

《食品接触材料及制品 间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定》

简要编制说明

一、标准起草的基本情况

目前国内、外尚无检测食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的检测标准，导致该项目无法进行合规性判定、不利于生产企业产品质量控制和提升。本标准的立项旨在为企业服务，提供科学、可靠、适用性强的检测方法标准，为企业和社会及时、准确地提供产品质量状况，积极促进食品接触材料行业健康、有序发展。2023年10月至12月对该项目开展研究，2024年2月提交项目申请，2024年3月26日召开项目立项验证会，并通过专家立项评审；根据评审建议并征集相关单位的意见，形成团体标准草案，针对标准草案征集意见，对团体标准草案进一步修改完善，形成团体标准征求意见稿。

二、标准的重要内容及主要情况

本标准适用于食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定。

标准的重要内容包括有：适用范围、规范性引用文件、原理、试剂和材料、仪器和设备、分析步骤、分析结果的表述、精密度、检出限和定量限以及试验报告共十一项内容，附录A中提供了间苯二甲酸二甲酯迁移量的参考色谱图。

三、国内和国际标准情况

间苯二甲酸二甲酯是一种有机物，化学式为 $C_{10}H_{10}O_4$ ，沸点 $282^{\circ}C$ ，具有溶解性溶于甲醇、乙醇，不溶于水的性质，急性毒性：小鼠腹经LDLo: 971mg/kg。在食品接触材料领域，可用于合成PET和PBT材质的食品接触材料及制品。但该物质为有毒化学品，对眼睛、皮肤、粘膜有刺激作用，有引起中枢神经障碍的危险，可能对人体健康造成一定的伤害风险。目前国内、外尚无检测食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定标准，因此，亟需建立针对食品接触材料中间苯二甲酸二甲酯迁移量进行测定的检测方法标准。

国内标准：在食品接触材料领域，我国GB 4806.7-2023附录A中第69、70项（PET）和第71项（PBT）中规定间苯二甲酸二甲酯迁移量均为0.05 mg/kg的限量要求。目前仅查询到国内与该物质测试相关标准一项DB 34/T 2565-2015《塑料食品包装材料中间苯二甲酸二甲酯的测定 气相色谱-质谱法》（安徽省地方标准），但该标准为间苯二甲酸二甲酯含量测试方法，与目前的产品标准不能匹配。

国外标准：欧盟（EU）No 10/2011中要求食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量限值为0.05mg/kg。

国内、外尚无食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量测定的检测方法标准。

四、确定各项技术内容的依据

4.1 检测方法的确定

间苯二甲酸二甲酯的性质与常见的增塑剂邻苯二甲酸二甲酯类似，可以采用气相色谱法、液相色谱法等进行测试。在国标中的间苯二甲酸二甲酯迁移量的限量值要求为0.05mg/kg。由于迁移量的测定需要涉及多种类型的食品模拟物，如果采用气相色谱质谱联

用仪,一方面对含水的食品模拟物中间苯二甲酸二甲酯迁移量直接测试会对检测器会产生伤害,另外食品模拟液直接上机测试,仪器检出限无法满足限值的要求,需要进行浓缩步骤,操作起来较为不便。而直接采用液相色谱仪,检出限达不到标准限量要求。而液相色谱串联质谱法具有高分辨率和精确度,适用性高,因此选择了液相色谱串联质谱法作为本团标的检测方法。

4.2 试样前处理方法的选择

水基、酸性、酒精类食品模拟物及化学替代溶剂(95%乙醇)试液:取迁移试验所得的浸泡液经滤膜过滤后测试。

含油脂食品模拟物试液:称取 5.0 g(精确到 1 mg)玉米油浸泡液,经乙腈提取,萃取小柱净化,经浓缩后甲醇定容至 5mL。经过滤后测试。

4.3 仪器参数的优化

液相色谱参考条件

- a) 色谱柱: C18 柱,柱长 50 mm,内径 4.6 mm,粒径 2.7 μ m;
- b) 流动相: 甲醇: 0.1%甲酸水(v/v)=50:50;
- c) 流速: 0.4 mL/min;
- d) 柱温: 35 $^{\circ}$ C;
- e) 进样量: 5 μ L。

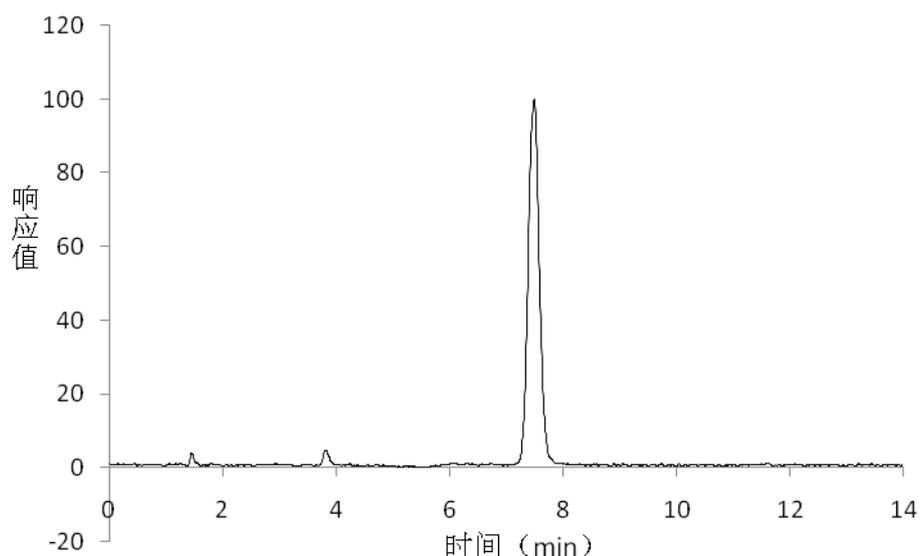
质谱参考条件

- a) 离子化模式: 电喷雾电离正离子模式(ESI+);
- b) 质谱扫描模式: 多反应监测(MRM);
- c) 喷雾电压: 3500 V;
- d) 雾化温度: 350 $^{\circ}$ C;
- e) 质谱条件参考如下表。

间苯二甲酸二甲酯质谱参考条件

| 化合物 | 母离子 (m/z) | 子离子 (m/z) | 碎裂电压 /V | 碰撞电压 /V |
|----------|--------------|--------------|------------|------------|
| 间苯二甲酸二甲酯 | 195 | 163 | 120 | 15 |
| | 195 | 151* | 120 | 10 |
| | 195 | 105 | 120 | 15 |

注:对于不同质谱仪器,仪器参数可能存在差异,测定前应优化质谱参数。
*为定量离子。



间苯二甲酸二甲酯迁移量的参考色谱图 (0.2 mg/L)

4.4 方法参数的验证

分别对水基食品模拟物、酒精类食品模拟物、油脂食品模拟物和化学溶剂替代溶剂进行了方法学的验证，不同模拟物的前处理方法、检出限、定量限、线性范围、重复性、精密度、加标回收率等，并进行了实验室间方法验证，最终形成了标准征求意见稿。本标准方法中水、酸性、酒精类及化学替代溶剂（95%乙醇）中间苯二甲酸二甲酯迁移量的方法检出限为 0.005 mg/kg，定量限为 0.01 mg/kg。含油脂食品模拟物中间苯二甲酸二甲酯迁移量的方法检出限为 0.01 mg/kg，定量限为 0.02 mg/kg。线性范围含油脂食品模拟物是 0.02mg/kg~0.40mg/kg，水、酸性、酒精类及化学替代溶剂（95%乙醇）中是 0.01mg/L~0.20mg/L。重复性满足相对标准偏差 $RSD \leq 10\%$ ，加标回收率满足 80%~110%。