安徽省地方标准编制说明

|  |  |
| --- | --- |
| 标准名称 | 食品塑料包装材料中间苯二甲酸二(2-乙基)己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法 |
| 任务来源（项目计划号） | 皖市监函〔2019〕10 号安徽省市场监督管理局关于下达 2018 年第三批 安徽省地方标准制修订计划的函，计划编号为2018-3-260。 |
| 负责起草单位 | 安徽省食品药品检验研究院（国家农副加工食品质量监督检验中心） |
| 单位地址 | 合肥市包河工业区乌鲁木齐路15号 |
| 参与起草单位 | 安徽省产品质量监督检验研究院、安徽国科检测科技有限公司 |
| 1. 标准起草人（全部起草人，应与标准文本前言中起草人排序一致）
 |
| 序号 | 姓名 | 单位 | 职务 | 职称 | 电话 |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
|  |  |  |  |  |  |
| 编制情况 |
| 1、编制过程简介 |
| 2019年1月，收到《关于下达2018年第三批安徽省地方标准制修订计划的函》（皖市监函〔2019〕10号）后，立即成立标准编制小组，成员有张居舟、汪永信 、李静、杨梅、王欣等。 。标准起草过程：2018年10月安徽省食品药品检验研究院等单位向安徽省食品质量安全检验方法标准化技术委员会提出《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法》安徽省地方标准修订申请。2019年1月，经过答辩、公示等程序《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法》被批准正式立项，随后成立标准编制小组，完成初稿的起草。2019年6月，在前期调研和对相关政策文件研究的基础上，参考相关标准内容，并经多次征询相关专家的意见对标准初稿进行了修改完善，形成征求意见稿。征求意见情况：我们将征求意见稿向合海关技术中心、安徽省产品质量监督检验研究院、安徽国科检测科技有限公司征求意见，结果如下：

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
|  序号 | 标准条款 | 意见内容 | 提出单位 | 采纳情况 |
| 1 | 2 | 建议增加GB31604.1的引用 | 合肥海关技术中心安徽省质检院安徽国科检测技术有限公司 | 采纳 |
| 2 | 4.2 | 标准品“纯度≥98，建议改为≥98%，文本格式需调整 | 安徽国科检测技术有限公司 | 采纳 |
| 3 | 5 | 建议“重蒸水”改为“一级水” | 合肥海关技术中心 | 采纳 |
| 4 | 5.2 | 建议“离心机”改为“离心机≥4000r/min | 安徽省质检院 | 采纳 |
| 5 | 7.1 | 计算公式中“—”不清楚，公式中使用是“v”，说明中使用的是“V” | 合肥海关技术中心 | 采纳 |
| 6 | 9 | 建议“测定底限”修改为“定量限” | 合肥海关技术中心 | 采纳 |

 |
| 2、制定标准的必要性和意义 |
| **必要性：**食品安全既包括食品本身的安全，也包括食品接触物等食品相关产品的安全。为了改变材料的功能或性质，在食品包装材料和容器的生产过程中通常会添加一些化学助剂，而这些化学物质直接与食品接触后会迁移到食品中，这其中最严重就是环境内分泌干扰物。这类物质主要作用于机体的激素代谢，引起各种病理改变。目前，这类物质的主要代表就是邻苯二甲酸酯类增塑剂(Phthalate Esters，PAEs)化合物，它们能够改变内分泌系统的正常功能并可对未受损的器官或其后代产生负面影响。该类物质在人体和动物体内发挥着类似雌性激素的作用，可使男子精液量和精子数量减少，严重的会导致睾丸癌；同时，增加女性患乳腺癌的几率，甚至还会危害她们将来生育男婴的生殖系统，该物质对儿童的神经发育也有影响。前些年发生的塑化剂事件就是指邻苯二甲酸酯类化合物。目前食品相关产品中邻苯二甲酸酯类化合物在食品中的迁移及危害已得到人们普遍认知，食品安全国家标准（GB 31604.30-2016）对18种邻苯二甲酸酯类化合物的含量及迁移量的测定作了具体规定。该方法在近些年的食品安全监督抽检和风险监测过程中正发挥着重要作用。但我们在日常风险监测研究中发现，另一种类似的化合物-间苯二甲酸二（2-乙基）己酯（间苯二甲酸二辛酯）正在被一些企业用于油脂食品包装的垫片中，并迁移到油脂食品中，给食品安全带来威胁。由于其化学性质与邻苯二甲酸二（2-乙基）己酯（DEHP）相似，因此这种物质能迁移到接触的食品中，特别是迁移到油脂食品中。**意义：**第一，间苯二甲酸二（2-乙基）己酯也是一种工业增塑剂，其安全性与DEHP相似，对人体有一定的毒性。食品安全国家标准GB 9685-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准》中没有列入这种化合物，因此，该种物质是不能用于食品包装材料中，更不能迁移到食品中。第二，为了有效的监测该物质，保障食品安全，我们及时制定了《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法》（DB34/T 1994-2013）检测方法，该方法的出台即对该物质的检测及监管提供了重要的技术支撑，至今尚未被相关的国家和行业标准所替代。但随着食品接触材料及制品移领域的研究深入，近年些相继出台了《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则》（GB 31604.1-2015）和《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 5009.156-2016），对食品摸拟物试液的制备及迁移条件都作了细化和要求，因此有必要对原地方标准（DB34/T 1994-2013）进行修订。 |
| 3、制定标准的原则和依据，与现行法律法规、标准的关系。 |
| **编制原则：**本标准为修订，在修订过程中，遵循“地方性、一致性、协调性、适用性”原则。按照《GB/T 1.1-2009 标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写》的相关规定进行编写，在术语定义、结构版式以及单位符号等方面保持一致性。另在编制过程中：① 符合相关法律法规、现行国家标准和技术法规的要求；②符合食品安全法、国家相关食品的安全标准要求。**编制依据：**1.相关的政策法规；《中华人民共和国标准化法》；《安徽省地方标准管理办法》（皖质发[2013]61号）。2.相关标准：《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法》（DB34/T 1994-2013）、《食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则》GB 31604.1-2015、《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 5009.156-2016等。 |
| 4、主要条款的说明，主要技术指标、参数、试验验证的论述（详细说明） |
| **4.1主要条款：**本标准的章节由：范围、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、其他、附录组成。其中“分析步骤”和“分析结果的表述”，测定底限是本标准的主要技术内容。本标准规定本标准规定了食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定方法。本标准适用于食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定。**4.2主要技术指标、参数：**4.2.1食品模拟物中间间苯二甲酸二（2-乙基）己酯化合物浓度的计算食品模拟物中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯化合物的含量按式（2）计算： …………………………（2）式中；Xi———食品模拟物试液中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯含量，单位为毫克每千克（mg /kg）；ρi———试样萃取液中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯峰面积对应的质量浓度，单位为毫克每升（mg /L）；ρ0———空白试样中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的质量浓度，单位为毫克每升（mg /L）；V ———试样定容体积，单位为毫升（mL）；k ———稀释倍数；m———食品模拟物试液质量，单位为克（g）。 计算结果保留三位有效数字。4.2.2 间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的计算由4.2.1得到的试样溶液中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯浓度，按 GB5009.156进行迁移量的计算，得到食品模拟物及制品中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的迁移量。结果保留三位有效数字。4.2.3 本方法对水基、酸性食品、酒精类、油性食品模拟物中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的测定低限（定量限）为 0.02 mg/kg。**4.3试验验证的论述：****4.3.1 方法原理** 食品塑料包装材料及制品采用食品模拟物浸泡，间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移到浸泡液中，取一定量模拟物浸泡液进行浓缩，正己烷溶解后离心，上清液经气相色谱-质谱测定，在一定浓度范围内，可以对样品中的间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量进行外标法定量检测并确证。**4.3.2 迁移试验条件的确定**1)食品摸拟物试液的制备及迁移条件的确立食品摸拟物试液的制备，按照GB5009.156及GB30604.1的要求，分别制备异辛烷摸拟物试液、95%乙醇水摸拟物试液、50%乙醇水摸拟物试液、4%乙酸摸拟物试液、20%乙醇水摸拟物试液，水摸拟物试液。然后对照标准要求，采用迁移池法，对特定的塑料包装材料样品进行迁移试验。2)浸泡液的处理：将浸泡液放置至室温，对于异辛烷和95%乙醇水溶液（大于等于50%酒精类食品）摸拟物浸泡液，准确称取10g+0.01g浸泡液于梨形蒸馏瓶中，在45℃水浴中减压旋转蒸发至近干后挥干，加入1mL正己烷溶解，收集上清液供检测；对于其它摸拟物浸泡液（包括水基、酸性食品、<50%的酒精类摸拟物），量取10g+0.01g摸拟物浸泡液于25mL离心管中，加4mL正己烷振荡萃取，取出上层正己烷层，合并于梨形蒸馏瓶中，在45℃水浴中减压旋转蒸发至近干后挥干，加入1mL正己烷溶解，收集上清液供检测。**4.3.3 仪器参考条件**气相色谱参考条件a） 色谱柱：5％-二苯基-95％二甲基聚硅氧烷石英毛细管柱（30.0 m × 0.25 mm × 0.25 µm）或柱效相当的色谱柱；b） 进样口温度：280℃；c） 升温程序：初始柱温 70℃，然后以 30℃/min 升温至 280℃，保持 6 min； d） 载气：氦气（纯度 ≥ 99.999％），恒流模式，流速为 1.0 mL/min；e） 进样方式：不分流进样； f） 进样量：1μL。5.4.2 质谱参考条件a） 色谱与质谱接口温度：280℃；b） 离子源温度：230℃；c） 电离方式：电子轰击电离源（EI），70 eV；d） 监测方式：选择离子扫描模式（SIM），监测离子为监测离子为 167，279，149 和 261；其相对丰度比：167: 279: 149: 261 = 100: 32: 26: 9；定量离子：167。e）溶剂延迟：7 min。 **4.3.4** 定性分析在4.3.3 仪器条件下，试样和标准品的选择离子色谱峰在相同保留时间处（±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：相对丰度 >50％，允许 ±10％偏差；相对丰度 20％～50％时，允许 ±15％偏差；相对丰度 10％～20％时，允许 ±20％偏差；相对丰度 ≤10％，允许 ±50％偏差，此时可定性确证目标分析物。**4.3.5** 定量分析本标准采用外标校准曲线法定量测定。以间苯二甲酸二（2-乙基）己酯的标准溶液浓度为横坐标，定量离子的峰面积为纵坐标，作校准曲线线性回归方程，以试样的峰面积与标准曲线比较定量。**4.3.6** 采用空白样品添加不同浓度间苯二甲酸二（2-乙基）己酯标准物质方式，获得相应的摸拟物试液。对摸拟物试液按本方法进行处理并检测分析，采用迁移池法，得出的回收率、精密度、测定底限等结果，如下：1）异辛烷摸拟物试液：平均回收率：90.6%-94.6%，精密度RSD(%)（n=6）：0.90-3.14，测定底限 (mg/kg)：0.02； 2）95%乙醇水摸拟物试液：平均回收率：92.2%-94.0%，精密度RSD(%)（n=6）：0.92-2.22，测定底限 (mg/kg)：0.02； 3）50%乙醇水摸拟物试液：平均回收率：93.4%-94.8%，精密度RSD(%)（n=6）：1.53-1.58，测定底限 (mg/kg)：0.02； 4）4%乙酸摸拟物试液：平均回收率：90.6%-93.8%，精密度RSD(%)（n=6）：1.26-1.67，测定底限 (mg/kg)：0.02； 5）20%乙醇水摸拟物试液：平均回收率：92.0%-95.0%，精密度RSD(%)（n=6）：1.25-2.56，测定底限 (mg/kg)：0.02； 6）水摸拟物试液：平均回收率：91.4%-95.2%，精密度RSD(%)（n=6）：1.06-2.38，测定底限 (mg/kg)：0.02。**4.3.7** 将方法分别在合海关技术中心、安徽省产品质量监督检验研究院、安徽国科检测科技有限公司进行验证，结果如下：水摸拟物试液：平均回收率：93.0.4%-94.0%，精密度RSD(%)（n=6）：1.38-3.74，测定底限 (mg/kg)：0.02；4%乙酸摸拟物试液：平均回收率：92.9%-93.4%，精密度RSD(%)（n=6）：2.05-3.09，测定底限 (mg/kg)：0.02；乙醇水摸拟物试液：平均回收率：93.6%-94.4%，精密度RSD(%)（n=6）：2.20-3.49，测定底限 (mg/kg)：0.02；异辛烷摸拟物试液：平均回收率：93.2%-94.6%，精密度RSD(%)（n=6）：2.32-3.39，测定底限 (mg/kg)：0.02。**4.3.8 试验结论**本研究采用对食品摸拟物试液进行迁移试验，对浸泡进行适当的处理，通过气相色谱-质谱法进行分析测定，外标法定量，能够准确可靠地测定食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量。该方法定量准确，灵敏度高，具有较好的可行性和适用性。 |
| 5、标准中如果涉及专利，应有明确的知识产权说明 |
| 本标准不涉及任何专利。 |
| 6、采用国际标准或国外先进标准的，说明采标程度，以及国内外同类标准水平的对比情况 |
| 本标准是在原《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法》（DB 34/T 1994-2013）的基础上进行修订。本标准没有采用国际标准。 |
| 7、重大分歧意见的处理经过和依据 |
| 无 |
| 8、贯彻标准的要求和措施建议（包括组织措施、技术措施、过渡办法、实施日期等） |
| 标准一经发布，在安徽省范围内组织实施，并按标准实施保护。 |
| 9、废止现行相关标准的建议 |
| 标准代替DB 34/T 1994-2013《食品塑料包装材料中间苯二甲酸二（2-乙基）己酯迁移量的测定 气相色谱-质谱法》。 |
| 10、其它应予说明的事项 |
| 无 |

**注：没有的请填写 “无”**