

上海市食品接触材料协会团体标准

食品接触材料及制品 1-己烯迁移量的测定

Determination of migration of 1-hexene in food contact materials and products

2021-XX-XX 发布

2021-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： XXXXXXXX

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-己烯迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中1-己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-己烯迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是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 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浸泡，1-己烯迁移到食品模拟物中，经顶空进样器进样后，毛细管气相色谱柱分离，氢火焰检测器检测 1-己烯，保留时间定性，内标法定量。

4 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/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 N,N-二甲基乙酰胺（DMAC）：HPLC

4.1.2 乙酸（C₂H₄O₂）AR。

4.1.3 乙醇（C₂H₆O）AR。

4.1.4 橄榄油：CR

4.1.5 水基、酸性、酒精类食品模拟物：所用试剂依据 GB 5009.156 的规定。

4.2 试剂配制

4.2.1 水基、酸性、酒精类食品模拟物：按照 GB 5009.156 规定配制。

4.2.2 95%乙醇溶液（体积分数）：量取 475mL 无水乙醇，加 25mL 水，混匀。

4.3 标准品

4.3.1 1-己烯标准品（CAS No: 592-41-6），纯度≥98%。

4.3.2 异辛烷内标标准品（CAS No: 540-84-1），纯度≥98%。

4.4 标准溶液

4.4.1 标准储备液（1000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确到 0.01 mg）1-己烯标准品（4.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用 N,N-二甲基乙酰胺溶解，定容至刻度摇匀。于 4℃ 避光保存，有效期 3 个月。

4.4.2 标准中间溶液（20 mg/L）：准确移取0.20 mL标准储备液（4.4.1）于10 mL 容量瓶中，用N,N-二甲基乙酰胺定容至刻度摇匀。保存条件同4.4.1。

4.4.3 异辛烷内标储备液（1000 mg/L）：准确称取10 mg（精确到0.01 mg）异辛烷标准品（4.3.1）于10 mL容量瓶中，用N,N-二甲基乙酰胺溶解，定容至刻度摇匀，保存条件同4.4.1。

4.4.4 异辛烷内标中间溶液（30 mg/L）：准确移取0.30 mL标准储备液（4.4.1）于10 mL 容量瓶中，用N,N-二甲基乙酰胺定容至刻度摇匀。保存条件同4.4.1。

4.4.5 1-己烯水基、酸性、酒精类食品模拟物介质标准工作溶液：用移液管分别移取1.0 mL水基、酸性、酒精类食品模拟物于6个顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入100 μ L异辛烷内标中间溶液，混匀，按附录A表A.1所列，向瓶中加入同样体积的1-己烯标准中间溶液及DMAC，混匀。

4.4.6 1-己烯橄榄油介质标准工作溶液：分别称取1 g（精确到0.01 g）橄榄油于6个顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入100 μ L异辛烷内标中间溶液，混匀，按附录A表A.1所列，向装有相同模拟液的顶空瓶中分别加入不同体积的1-己烯标准中间溶液及DMAC，混匀。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪：配备自动顶空进样器和氢火焰离子化检测器（FID）。

5.2 分析天平：感量为 0.00001 g、0.01 g。

6 分析步骤

6.1 样品迁移试验

本标准迁移试验采用 4%乙酸，10%乙醇，20%乙醇，50%乙醇食品模拟物、橄榄油及化学溶剂替代溶剂 95%乙醇。

迁移实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4 $^{\circ}$ C冰箱中避光保存。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 水基、酸性、酒精类食品模拟物试液及化学替代溶剂 95%乙醇的制备

从迁移试验中移取1.0 mL食品模拟物及化学溶剂替代溶剂95%乙醇于顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入100 μ L异辛烷内标中间溶液和200 μ L的DMAC，混匀待测。

6.2.2 橄榄油食品模拟物试液的制备

从迁移试验中称取1 g（精确至0.01 g）橄榄油介质食品模拟物至顶空瓶中，立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入100 μ L异辛烷内标中间溶液和200 μ L的DMAC，混匀待测。

6.2.3 空白试液的制备

未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物及化学溶剂替代溶剂95%乙醇作为空白试液。

6.3 测定

6.3.1 气相色谱测定参考条件：

顶空进样器条件列出如下：

a) 样品平衡时间：30 min；

- b) 顶空瓶温度: 60 °C;
- c) 定量环温度: 70 °C;
- d) 传输线温度: 80 °C;
- e) 压力平衡时间: 0.1 min;
- f) 进样时间: 0.1 min;

气相色谱条件列出如下:

- a) 色谱柱: 6%氰丙基-苯基94%二甲基聚硅氧烷, 60 m×320 μm×1.80 μm毛细管柱或性能类似的分析柱;
- b) 程序升温: 45 °C保持6 min, 以5 °C/min升至80 °C, 保持0 min, 以25 °C/min升至200 °C, 保持5 min;
- c) 进样口温度: 250 °C;
- d) 检测器温度: 250 °C;
- e) 载气: 氮气;
- f) 载气流速: 3.0 mL/min;
- g) 进样方式: 分流进样, 分流比5:1;
- h) 进样量: 1 mL;
- i) 氢气流速: 30 mL/min;
- j) 空气流速: 400 mL/min;

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-己烯/异辛烷浓度比为横坐标, 以1-己烯/异辛烷峰面积比值为纵坐标, 绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录B。

7 分析结果的表述

7.1 食品接触材料及制品1-己烯特定迁移量的计算 (以mg/kg表示)

由标准曲线得到试样溶液中1-己烯的浓度, 按GB 5009.156进行迁移量计算, 得到食品接触材料及制品中1-己烯的迁移量。食品接触材料及制品中1-己烯迁移量以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-己烯的特定迁移量, 单位为毫克每千克 (mg/kg);
- c——试样浸泡液中1-己烯的含量, 单位为毫克每升 (mg/L) 或毫克每千克 (mg/kg);
- c₀——空白浸泡液中1-己烯的含量, 单位为毫克每升 (mg/L) 或毫克每千克 (mg/kg);
- V₁——迁移试验使用模拟物的体积或质量, 单位为升 (L) 或千克 (kg);
- S₁——迁移试验中试样与模拟物接触的面积, 单位为平方分米 (dm²);
- S₂——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。

如样品的实际接触面积/体积比（即 S_2/V_2 ）未知，则按照每6 dm²的试样面积与1 kg的食品接触进行计算。

结果至少保留2位有效数字。

7.2 密封用制品类食品接触材料及制品1-己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-己烯特定迁移量以mg/件表示时，按式（2）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。

$$X = \frac{(c-c_0) \times V}{n} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

X——1-己烯特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；

c——试样浸泡液中1-己烯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中1-己烯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

V——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

n——浸泡用密封制品的数量，单位件。

结果至少保留2位有效数字。

8 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%。

9 其他

本方法对水基、酸性、酒精类、橄榄油食品模拟物中1-己烯的检出限为0.2 mg/kg，定量限为0.5 mg/kg。当迁移试验中S/V与实际使用情形下S/V相同时，本方法对各食品模拟物中1-己烯的检出限均为0.2 mg/kg，定量限为0.5 mg/kg；当迁移试验中S/V与实际使用情形下S/V不同时，本方法1-己烯对各食品模拟物中1-己烯的检出限和定量限按第7章进行计算。

附录A
(资料性附录)

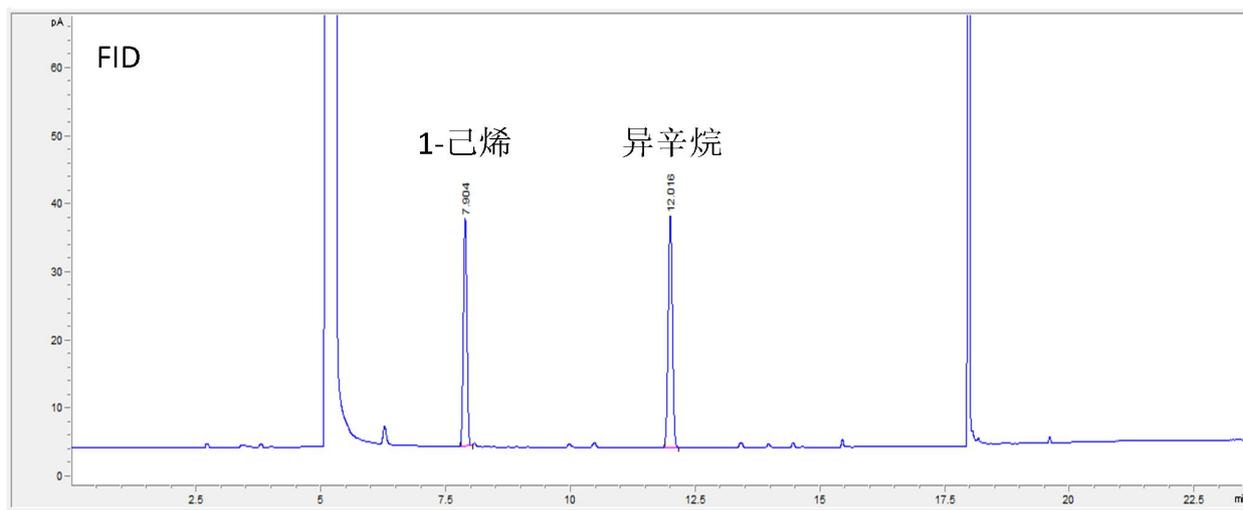
标准工作溶液配置表

表A.1 标准工作溶液中1-己烯和DMAC的体积

标准工作溶液	加入 1-己烯标准中间溶液的量(μL)	加入 DMAC 的量(μL)	在标准工作溶液中 1-己烯的近似浓度(mg/L)
0	0	200	0
1	10	190	0.2
2	25	175	0.5
3	50	150	1.0
4	100	100	2.0
5	150	50	3.0

附录B
(资料性附录)

1-己烯标准溶液色谱图



图B.1 1-己烯标准溶液的色谱图 (3 mg/kg)