

上海市食品接触材料协会团体标准

T/SAFCM XXX-2025

食品接触材料及制品 1-癸烯 迁移量的测定

Determination of Migration of 1-Decene in Food Contact Materials and
Products

(征求意见稿)

2025-XX-XX 发布

2025-XX-XX 实施

上海市食品接触材料协会 发布

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由上海市食品接触材料协会提出。

本文件由上海市食品接触材料协会归口。

本文件起草单位：

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

食品接触材料及制品 1-癸烯迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中1-癸烯迁移量的测定方法。

本文件适用于食品接触材料及制品中1-癸烯迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB 5009.156 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

GB 31604.1 食品安全国家标准食品接触材料及制品迁移试验通则

3 术语与定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

食品接触材料及制品采用食品模拟物或化学替代溶剂进行迁移实验，1-癸烯迁移到食品模拟物中，对水、酸性、含乙醇类食品模拟物和油脂食品模拟物浸泡液采用顶空进样上机测定；对于化学替代溶剂95%（体积分数）乙醇和异辛烷浸泡液采用液体进样上机测定。试液通过气相色谱柱分离，质谱检测器测定，以保留时间和质谱特征碎片离子的丰度比定性，以正十二烷为内标，峰面积内标法定量。

5 试剂和材料

水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1 试剂

4.1.1 N,N-二甲基乙酰胺（DMAC）：色谱纯。

4.1.2 乙酸（CH₃COOH）：分析纯。

4.1.3 乙醇（C₂H₅OH）：分析纯。

4.1.4 异辛烷（C₈H₁₈）：分析纯。

4.1.5 橄榄油：须符合GB 5009.156中附录A的要求。

5.2 试剂配制

水、酸性、含乙醇类食品模拟物及化学替代溶剂：按照 GB 5009.156 的规定配制。

5.3 标准品

4.3.1 1-癸烯标准品（CAS No: 872-05-9），纯度 $\geq 98\%$ 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.3.2 正十二烷标准品（CAS No: 112-40-3），纯度 $\geq 98\%$ 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

4.4 1-癸烯标准溶液配制

4.4.1 1-癸烯和正十二烷标准储备液（1000 mg/L）

准确称取 10 mg（精确到 0.1 mg）1-癸烯标准品（4.3.1），用 DMAC 溶解后转移至 10 mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀。于 0 °C ~ 4 °C 保存，有效期 3 个月。

准确称取 10 mg（精确到 0.1 mg）正十二烷标准品（4.3.2），用 DMAC 溶解后转移至 10 mL 容量瓶中，定容至刻度，摇匀。于 0 °C ~ 4 °C 保存，有效期 3 个月。

4.4.2 1-癸烯标准中间溶液（100 mg/L）

准确移取 1.00 mL 标准储备液（4.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容至刻度，摇匀，于 0 °C ~ 4 °C 保存，有效期 1 个月。

4.4.3 1-癸烯和正十二烷标准工作溶液

准确移取 0.10 mL、0.20 mL、0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL 的 1-癸烯标准中间溶液（4.4.2）于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容，混匀，配制成浓度为：1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L，现配现用。

准确移 0.20 mL 的正十二烷标准中间溶液（4.4.1）于 10 mL 容量瓶中，用 DMAC 定容，混匀，配制成浓度为 20.0 mg/L，现配现用。

4.4.4 水、酸性、含乙醇食品模拟物中 1-癸烯标准工作溶液

用移液管分别移取 5.0 mL 食品模拟物于 5 个顶空瓶中，准确加入 50 μ L 1-癸烯和 50 μ L 正十二烷标准工作溶液（4.4.3），立即密封，混匀，1-癸烯的标准系列溶液浓度为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L，内标浓度均为 0.20 mg/L。

4.4.5 含油脂食品模拟物 1-癸烯标准工作溶液

分别称取 5.0 g（精确到 0.01g）橄榄油于 5 个顶空瓶中，准确加入 50 μ L 1-癸烯和 50 μ L 正十二烷标准工作溶液（4.4.3），立即密封，混匀，1-癸烯的标准系列溶液浓度为 0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.05 mg/kg、0.10 mg/kg、0.20 mg/kg，内标浓度均为 0.20 mg/kg。

4.4.6 化学替代溶剂 1-癸烯标准工作溶液

准确加入 50 μL 1-癸烯和 50 μL 正十二烷标准工作溶液（4.4.3）于 5 个 5 mL 容量瓶中，用化学替代溶剂（异辛烷/95%乙醇）定容，混匀，1-癸烯的标准系列溶液浓度为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.10 mg/L、0.20 mg/L，内标浓度均为 0.20 mg/L。

6 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：配备自动顶空进样器和质谱检测器（EI 源）。

5.2 分析天平：感量为 0.01 mg、0.1 mg。

7 分析步骤

7.1 食品模拟物的制备

6.1.1 总则

本标准迁移试验采用水、4%乙酸、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇、含油脂食品模拟物及化学替代溶剂（95%乙醇、异辛烷）。

6.1.2 迁移试验

迁移试验的条件选择及操作步骤按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的规定。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于 0 $^{\circ}\text{C}$ ~4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中密封保存不超过一周。测试前，应将浸泡液恢复至室温后进行下一步试验。

6.2 试液制备

6.2.1 水、酸性、含乙醇类食品模拟物试液

准确移取 5.0 mL 浸泡液于 20 mL 顶空瓶中，准确加入 50 μL LDMAC 和 50 μL 正十二烷标准工作溶液（4.4.3），立即密封，混匀待测。

6.2.2 含油脂食品模拟物试液

准确称取 5.0 g（精确至 1 mg）橄榄油浸泡液至顶空瓶中，准确加入 50 μL LDMAC 和 50 μL 正十二烷，立即密封，混匀待测。

6.2.3 化学替代溶剂试液（95%（体积分数）乙醇，异辛烷）

准确加入 50 μL LDMAC 和 50 μL 正十二烷标准工作溶液（4.4.3）于 5 mL 容量瓶中，化学替代溶剂浸泡液定容，移取试液于进样瓶中，立即密封，待测。

6.2.4 空白试液

按照6.2.1、6.2.2或6.2.3未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物或化学替代溶剂试液。

6.3 测定

6.3.1 参考色谱条件

顶空进样器条件(除含油脂模拟物和化学替代溶剂)

- a) 试液平衡时间: 30 min;
- b) 顶空瓶温度: 80 °C;
- c) 定量环温度: 90 °C;
- d) 传输线温度: 100 °C;
- e) 压力平衡时间: 0.1 min;
- f) 进样时间: 0.1 min;

顶空进样器条件(含油脂食品模拟物)

- a) 试液平衡时间: 30 min;
- b) 顶空瓶温度: 120 °C;
- c) 定量环温度: 130 °C;
- d) 传输线温度: 140 °C;
- e) 压力平衡时间: 0.1 min;
- f) 进样时间: 0.1 min;

气相色谱质谱参考条件

- a) 6%氰丙基苯基94%二甲基硅氧烷色谱柱, 柱长60 m, 内径0.32 mm, 膜厚1.8 μm, 或等效色谱柱;
- b) 程序升温: 60 °C保持5 min, 20 °C/min升温到220 °C, 保持5 min;
- c) 进样口温度: 250 °C;
- d) 载气: 氦气, 纯度≥99.999%, 流速: 3 mL/min;
- e) 进样量: 1mL (顶空进样器)或1μL (液体进样器); 进样方式: 分流进样 (分流比: 5: 1);
- f) 离子化方式: EI, 离子源温度: 250 °C;
- g) 离子化电压: 70 eV。
- h) 1-癸烯和正十二烷质谱特征碎片离子如表1所示:

表 1 1-癸烯和正十二烷 CAS 号、定量和定性选择离子表

序号	名称	CAS 号	选择离子 (m/z)	参考丰度比
1	1-癸烯	872-05-9	*55,70,83	100:81:48
2	正十二烷	112-40-3	*57,85,170	100:42:11
注: *为定量离子				

6.3.2 绘制标准工作曲线

按照6.3.1所列参考色谱条件, 对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作液中1-癸烯/正十二烷浓度为横坐标, 以对应的1-癸烯/正十二烷定量离子峰面积比为纵坐标, 绘制标准工作曲线。1-癸烯的参考色谱图见附录A中图A.1- A.4。

6.3.3 试液的测定

按照6.3.1所列参考色谱条件，对空白试液和样品试液（6.2）依次进行测定，根据保留时间和丰度比定性，采用内标法定量。

6.3.4 定性

试样待测液和标准品的选择离子在相同保留时间处（±0.5 %）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷比与标准品一致，其丰度比与标准品相比应符合表2，可定性确证目标分析物。

表2 离子相对丰度比最大允许偏差

项目	要求			
相对离子丰度, K /%	$K \geq 50$	$20 < K < 50$	$10 < K \leq 20$	$K \leq 10$
最大允许偏差/%	±20	±25	±30	±50

8 分析结果的表述

8.1 非密封制品类食品接触材料及制品 1-癸烯特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于除了盖子、密封圈、连接件等密封制品（以下简称密封制品）以外的食品接触材料及制品，1-癸烯特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（1）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1}{S_1} \times \frac{S_2}{V_2} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——1-癸烯的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——样品试液中1-癸烯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中1-癸烯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V_1 ——迁移试验中试样浸泡液体积，单位为升（L）或千克（kg）；

S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

S_2 ——试样实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（dm²）；

V_2 ——试样实际使用中接触食品的体积或质量，单位为千克（kg）；各种液态食品通常按密度为1 kg/L将其体积换算为相应的质量。

结果保留2位有效数字。

8.2 密封制品类食品接触材料及制品 1-癸烯特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

当预期用途已知时，密封制品类食品接触材料及制品中1-癸烯特定迁移量以 mg/kg表示时，按式（2）进行计算：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V_1}{S_1} \times \frac{S_2}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X ——1-癸烯的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——样品试液中1-癸烯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白试液中1-癸烯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V_1 ——迁移试验中试样浸泡液体积，单位为升（L）或千克（kg）；

S_1 ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

S_2 ——密封制品实际使用中与食品接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

V_2 ——密封制品实际使用中接触食品的体积或质量，单位为千克（ kg ）；各种液态食品通常按密度为1 kg/L 将其体积换算为相应的质量。

结果保留2位有效数字。

8.3 密封制品类食品接触材料及制品 1-癸烯特定迁移量的计算（以 mg/件 表示）

当预期用途未知时，密封制品类食品接触材料及制品中1-癸烯特定迁移量以 mg/件 表示时，按式（3）进行计算，需注明采用的迁移试验方法、迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

X ——1-癸烯特定迁移量，单位为毫克每件（ mg/件 ）；

c ——样品试液中1-癸烯的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/kg ）；

c_0 ——空白试液中1-癸烯的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/kg ）；

V ——迁移试验中试样浸泡液体积，单位为升（ L ）或千克（ kg ）；

n ——浸泡用密封制品的数量，单位为件。

结果保留2位有效数字。

9 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 %。

10 其他

当迁移试验中 S/V 与样品实际使用情形下 S/V 相同时，本方法对水、酸性、含乙醇食品模拟物、化学替代溶剂95%（体积分数）乙醇或异辛烷及含油脂食品模拟物中1-癸烯迁移量的方法检出限为0.01 mg/kg ，定量限为0.02 mg/kg 。当迁移试验中 S/V 与样品实际使用情形下 S/V 不同时，本方法对水、酸性、含乙醇食品模拟物、化学替代溶剂95%（体积分数）乙醇及含油脂食品模拟物中1-癸烯迁移量的检出限与定量限按照第8章换算。

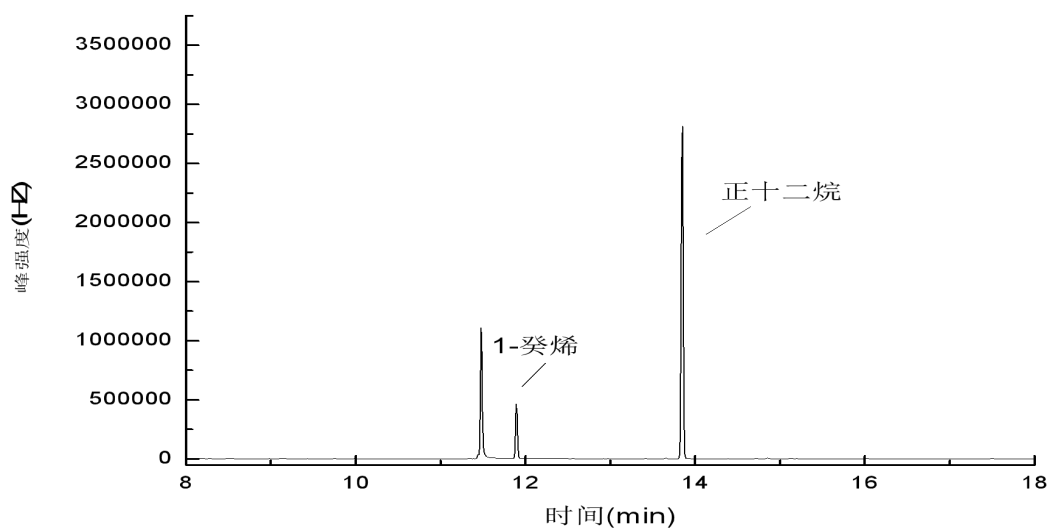
11 试验报告

试验报告至少包括以下几个方面内容：

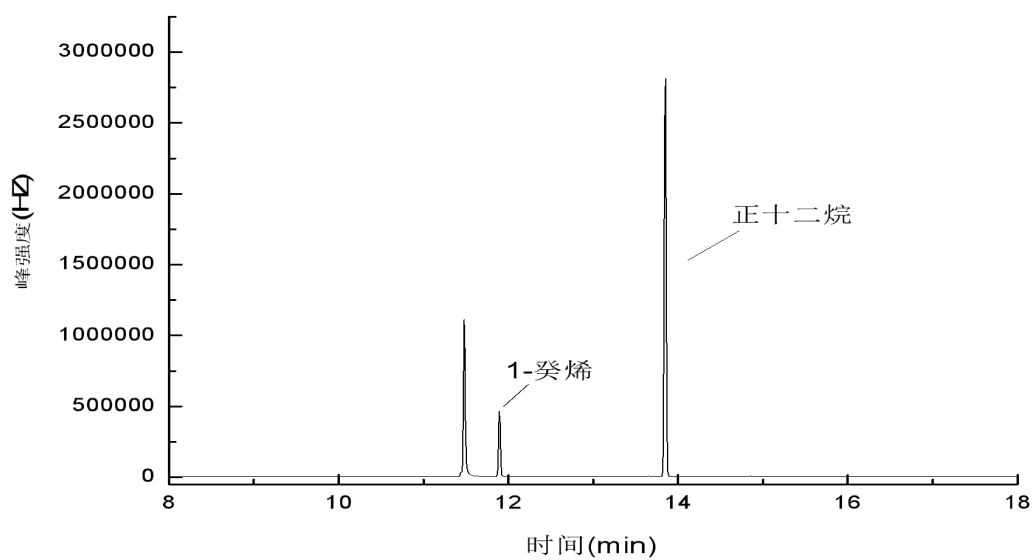
- a) 样品信息；
- b) 本文件的编号（包括年号）；
- c) 测定结果；
- d) 与本文件的任何偏离，及观察到的异常现象；
- e) 测试日期；
- f) 其他（相关标准规定内容）。

附录 A
1-癸烯的参考色谱图

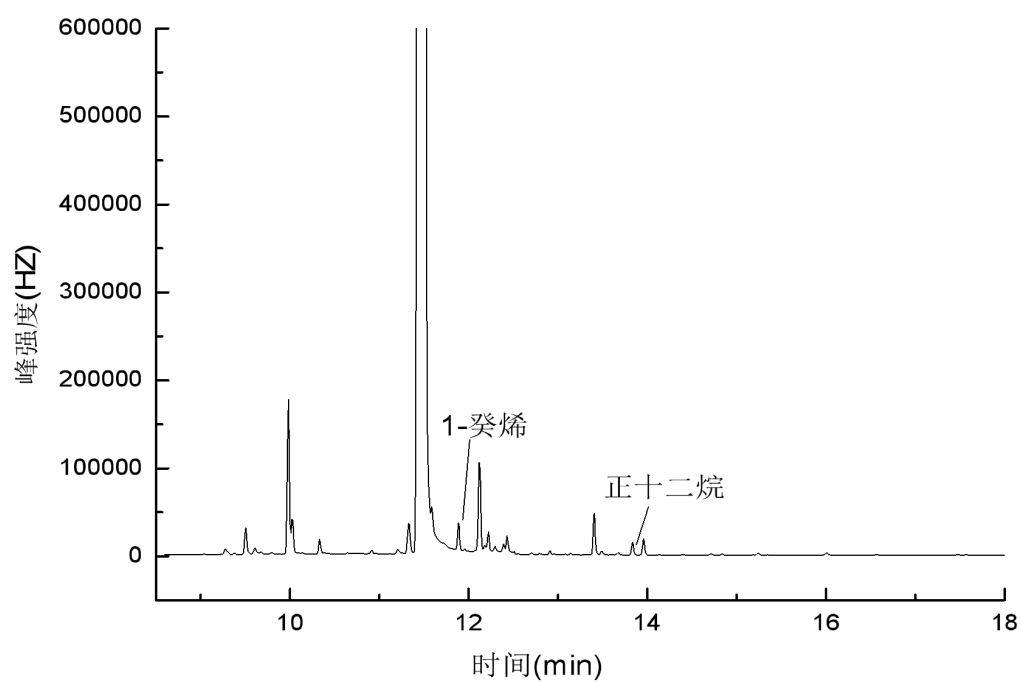
1-癸烯的参考色谱图见图A.1-A.4。



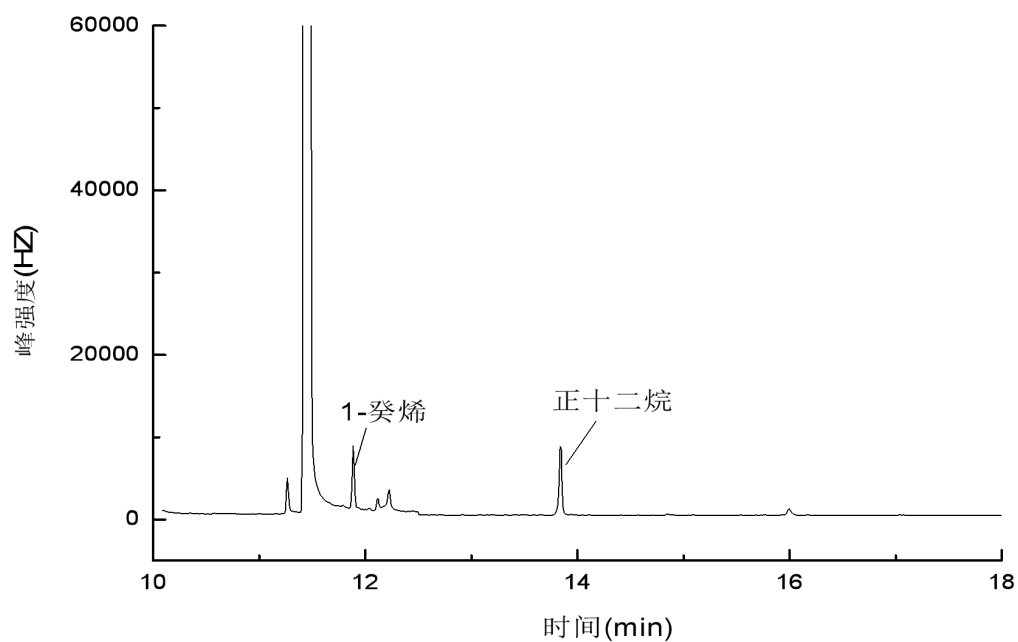
图A.1 1-癸烯的参考色谱图（4%乙酸食品模拟物，0.10mg/L）



图A.2 1-癸烯的参考色谱图（10%乙醇食品模拟物，0.10mg/L）



图A. 3 1-癸烯的参考色谱图（橄榄油食品模拟物，0. 20mg/L）



图A. 4 1-癸烯的参考色谱图（95%乙醇食品模拟物，0. 20mg/L）