

食品接触材料油脂模拟物中总迁移量的探讨

韦存茜*, 张丽媛, 朱佳欢

(上海市质量监督检验技术研究院, 上海 201114)

摘要: 总迁移量作为食品接触材料的关键的卫生性能指标之一, 是企业质量控制和政府监督管理中的重要参数。油脂模拟物中总迁移量反映了预期接触油脂类食品接触材料的质量安全。实验室目前多采用有机溶剂替代橄榄油进行测试, 但是替代试验结果往往存在偏差, 难以反应正确真实的迁移情况。本文比较了国内外油脂类总迁移量的检测方法, 探究了橄榄油与有机溶剂总迁移量差异, 为改进我国总迁移量检测方法提供一些依据和参考。

关键词: 食品接触材料; 总迁移量; 橄榄油; 替代试验

Discussion on the food contact materials overall migration in fat simulation

WEI Cun-Qian*, ZHANG Li-Yuan, ZHU Jia-Huan

(Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, Shanghai 201114, China)

ABSTRACT: As one of the key health indicators of food contact materials, overall migration quantity is an important parameter in company quality control and government supervision. Overall migration quantity in fat simulation reflects the quality and safety of food packaging materials which are expected to contact with fat. Using organic solvents to instead fat is the common method in the laboratory, but the results of substitution tests are often biased and it is difficult to reflect the correct and real migration situation. This paper compared the test methods of overall migration quantity at home and abroad, and discussed the difference of overall migration quantity between olive oil and organic solvents, so as to provide some basis and reference for improving the detection method of overall migration quantity in China.

KEY WORDS: food contact materials; overall migration quantity; olive oil; alternative test

1 引言

随着人们生活水平的提高, 食品安全备受关 注, 食品接触材料涉及到食品生产、运输、储存、流通等各个环节, 是影响食品安全的关键因素。在食品接触材料与食品的接触过程中, 其含有的化学物质向食品的迁移引起了人们的广泛关注^[1-4]。

总迁移量是指在特定的浸泡条件下, 选用合适的食

品模拟物, 从食品接触材料及制品中迁移到与之接触的食品模拟物中的所有非挥发性物质的总量, 是安全评估食品包装的重要质量参数^[5,6]。食品包装在油脂模拟物中的总迁移量一般用有机溶剂替代, 但是替代试验结果往往存在偏差, 难以反应正确真实的迁移情况。本文对比了各国总迁移油脂模拟物的选择, 介绍了橄榄油中总迁移量的测试方法和研究现状, 总结了橄榄油中总迁移的影响因素, 为确立我国油脂模拟物中总迁移量检测方法提供一些依

基金项目: 上海市科学技术委员会研发公共服务平台建设项目(14DZ2293000)

Fund: Support by Shanghai Science and Technology Commission R&D Public Service Platform Construction Project (14DZ2293000)

***通讯作者:** 韦存茜, 工程师, 主要研究方向为食品相关产品检测技术。E-mail: weicx@sqi.org.cn

***Corresponding author:** WEI Cun-Qian, Engineer, Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, Shanghai 201114, China. E-mail: weicx@sqi.org.cn

据和参考。

2 国内外总迁移量油脂模拟物选择对比

国内外油脂模拟物和迁移条件见表 1。日本、韩国选择正庚烷替代油脂模拟物^[7,8], 并且采用试验条件均为 25 °C, 60 min; 中国标准 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通则》^[9]中其中对于油脂类食品, 采用 95%(体积分数)乙醇、正己烷、正庚烷、异辛烷等抽提能力较强的化学溶剂替代油脂类食品模拟物。油脂类食品模拟物选择质量符合要求的精制玉米油和

橄榄油。总迁移实验条件根据实际使用条件确定, 选择最严苛的测试条件。

美国对含油脂食品模拟物的选择则是植物油, 同样可选择替代溶剂方便操作。食品接触物质通告(food contact notification, FCN)根据材料选择不同的替代溶剂, 常用的替代溶剂是 95%(体积分数)乙醇、50%(体积分数)乙醇和异辛烷^[11]。欧盟选择皂化物含量低于 1%的植物油或者 95%乙醇(体积分数)或异辛烷进行油脂模拟物试验^[10]。总迁移实验条件同样根据实际情况选择最严苛的测试条件。

表 1 主要国家现行法规标准油脂模拟物和迁移条件比较
Table 1 Comparison of oil and fat simulants and migration conditions in major countries

国家	日本	韩国	中国	美国	欧盟
依据	食品、用具、容器及包装、玩具、洗涤剂的规格、标准及测试方法	食品用具、容器及包装的标准及规范	GB 31604.1-2015	FCN	(EU)No.10/2011
油脂模拟物	正庚烷	正庚烷	玉米油与橄榄油, 质量符合 GB 5009.15-2016 95%(体积分数)乙醇、正己烷、正庚烷、异辛烷(试验条件经过转换)	植物油(如玉米油) 聚烯烃、乙烯-醋酸乙烯共聚物 聚氯乙烯、聚苯乙烯、橡胶改性聚苯乙烯 聚对苯二甲酸乙二醇酯 95%乙醇(体积分数) 50%乙醇(体积分数) 50%乙醇(体积分数) 异辛烷	任何不可皂化物含量低于 1%的植物油、95%乙醇(体积分数)或异辛烷(试验条件经过转换)

3 油脂模拟物总迁移量试验方法介绍

关于油脂类食品模拟物总迁移量的测试方法, 欧盟采用 EN-1186 系列标准^[11,12]; 中国有等效的 SN/T 2334-2009《食品接触材料高分子材料橄榄油中总迁移量的测试方法全浸没法》等系列出入境标准^[13,14]; 但是国家标准 GB 31604.8-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 总迁移量的测定》不适用于植物油类食品模拟物总迁移量的测定^[15], 目前油脂类食品类测试方法没有具体指向。

橄榄油中总迁移量是通过测定食品接触材料样品单位面积的质量损失得到的。如图 1, 将已知质量的待测样品暴露于一定温度的橄榄油中一定时间, 然后取出, 去除表面黏附的橄榄油, 再称重。萃取吸附到样品中的橄榄油, 经甲酯化后, 用毛细管气相色谱柱进行分离, 氢火焰检测器进行检测, 内标法定量, 计算出该部分橄榄油的含量。

出入境橄榄油中总迁移标准等同采用 EN 1186 标准, 针对不同的产品有选择不用浸泡方法, 采用不同的方法标准, 具体见表 2。全浸没法、测试池法、袋装法、填充法适用的温度范围为 20~100 °C, 当温度不在此范围或者吸附的橄榄油用戊烷和乙醚等不能完全提取时选择不完全

抽提的改进方法。

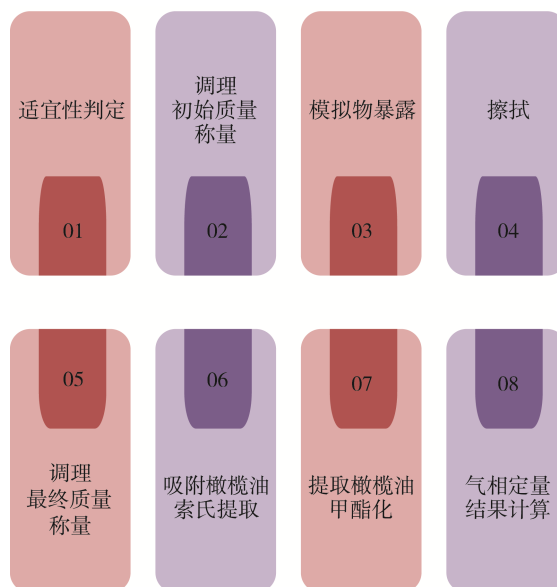


图 1 SN/T 2334-2009 橄榄油中总迁移量试验流程
Fig.1 Test procedure for overall migration into olive oil in SN/T 2334-2009

表 2 橄榄油总迁移量欧盟标准和出入境标准
Table 2 EU standards and immigration standards of overall migration into olive oil

序号	类别	欧盟标准	出入境标准	范围
1	总迁移实验条件和方 法选择指南	EN 1186-1-2002	SN/T 2824-2011	/
2	全浸没法	EN 1186-2-2002	SN/T 2334-2009	接触温度范围: 20 °C<T<100 °C 适用于高分子材料薄膜或薄片, 可切割的容器或制品
3	测试池法	EN 1186-4-2002	SN/T 2817-2011	接触温度范围: 20 °C<T<100 °C 适用于膜片和片状塑料, 特别适用于多层或多个表面 材料
4	袋装法	EN1186-6-2002	SN/T 2735-2010	接触温度范围: 20 °C<T<100 °C 适用于可通过热封或压封职称标准带的薄膜或片状塑 料, 适用于测试只能使模拟物接触到预期接触食品表 面的多层复合塑料
5	填充法	EN1186-8-2002	SN/T 2818-2011	接触温度范围: 20 °C<T<100 °C 适用于塑料容器或可填充样品
6	橄榄油不完全抽提时 的改进方法	EN1186-10-2002	SN/T 3182-2012	接触温度范围: 5 °C<T≤175 °C 适用于全浸没法、测试池法、袋装法、填充法以及低温 或高温条件测试塑料样品时可能出现索氏抽提法不能 完全抽提试样吸附橄榄的情况

4 橄榄油中总迁移量影响因素

橄榄油中总迁移量的测定实验过程复杂, 影响因素较多。孙文文等^[16,17]研究发现水分敏感试样若未经调理, 其测试结果接近或者大于 10 mg/dm², 出现假阳性, 明显高过经过真空干燥法调理的结果(≤3.5 mg/dm²)。样品在进行总迁移实验前需先进行水分敏感性判定, 相同基材若添加剂的使用不同, 试样水分敏感性不同。水分敏感样品调理与否对结果影响巨大。另外, 在日常检测中发现: 萃取样品上吸附橄榄油的萃取次数会影响总迁移结果。第 1 次萃取, 主体材质为非极性聚合物, 采用正戊烷; 主体材质为极性聚合物, 采用正戊烷:乙醇(95:5, V:V); 第 2 次萃取采用乙醚。若确定第 1 次可以完全萃取出试样吸附的橄榄油, 则不需要用乙醚萃取。在实践中发现, 不同样品乙醚萃取的橄榄油质量不同(表 3), 有的小于 0.5 mg, 也有的第 2 次比第 1 次萃取量高。样品不适宜根据经验决定是否萃取第 2 次。

表 3 不同材质橄榄油总迁移测定过程中第一次和第二次橄榄油萃取量

Table 3 First and second olive oil extraction during the process of overall migration into olive oil for different materials

样品种类	第一次萃取橄榄油 质量/mg	第二次萃取橄榄油 质量/mg
瓶胚	4.17	<0.5
肠衣	3.44	1.89
涂层片	3.71	5.52

5 研究现状

现阶段关于油脂模拟物中总迁移量的研究报道不多, 尚未出台植物油的浸泡通则, 文献显示浸泡条件和模拟液的选择直接影响迁移量的结果^[18,19]。张智力等^[20]对 10 个微波专用食品塑料容器中有害物质的总迁移量(脂肪类)分别进行检测。根据 GB 9688-1988 和 SN/T1891.1-2007 检测并判定, 以 N-庚烷和正己烷(20 °C, 2 h)为模拟液检测时, 对照标准的安全限量(≤30 mg/L), 合格率为 90%。而根据欧盟 EN 1186-13-2002 检测, 以橄榄油(121 °C, 2 h)作为模拟液时检测, 根据欧盟指令 90/128/EEC 对迁移限量值(≤10 mg/dm²)判定, 合格率则为 10%。应璐等^[21]探究微波加热聚丙烯容器橄榄油中总迁移量, 发现欧盟条件(橄榄油, 121 °C, 2 h)下合格率为 20%, 而按照我国 GB9688-1988(正己烷, 20 °C, 2 h)合格率则为 100%。吴兆凤等^[22]依据 SN/T 2824-2011 替代试验条件规定, 测定聚乙烯薄膜、聚氯乙烯旋开盖和聚丙烯杯子在三种模拟物(橄榄油、异辛烷、95%乙醇)中总迁移量。聚氯乙烯材质中的添加剂向橄榄油中迁移率高, 气相定量存在干扰, 橄榄油中总迁移结果偏大。聚丙烯杯子样品会在异辛烷中溶胀、软化, 导致总迁移结果出现偏大。替代试验与油脂试验结果存在一定差异^[23,24], 需进一步实验探究替代实验与油脂中总迁移的规律。

6 目前方法的局限性探讨及建议

虽然各国研究者对于食品接触高分子材料总迁移量

的研究做出探讨,但仍然存在一些问题亟需解决:

(1)目前根据国标进行总迁移量的测定时,对于油脂类食品模拟物都是采用替代试验,但是当抽提量不符合总迁移限量时,无法对其进行合规性判定,需要进一步进行油脂类食品模拟物的迁移试验,然而国家标准对此没有具体指向,需要尽早建立清晰具体的方法,更加规范、科学地完成总迁移试验,以提高检测的准确性。

(2)现已有针对食品接触高分子材料橄榄油中总迁移量的试验方法,但是脂肪模拟物和内标物能否适用于高分子材料总迁移量测定仍需进行适宜性判定。国内外已有的文献都是针对聚丙烯材料进行的实验研究,而诸如聚氯乙烯、密胺、尼龙、硅胶等高分子材料能否适用于橄榄油系列标准还有待考量。建议建立材质适宜性判定数据库,为简化试验流程提供指导。

(3)橄榄油中总迁移量测试过程复杂,最终结果受试样调理称量准确性、萃取橄榄油是否完全、气相定量干扰等因素影响较大,需对橄榄油中总迁移量的检测方法进行深入探究,以提高实验结果的准确性。

(4)新国标实施后化学溶剂与油脂模拟物中总迁移量的报道较少,建议加强两者的试验结果对比,以橄榄油中总迁移量测试结果为指导,确定替代试验的迁移条件,为国家标准替代试验的建立提供参考。

参考文献

- [1] 朱蕾,张俊波.食品接触材料及制品迁移试验标准实施指南[M].北京:中国标准出版社,2018.
Zhu L, Zhang JB. Guidelines for implementation of food contact materials and products migration test standards [M]. Beijing: Chinese Standard Publishers, 2018.
- [2] Grob K. The role of the European food safety authority (EFSA) in a better European regulation of food contact materials-some proposals [J]. Food Addit Contam (Part A: Chem Anal Control Expos Risk Assess), 2019, 36: 1895-1902.
- [3] Addo NS, Goodwin DG, Sung L, et al. Long-term wear effects on nanosilver release from commercially available food contact materials [J]. Food Addit Contam (Part A: Chem Anal Control Expos Risk Assess), 2019, 36: 1757-1768.
- [4] Enescu D, Cerqueira MA, Fucinos P, et al. Recent advances and challenges on applications of nanotechnology in food packaging. A literature review [J]. Food Chem Toxicol, 2019, 134: 110814.
- [5] 王洪涛,张玉霞,彭彦泽,等.中欧塑料食品包装总迁移量检测方法比较[J].食品安全质量检测学报,2012,3(5):548-552.
Wang HT, Zhang YX, Peng YZ, et al. Comparative study of plastic food packaging testing for overall migration between China and Europe [J]. J Food Saf Qual, 2012, 3(5): 548-552.
- [6] Charles E, Brenda T. Static pentane extraction as a potential alternative to solvent extraction for polypropylene olive oil overall migration limit measurements [J]. Packag Technol Sci, 2017, 2017: 1-5.
- [7] Korea Ministry of Food and Drug Safety. Standards and specifications for food utensils containers and packages [Z]. 2015.
- [8] JETRO (Japan External Trade Organization). Specifications, standards and testing methods for foodstuffs, implements, containers and packaging, toys, detergents [S].
- [9] 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通则[S].
GB 31604.1-2015 National food safety standard-General rules for food contact material and product migration tests [S].
- [10] Commission Regulation (EU) No.10/2011 Plastic materials and articles intended to come into contact with food (text with EEA relevance) [S].
- [11] EN 1186-1-2002 Materials and articles in contact with foodstuffs—Plastics—Part 1: Guide to the selection of conditions and test methods for overall migration [S].
- [12] EN 1186-2-2002 Materials and articles in contact with foodstuffs—Plastics—Part 2: Test methods for overall migration into olive oil by total immersion [S].
- [13] SN/T 2824-2011 食品接触材料 高分子材料 总迁移试验条件和选择指南[S].
SN/T 2824-2011 Food contact material-High polymer material-Guidelines for total migration test conditions and method selection [S].
- [14] SN/T 2334-2009 食品材料 高分子材料 橄榄油中总迁移的试验方法全浸没法[S].
SN/T 2334-2009 Materials and articles in contact with foodstuffs-Polymer materials-Test methods for overall migration into olive oil by total immersion [S].
- [15] GB 31604.8-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品 总迁移量的测定[S].
GB 31604.8-2016 National food safety standard-Food contact materials and products-Determination of overall migration [S].
- [16] 孙文文,商桂芹,董世蒙,等.水分敏感性试样橄榄油总迁移量测试调理必要性的探究[J].塑料科技,2019,47(8):95-99.
Sun WW, Shang GQ, Dong SM, et al. Exploration on the necessity of water sensitive sample conditioning for olive oil total migration test [J]. Plast Technol, 2019, 47(8): 95-99.
- [17] 孙文文,李伟涛,刘桂华,等.橄榄油总迁移量测试行业标准中问题探讨[J].食品安全质量检测学报,2019,10(23):8171-8175.
Sun WW, Li WT, Liu GH, et al. Discussion on the problems in the industry standards for olive oil overall migration test [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(23): 8171-8175.
- [18] 王全林,应璐,孙淑萍,等.微波专用食品塑料容器有害物质总迁移量的测定[J].中国食品卫生杂志,2009,21(6):497-500.
Wang QL, Ying L, Sun SP, et al. Determination of overall harmful matters migrated from plastic container special for use in microwave to foodstuffs [J]. Chin J Food Hyg, 2009, 21(6): 497-500.
- [19] 王蕾,翁云宣,赵艳,等.食品接触用塑料制品安全国家标准与检验问题探讨[J].食品安全质量检测学报,2018,9(24):6345-6354.
Wang L, Wen YX, Zhao Y, et al. Interpretation of safety standard and inspection of plastic packaging products for food contact [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(24): 6345-6354.
- [20] 张智力,王微山,刘丞,等.微波食品包装用聚丙烯成型品中有害物质总迁移量测定方法探讨[J].轻工机械,2011,29(2):91-94.
Zhang ZL, Wang WS, Liu C, et al. Research on testing method of overall

- harmful matters migration from products of polypropylene for food packaging in microwaves [J]. *Light Ind Mach*, 2011, 29(2): 91-94.
- [21] 应璐, 王全林. 以橄榄油为模拟食品测定微波加热容器的总迁移量[J]. *中国塑料*, 2009, 23(5): 99-103.
- Ying L, Wang QL. Determination of overall migration from plastics microwave articles using olive oil as fatty food model [J]. *China Plast*, 2009, 23(5): 99-103.
- [22] 吴兆凤, 钟怀宁, 陈胜, 等. 气相色谱法测定塑料食品包装材料在橄榄油中的总迁移量[J]. *理化检验-化学分册*, 2009, 23(5): 650-654.
- Wu ZF, Zhong HN, Chen S, *et al.* The total migration of plastic food packaging materials in olive oil was determined by gas chromatography [J]. *Phys Test Chem Anal Part B*, 2009, 23(5): 650-654.
- [23] 胡伟, 杨艳梅, 杨婷. 浅析 GB 4806.7-2016《食品安全国家标准食品接触用塑料材料及制品》中总迁移量的测定[J]. *标准科学*, 2018, (3): 120-126.
- Hu W, Yang YM, Yang T. Analysis of the total migration of GB 4806.7-2016 *Food safety national standard food contact plastic materials and products* [J]. *Stand Sci*, 2018, (3): 120-126.
- [24] 刘金鹏, 张玉霞, 候亚薇. 对食品接触材料油脂类总迁移量局限性的探讨[J]. *标准评析*, 2017, (6): 116-119.
- Liu JP, Zhang YX, Hou YW. Discussion on the limitation of food contact materials for oil overall migration [J]. *Stand Eval*, 2017, (6): 116-119.

(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



韦存茜, 工程师, 主要研究方向为食品相关产品检验。
E-mail: weicx@sqi.org.cn

“动物性食品质量与安全”专题征稿函

动物性食品是人们食品的重要组成部分, 这类食品含有丰富蛋白质、脂肪、碳水化合物、矿物质等。然而这类食品容易腐败变质, 且养殖环境的污染、饲料的污染也会对动物源食品安全造成危害, 从而影响消费者健康。

鉴于此, 本刊特别策划了“动物性食品质量与安全”专题, 由中国农业科学院饲料研究所李俊研究员担任专题主编, 主要围绕动物性食品及饲料中农兽药残留、违禁添加物、霉菌毒素、环境污染物的检测、加工贮藏与品质控制、营养成分分析等方面或您认为有意义的相关领域展开论述和研究, 综述及研究论文均可。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 学报主编吴永宁研究员和专题主编李俊研究员特邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。本专题计划在 **2020 年 5 月** 出版, 请在 **2020 年 3 月 15 日** 前通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

同时烦请您帮忙在同事之间转发一下, 再次感谢您的关怀与支持!

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com(备注: 投稿请登录食品安全质量检测学报主页-作者登录-注册投稿-投稿选择“**专题: 动物性食品质量与安全**”)

E-mail: jfoodsqa@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部