

食品接触材料及制品 1-己烯迁移量
的测定

Food Contact Materials and Products Determination
of 1-Hexene Migration

地方标准信息服务平台

2023 - 06 - 26 发布

2023 - 09 - 26 实施

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	2
7 分析步骤	2
9 精密度	3
8 分析结果的表述	3
10 检出限和定量限	4
附录 A (资料性) 1-己烯标准样品色谱图	5

地方标准信息服务平台

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。

本文件由湖南省市场监督管理局提出并归口。

本文件起草单位：湖南省产商品质量检验研究院、湖南省产商品评审中心、益阳市产商品质量监督检验研究院、湖南人文科技学院材料与工程工程学院。

本文件主要起草人：柳阿芳、刘钊、万富、赵金尧、康峰、王凯、刘璞、卢桂英、雷朋娜、向俊、黄爱萍、王慧、沈明军、刘鑫、朱礼、丁亚芳、王莉。

地方标准信息服务平台

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

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本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 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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
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 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

食品模拟物中 1-己烯经顶空进样后，在色谱柱中与内标物及其他组分分离，用氢火焰离子化检测器检测，异辛烷作为内标物，以内标法定量。

5 试剂和材料

5.1 通用要求

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。

5.2 试剂

5.2.1 N,N-二甲基乙酰胺（DMAC，C₄H₉NO）：纯度>99.0%。

5.2.2 水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物：所用试剂依据 GB 31604.1 的规定。

5.3 试剂配制

水基、酸性、酒精类、油基食品模拟物：按 GB 5009.156 操作。

5.4 标准品

5.4.1 1-己烯 (C₆H₁₂, CAS 号: 592-41-6), 纯度≥99.5%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4.2 异辛烷 (C₈H₁₈, CAS 号: 540-84-1), 纯度≥99.5%, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质

5.5 标准溶液配制

5.5.1 1-己烯标准储备液 (500 mg/L): 量取约 20 mL DMAC 于 50 mL 容量瓶中, 带塞称重 (精确至 0.000 1g)。再加入 1-己烯约 25 mg, 重新称量 (精确至 0.000 1g)。用 DMAC 定容。精确计算 1-己烯的浓度。于 4 °C 避光保存, 有效期 3 个月。

5.5.2 1-己烯标准使用液: 吸取 1-己烯标准储备液 0.05 mL、0.1 mL、0.3 mL、0.5 mL、1.0 mL, 分别移入 10 mL 容量瓶中, 各加入 N, N-二甲基乙酰胺稀释至刻度, 混匀 (每毫升相当于 1-己烯 2.5 μg、5.0 μg、15.0 μg、25.0 μg、50.0 μg)。于 4 °C 避光保存, 有效期 1 周。

5.5.3 异辛烷标准储备液 (500 mg/L): 量取约 20 mL DMAC 于 50 mL 容量瓶中, 带塞称重 (精确至 0.0001g)。再加入异辛烷约 25 mg, 重新称量 (精确至 0.000 1g)。用 DMAC 定容。精确计算异辛烷的浓度。于 4 °C 避光保存, 有效期 3 个月。

5.5.4 异辛烷内标中间溶液 (50 mg/L): 移取 5.0 mL 异辛烷内标储备液于 50 mL 容量瓶中, 用 DMAC 定容。于 4 °C 避光保存, 有效期 1 周。

6 仪器和设备

6.1 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)。

6.2 顶空瓶: 20 mL, 配有表层涂聚氟乙烯硅橡胶盖及铝帽。

6.3 容量瓶: 10 mL、50 mL。

6.4 微量注射器: 200 μL。

6.5 分析天平: 感量 0.000 1 g。

7 分析步骤

7.1 试样制备

按照 GB 5009.156 及 GB 31604.1 的要求, 对样品进行迁移试验, 得到食品模拟物试液。如果得到的食品模拟物试液不能马上进行下一步试验, 应将食品模拟物试液与 0 °C~4 °C 冰箱中避光保存。所得食品模拟物试液应冷却或恢复至室温后进行下一步试验。

7.2 试液制备

7.2.1 用于测定 1-己烯的水基、酸性、酒精类食品模拟物试液的制备

从迁移试验中移取 1.0 mL 水基食品模拟物于顶空瓶中, 立即用隔垫和铝盖密封。用微量注射器透过隔垫依次加入 200 μL 异辛烷内标中间溶液和 200 μL DMAC, 混匀。

7.2.2 用于测定 1-己烯的橄榄油介质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 200 μL 异辛烷内标中间溶液和 200 μL DMAC, 混匀。

7.3 空白试液的制备

按照 7.2 所述步骤处理没有与食品接触材料接触的食品模拟物。

7.4 测定

7.4.1 气相色谱测定参考条件

顶空进样器条件列出如下：

- a) 平衡时间：30 min；
- b) 炉温：80 °C（水基、酸性、酒精类）、100 °C（橄榄油介质食品模拟物试液）；
- c) 进样针温度：90 °C（水基、酸性、酒精类）、110 °C（橄榄油介质食品模拟物试液）；
- d) 传输线温度：100 °C（水基、酸性、酒精类）、120 °C（橄榄油介质食品模拟物试液）。

气相色谱条件列出如下：

- a) 色谱柱：聚乙二醇（PEG）石英毛细管柱，柱长 60 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm，或等效柱；
- b) 柱温度程序：40 °C 保持 8 min，30 °C/min 升至 220 °C 保持 6 min；
- c) 进样口温度：200 °C；
- d) 检测器温度：230 °C；
- e) 载气氮气流速：0.7 mL/min。

7.4.2 标准溶液配制与标准曲线制作

5 只顶空瓶分别按照 7.2.1 或 7.2.2 的试液制备过程统一加入不含 1-己烯的食品模拟物，只将加入的 200 μL DMAC 换成加入 200 μL 1-己烯系列标准溶液，此时标准工作溶液中 1-己烯近似浓度分别相当于 0.5 mg/L、1.0 mg/L、3.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L。以空白试液作为标准零点。

按照 7.4.1 所列测定条件，对标准工作溶液依次进行测定。以标准工作溶液中 1-己烯浓度为横坐标，单位以“mg/L 或 mg/kg”表示，以 1-己烯/异辛烷的峰面积比值为纵坐标，绘制标准曲线。标准色谱图参见附录 A。

7.4.3 试样溶液的测定

气相色谱调至最佳工作状态，将装有待测试液的顶空瓶置于顶空进样器中，取液上气进气相色谱，进行测定，得到相应 1-己烯与异辛烷的色谱峰，根据保留时间定性，并测量其相应的峰面积。

8 分析结果的表述

由标准曲线得到试样溶液中 1-己烯的含量，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。计算结果保留两位有效数字。

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 10%。

10 检出限和定量限

本方法的水基、酸性、酒精类模拟物的 1-己烯检出限为 0.20 mg/L；橄榄油模拟物中的 1-己烯检出限为 0.20 mg/kg。

本方法的水基、酸性、酒精类模拟物的 1-己烯定量限为 0.50 mg/L；橄榄油模拟物中的 1-己烯定量限为 0.50 mg/kg。

地方标准信息服务平台

附录 A
(资料性)
1-己烯标准样品色谱图

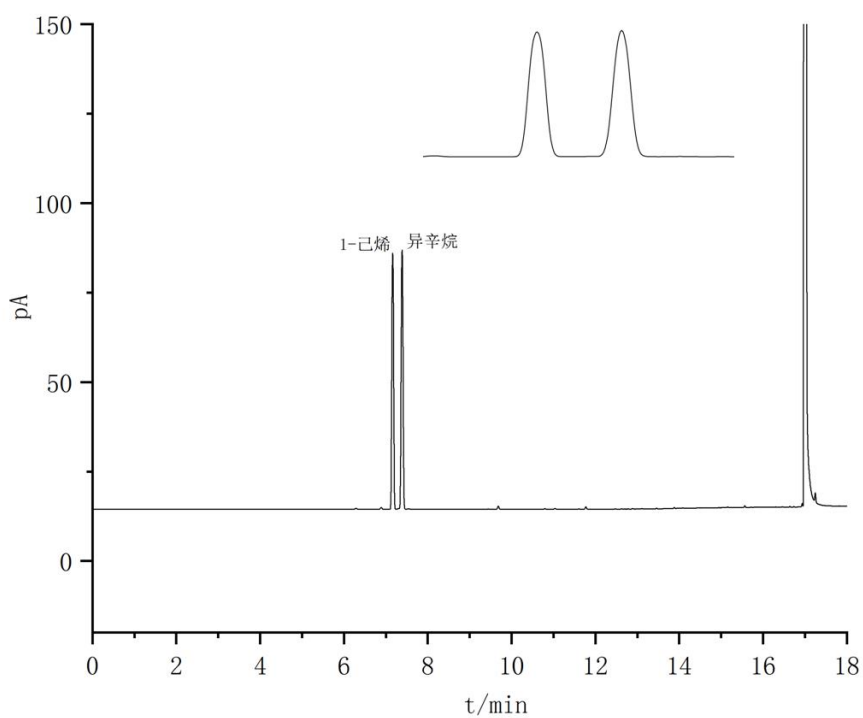


图 A.1 1-己烯标准样品 (10 mg/L) 的色谱图 (气相色谱法)