

《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草的基本情况

本标准于 2017 年立项（项目编号 spaq-2017-076），项目承担单位为广州海关技术中心（原广东出入境检验检疫局检验检疫技术中心）和广州质量监督检测研究院。2018 年 1 月正式启动，2018 年 1 月召开标准制订工作组会议，启动标准起草工作，2018 年 2 月至 6 月开展方法研究实验，最终确定了标准的适用范围、关键技术参数等，并对所建立的检测方法参数进行了确认，确认内容包括：准确度、精密度、检出限、线性范围等一系列方法参数，同时采用本方法进行了食品接触材料样品 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量的情况的调查和研究，2018 年 11 月形成草案，2018 年 11 月 15 日至 12 月 15 日进行行业内征求意见，2019 年 12 月 31 日形成《食品安全国家标准食品接触材料及制品 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量的测定》草稿。2019 年 9 月 3 日经第二届食品安全标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第一次会议审查修改后会审；2020 年 4 月 20 日经第二届食品安全标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第二次会议审查通过。

二、标准的重要内容及主要修改情况

本标准是首次制订的食品安全国家标准。

（1）本标准适用于塑料、橡胶类食品接触材料及制品中 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量的测定。

（2）本标准主要内容：食品接触材料及制品根据 GB 31604.1 和 GB 5009.156 进行迁移试验后，对 4% 乙酸、10% 乙醇、20% 乙醇、50% 乙醇和橄榄油食品模拟物中的 5-亚乙基-2-降冰片烯采用顶空进样，对化学替代溶剂 95% 乙醇和异辛烷采用液体进样，气相色谱-质谱法测定，外标法定量。

（3）色谱柱的选择：由于本方法的目标物仅为 5-亚乙基-2-降冰片烯一种物质，且该物质极性较弱，因此根据色谱柱的选择原则，选取弱极性的 DB-5MS 色谱柱进行分离。经测试，目标物在 DB-5MS 柱上的峰形对称不拖尾，虽然标准品出现 2 个色谱峰，但经文献检索，得知该 2 个峰为 5-亚乙基-2-降冰片烯的同分异构体（分别为顺式和反式异构体）。经试验，在不区分同分异构体的情况下采取峰面积加和的方式计算具有合理性，因此在进行定量时将 2 个色谱峰的峰面积加和后进行定量。

（4）定性定量方式的选择：应用气相色谱-质谱仪具有灵敏度高、选择性好和抗干扰能力强等特点的方式来进行测定。在试验过程中，首先通过全扫描方式（SCAN）做出总离子流图（TIC），然后根据其质谱图中的碎片离子选择了丰度相对较高、分子质量较大的特征离子（ m/z 66、 m/z 78、 m/z 91、 m/z 105、 m/z 120）针对测试样品来进行选择离子扫描，最后选择选择离子扫描模式（SIM）对 5-亚乙基-2-降冰片烯进行准确定量分析，定量离子为 66。

（5）方法检出限和定量限的确定：本方法的检出限和定量限采用空白样品经迁移试验后取浸泡液加标的方式进行测定，综合考虑方法的技术可行性、与产品标准的配套性、以及不同检测机构的实际技术能力等方面，规定 4% 乙酸、10% 乙醇、20% 乙醇、50% 乙醇、橄榄油、95% 乙醇和异辛烷食品模拟物中 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量的检出限为 0.01 mg/kg，定量限为 0.03 mg/kg。

（6）线性范围，精密度和回收率的考察：目前我国国家标准将 5-亚乙基-2-降冰片烯的特定迁移限量规定为 0.05 mg/kg。试验发现，在水、4% 乙酸、10% 乙醇、20% 乙醇、50% 乙醇、橄榄油、95% 乙醇和异辛烷试验条件下，在 0.03~0.6 mg/kg 浓度范围内，5-亚乙基-2-降冰片烯浓度与响应值有良好的线性关系， R^2 为 0.9991-0.9999；5-亚乙基-2-降冰片烯相对标准偏差 1.05%-5.55%，回收率在 81.1%~102.8%，均符合方法要求，能够满足相关企业和质量监管部门的实际工作需要。

（7）实验室间验证：邀请 5 家食品接触材料检测领域较有经验的实验室，采用空白样品加标的方式，对本方法进行实验室间比对和验证，5-亚乙基-2-降冰片烯的线性回归方程的 R^2 在 0.9977-1.0000 范围内，实验室间 RSD 为 0.53%-7.32%，回收率为 86.3%-104.3%；盲样测定的加标回收率为 85.9%-117.0%，实验

室间 RSD 为 3.26%-8.72%，均满足 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》的要求。

三、国内国际相关标准情况

目前我国国内尚未有针对 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量测试方法的国家标准和行业标准。

在 GB 4806.6-2016、GB 4806.10-2016、GB 4806.11-2016、GB 9685-2016 等食品接触材料的产品标准中均将 5-亚乙基-2-降冰片烯的特定迁移限量规定为 0.05 mg/kg；无 5-亚乙基-2-降冰片烯的迁移量检测方法时可使用 0.05 mg/6 dm² (QM) 作为其限量值；含有 5-亚乙基-2-降冰片烯的塑料材料及制品接触食品的面积与食品质量比不得高于 2 dm²/kg。

欧盟在(EU) No.10/2011 中规定 5-亚乙基-2-降冰片烯的 SML 值为 0.05 mg/kg。

目前国际上对于 5-亚乙基-2-降冰片烯的检测，仅有一项国际标准 ISO 16565-2013《橡胶——乙烯-丙烯-二烯三元共聚物中 5-亚乙基-降冰片烯(ENB)或二聚环戊二烯(DCPD)的测定》。该标准规定了利用傅里叶变换红外光谱 (FT-IR) 测定 0.1% 至 10% 范围的乙烯-丙烯-二烯 (EPDM) 三元共聚物中 ENB 含量的方法，其本质是利用物理的方法测定聚合物中 ENB 的含量，并未给出 5-亚乙基-2-降冰片烯迁移量的测试方法。

四、其他需要网上公开说明的事项

无。

食品安全国家标准公开征求意见