《食品安全国家标准食品接触材料及制品 己二酸二(2-乙基)己酯含量和迁移量的测定》（征求意见稿）

编制说明

一、标准起草的基本情况（包括简要的起草过程、主要起草单位、起草人等）

（1）简述起草过程

本标准于2014年7月获得立项，并于当时开始标准修订工作。首先，查阅与食品接触材料及制品中己二酸二(2-乙基)己酯含量和迁移量相关的国内外法律、法规、检测标准等资料。第二、确定本标准的整合方式及技术修订内容。第三、详细计划标准技术实施内容。第四、通过试验，优化并确认各项检测技术参数。第五、完成实验室内及实验室间的方法验证工作。第六、上报标准文本、编制说明等相关材料。

（2）起草单位、起草人

任务来源：国家卫生计生委《食品安全国家标准整合项目计划（2014-2015年）》。

起草单位：上海出入境检验检疫局工业品与原材料检测技术中心。

起草人：周宇艳、沈康俊、周韵、刘曙、蔡婧、张凯。

二、标准的重要内容及主要修改情况

（1）原标准不足： GB/T 20500-2006、GB/T 20499-2006使用气相色谱法（FID）检测，若检出存在目标物，还需质谱确证，增加了分析周期；气相色谱法（FID）抗干扰能力较差，分析实际样品时，可能收到杂质干扰。而SN/T 2826-2008，根据GB 5009.156食品模拟物需要增加。

（2）本标准重要内容：①使用气相色谱-质谱直接分析，保证分析的灵敏度、分离度符合检测要求；②增加了数种新模拟物及其处理方式。

（3）主要修改情况：①标准名称修改为“食品接触材料及制品 己二酸二(2-乙基)己酯含量和迁移量的测定”；②将数个原标准的己二酸二(2-乙基)己酯含量及迁移量检测方法合并于本标准；③根据GB 5009.156-20××，增加了数种食品模拟物用于迁移试验；④将标准GB/T 20499-2006、 GB/T 20500-2006中“气相色谱-氢火焰离子化检测器定量，并由质谱检测器定性确证”改为“由气相色谱-质谱检测器直接定量及定性确证”。其他方法的主要路线及前处理方法继续沿用原标准。

（4）整合标准拟进一步更改及优化的技术内容

①.气相色谱-质谱参考条件的选择

根据GB/T 20500-2006、GB/T 20499-2006、SN/T 2826-2008均给出了检测己二酸二(2-乙基)己酯的气相色谱质谱检测条件，略有差异但均可以。本标准综合了上述标准的仪器条件，并进行了标准溶液的测定，效果较满意，采用的气相色谱-质谱参考条件如下：

气相色谱条件

a) 色谱柱：HP-5ms，30 m×0.32 mm(内径)×0.25 μm，或相当者。

b) 柱温程序：初始温度为90℃，然后以15℃/min的速率升至280℃，保持10 min。

c) 进样口温度：280℃。

d) 载气：氮气1.5 mL/min。

e) 进样方式：分流方式，分流比为50：1。

f) 进样量：0.2 µL。

质谱条件

a) 质谱接口温度：280 ℃。

b) 离子源温度：250 ℃。

d) 离子化方式：EI。

e) 离子化能量：70 eV。

f)测定方式：选择离子监测模式。DEHA的监测离子范围：40～370（m/z），DEHA的特征离子为129、147、112、71，其中129为定量离子。

g)溶剂延迟：5 min。

②前处理条件的选择（仅考虑迁移量），模拟物中己二酸二(2-乙基)己酯检测

对于原标准中食品模拟物前处理方式保持不变（具体路线见原标准）。若选用的食品模拟物中乙醇含量过高，则需要首先使用氮吹仪除去大多数乙醇后，再按照上述方式进行处理。经过试验证明，50%乙醇食品模拟物中的己二酸二(2-乙基)己酯，使用乙酸乙酯按照标准方法提取，其回收率低于70%。这是由于己二酸二(2-乙基)己酯可溶于乙醇，因此，食品模拟物中若乙醇含量过高，便会影响食品模拟物的前处理萃取效率。如对于50%乙醇水溶液食品模拟物，则需要使用氮吹仪浓缩该浸泡液体积约一半，使大多数乙醇除去后再使用乙酸乙酯进行液液萃取；如对于95%乙醇水溶液食品模拟物，则需要使用氮吹仪浓缩该浸泡液体积的90%以上，使大多数乙醇除去后再使用乙酸乙酯进行液液萃取。

③标准溶液配制线性范围及检出限

对于食品容器、包装材料及其制品和水基模拟物中己二酸二(2-乙基)己酯，经萃取、浓缩、定容后，进样溶液均为正己烷溶液，故配制己二酸二(2-乙基)己酯的正己烷溶液，浓度分别为：0.5 μg/mL、2.0 μg/mL、5.0 μg/mL、10.0 μg/mL、20.0 μg/mL、50.0 μg/mL。按照上述气相色谱-质谱条件，分别将标准工作溶液依次进样气相色谱-质谱仪测定。以标准溶液中己二酸二(2-乙基)己酯为横坐标(单位为微克µg/mL），以对应峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，获得己二酸二(2-乙基)己酯的正己烷标准溶液的线性方程为y=237549.964x-4274.953,相关系数0.9997，线性范围为0.5μg/mL～50.0μg/mL。对于油基食品模拟物，经萃取后，进样溶液为甲醇溶液（油基模拟物处理获得），故按照标准方法配制己二酸二(2-乙基)己酯的甲醇溶液（专用于油性食品模拟物），浓度分别为：2 mg/kg、5 mg/kg、10 mg/kg、20 mg/kg、40 mg/kg、50 mg/kg，获得己二酸二(2-乙基)己酯的甲醇溶液的线性方程为y=97341.128x-7721.226,相关系数0.9991，线性范围为2.0μg/mL～50.0μg/mL。选择不含目标化合物的样品作为空白基质添加己二酸二(2-乙基)己酯，以信噪比(S/N)为3确定食品容器、包装材料及其制品中己二酸二(2-乙基)己酯的方法检出限为1.0mg/g，以信噪比(S/N)为10确定其方法定量限为2.5mg/g。选择不含目标化合物的食品模拟物作为空白基质添加己二酸二(2-乙基)己酯，以信噪比(S/N)为3确定水基模拟物中己二酸二(2-乙基)己酯的方法检出限为0.2mg/L，以信噪比(S/N)为10确定其方法定量限为0.5mg/L；以信噪比(S/N)为3确定油基模拟物中己二酸二(2-乙基)己酯的方法检出限为0.8mg/kg，以信噪比(S/N)为10确定其方法定量限为2.0mg/kg。

④方法的回收试验和精密度

食品接触材料中己二酸二(2-乙基)己酯含量

采用在阴性空白样品中添加标准溶液的方法, 进行加标回收试验, 添加5.0mg/g 、20.0 mg/g、50.0mg/g三个水平的己二酸二(2-乙基)己酯, 每个浓度水平平行测定6次, 计算平均回收率和相对标准偏差(RSD)，结果见表1。

表1食品容器、包装材料及其制品中己二酸二(2-乙基)己酯精密度及回收试验结果（n=6）

Tab.1 Results of test for recovery and precision

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标物 | 加入浓度  mg/g | 测定结果mg/g | | | | | | 平均回收量mg/g | 回收率/% | RSD/％ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 己二酸二(2-乙基)己酯 | 5.0 | 4.33 | 4.55 | 4.29 | 4.46 | 4.39 | 4.52 | 4.42 | 88.47 | 2.4 |
| 20.0 | 18.66 | 18.28 | 18.19 | 18.62 | 18.38 | 18.01 | 18.36 | 91.78 | 1.4 |
| 50.0 | 45.42 | 46.89 | 47.29 | 46.82 | 46.91 | 46.72 | 46.68 | 93.35 | 1.4 |

食品接触材料中己二酸二(2-乙基)己酯迁移量

选择不含目标化合物的食品模拟物作为空白基质添加己二酸二(2-乙基)己酯, 进行加标回收试验, 水基食品模拟物（本编制说明仅考虑新增加的高乙醇含量模拟物50%、95%乙醇溶液）中添加1.0mg/L 、5.0 mg/L、10.0mg/L三个水平的己二酸二(2-乙基)己酯，每个浓度水平行测定6次, 计算平均回收率和相对标准偏差(RSD)，结果见表2。

表2模拟物中己二酸二(2-乙基)己酯精密度及回收试验结果（n=6）

Tab.2 Results of test for recovery and precision

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 目标物 | 加入浓度 | 测定结果 | | | | | | 平均回收量mg/g | 回收率/% | RSD/％ |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 |
| 己二酸二(2-乙基)己酯 | 50%乙醇（mg/L） | | | | | | | 0.90 | 90.2 | 2.9 |
| 1.0 | 0.93 | 0.88 | 0.91 | 0.94 | 0.88 | 0.87 |
| 5.0 | 4.55 | 4.78 | 4.49 | 4.77 | 4.81 | 4.64 | 4.67 | 93.5 | 2.7 |
| 10.0 | 9.51 | 9.76 | 9.41 | 9.29 | 9.87 | 9.62 | 9.58 | 95.8 | 2.2 |
| 95%乙醇（mg/L） | | | | | | | 0.91 | 90.5 | 2.7 |
| 1.0 | 4.64 | 92.70 | 0.95 | 0.91 | 0.92 | 0.88 |
| 5.0 | 9.59 | 95.93 | 4.39 | 4.67 | 4.61 | 4.69 | 4.64 | 92.7 | 2.7 |
| 10.0 | 0.91 | 90.50 | 9.69 | 9.38 | 9.75 | 9.41 | 9.59 | 95.9 | 1.6 |

三、国外有关法律、法规和标准情况的说明

我国强制性国家标准GB9685-2008《食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准》规定

食品容器、包装材料中己二酸二(2-乙基)己酯在食品模拟物中的迁移量不得超过18mg/kg。国家标准GB/T 20499-2006《食品包装用聚氯乙烯膜中己二酸二(2-乙基)己酯迁移量的测定》、检验检疫行业标准SN/T 2826-2008《食品接触材料 高分子材料 食品模拟物中己二酸酯类增塑剂的测定 气相色谱-质谱法》均可作为该强制性标准相应的检测方法标准，用于食品容器、包装材料中己二酸二(2-乙基)己酯在食品模拟物中迁移量的检测。欧盟塑料类食品接触材料的法规(EU)No.10/2011及韩国食品药品管理局相关的食品接触材料法规定食品容器、包装材料中己二酸二(2-乙基)己酯在食品模拟物中的迁移量不得超过18mg/kg，这与我国强制性国家标准GB9685-2008《食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准》规定相同。我国对食品容器、包装材料中己二酸二(2-乙基)己酯含量尚未作出规定。GB/T 20500-2006《聚氯乙烯膜中己二酸二(2-乙基)己酯与己二酸二正辛酯含量的测定》可用于检测聚氯乙烯膜中己二酸二(2-乙基)己酯含量的检测。国外对食品容器、包装材料中己二酸二(2-乙基)己酯含量尚未作出相关规定，其也未对食品容器、包装材料中己二酸二(2-乙基)己酯含量检测方法提供标准方法。

四、其他需要在网上公开说明的事项

无。