

# 不同浸泡条件对薄膜包装材料总迁移量 检测结果的影响

植爱萍\*, 李超银, 韦丽梅, 何秋霞

(汤臣倍健股份有限公司, 珠海 519040)

**摘要:** 目的 探究不同浸泡条件对薄膜包装材料总迁移量检测结果的影响。**方法** 通过改变薄膜包装材料的浸泡方式、浸泡温度和浸泡时间，并进行测量。**结果** 做成袋模拟包装材料，正己烷(58 °C)、65%乙醇(58 °C)和4%醋酸(68 °C)浸泡2 h后的检测结果最大限度体现了包装材料的总迁移量含量。**结论** 3种不同浸泡方式中，袋装模拟包装材料的总迁移量结果最符合包装袋接触食品的实际情况，可为企业提供准确可靠的检测方法。

**关键词:** 薄膜包装材料; 总迁移量; 浸泡条件; 化学性污染

## Effect of different soaking conditions on the total migration of film packaging materials

ZHI Ai-Ping\*, LI Chao-Yin, WEI Li-Mei, HE Qiu-Xia

(By-Health Co., Ltd., Zhuhai 519040, China)

**ABSTRACT: Objective** To explore the influence of different soaking conditions on the total migration of film packaging materials. **Methods** By changing the soaking method, soaking temperature and soaking time of the film packaging material, it was measured. **Results** The bag was made into simulated packaging material, after soaking in n-hexane (58 °C), 65% ethanol (58 °C) and 4% acetic acid (68 °C) for two hours, the test results reflected the total migration content of the packaging material to the maximum extent. **Conclusion** Among the three different soaking methods, the results of the total migration of the bagged simulated packaging materials are the most consistent with the actual situation of the packaging bag contacting food. It can provide accurate and reliable detection methods for enterprises.

**KEY WORDS:** film packaging materials; total migration; soaking conditions; chemical pollution

## 1 引言

近年来，随着食品安全问题的相继发生，人们越来越关注入口食品的安全性问题，包装材料与食品直接接触，其安全性与食品息息相关<sup>[1-3]</sup>。总迁移量<sup>[4-9]</sup>是指食品包装迁移到食品(或食品模拟物)中所有不挥发物质的总量。总迁移量作为塑料包装检测的一个重要指标，具有十分重要

的意义<sup>[10-12]</sup>。迁移实验是指在规定条件下，为测定食品接触材料及制品的组分迁移到与之接触的食品或食品模拟物的量进行的实验。试样用各种食品模拟物浸泡<sup>[13-15]</sup>，将浸泡液蒸发并干燥后，得到试样向浸泡液迁移的不挥发物质的总量。

总迁移量反映了塑料薄膜和油墨中的有害物质渗透迁移到食品中的情况，被检测指标含量越高，说明渗透迁

\*通讯作者：植爱萍，执业药师，主要研究方向为膳食营养补充剂的质量检测。E-mail: 756460621@qq.com

\*Corresponding author: ZHI Ai-Ping, Licensed Pharmacist, By-Health Co., Ltd, Zhuhai 519040, China. E-mail: 756460621@qq.com

移到食品中的化学物质的含量就越多, 食品被污染得越严重。根据 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》<sup>[15]</sup>及 GB 9683-1988《复合食品包装袋卫生》<sup>[16]</sup>标准的说明和要求, 用 65%乙醇模拟盛装酒类食品, 用正己烷模拟盛装油脂类食品用 4%醋酸模拟盛装酸性食品, 模拟物中析出的化学物质的量是衡量迁移量的指标, 总迁移量数值越高表示产品溶出物质越多<sup>[17]</sup>。本研究主要通过不同浸泡方式和浸泡温度和浸泡时间的比对, 确定最能反映薄膜包装材料总迁移量的测定条件, 以为包装材料的应用提供参考依据。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器和试剂

ES-050 水浴锅(山东博科欧莱博公司); DHG-9245A 烘箱(上海一恒司); AL204 电子天平(瑞士梅特勒-托利多公司); 左旋肉碱胶薄膜(本公司用薄膜包装材料)。冰醋酸、95%乙醇、正己烷(分析纯, 广州化学试剂厂); 三级水(常州金坛精达仪器制造有限公司)。

### 2.2 实验方法

取各食品模拟物试液 200 mL, 分次置于预先在 100 °C±5 °C 干燥箱中干燥 2 h 的 50 mL 玻璃蒸发皿中, 在各浸泡液沸点温度的水浴上蒸干, 擦去皿底的水滴, 置于 100 °C±5 °C 干燥箱中干燥 2 h 后取出, 在干燥器中冷却 0.5 h 后称量。同时进行空白实验。

### 2.3 计算公式

$$X = \frac{(m_1 - m_2) \times V}{V_1 \times S}$$

式中:

- X—试样的总迁移量, mg/L;
- $m_1$ —试样测定用浸泡液残渣质量, mg;
- $m_2$ —空白浸泡液的残渣质量, mg;
- V—试样浸泡液总体积, mL;
- $V_1$ —测定用浸泡液体积, mL;
- S—试样与浸泡液接触的面积,  $\text{dm}^2$ 。

### 2.4 样品不同浸泡方法

在实际操作过程中, 由于对方法解读的差异导致在具体实验方法上有所不同, 从而致检测结果的差异, 下面就以下几种浸泡方法进行讨论。

#### (1)方法 1

将薄膜裁成 10 cm×10 cm 的正方形 15 份, 将试样分别放入 250 mL 磨口烧瓶中, 用蒸馏水彻底冲洗干净, 晾干, 然后分别倒入 200 mL 正己烷、65%乙醇、4%醋酸进行浸泡实验。

#### (2)方法 2

将薄膜裁成 10 cm×10 cm 的正方形 15 份, 裁成若干小块将试样放入 250 mL 烧杯中, 用蒸馏水彻底冲洗干净, 晾干, 然后分别倒入 200 mL 正己烷、65%乙醇、4%醋酸进行浸泡实验。

#### (3)方法 3

根据使用的形状和大小将薄膜热封成袋状后, 用蒸馏水彻底冲洗干净, 晾干, 分别倒入 2/3 的 4%醋酸、65%乙醇、正己烷进行浸泡实验。

### 2.5 提高浸泡温度实验

根据使用的形状和大小将薄膜热封成袋状后, 用蒸馏水彻底冲洗干净, 晾干, 分别倒入 2/3 的 4%醋酸、65%乙醇、正己烷, 提高浸泡温度进行测定:

#### (1)方法 1

4%醋酸、65%乙醇、正己烷的浸泡温度均为 40 °C, 浸泡时间为 2 h。

#### (2)方法 2

4%醋酸浸泡温度为 68 °C, 65%乙醇、正己烷的浸泡温度为 58 °C, 浸泡时间为 2 h。

### 2.6 延长浸泡时间实验

根据使用的形状和大小将薄膜热封成袋状后, 用蒸馏水彻底清洗干净, 晾干, 分别倒入 2/3 的 4%醋酸、65%乙醇、正己烷, 浸泡温度均为 40 °C, 浸泡时间为 10 d。

## 3 结果与分析

### 3.1 不同浸泡方法实验

检测方法 1 与检测方法 2 两种方法在浸泡时, 薄膜两面及四面切口都与浸泡液相接触, 当切口处图纹部分的油墨直接接触浸泡液时, 油墨就会溶入浸泡液中。正己烷是对油墨树脂有很强的溶解能力, 切口越多, 溶入浸泡液中的化学物质就会增多。使用检测方法 2 时, 薄膜两面及四面切口都浸泡在模拟物中, 因此正己烷浸出液中的总迁移量异常增高。而在实际使用中只有食品袋内层与食品接触, 因此这 2 种浸泡方法显然与实际情况不符。检测方法 3 与检测方法 2 相比, 把薄膜片热封成复合袋的形式, 浸泡液只与内层聚乙烯材料接触, 而不与外层的薄膜材料接触, 符合检测原理, 同时符合包装袋接触食品的实际情况(表 1)。

表 1 不同浸泡方法实验结果( $n=5$ )

Table 1 Results of different soaking methods( $n=5$ )

| 实验方法 | 4%乙酸 | 65%乙醇 | 正己烷  |
|------|------|-------|------|
| 1    | 6.5  | 7.7   | 10.8 |
| 2    | 7.5  | 10.4  | 20.7 |
| 3    | 3.8  | 5.3   | 8.7  |

### 3.2 常温浸泡实验

结果见表 2, 采用常温浸泡所得的实验结果较小, 较容易满足标准要求, 但是不能反映薄膜材料在较高储存温度下的总迁移量结果。

表 2 常温浸泡实验结果

Table 2 Results of immersion test at room temperature

| 模拟物   | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 平均值<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) | RSD/% |
|-------|-----|-----|-----|-----|-----|------------------------------|-------|
| 4%乙酸  | 3.8 | 4.2 | 3.6 | 3.7 | 4.0 | 3.86                         | 6.2   |
| 65%乙醇 | 3.2 | 3.5 | 3.3 | 3.5 | 3.2 | 3.45                         | 5.1   |
| 正己烷   | 6.2 | 6.0 | 6.0 | 5.8 | 5.7 | 5.94                         | 3.3   |

### 3.3 提高浸泡温度实验

结果见表 3、4, 随着浸泡温度的提高, 正己烷的总迁移量明显增高, 说明渗透迁移到食品中的化学物质的含量就越多, 对油脂类物质的迁出作用更强。

表 3 40 °C时总迁移量结果

Table 3 Results of total migration at 40 °C

| 模拟物   | 1   | 2   | 3   | 4   | 5   | 平均值<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) | RSD/% |
|-------|-----|-----|-----|-----|-----|------------------------------|-------|
| 4%乙酸  | 4.5 | 4.5 | 48  | 4.3 | 4.7 | 4.56                         | 3.9   |
| 65%乙醇 | 4.8 | 4.5 | 4.5 | 5.0 | 5.0 | 4.76                         | 4.8   |
| 正己烷   | 8.7 | 8.5 | 9.0 | 8.8 | 8.7 | 8.74                         | 1.9   |

表 4 4%乙酸浸泡温度为 68 °C, 65%乙醇、正己烷浸泡温度 58 °C 时总迁移量结果

Table 4 Results showed that the total migration was obtained at 68 °C in 4% acetic acid and 58 °C in 65% ethanol and n-hexane

| 模拟物   | 1    | 2    | 3    | 4    | 5    | 平均值<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) | RSD/% |
|-------|------|------|------|------|------|------------------------------|-------|
| 4%乙酸  | 5.9  | 5.7  | 5.6  | 6.2  | 6.2  | 5.92                         | 4.2   |
| 65%乙醇 | 6.8  | 6.5  | 6.6  | 6.7  | 6.5  | 6.62                         | 1.8   |
| 正己烷   | 12.6 | 12.8 | 12.5 | 12.5 | 12.8 | 12.64                        | 1.1   |

### 3.4 延长浸泡时间实验

此实验条件为特定迁移升温加速实验条件, 浸泡时间虽然延迟, 但浸泡温度较低, 各模拟物实验结果未能完全表征薄膜材料化学物质迁出情况(表 5)。

表 5 延迟浸泡时间实验结果

Table 5 Results of delayed soaking time

| 模拟物   | 1    | 2   | 3    | 4    | 5    | 平均值<br>(mg/dm <sup>2</sup> ) | RSD/% |
|-------|------|-----|------|------|------|------------------------------|-------|
| 4%乙酸  | 4.5  | 4.7 | 4.4  | 4.3  | 4.6  | 4.50                         | 3.2   |
| 65%乙醇 | 5.8  | 6.0 | 6.2  | 6.0  | 5.6  | 5.92                         | 3.5   |
| 正己烷   | 10.6 | 9.8 | 10.5 | 10.4 | 10.8 | 10.42                        | 3.3   |

## 4 结 论

把薄膜片根据试剂样品包装规格热封成复合袋的形式, 用纯化水冲洗干净, 晾干后用 4%醋酸、65%乙醇和正己烷分别在 68、58、58 °C条件下浸泡 2 h, 符合包装袋接触食品的实际情况, 实验结果充分体现了薄膜包装材料中化学物质的迁出情况, 同时可作为实验室制定薄膜包装材料总迁移量限量指标的参考依据。

## 参 考 文 献

- [1] 黄香丽. 食品接触材料及制品总迁移量的测定方法探讨[J]. 酿酒, 2019, 46(3): 88–90.  
Huang XL. Discussion on determination method of total migration of food contact materials and products [J]. Wine Mak, 2019, 46(3): 88–90.
- [2] 孔英文, 邹淳辉, 申颖, 等. 浅谈食品接触用塑料材料及制品的安全标准与检验问题[J]. 中国标准化, 2019, (10): 253–254.  
Kong YG, Zou CH, Shen Y, et al. Safety standards and inspection of plastic materials and products in contact with food [J]. China Stand, 2019, (10): 253–254.
- [3] 秦蓓. 塑料食品包装材料安全性研究现状[J]. 包装工程, 2011, 32(19): 33–37, 42.  
Qin B. Safety research status of plastic food packaging materials [J]. Pack Eng, 2011, 32(19): 33–37, 42.
- [4] 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[J]. 机械, 2011, 29(2): 91–94.  
Zhang ZL, Wang WS, Liu C, et al. Determination of total migration of harmful substances in polypropylene molding products for microwave food packaging [J]. Light, 2011, 29(2): 91–94.
- [5] 郑春翠, 赵凯, 赵涵红, 等. 食品接触用硅橡胶密封垫圈总迁移量迁移行为的研究[J]. 食品工业, 2017, (7): 191–193.  
Zheng CC, Zhao K, Zhao HH, et al. Study on migration behavior of total migration of silicone rubber gasket for food contact [J]. Food Ind, 2017, (7): 191–193.
- [6] 王建玲, 肖晓峰, 杨娟娟, 等. 高效液相色谱-串联质谱法同时检测食品接触材料中 9 种抗氧剂的特定总迁移量[J]. 分析试验室, 2015, 34(9): 1051–1057.  
Wang JL, Xiao XF, Yang JJ, et al. Simultaneous determination of total specific migration limit of nine antioxidants in food simulants by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Anal Lab, 2015, 34(9): 1051–1057.
- [7] 叶诚, 詹承勇, 郭少飞, 等. 食品接触材料在脂肪性食品模拟物中总迁移量测试装置: 中国, CN201620712139.3[P]. 2016-07-07.  
Ye C, Zhan CY, Guo SF, et al. Determination of total migration of food contact materials in fatty food stimulants: China, CN201620712139.3 [P]. 2016-07-07.
- [8] 李波平. 塑料食品包装中化学物的测定与迁移研究[D]. 太原: 山西大学, 2008.  
Li BP. Determination and migration of chemicals in plastic food packaging [D]. Taiyuan: Shanxi University, 2008.
- [9] 张伯清, 郑贺, 邱志隆, 等. 复合薄膜袋酸性条件下化学物质的总迁移量研究[J]. 包装工程, 2011, (17): 25–28.  
Zhang BQ, Zheng H, Qiu ZL, et al. Study on the total migration of

- chemical substances in composite film bags under acidic conditions [J]. Pack Eng, 2011, (17): 25–28.
- [10] 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, (5): 548–552.  
Wang HT, Zhang YX, Peng YZ, et al. Comparison of detection methods for total migration of plastic food packaging between China and Europe [J]. J Food Saf Qual, 2012, (5): 548–552.
- [11] 孙文文, 商贵芹, 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. Study on the necessity of conditioning for measuring the total migration of olive oil in water sensitive samples [J]. Plast Technol, 2019, 47(8): 95–99.
- [12] 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 determination of total migration in GB 4806.7-2016 *National food safety standard-Plastic materials and products in contact with food* [J]. Stand Sci, 2018, (3): 120–126.
- [13] 刘志刚, 王志伟, 胡长鹰. 塑料包装材料化学物迁移试验中食品模拟物的选用[J]. 食品科学, 2006, 27(6): 271–274.  
Liu ZG, Wang ZW, Hu CY. Selection of food simulants in chemical migration test of plastic packaging materials [J]. Food Sci, 2006, 27(6): 271–274.
- [14] 郭春海, 薄海波, 贾海涛, 等. 食品接触材料 PVC 中 32 种增塑剂在 4 种食品模拟物中的迁移规律研究[J]. 包装工程, 2011, 32(7): 9–13, 61.  
Guo CH, Bo HB, Jia HT, et al. Migration of 32 plasticizers in food contact material PVC in four food simulants [J]. Packag Eng, 2011, 32(7): 9–13, 61.
- [15] 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 standards-General rules for migration test of food contact materials and products [S].
- [16] GB 9683-1988 复合食品包装袋卫生[S].  
GB 9683-1988 Composite food packaging bag [S].
- [17] 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): 9–18.  
Wang L, Weng YX, Zhao Y, et al. Discussion on national safety standards and inspection of plastic products in contact with food [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(24): 9–18.

(责任编辑: 于梦娇)

## 作者简介



植爱萍, 执业药师, 主要研究方向为膳食营养补充剂的质量检测。

E-mail: 756460621@qq.com