	18	0.71
4	0.14	19	0.14	4	0.69	19	0.70
5	0.14	20	0.14	5	0.72	20	0.68
6	0.14	21	0.14	6	0.67	21	0.68
7	0.14	22	0.15	7	0.69	22	0.68
8	0.14	23	0.14	8	0.66	23	0.69
9	0.14	24	0.14	9	0.72	24	0.67
10	0.14	25	0.14	10	0.69	25	0.70
11	0.14	26	0.14	11	0.67	26	0.69
12	0.14	27	0.14	12	0.68	27	0.66
13	0.14	28	0.15	13	0.72	28	0.66
14	0.14	29	0.14	14	0.72	29	0.72
15	0.15	30	0.14	15	0.69	30	0.70
统计量	$\bar{x}_I=0.14$, $S=0.0037$ 测量方法的精密度: 10%			$\bar{x}_{II}=0.69$, $S=0.0174$ 测量方法的精密度: 10%			
	$SD = 10\% \times 0.14 = 0.014$			$SD = 10\% \times 0.69 = 0.069$			
	$0.3\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2} = 0.3 \times 10\% \times 0.14$ $= 0.0042$			$0.3\sigma_{pt} = \sqrt{\sigma_R^2} = 0.3 \times 10\% \times 1.30$ $= 0.0207$			
结论	$S < SD$, $S_S < 0.3\sigma_{pt}$ 该组样品是均匀的。			$S < SD$, $S_S < 0.3\sigma_{pt}$ 该组样品是均匀的。			

表 C1-2 均匀性检验统计量-结果回收后（双酚 A 迁移量）

项目	双酚 A 迁移量, I 组	双酚 A 迁移量, II 组
统计量	$S_s = 0.0015$	$S_s = 0.0043$
	$0.3\sigma = 0.0022$	$0.3\sigma = 0.009$
结论	$S_s < 0.3\sigma$, 该组样品是均匀的。	$S_s < 0.3\sigma$, 该组样品是均匀的。

C2 稳定性检验

表 C2-1 模拟运输条件下稳定性 t 检验数据

序号	双酚 A 迁移量, I 组		双酚 A 迁移量, II 组	
	X_1 (mg/L)	X_2 (mg/L)	X_1 (mg/L)	X_2 (mg/L)
1	0.14	0.14	0.72	0.69
2	0.14	0.14	0.70	0.72
3	0.14	0.14	0.66	0.72
4	0.14	0.14	0.71	0.63
5	0.15	0.15	0.70	0.73
6	0.15	0.15	0.70	0.68
7	0.15	0.15	0.66	0.68
8	0.14	0.14	0.63	0.66
9	0.14	0.14	0.65	0.73
10	0.14	0.14	0.73	0.70
11	0.14	0.14	0.71	0.70
12	0.14	0.15	0.69	0.72
统计量	$t = 0.0469$		$t = 0.5617$	
结论	$t < t_{\alpha(n_1+n_2-2)}$, 该组样品是稳定的。		$t < t_{\alpha(n_1+n_2-2)}$, 该组样品是稳定的。	

表 C2-2 模拟贮存条件下稳定性检验数据-第 0-60 天 (常温 25°C)

时间间隔	序号	双酚 A 迁移量, I 组		双酚 A 迁移量, II 组	
		X_1 (mg/L)	X_2 (mg/L)	X_1 (mg/L)	X_2 (mg/L)
0 天	1	0.14	0.14	0.68	0.72
	2	0.14	0.14	0.71	0.70
	3	0.14	0.14	0.72	0.71
(第 0 天) 统计量		$t=0.8401$		$t=0.9439$	
5 天	4	0.14	0.14	0.71	0.68
	5	0.14	0.14	0.69	0.72
	6	0.15	0.14	0.69	0.68
(0-5 天) 统计量		$t=0.5899$		$t=0.2684$	
10 天	7	0.15	0.15	0.69	0.72
	8	0.14	0.14	0.71	0.68
	9	0.14	0.14	0.68	0.72
(0-10 天) 统计量		$t=0.3378$		$t=0.9440$	
30 天	10	0.15	0.14	0.72	0.70
	11	0.14	0.14	0.68	0.70
	12	0.14	0.14	0.71	0.66
(0-30 天) 统计量		$t=0.9010$		$t=0.2205$	
60 天	13	0.14	0.14	0.71	0.68
	14	0.14	0.14	0.71	0.69
	15	0.14	0.14	0.70	0.71
(0-60 天) 统计量		$t=1.3159$		$t=0.2531$	
结论		$t < t_{\alpha(n_1+n_2-2)}$		$t < t_{\alpha(n_1+n_2-2)}$	

经 t 检验验证，样品稳定性符合要求。

表 C2-3 模拟贮存条件下稳定性检验数据-结果回收后（常温 25℃）

序号	双酚 A 迁移量, I 组		双酚 A 迁移量, II 组	
	X_1 (mg/L)	X_2 (mg/L)	X_1 (mg/L)	X_2 (mg/L)
1	0.15	0.14	0.71	0.72
2	0.14	0.14	0.68	0.71
3	0.14	0.15	0.71	0.73
4	0.14	0.14	0.70	0.68
5	0.14	0.15	0.72	0.67
6	0.14	0.14	0.69	0.67
7	0.14	0.14	0.67	0.72
8	0.14	0.14	0.71	0.71
9	0.14	0.14	0.68	0.70
10	0.15	0.14	0.72	0.70
11	0.14	0.14	0.66	0.70
12	0.14	0.14	0.70	0.70
平均值 X	0.142		0.70	
均匀性检验 平均值 Y	0.140		0.69	
能力验证标 准偏差 0.3σ	0.0022		0.0090	
$ X-Y $	0.0020		0.0087	
经 $ X-Y \leq 0.3\sigma$ 验证，样品稳定性符合要求。				

附录 D 参试指导书

CNCA-22-05(2022) 食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定 能力验证

参 试 指 导 书

欢迎参加中国检验检疫科学研究院测试评价中心组织的食品接触材料及制品中双酚 A 迁移量的测定能力验证计划（CNCA-22-05(2022)）。

为了保证此次能力验证的顺利实施，请在测试前仔细阅读以下说明。

1. 样品基质：塑料杯。测试项目：双酚 A 迁移量。每个实验室发送 1 份样品，一份样品包含两个塑料杯，用于平行实验，实验室需反馈一个检测结果，计算结果以两次独立测定结果的算术平均值表示。测试项目和样品标识如下：

CNCA-22-05(2022) 22-Wxxx 食品接触材料及制品中双酚 A 迁移量的测定
--

其中“22”代表年度，字母“W”代表样品，“xxx”代表 3 位随机数字，每个样品的标识均具有唯一性。

2. 样品采用同浓度同袋包装；样品常温运输，到达实验室后，常温保存。短期常温运输（3-7 天）对样品无影响，请放心检测。

3. 收到样品当日，请立即登录能力验证平台 www.acas.com.cn 进行样品确认。如样品出现异常情况请及时电话告知联系人。**如不及时进行样品确认，将无法提交结果。**

4. 样品开封后请立即进行测定，避免样品污染影响检测结果。

5. 迁移实验：参照 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》；

食品模拟物：10%乙醇水溶液；

双酚 A 迁移实验处理方法：取其预期接触食品的接触面作为测试面，无需清洗，采用灌装法加入 200mL 预先升温至 70°C 的浸泡液（10%乙醇水溶液）浸泡样品，加盖，于 70°C 恒温静置，2h 进行迁移实验，按检测方法进行检测。

6. 检测方法：**应优先选择各实验室常用方法，反馈结果时请详细注明方法号**（包括非标方法或实验室内部方法）。推荐使用方法 GB 31604.10-2016 《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚 A）迁移量的测定》。

7. 结果报告：**结果汇报以食品模拟物中双酚 A 的浓度计，单位为 mg/L，保留两位有效数字。**

8. 收到样品起 **7 个工作日内**，请登录能力验证平台 **www.acas.com.cn** 提交检测结果，正式检测报告（盖章）和相关原始记录请通过附件形式上传（大小不超过 10M），无需反馈纸质内容。**结果提交后将无法更改，请务必仔细核对后再提交。**

9. 本次能力验证样品均匀性、稳定性评价的检测工作为分包，分包方为获得相关资质的检测实验室。

联系方式：

中国检验检疫科学研究院 测试评价中心

联系人：杨昭颖 余丽波

地 址：北京市亦庄经济技术开发区荣华南路 11 号 100176

电 话：400-800-1061

邮 箱：service@acas.com.cn

能力验证平台：www.acas.com.cn

附录 E 结果提交

填写内容	实验室填写部分
W样品编号	
W样品平行结果 1 (mg/L)	
W样品平行结果 2 (mg/L)	
W样品平均结果 (mg/L)	
检测方法名称及其所依据的标准	
检测仪器	
检测仪器厂家及型号	
标准物质证书编号/提供者	
标准曲线浓度范围	
定量限 (mg/L)	
检出限 (mg/L)	
回收率 (%)	

附录 F 报名邀请

关于邀请参加市场监管总局 2022 年国家级 能力验证计划“食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定”的通知

各有关检验检测机构：

按照《市场监管总局办公厅关于开展 2022 年国家级检验检测机构能力验证工作的通知》（市监检测发〔2022〕19 号，以下简称《通知》）要求，中国检验检疫科学研究院测试评价中心与大连中食国实检测技术有限公司联合承担“食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定”（项目编号：CNCA-22-05）能力验证项目，由中国检验检疫科学研究院测试评价中心负责项目的具体实施工作。现将有关事项通知如下：

一、检测项目及方法

（一）检测项目

双酚 A 迁移量。

（二）检测样品

食品接触材料塑料制品（具体基质以《参试指导书》为准）。

（三）检测方法

实验室应优先采用日常采用的检测方法，组织者推荐使用《GB 31604.10-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚 A）迁移量的测定方法》及其他等效方法。

二、参加机构

（一）必须参加的机构

按《通知》规定，具备食品接触材料类产品中双酚 A 迁移量检测能力项目（参数）检测能力的国家级资质认定检验检测机构必须参加本次能力验证项目。

（二）自愿参加的机构

省级市场监管部门颁发资质认定证书的检验检测机构和其他具备双酚 A 迁移量检测能力的检验检测机构可以自愿参加本次能力验证。鼓励社会组织、企业实验室及其它检验检测机构参加。

三、报名方式

为保证此次能力验证计划的顺利进行，请各参试实验室于 2022 年 7 月 1 日前，通过中国检验检疫科学研究院测

试评价中心能力验证平台 (www.acas.com.cn) 注册并报名 (项目编码: CNCA-22-05, 计划名称: 2022 年国家级能力验证计划-食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定)。

四、费用缴纳

(一) 《通知》中规定必须参加此次能力验证的实验室不需缴纳参加费用。

(二) 自愿报名参加此次能力验证的实验室, 需向项目承担单位支付能力验证费用 900 元。请于 2022 年 7 月 8 日前汇款至指定账户, 汇款时备注“CNCA-22-05+汇款识别码”。

(三) 汇款账户信息

户 名: 中国检验检疫科学研究院

开户行: 交通银行股份有限公司北京自贸试验区支行

账 号: 110060436018010001624

行 号: 301100000154

税 号: 12100000717812313J

五、注意事项

(一) 出于对参加者身份保密原则, 报名后每个参加实验室将被赋予一个唯一性代码, 在项目实施过程中, 凡

说明参加者检测结果和能力评价时均以代码表示。后续的样品寄送物流跟踪、样品确认、结果提交、结果通知单/证书物流、技术报告下载等步骤均在中国检验检疫科学研究院测试评价中心能力验证平台 (www.acas.com.cn) 进行。

(二) 报名后, 需进入“我的购物车”进行结算, 收货地址填写完整并点击“提交订单”。提交订单后将发票信息、电话、邮箱补充完整并提交。发票开具进度及邮寄物流信息可在“我的财务”中查看。

(三) 具备食品接触材料类产品中双酚 A 迁移量检测能力项目(参数)检测能力的国家级资质认定检验检测机构, 必须以国家级资质认定证书中实验室名称进行报名。

(四) 能力验证结果不满意的参加者, 应及时进行整改。如果技术能力不满足资质认定要求, 应自行暂停相关检验检测活动, 直至技术水平得到有效验证后方可恢复检验检测活动。

(五) 对未按照《通知》要求参加国家级能力验证的检验检测机构, 市场监管总局(国家认监委)将根据《检验检测机构资质认定管理办法》第四十二条的规定进行处理。

(六) 各单位在参加能力验证过程中如遇到问题，请及时与实施单位或市场监管总局认可检测司检验检测能力验证处联系。

六、联系方式

网站平台及财务咨询：400-800-1061

联系邮箱：service@acas.com.cn

项目联络人：杨昭颖 010-53897846

项目负责人：陈冬东 010-53897820

中国检验检疫科学研究院测试评价中心

2022 年 4 月 11 日

附录 G 能力验证结果通知单

编号：CNCA-22-05-xxx

能力验证计划结果通知单

计划编号及名称：CNCA-22-05 食品接触材料及制品双酚 A 迁移量的测定

实验室名称：

实验室代码：CNCA-22-05-xxx

检测结果及评价

检测项目	样品		贵实验室结果 (mg/L)	贵实验室检测方法	指定值 (mg/L)	z 值
	编号	组别				

注： $|z| \leq 2.0$ 为满意结果； $2.0 < |z| < 3.0$ 为可疑结果； $|z| \geq 3.0$ 为不满意（离群）结果。

※更多信息请登录中国检科院测试评价中心能力验证平台 www.acas.com.cn 查看。

.....
拟稿人：

审核人：

签发人：

签发日期：

附录 H.1 检测方法（GB 31604.10-2016）

食品安全国家标准食品接触材料及制品 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚 A）迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品(聚氯乙烯、聚碳酸酯、环氧树脂及其成型品)中双酚 A 迁移量的测定方法。本标准适用于食品接触材料及制品(聚氯乙烯、聚碳酸酯、环氧树脂及其成型品)中双酚 A 迁移量的液相色谱-质谱/质谱检测。

2 原理

对于食品接触材料及制品(聚氯乙烯、聚碳酸酯、环氧树脂及其成型品)的食品模拟物采用液相色谱-质谱/质谱进行检测,其中水基、酸性食品、酒精类食品模拟物直接进样,油基食品模拟物通过甲醇溶液萃取后进样利用液相色谱-质谱/质谱方法对食品模拟物中的双酚 A 进行检测,方法采用外标峰面积法定量。

3 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/T6682 规定的一级水。试验中容器及转移器具应避免使用塑料材质。

3.1 试剂

3.1.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物：所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

3.1.2 正己烷(C_6H_{14})：色谱纯。

3.1.3 甲醇(CH_3OH)：色谱纯。

3.2 试剂配制

3.2.1 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物：按 GB 5009.156 操作。

3.2.2 甲醇-水混合液(1+1)：量取 100mL 甲醇(3.1.3)和 100mL 水，混匀。

3.3 标准品

双酚 A(C₁₅H₁₆O₂):纯度 ≥99%。

3.4 标准溶液配制

3.4.1 双酚 A 标准贮备溶液(1000mg/L):准确称取双酚 A 标准品 10mg(精确至 0.01mg), 用甲醇定容至 10mL。

3.4.2 双酚 A 标准中间溶液(10mg/L): 吸取 1.0mL 双酚 A 贮备液用甲醇定容至 100mL。

3.5 仪器和设备

3.5.1 液相色谱串联四级杆质谱仪: 带电喷雾离子源(ESI)。

3.5.2 涡旋振荡器。

3.5.3 微量注射器:10μL、50μL、1000μL。

3.5.4 分析天平: 感量 0.0001g、0.01g。

3.5.5 恒温恒湿箱。

3.5.6 0.2μm 尼龙滤膜针式过滤器。

4 分析步骤

4.1 标准工作溶液及试样制备

4.1.1 标准工作溶液的制备

4.1.1.1 水基、酸性食品、酒精类食品模拟物标准工作溶液

准确吸取双酚 A 标准中间溶液 0mL、0.01mL、0.05mL、0.1mL、0.5mL、1.0mL 于 10mL 容量瓶中, 用水定容, 得到双酚 A 浓度分别为 0.00 mg/L、0.01 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0mg/L 的标准工作液。采用同样方式, 分别用对应水基、酸性食品、酒精类食品模拟物配置同样浓度系列的双酚 A 标准工作溶液。

4.1.1.2 油基食品模拟物标准工作溶液

分别称取 1g (精确至 0.01g) 油基食品模拟物至 7 个具塞试管中,用经重量法校准的微量玻璃注射器分别移取 0mL、0.01mL、0.03mL、0.05mL、0.07mL、0.1mL、0.3mL 双酚 A 标准中间溶液于试管中,得到浓度分别为 0.00mg/kg、0.10mg/kg、0.30mg/kg、0.50mg/kg、0.70mg/kg、1.0mg/kg、3.0mg/kg 的标准工作溶液。分别在每个试管中再加入 3mL 正己烷,混匀,加入 2mL 甲醇-水混合液(1+1),涡旋振荡 2min,静置分层。用玻璃注射器吸取下层水溶液,通过 0.2 μ m 尼龙滤膜过滤后供测定用。

4.1.2 食品模拟物试液的制备

4.1.2.1 总则

本标准食品模拟试验采用水基、酸性食品、酒精类、油基食品模拟物,可以包括水基、酸性食品、酒精类食品和脂肪类食品。所需试液通过迁移试验获取,可在 4℃冰箱中避光保存一周。

4.1.2.2 迁移试验

按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求,对样品进行迁移试验,得到食品模拟物试液。

4.1.2.3 浸泡液的处理

4.1.2.3.1 水基、酸性食品、酒精类食品模拟物准确量取迁移试验中得到的水基、酸性食品、酒精类食品模拟物约 1mL,通过 0.2 μ m 滤膜过滤后供测定用,平行制样 2 份。

4.1.2.3.2 油基食品模拟物

准确称取迁移试验中得到的油基食品模拟物 $1\text{g}\pm 0.01\text{g}$ 于试管中,加入 3mL 正己烷,混匀,加入 2mL 甲醇-水混合液(1+1),涡旋振荡 2min,静置分层。用注射器吸取下层水溶液,通过 0.2 μ m 滤膜过滤后供测定用。平行制样 2 份。

4.1.3 空白试液的制备

按照 4.1.2.3 的操作处理未与食品接触材料接触的食品模拟物。

4.2 仪器参考条件

4.2.1 液相色谱条件

色谱柱： C_{18} 柱，柱长 150mm，内径 4.6mm，粒度 $5\mu\text{m}$ ，或同等性能的色谱柱（以 0.1mg/L 水基双酚 A 标准溶液测定，双酚 A 色谱峰理论塔板数不低于 2000 片/m）。

流动相：甲醇-水-氨水(70+30+0.1)。

流速：0.5mL/min。

柱温：室温。

进样量：1 μL 。

4.2.2 质谱条件

离子化模式：电喷雾电离负离子模式(ESI-)。

质谱扫描方式：多反应监测(MRM)。

其他质谱参考条件参见附录 A 中 A.1。

4.3 食品模拟物试样溶液的测定

4.3.1 定量测定

将试样溶液注入液相质谱仪中，得到峰面积,根据标准曲线得到待测液中双酚 A 的浓度。

4.3.2 定性测定

按照仪器参考条件(4.2)测定食品模拟物试样溶液和标准工作溶液,如果食品模拟物试样溶液的质量色谱峰保留时间与标准溶液在 $\pm 2.5\%$ 范围内;定性离子对的相对丰度与浓度相当的混合基质标准溶液的相对丰度一致，相对丰度偏差不超过表 1 的规定，则可判断样品中存在相应的待测物。

表 1 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度, k/%	k ≥ 50	20 < k < 50	10 < k ≤ 20	k ≤ 10
允许的相对偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

4.4 空白试验

空白试验系指除不加试样外,采用完全相同的分析步骤、试剂和用量,进行平行操作。

5 分析结果的表述

5.1 绘制标准工作曲线

按照 4.2 所列测定条件,对标准工作溶液(4.1.1)进行检测,测定相应的峰面积。以食品模拟物标准工作曲线中双酚 A 浓度为横坐标,以对应的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线,得到线性方程。食品模拟物试液中双酚 A 浓度按式(1)计算:

$$c = \frac{y - b}{a} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c——食品模拟物试液中双酚 A 的浓度,单位为毫克每升(mg/L)或毫克每千克(mg/kg);

y——食品模拟物试液中双酚 A 的峰面积;

b——回归曲线的截距;

a——回归曲线的斜率。

5.2 双酚 A 特定迁移量的转化计算

由 5.1 得到的食品模拟物试液中双酚 A 浓度,根据迁移实验中所使用的食品模拟物的体积和测试试样与食品模拟物检出面积,通过数学换算计算出双酚 A 的特定迁移量,单位以(mg/kg)或(mg/dm²)表示。具体操作参考 GB 5009.156 的规定。计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表

示，结果保留两位有效数字。

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算术平均值的 10%。

7 其他

本方法对水基、酸性食品、酒精类食品模拟物中双酚 A 的检出限为 0.001mg/L,油基食品模拟物中双酚 A 的检出限为 0.01mg/kg。

本方法对水基、酸性食品、酒精类食品模拟物中双酚 A 的定量限为 0.01mg/L,油基食品模拟物中双酚 A 的定量限为 0.10mg/kg。

参考质谱条件

- a) 雾化气：207Pa(即 30psi)；
- b) 喷雾电压：500V；
- c) 毛细管电压：3500V；
- d) 气流速度：8L/min；
- e) 气流温度：330℃；
- f) 鞘气(N₂)流速：11L/min；
- g) 鞘气(N₂)温度：250℃；
- h) 其他质谱参数见表 A.1。

表 A.1 双酚 A 的主要参考质谱参数

化合物	母离子 <i>m/z</i>	子离子 <i>m/z</i>	驻留时间 ms	碎裂电压 V	碰撞能量 eV
双酚 A	227	211.9 ^a	200	125	10
	227	132.8	200	125	20
^a 离子为定量离子。					
注：对于不同质谱仪器，仪器参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。					

附录 H.2 检测方法（GB/T 23296.16-2009）

食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中 2,2-二（4-羟基苯基）丙烷（双酚 A）的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了食品模拟物中双酚 A 的测定方法。

本标准适用于水、3%（质量浓度）乙酸溶液、10%（体积分数）乙醇溶液和橄榄油四种食品模拟物中双酚 A 含量的测定。

水、3%（质量浓度）乙酸溶液和 10%（体积分数）乙醇溶液三种水基食品模拟物中双酚 A 的测定底限为 0.03mg/L，橄榄油中双酚 A 的测定低限为 0.3mg/kg。

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 6682 分析实验室用水规格和试验方法（GB/T 6682-2008，ISO 3696:1987，MOD）。

GB/T 23296.1-2009 食品接触材料塑料中受限物质塑料中物质向食品及食品模拟物特定迁移试验和含量测定方法以及食品模拟物暴露条件选择的指南。

3 原理

食品模拟物中的双酚 A 通过高效液相色谱柱进行分离，采用荧光检测器进行检测。水基食品模拟物直接进样，橄榄油模拟物通过甲醇溶液萃取后进样。采用外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，水为 GB/T 6682 规定的一级水，试剂均为分析纯。

4.1 双酚 A ($C_{15}H_{16}O_2$, CAS 号: 80-05-7): 纯度大于 99%。

4.2 冰乙酸。

4.3 无水乙醇。

4.4 精制橄榄油。

4.5 正己烷: 色谱纯。

4.6 甲醇: 色谱纯。

4.7 3% (质量浓度) 乙酸溶液: 称取 30g (精确至 0.1g) 冰乙酸 (4.2) 于 1L 容量瓶中, 用水定容。

4.8 10% (体积分数) 乙醇溶液: 量取 100mL 无水乙醇 (4.3) 于 1L 容量瓶中, 用水定容。

4.9 甲醇-水混合液 (1+1): 量取 100mL 甲醇 (4.6) 和 100mL 水, 混匀。

4.10 双酚 A 储备液 (375mg/L): 准确称取 37.5mg 双酚 A (精确至 0.1mg) (4.1) 至 100mL 容量瓶中, 用甲醇 (4.6) 定容。在 $-20^{\circ}C \sim 20^{\circ}C$ 条件下避光保存, 密封的双酚 A 储备液浓度在 3 个月内保持稳定。

4.11 双酚 A 标准中间液 (37.5mg/L): 取 10mL 双酚 A 储备液 (4.10) 于 100mL 容量瓶中, 用甲醇 (4.6) 定容。

5 仪器与设备

5.1 高效液相色谱仪: 配置荧光检测器。

5.2 涡旋振荡器。

5.3 微量注射器: 10 μ L、50 μ L、1000 μ L。

5.4 具塞试管: 10 μ L。

5.5 分析天平：感量 0.0001g、0.01g。

6 试液的制备

6.1 标准工作溶液的制备

6.1.1 水基食品模拟物标准工作溶液

用微量注射器分别准确量取 0 μ L、20 μ L、40 μ L、100 μ L、200 μ L、500 μ L 双酚 A 标准中间液（4.11）于 6 个 25mL 容量瓶中，用水定容，得到水中双酚 A 浓度分别为 0.00mg/L、0.03mg/L、0.06mg/L、0.15mg/L、0.30mg/L、0.75mg/L 的标准工作液。采用同样方式，分别用 3%（质量浓度）乙酸溶液（4.7）和 10%（体积分数）乙醇溶液（4.8）配置同样浓度系列的双酚 A 标准工作溶液。

6.1.2 橄榄油标准工作溶液

分别称取 1g（精确至 0.01 g）橄榄油至 6 个具塞试管中，用微量注射器分别移取 0 μ L、8 μ L、12 μ L、20 μ L、40 μ L、80 μ L 双酚 A 标准中间液（4.11）于试管中，得到浓度分别为 0.00mg/kg、0.30mg/kg、0.45mg/kg、0.75mg/kg、1.5mg/kg、3.0mg/kg 的标准工作溶液。分别在每个试管中再加入 3mL 正己烷（4.5），混匀，加入 2mL 甲醇-水混合液（4.9），涡旋振荡 2min，静置分层。用注射器吸取下层水溶液，通过 0.2 μ m 滤膜过滤后供高效液相色谱进样。

6.2 食品模拟物试液的制备

6.2.1 总则

食品模拟物试液应按照 GB/T 23296.1-2009 的要求从迁移试验中获取，在 4 $^{\circ}$ C 冰箱中避光保存。

6.2.2 水基食品模拟物

准确量取迁移试验中得到的水基食品模拟物约 1mL，通过 0.2 μ m 滤膜过滤后供高效液相色谱进样。平行制样两份。

6.2.3 橄榄油

准确称取迁移试验中得到的橄榄油模拟物 1g \pm 0.01g 于试管中加入 3mL 正己

烷（4.5），充分混合，加入 2mL 甲醇-水混合液（4.9），涡旋振荡 2min，静置分层。用移液器吸取下层水溶液，通过 0.2 μ m 滤膜过滤后供高效液相色谱进样。平行制样两份。

6.3 空白试液的制备

按照 6.2 的操作处理未与视频接触材料接触的食品模拟物。

7 测定

7.1 测定条件

- a) 色谱柱：C₁₈ 柱，柱长 250mm，内径 4.6mm，粒度 5 μ m，或性能类似的分析柱；
- b) 流动相：甲醇-水（70+30）；
- c) 流速：1mL/min；
- d) 柱温：室温；
- e) 荧光检测器：激发波长 227nm，发射波长 313nm。

7.2 绘制标准工作曲线

按照 7.1 所列测定条件，对标准工作溶液（6.1）进行检测。以食品模拟物标准工作曲线中双酚 A 浓度为横坐标，以对应的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到线性方程。标准溶液色谱图参见附录 A。

按式（1）计算回归参数：

$$y = a \times x + b \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

Y——食品模拟物标准工作溶液中双酚 A 的峰面积；

a——回归曲线的斜率；

x——食品模拟物标准工作溶液中双酚 A 浓度，单位为毫克每升或毫克每千克

(mg/L 或 mg/kg) ;

b——回归曲线的截距。

7.3 试液测定

对空白试液（6.3）和食品模拟物试液（6.2）依次进样，扣除空白值，得到双酚 A 色谱峰面积。

8 结果计算

8.1 食品模拟物试液中双酚 A 浓度的计算

食品模拟物试液中双酚 A 的浓度 c 按式（2）计算。

$$c = \frac{y-b}{a} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

c ——食品模拟物试液中双酚 A 的浓度，单位为毫克每升或毫克每千克（mg/L 或 mg/kg）；

y ——食品模拟物试液中双酚 A 的峰面积；

b ——回归曲线的截距；

a ——回归曲线的斜率。

8.2 双酚 A 特定迁移量的转化计算

由 8.1 得到的食品模拟物试液中双酚 A 浓度，根据迁移试验中所使用的食品模拟物的体积和测试试样与食品模拟物接触面积，通过数学换算计算出双酚 A 的特定迁移量，单位以“mg/kg 或 mg/dm²”表示。详见 GB/T 23296.1-2009 的第 13 章。

计算结果以平行测定值的算数平均值表示，保留两位有效数字。

9 重复性

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 10%。

附录 A

附录 A
(资料性附录)
食品模拟物中双酚 A 标准色谱分离图

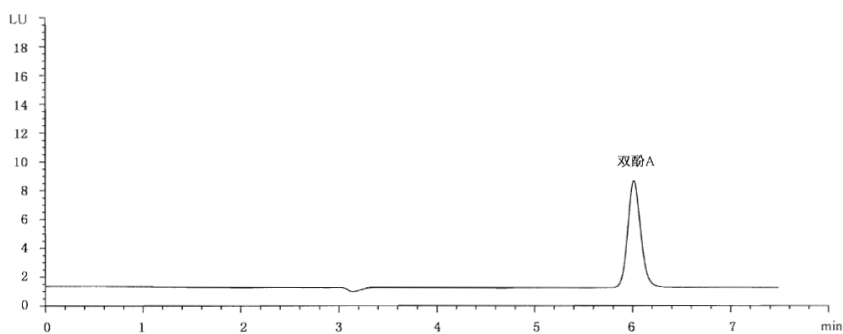


图 A.1 水中双酚 A(0.6 mg/L)标准色谱图

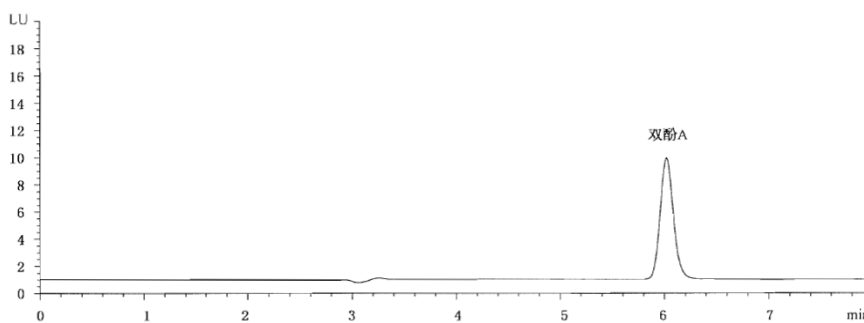


图 A.2 3%(质量浓度)乙酸溶液中双酚 A(0.6 mg/L)标准色谱图

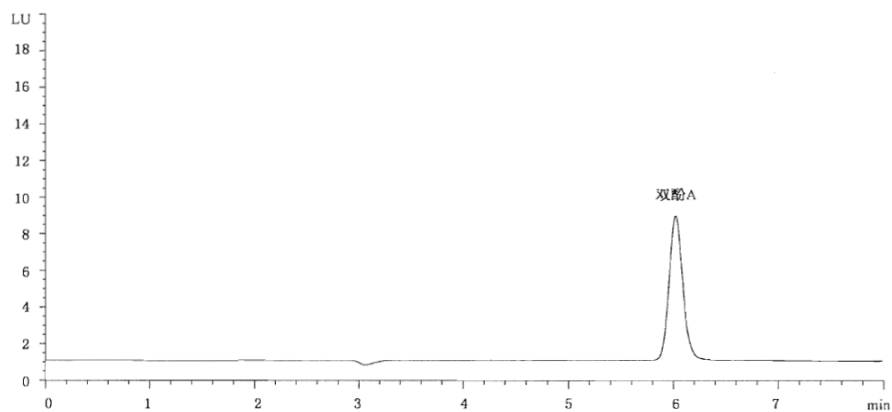


图 A.3 10%(体积分数)乙醇溶液中双酚 A(0.6 mg/L)标准色谱图

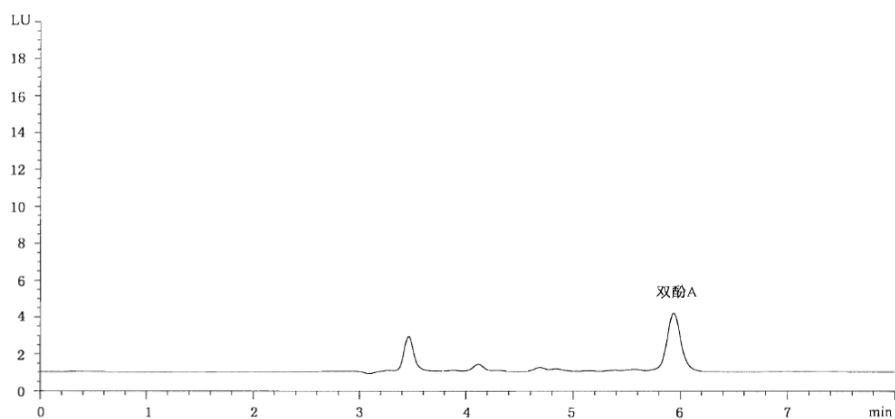


图 A.4 橄榄油中双酚 A(0.6 mg/L)标准色谱图