

《食品接触材料及制品 1-癸烯迁移量的测定》

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 1-癸烯迁移量的测定标准，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。2024 年 10 月至 12 月开展研究，2025 年 2 月提交项目申请，2025 年 4 月 15 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 1-癸烯迁移量的测定。

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 1-癸烯的参考色谱图。

三、国内和国际标准情况

1-癸烯是一种重要的有机化工原料，具有广泛的用途。在食品接触材料领域中 4-甲基-1-戊烯与 1-癸烯的聚合物，CAS 号 25155-83-3，简称 PMP，由于其良好的透明度、低吸水性 and 化学稳定性，可用于制造食品包装薄膜、容器等。高浓度吸入 1-癸烯蒸气可能对呼吸道产生刺激作用，对皮肤和肠胃道有刺激性，可能会对神经系统产生慢性影响。1-癸烯进入水体后，可能在水生生物体内蓄积，影响其生长、繁殖和生存，在环境中的生物降解相对较慢，可能会在土壤、水体等环境中长期残留，占据环境空间，影响土壤的透气性和透水性，阻碍植物根系的生长和发育。

在食品接触材料领域，我国 GB 4806.7-2023 中第 43 项 4-甲基-1-戊烯与 1-癸烯的聚合物（PMP）中 1-癸烯的迁移量 ≤ 0.05 mg/kg，《关于关山樱花等 32 种“三新食品”的公告（2022 年第 1 号）增补》中规定，氢化-1-癸烯的均聚物可用于食品接触用涂料及涂层，1-癸烯特定迁移限量为 ≤ 0.05 mg/kg，添加了该物质的涂料及涂层不得用于接触婴幼儿食品及母乳。国外标准情况：在欧盟食品接触材料法规（EU）No 10/2011 和美国 FDA 相关法规中，未明确单独针对 1-癸烯的限量要求。

国内、外尚无食品接触材料及制品中 1-癸烯迁移量测定的检测方法标准。

由于国内外相应检测方法标准的缺失，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。

四、确定各项技术内容的依据

4.1 检测方法的确定

1-癸烯的检测方法有气相色谱质谱法、气相色谱法等，由于在国标 GB 4806.7-2023 等中 1-癸烯迁移量的限量要求为“ $\leq 0.05\text{mg/kg}$ ”，气相色谱法仪器检出限无法达到 0.01 mg/kg ，因此选择了气相色谱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、酸性、含乙醇食品模拟物，准确移取 5.0 mL 浸泡液于 20 mL 顶空瓶中，准确加入 50 μL DMAC 和 50 μL 正十二烷标准工作溶液，立即密封，混匀待测。

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 DMAC 和 50 μL 正十二烷，立即密封，混匀待测。

化学替代溶剂试液（95%（体积分数）乙醇或异辛烷），准确加入 50 μL DMAC 和 50 μL 正十二烷标准工作溶液于 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。

4.3 仪器参数的优化

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 $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 定量环温度：90 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 传输线温度：100 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 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 $^{\circ}\text{C}$ ；
- c) 定量环温度：130 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 传输线温度：140 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 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 $^{\circ}\text{C}$ 保持5 min，20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温到220 $^{\circ}\text{C}$ ，保持5 min；
- c) 进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$ ；
- d) 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流速：3 mL/min；
- e) 进样量：1mL (顶空进样器)或1 μL (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；
- 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 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				

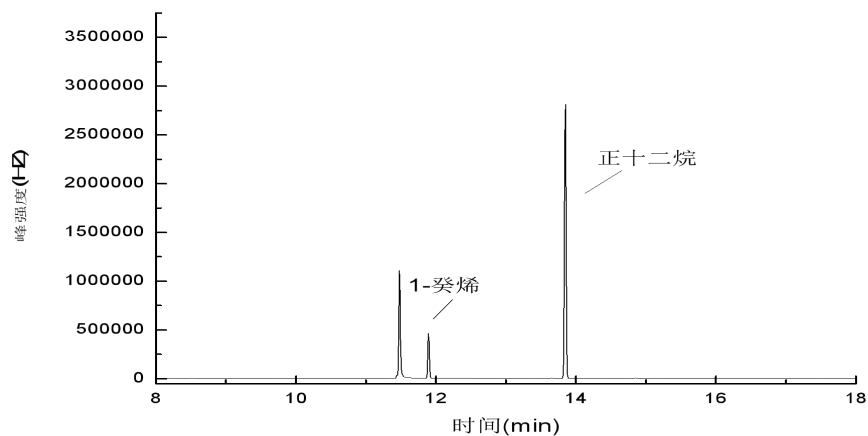


图1 1-癸烯的参考色谱图（4%乙酸食品模拟物，0.10mg/L）

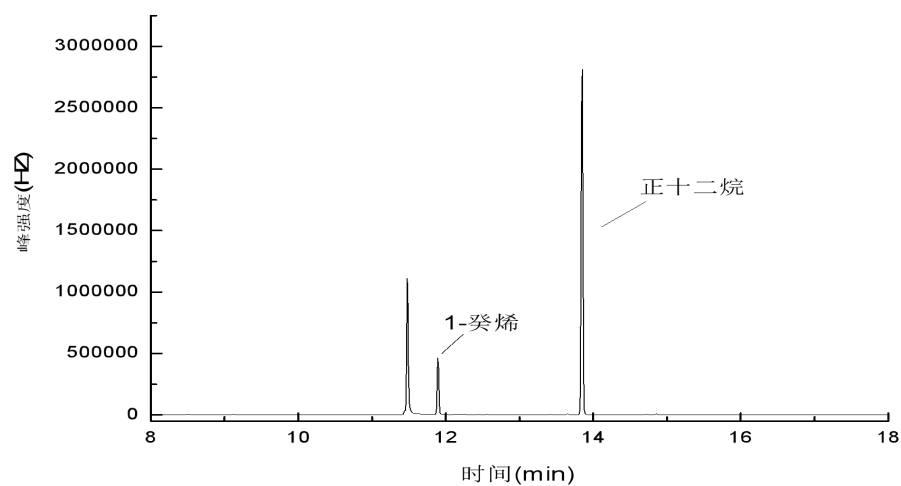


图2 1-癸烯的参考色谱图（10%乙醇食品模拟物，0.10mg/L）

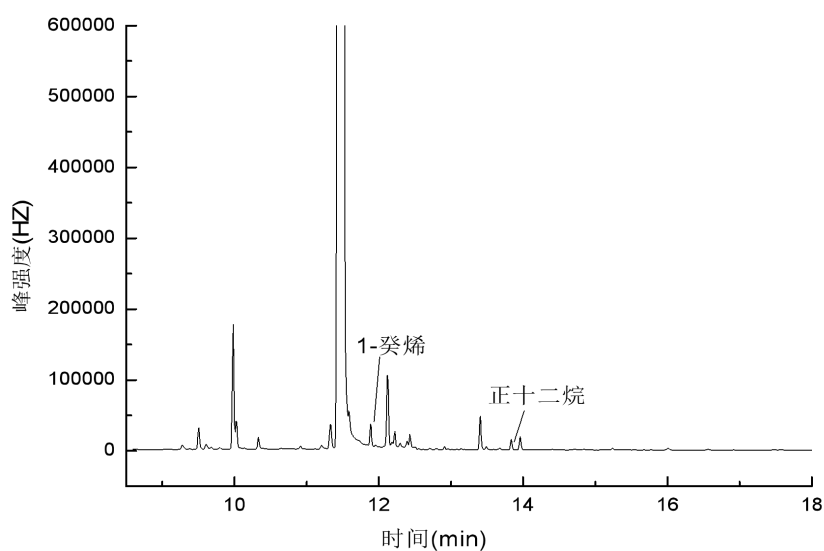


图3 1-癸烯的参考色谱图（橄榄油食品模拟物，0.20mg/L）

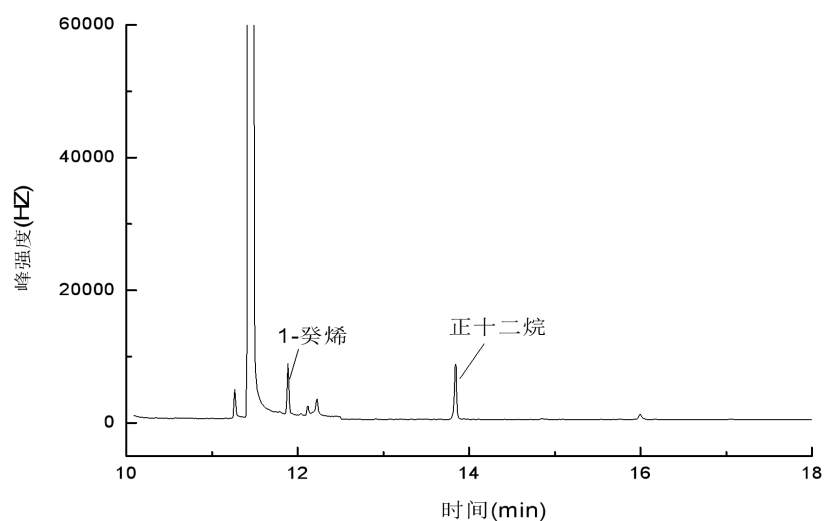


图4 1-癸烯的参考色谱图（95%乙醇食品模拟物，0.20mg/L）

4.4 方法参数的验证

分别对水基食品模拟物、含乙醇食品模拟物、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。本标准方法线性范围 0.01 mg/L~0.20 mg/L，方法检出限 0.01 mg/kg，定量限 0.02 mg/kg，重复性 RSD<10%，回收率在 80%-110%。