

顶空-气相色谱-质谱法测定干性食品模拟物中5种烯烃类化合物迁移量

曾莹¹, 罗淑霏¹, 张晓利¹, 李勇华², 林灿洪², 钟怀宁¹, 李丹¹,
董犇^{1*}

(1. 广州海关技术中心, 广东 广州 510070; 2. 佛山市南方包装有限公司, 广东 佛山 528251)

摘要: 本研究以TENAX (改性聚苯醚) 为干性食品模拟物, 建立了顶空-气相色谱-质谱联用法 (HS-GC/MS) 测定干性食品模拟物中五种烯烃类化合物迁移量的检测方法。TENAX是欧盟 (EU) No. 10/2011推荐的干性食品模拟物, 其固体粉末状吸附性强, 与液态食品模拟物理化性质差异显著, 现有检测方法难以直接适用。针对这一特点, 本方法采用顶空进样方式, 食品模拟物经迁移试验后直接密封加热, 取上方气体进行GC-MS分析, 无需有机溶剂萃取, 有效简化了前处理步骤并减少干扰。方法验证结果表明: 在0.025 (或0.030) ~ 0.60 mg/kg线性范围内, 相关系数 R^2 为0.9989~0.9999; 各目标物检出限 (LOD) 为0.008~0.01 mg/kg, 定量限 (LOQ) 为0.025~0.03 mg/kg; 加标回收率为89.7%~108%, 相对标准偏差 (RSD) 为1.6%~5.6% (n=6), 说明该方法具有良好的准确度和精密度。应用该方法对10种食品接触材料实际样品进行检测, 烯烃类化合物迁移量在0.018~0.037 mg/kg之间, 提示塑料食品接触材料存在一定的烯烃类迁移风险。本方法灵敏度高、回收率好、准确度高, 检出限和定量限可与相关产品标准良好匹配, 适用于干性食品模拟物中烯烃类化合物迁移量的日常检测与安全评估。

关键词: 干性食品模拟物; 食品接触材料; 烯烃; 迁移量; 顶空-气相色谱-质谱法

中图分类号: O657.7; TS206.4 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(XXXX)XX-0001-08

Determination of the Migration of Alkenes in Dry Food Simulants by Headspace-Gas Chromatography-Mass Spectrometry

ZENG Ying¹, LUO Shu-fei¹, ZHANG Xiao-li¹, LI Yong-hua², LIN Can-hong², ZHONG Huai-ning¹, LI Dan¹, DONG Ben^{1*}

(1. Guangzhou Customs Technical Center, Guangzhou 510070, China; 2. Foshan Southern Packaging Co., Ltd., Foshan 528251, China)

Abstract: In this study, a headspace-gas chromatography-mass spectrometry (HS-GC/MS) method was established for the determination of five alkenes (1-hexene, 4-methyl-1-pentene, 1-octene, 1-decene and 1-dodecene) in dry food simulants using TENAX as the simulant. TENAX, recommended as a dry food simulant by EU Regulation (EU) No. 10/2011, is a solid powder with strong adsorptivity and differs significantly from liquid food simulants in physicochemical properties, making existing detection methods unsuitable for direct application. To address this, the proposed method utilizes headspace sampling, where the food simulant is directly sealed and heated after migration testing, and the headspace gas is injected for GC-MS analysis without the need for organic solvent extraction, thus simplifying sample preparation and reducing interference. Method validation results showed good performance: linear ranges of 0.025 (0.030) - 0.60 mg/kg with correlation coefficients (R^2) between 0.9989 and 0.9999; limits of detection (LOD) of 0.008~0.01 mg/kg and limits of quantification (LOQ) of 0.025~0.030 mg/kg; spiked recoveries of 89.7%~108%; and relative standard deviations (RSD) of 1.6%~5.6% (n=6), indicating satisfactory accuracy and precision. The method was applied to ten actual food contact material samples, with detected migration levels of olefin compounds ranging from 0.018 to 0.037 mg/kg, sug-

收稿日期: 2026-06-16; 修回日期: 2026-07-21

基金项目: 广东省重点研发项目 (2025B0202120004); 海关总署科研项目 (2024HK273)

* 通讯作者: 董犇, 博士, 高级工程师, 研究方向: 食品接触材料检测与安全评估, E-mail: dongb@iqtc-fcm.com

gesting a certain risk of olefin migration from plastic food contact materials. The method is characterized by high sensitivity, good recovery and excellent accuracy, and its LOD and LOQ are well compatible with relevant product standards, making it suitable for routine testing and safety assessment of alkene migration in dry food simulants.

Key words: dry food simulants; food contact materials; alkenes; migration; headspace gas chromatography–mass spectrometry

聚烯烃类食品接触材料的生产过程中常引入 α -烯烃类单体作为共聚改性组分, 其中1-己烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯及1-癸烯常用于聚乙烯、聚丙烯的共聚改性^[1-7]; 而1-辛烯、1-癸烯和1-十二烯的聚合物则多用作纸和纸板、涂层及塑料制品中的增塑剂或表面活性剂, 以优化加工性能和表面特性^[7-9]。当这些由烯烃类化合物加工成的食品接触材料与食品接触时, 残留的烯烃类单体可能会迁移至食品中, 给食品安全带来潜在风险。针对上述烯烃类单体的迁移风险, 我国食品接触材料相关标准^[10-14]及欧盟^[15]、韩国法规^[16]均已对1-己烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯和1-癸烯的特定迁移限量(SML)作出明确规定(见表1)。

表1 烯烃类物质的限值与法规
Table 1 Limits and regulations of alkenes

物质	迁移限量 (mg/kg)	国外 法规	国内法规	测试方法
1-己烯 1-Hexene	3	(EU) No. 10/2011 及其修正案 ^[15] 、食品用具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16]	GB 4806. 7-2023 ^[11] GB 4806. 10-2025 ^[12] GB 4806. 15-2024 ^[14] GB 9685-2016 ^[10]	食品用器具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16] IV. 2. 2-20 ^[16]
4-甲基-1-戊烯 4-methyl-1-pentene	0. 05	(EU) No. 10/2011 及其修正案 ^[15] 、食品用具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16]	GB 4806. 7-2023 ^[11] GB 4806. 10-2025 ^[12] GB 4806. 11-2023 ^[13]	食品用器具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16] IV. 2. 2-33 ^[16] 、CEN/TS 13130-25: 2005 ^[18]
1-辛烯 1-Octene	15	(EU) No. 10/2011 及其修正案 ^[15] 、食品用具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16]	GB 4806. 7-2023 ^[11] GB 4806. 10-2025 ^[12] GB 4806. 15-2024 ^[14] GB 9685-2016 ^[10]	食品用器具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16] IV. 2. 2-20 ^[16] 、CEN/TS 13130-26: 2005、 ^[19] GB 31604. 14-2016 ^[17]
1-癸烯 1-Decene	0. 05	(EU) No. 10/2011 及其修正案 ^[15] 、食品用具、容器、包装的标准与规范 (韩国食品药品安全部) (2024) ^[16]	GB 4806. 7-2023 ^[11] GB 4806. 11-2023 ^[13] GB 9685-2016 ^[10]	/
1-十二烯 1-Dodecene	0. 05	(EU) No. 10/2011 及其修正案 ^[15]	GB 9685-2016 ^[10]	/

在测试方法方面, 目前国内外已有相关测试方法标准(详见表1), 但这些方法标准仅涉及1-己烯、4-甲基-1-戊烯与1-辛烯这三种目标物, 未包含1-癸烯和1-十二烯这两种目标物; 且这些方法标准均仅针对液态食品模拟物进行测试, 缺少干性食品模拟物的检测方法。而在日常生活中, 大米、面粉、大豆、咖啡等干性食品相当常见。虽然我国的GB 31604. 1-2023中未规定专门的干性食品模拟物, 但欧盟的食品接触用塑料法规(EU) No. 10/2011中推荐使用改性聚苯醚TENAX作为干性食品模拟物^[15]。由于干性食品模拟物TENAX与4%乙酸、各种浓度乙醇、橄榄油等液态食品模拟物在理化性质上存在显著差异, 与迁移物的结合机理也与液态食品模拟物明显不同^[20-21], 使得现有检测方法难以直接适用^[22]。因此, 亟需建立适用于干性食品模拟物的烯烃类化合物迁移量检测方法, 且该方法应能覆盖国内外法规中有限量要求的全部 α -烯烃类单体——即1-己烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯、1-癸烯及1-十二烯这五种 $C_6 \sim C_{12}$ 典型烯烃同系物。

TENAX是一种白色粉末状固体, 对有机物具有良好的吸附性能, 在常规前处理中通常采用有机溶剂提取并结合净化步骤后上机测定^[23-26]。鉴于烯烃类化合物通常具有较强的挥发性, 本研究采用顶空法进行样品前处理, 可有效减少有机萃取溶剂组分进入色谱系统对目标物分析造成干扰, 提升方法灵敏度, 并简化样品前处理步骤。本文以TENAX为干性模拟物, 建立了其中1-己烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯、1-癸烯及1-十二烯迁移量的测定方法, 并应用于实际样品检测, 考察烯烃类物质在干性模拟物中的迁移水平。

1 实验部分

1.1 材料与试剂

标准品与试剂：4-甲基-1-戊烯（纯度 98.4%，上海安谱公司），1-己烯（纯度 99.6%，上海安谱公司）；1-辛烯（纯度 99.4%，德国 Dr 公司），1-癸烯（纯度 96.9%，上海安谱公司），1-十二烯（纯度 99.8%，上海安谱公司）；甲醇（色谱纯，康科德公司）。改性聚苯醚（TENAX，上海安谱公司）。

样品：共 10 款实际样品，按序号编为 1#~10#，其中 1#~3# 为溶剂型涂层纸，4#~7# 为 PE 淋膜纸，8#~10# 为 PE 复合膜。所有样品均由相关企业提供。

1.2 仪器与设备

气相色谱-质谱仪（7890A-5975C 型，美国安捷伦公司），顶空自动进样器（配 1 mL 定量环，美国安捷伦公司），XW-80A 型涡旋混合器（上海医科大学仪器厂）；XSR 分析天平（瑞士梅特勒-托利仪器公司）。

DB-624 毛细管色谱柱（60 m×0.25 mm×1.4 μm），HP-Plot 毛细管色谱柱（30 m×0.25 mm×1.4 μm），HP-INNOWAX 毛细管色谱柱（60 m×0.25 mm×0.25 μm），HP-5MS 毛细管色谱柱（30 m×0.25 mm×0.25 μm）。

1.3 方法

1.3.1 标准溶液的配制

1.3.1.1 标准储备液的配制 称取 25 mg 各目标物的标准品，用甲醇溶解后转移至 25 mL 玻璃容量瓶内，用甲醇定容并摇匀，配制成质量浓度为 1000 mg/L 的标准储备液。

1.3.1.2 混合标准中间液 准确移取 4-甲基-1-戊烯、1-癸烯及 1-十二烯标准储备液各 1 mL，置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，制得质量浓度为 100 mg/L 的混合标准溶液 A，准确移取 1-己烯与 1-辛烯标准储备液各 1 mL，置于 10 mL 容量瓶中，用甲醇稀释至刻度，制得质量浓度为 100 mg/L 的混合标准溶液 B。然后取 0.02、0.06 mL、0.3 mL、0.6 mL、0.9 mL、1.2 mL 混合标准溶液 A 于 10 mL 容量瓶，继续加入 0.016、0.05 mL、0.3 mL、0.6 mL、0.9 mL、1.2 mL 混合标准溶液 B 于同一 10 mL 容量瓶甲醇定容并摇匀，配制系列标准中间溶液（其中 4-甲基-1-戊烯与 1-癸烯、1-十二烯的系列标准中间浓度为 0.2、0.6、3、6、9、12 mg/L，1-己烯与 1-辛烯的系列标准中间浓度为 0.16、0.5、3、6、9、12 mg/L）。

1.3.1.3 标准工作液的配制 准确称取（0.2±0.002）g TENAX，分别加入 10 μL 系列标准中间溶液，配制工作曲线，其中 4-甲基-1-戊烯与 1-癸烯、1-十二烯的浓度为 0.01、0.03、0.15、0.3、0.45、0.6 mg/kg，1-己烯与 1-辛烯的浓度为 0.008、0.025、0.15、0.3、0.45、0.6 mg/kg）。

1.3.2 迁移实验

迁移试验的要求参照 EN13130-1^[27] 的规定，依据样品的预期使用条件，选定迁移条件为 60℃，10 d。按照 EN 14338^[28] 的规定，每 4 g TENAX 接触 1 dm² 的食品接触材料，使用单面迁移的方式进行试验，制得迁移试验后的食品模拟物。

1.3.3 前处理方法与仪器条件

1.3.3.1 样品处理 准确称量（0.2±0.002）g 经迁移试验后得到的 TENAX 于顶空瓶中，快速加入 10 μL 甲醇，立即压盖密封。

1.3.3.2 仪器条件 顶空条件：平衡温度：150℃，平衡时间：15 min，定量环温度：155℃，传输线温度：160℃。

色谱条件：DB-624 毛细管色谱柱（60 m×0.25 mm×1.4 μm）；载气为氦气，流速 1 mL/min；分流比为 10:1，进样口温度：260℃；色谱-质谱接口温度：260℃；柱温：初始温度 40℃、保持 2 min，以 5℃/min 速率升至 60℃，再以 20℃/min 升至 260℃，保持 4 min。

质谱条件：电子轰击离子源（EI），离子源温度 230℃，检测器温度：150℃，数据采集方式：选择离子监测（SIM），定量与定性离子见表 2。

待测液与标准品的选择离子在相同的保留时间处（±0.5%）出现，并且对应质谱碎片离子的质荷

比与标准品一致,可定性确证目标分析物。将系列标准工作液分别注入气相色谱质谱仪中,测定烯烃类物质的定量离子峰面积,以标准工作液的浓度为横坐标,以烯烃类物质定量离子的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线,外标法定量。

表2 五种烯烃的定量离子与定性离子
Table 2 Quantitative and qualitative ions of the five alkenes

目标物名称	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1-己烯	7.9	84	43, 69
4-甲基-1-戊烯	8.6	69	43, 84
1-辛烯	12.3	112	55, 83
1-癸烯	14.7	83	140, 111
1-十二烯	16.5	83	97, 168

1.3.3.3 迁移量计算 获得TENAX中目标物的浓度后,根据样品的预期使用情况按照欧盟EN 13130-1^[27]进行计算样品中五种烯烃的迁移量,公式如下:

$$Y_1 = \frac{(C - C_0) \times V_1}{S_1} \times \frac{S_2}{V_2}$$

式中:

Y_1 表示样品中目标物迁移量, mg/kg;

C 表示由标准工作曲线求得的样品溶液中目标物的浓度, mg/L 或 mg/kg;

C_0 表示由标准工作曲线求得的方法空白溶液中目标物的浓度, mg/L 或 mg/kg;

V_1 表示迁移试验使用的TENAX质量, L/kg;

V_2 表示预期实际接触食品的体积/质量, L/kg;

S_1 表示试样与TENAX的接触面积, dm²;

S_2 表示试样实际接触食品的面积, dm²。

1.4 数据处理

所有样品平行测定两次,取两次测试平均值。数据使用Agilent MassHunter Quantitative Analysis B.09.00 软件进行定性与定量分析。绘图使用Origin 9.1 软件。

2 结果与讨论

2.1 条件优化

2.1.1 色谱柱的选择 本研究中五种烯烃类目标物均为挥发性有机物,分子量在84~168之间。本研究考察了实验室较为常用的弱极性HP-5 MS色谱柱和强极性HP-INNOWAX柱,以及测试溶剂残留常用的DB-624柱、和测试挥发性烷烃的常用色谱柱HP-PLOT柱,进行五种目标物的分离度对比。不同色谱图上得到的总离子流图见图1;由于1-十二烯沸点相对较高,在HP-PLOT柱上的保留较强,柱温在色谱柱最高使用温度260℃下保留18 min后才出峰,分析时间较长(b图);而在其他三种色谱柱中,1-十二烯在柱温达到260℃后2分钟内即可出峰。对于1-己烯和4-甲基-1-戊烯,它们在HP-5 MS(d图)和HP-INNOWAX(c图)柱上的分离度均不够理想,未实现基线分离;而在DB-624(a图)柱上的分离效果较好。综合考虑目标物的分离度和分析时间等因素,选择DB-624柱作为分离柱。

DB-624柱对五种烯烃的分离效果最优,主要归因于其中等极性固定相(6%氰丙基/苯基-94%二甲基聚硅氧烷)与目标物性质的良好匹配。相较于饱和烷烃,烯烃的C=C双键赋予了其弱极性特征,使得中等极性固定相能够与之产生适度的偶极-诱导偶极相互作用^[29]。在具体的色谱柱对比中,相较于主要依据沸点差异分离的弱极性HP-5MS柱,DB-624的氰丙基基团提供了额外的偶极作用力,能有效区分分子量相近、沸点差异极小的烯烃异构体(如1-己烯与4-甲基-1-戊烯),弥补了单纯沸点分离的不足;而相较于强极性HP-INNOWAX柱,其中等极性既提供了足够的分离驱动力,又避免了对弱极性烯烃的过强保留导致的峰形展宽。同时,DB-624作为专为挥发性有机物设计的色谱柱,在分离选择性与分析时间之间取得了良好平衡。因此,DB-624的综合性能最优。

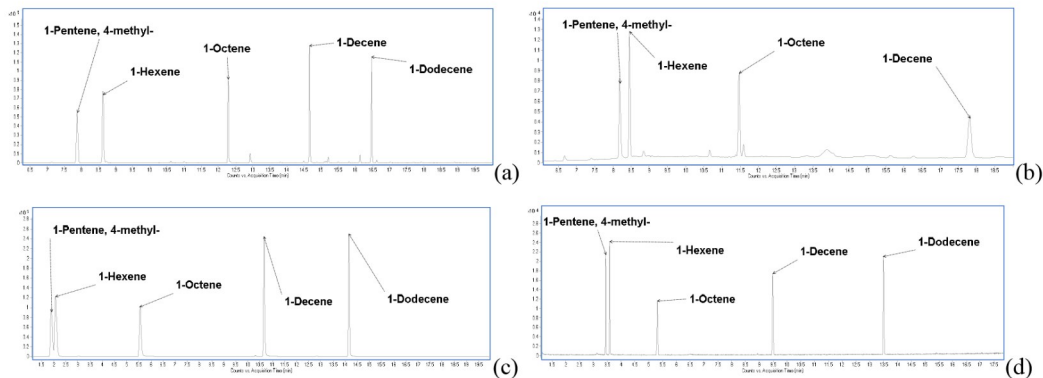


图 1 烯烃类物质的选择离子色谱图 (10 μg) (a: DB-624; b: HP-Plot; c: HP-Innowax; d: HP-5MS)
Fig. 1 The selected ion chromatograms of alkenes (10 μg) (a: DB-624; b: HP-Plot; c: HP-Innowax; d: HP-5MS)

2.1.2 顶空条件的优化 对于顶空条件的优化,主要考察顶空温度和时间两个因素。鉴于顶空进样器的最高平衡温度通常为 150℃,因此本研究分别考察了相同浓度下的标准工作溶液分别在 70℃、90℃、110℃、130℃、150℃下五种烯烃的响应值,结果如图 2a 所示。五种烯烃的响应均随温度升高而增加。为提高方法灵敏度,选择 150℃作为平衡温度。在此基础上,固定温度为 150℃,分别考察平衡时间为 15、30、45、60 min 时五种烯烃的响应值。如图 2b 所示,四种平衡时间下五种烯烃的峰面积无明显差异,表明 15 min 时样品已达到平衡。因此,确定顶空平衡时间为 15 min。

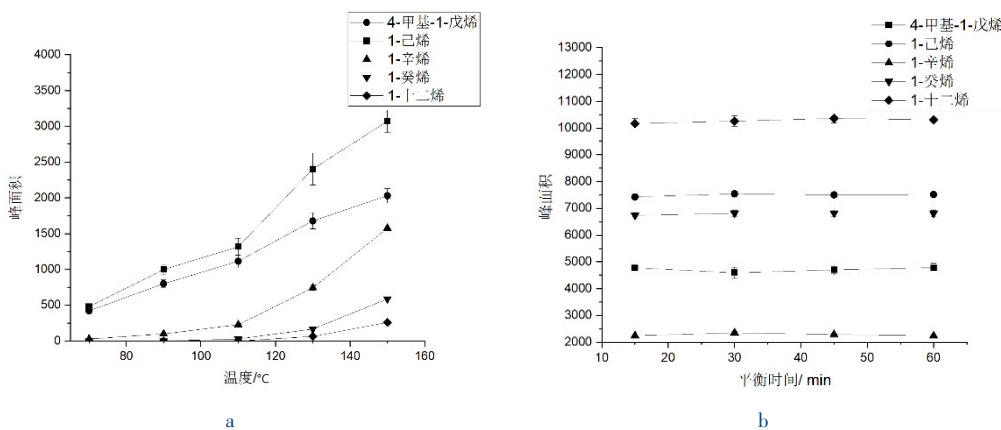


图 2 不同温度与不同平衡时间下五种烯烃的峰面积 (a: 不同温度; b: 不同平衡时间)
Fig. 2 Peak areas of five alkenes at different temperatures and equilibrium times (a: temperatures; b: equilibrium times)

2.2 方法验证

2.2.1 线性范围、检出限、定量限 以空白 TENAX 为基质配制系列标准工作溶液,在 0.025 (或 0.030)~0.60 mg/kg 范围内,各目标物峰面积与质量浓度呈良好线性关系,相关系数 $R^2>0.995$ (标准曲线最低浓度点对应于各目标物的定量限)。以信噪比 (S/N) 等于 3 和 10 分别计算检出限与定量限,各目标物在 LOD 和 LOQ 加标水平下的 S/N 范围分别为 3.9~6.8 和 10.8~18.9; 1-己烯和 1-辛烯的 LOD 均为 0.008 mg/kg、LOQ 均为 0.025 mg/kg, 4-甲基-1-戊烯、1-癸烯和 1-十二烯的 LOD 均为 0.01 mg/kg、LOQ 均为 0.030 mg/kg。

表 3 回归方程、线性范围及相关系数

Table 3 Regression equations, linear ranges and correlation coefficients

目标物	回归方程	相关系数 (R^2)	线性范围 (mg/kg)	检出限 (mg/kg)	定量限 (mg/kg)
4-甲基-1-戊烯	$y = 9314.495919 * x - 43.370903$	0.9989	0.030~0.60	0.01	0.030
1-己烯	$y = 10619.889806 * x + 679.529347$	0.9995	0.025~0.60	0.008	0.025
1-辛烯	$y = 25491.635114 * x - 90.680814$	0.9989	0.025~0.60	0.008	0.025
1-癸烯	$y = 5262.648522 * x - 27.695342$	0.9995	0.030~0.60	0.01	0.030
1-十二烯	$y = 7188.597075 * x + 27.170585$	0.9999	0.030~0.60	0.01	0.030

2.2.2 回收率与精密度 以空白 TENAX 为基质，分别进行 0.025（或 0.030）、0.30 和 0.60 mg/kg 三个水平的加标回收试验，每个水平平行测定 6 次，回收率和相对标准偏差见表 4。结果显示，回收率为 89.7%~108%，RSD 为 2.4%~5.6%，表明该方法具有良好的准确度和精密度。

表 4 不同加标水平中烯烃类物质的回收率及相对标准偏差

Table 4 Recoveries and relative standard deviations of alkenes at different spiked levels

物质	加标水平 (mg/kg)	平均回收率 (%, n=6)	相对标准偏差 RSD (%)
4-甲基-1-戊烯	0.03	98.0	4.2
	0.30	92.7	2.5
	0.60	94.8	4.9
1-己烯	0.025	99.3	4.4
	0.30	92.3	2.4
	0.60	91.0	4.6
1-辛烯	0.025	102.7	2.9
	0.30	90.7	4.8
	0.60	89.7	3.4
1-癸烯	0.03	103.7	2.5
	0.30	91.3	3.5
	0.60	90.3	1.6
1-十二烯	0.03	102.0	5.6
	0.30	108.0	4.4
	0.60	99.0	4.1

2.3 实际样品检测

按照 1.3.2 与 1.3.3.1 进行迁移实验与迁移实验的前处理，利用 1.3.3.2 建立的仪器方法对 10 款食品接触材料中的五种烯烃类化合物迁移量进行测试。结果如表 5 所示。

表 5 样品检测结果

Table 5 test results of samples

编号	迁移量 (mg/kg)				
	4-甲基-1-戊烯	1-己烯	1-辛烯	1-癸烯	1-十二烯
1#	ND	ND	ND	ND	ND
2#	ND	ND	ND	ND	ND
3#	ND	ND	ND	ND	ND
4#	ND	ND	ND	ND	0.018
5#	ND	ND	ND	ND	ND
6#	ND	ND	ND	ND	ND
7#	ND	ND	ND	ND	ND
8#	ND	ND	ND	ND	ND
9#	ND	ND	ND	ND	ND
10#	ND	ND	ND	ND	0.037

* “ND” 表示未检出（检出限：0.01 mg/kg）

从实际样品的检测结果来看，所有产品的检测结果均符合相关标准要求，整体风险水平较低。烯烃类物质的检出率为 20%，检出物质均为 1-十二烯，检出值分别为 0.018 mg/kg 和 0.037 mg/kg，其中 10#样品的检出值超过限值的一半，存在一定风险。值得注意的是，1-己烯、4-甲基-1-戊烯、1-辛烯和 1-癸烯在本次实验中均未检出，分析其原因可能与迁移条件（60℃，10 d）有关。相较于 1-十二烯，这 4 种烯烃的挥发性更强、分子量更低，在干性模拟物中的吸附与保留能力相对较弱，在长时间高温迁移过程中可能更易挥发损失或与模拟物结合不充分，从而导致其迁移量低于方法检出限。此外，有研究指出，在回收聚烯烃中可检出 1-十二烯^[30]，提示该物质可能与再生塑料的使用或生产过程中的交叉污染有关。建议相关企业加强风险管控，并深入开展溯源分析，确保产品持续符合合规性要求。值得注意的是，本批次中检出 1-十二烯的 4#与 10#样品材质均为聚乙烯（PE）或含 PE 层复合材料，提示 1-十二烯的迁移可能与 PE 材质的使用存在一定关联。1-十二烯常作为聚乙烯共聚单体或加工助剂引入，其在含 PE 层材料中的残留风险相对较高。然而，由于本批次中其他 6 款含 PE 材质的样品（如 5#、6#、7#淋膜纸）并未检出该物质，说明迁移量也受生产工艺、涂层厚度及热处理条件等因素影响。尽管限于样本量（n=10），尚无法建立材质与检出率之间的确定性规律，但检出的样品材质特征仍可为

后续风险监测的重点关注对象提供参考。未来可扩大样本量，结合生产工艺参数，进一步探讨材质类型与烯烃迁移的相关性。

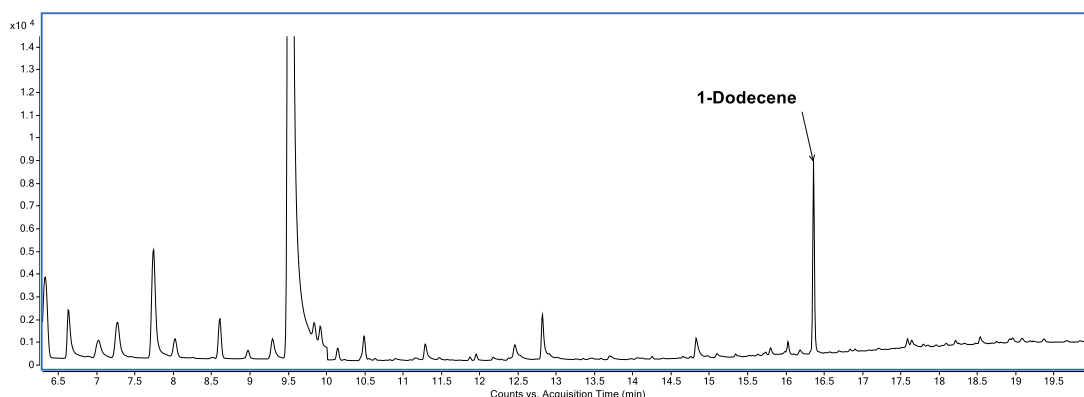


图3 典型样品(10#)色谱图

Fig. 3 TIC chromatogram of typical sample (10#)

3 结 论

本研究建立的HS-GC/MS法操作简便、灵敏度高，检出限满足国内外法规限值要求，适用于干性食品模拟物中五种烯烃迁移量的日常检测。对10款实际样品的检测结果表明，所有样品均未超出相关标准限值（合格率100%），但1-十二烯在2款含PE层样品中有检出（检出率20%），检出数值超过限值的一半，建议相关企业加强原材料及工艺管控。

参考文献：

- [1] Zhen J. *Synth. Resin Plast.* (甄建. 合成树脂及塑料), **2024**, 41 (3): 21-25, 38.
- [2] Gao Y X, An Y J, Jiang Y F, et al. *Synth. Resin Plast.* (高宇新, 安彦杰, 姜艳峰, 等. 合成树脂及塑料), **2021**, 38 (2): 25-28.
- [3] Guo P, Xu Y H, Lü M F, et al. *Synth. Resin Plast.* (郭鹏, 徐耀辉, 吕明福, 等. 合成树脂及塑料), **2013** (6): 62-67.
- [4] Chu S C, Pan Y X, Huang Y K, et al. *Power Capacit. React. Power Compens.* (储松潮, 潘毓娴, 黄云锴, 等. 电力电容器与无功补偿), **2024**, 45 (1): 41-48.
- [5] Ji N N, Yan N, Shen Z Y, et al. *Plast. Ind.* (季娜妮, 闫宁, 沈宗伟, 等. 塑料工业), **2015**, 43 (1): 109-112.
- [6] Wang X H, Gao F, Wang L B, Wei F C, Li J, Ma J. Production Status of 1-Decene [C] //Proc. 2010 Petrochem. Annu. Conf. Chem. Ind. Eng. Soc. China (王秀绘, 高飞, 王力搏, 魏福成, 李杰, 马俊. 1-癸烯的生产现状及其发展 [C] //中国化工学会 2010 年石油化工学术年会论文集), **2010**: 342-344.
- [7] Li J L, Wu Y R. *Petrochem. Technol.* (李军良, 吴雅荣. 石化技术), **2008**, 15 (1): 66-69.
- [8] Wang Y L, Zeng Q Y, Wei F C, et al. *Plast. Ind.* (王亚丽, 曾群英, 魏福成, 等. 塑料工业), **2009**, 37 (11): 1-5.
- [9] Hou Q J, Qi J, Li Z S, et al. *Fine Spec. Chem.* (侯启军, 齐晶, 李宗石, 等. 精细与专用化学品), **2008** (19): 11-19, 2.
- [10] GB 9685-2016. *National Food Safety Standard - Standard for Use of Additives in Food Contact Materials and Products. National Standards of the People's Republic of China* (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. 中华人民共和国国家标准).
- [11] GB 4806.7-2023. *National Food Safety Standard - Plastic Materials and Articles for Food Contact. National Standards of the People's Republic of China* (食品安全国家标准 食品接触用塑料材料及制品. 中华人民共和国国家标准).
- [12] GB 4806.10-2025. *National Food Safety Standard - Coatings and Coated Layers for Food Contact. National Standards of the People's Republic of China* (食品安全国家标准 食品接触用涂料及涂层. 中华人民共和国国家标准).
- [13] GB 4806.11-2023. *National Food Safety Standard - Rubber Materials and Articles for Food Contact. National Standards of the People's Republic of China* (食品安全国家标准 食品接触用橡胶材料及制品. 中华人民共和国国家标准).
- [14] GB 4806.15-2024. *National Food Safety Standard - Adhesives for Food Contact Materials and Articles. National Standards of the People's Republic of China* (食品安全国家标准 食品接触材料及制品用黏合剂. 中华人民共和国国家标准).
- [15] The European Commission. (EU) **10/2011**. Plastic Food Contact Materials and Articles. *European Food Safety Author-*

- ity, 2011.
- [16] Ministry of Food and Drug Safety. Standards and Specifications for Utensils, Containers and Packages: MFDS Notification No. **2024-29**. Cheongju: MFDS, 2024.
- [17] GB **31604.14-2016**. National Food Safety Standard -- Determination of 1-Octene and Tetrahydrofuran Migration in Food Contact Materials and Products. National Standards of the People's Republic of China (食品安全国家标准 食品接触材料及制品 1-辛烯和四氢呋喃迁移量的测定. 中华人民共和国国家标准).
- [18] CEN/TS 13130-25: 2005. Materials and Articles in Contact with Foodstuffs -- Plastics Substances Subject to Limitation -- Part **25**: Determination of 4-methyl-1-pentene in Food Simulants. European Committee for Standardization, 2005.
- [19] CEN/TS 13130-26: 2005. Materials and Articles in Contact with Foodstuffs -- Plastics Substances Subject to Limitation -- Part **26**: Determination of 1-Octene and Tetrahydrofuran in Food Simulants. European Committee for Standardization, 2005.
- [20] Van Den Houwe K, Van Loco J, Lynen F, Van Hoeck E. *Packag. Technol. Sci.*, **2018**, 31: 781-790.
- [21] Chen Y F, Ma N N, Zeng Y, Li D, Zhong H N, ZHENG J G. *Mod. Food Sci. Technol.* (陈燕芬, 马宁宁, 曾莹, 李丹, 钟怀宁, 郑建国. 现代食品科技), **2020**, 36 (7): 306-312, 249.
- [22] Dong Y N, Liang Q, Zhao H, et al. *Stand. Sci.* (董亚楠, 梁青, 赵慧, 等. 标准科学), **2025** (5): 62-68.
- [23] Han W, Yu Y J, Li N T, Wang L B. *Packag. Eng.* (韩伟, 于艳军, 李宁涛, 王利兵. 包装工程), **2015**, 36 (11): 24-29, 60.
- [24] Luo S P, Wu Z Y, Zhu H H, Chen M, Yin D W. *China Food Saf. Mag.* (罗世鹏, 吴泽颖, 祝惠惠, 陈明, 尹大伟. 食品安全导刊), **2015** (21): 110-111.
- [25] Han W, Yu Y J, Li N T, Wang L B. *Chin. J. Chromatogr.* (韩伟, 于艳军, 李宁涛, 王利兵. 色谱), **2014**, 32 (12): 1349-1355.
- [26] Li K Y, Hu C Y, Zhong H N, Chen Y F, Yang Y P, Wang Z W. *Mod. Food Sci. Technol.* (李克亚, 胡长鹰, 钟怀宁, 陈燕芬, 杨岳平, 王志伟. 现代食品科技), **2016**, 32 (2): 302-308.
- [27] EN 13130-1: 2004. Materials and Articles in Contact with Foodstuffs - Plastics Substances Subject to Limitation - Part **1**: Guide to Test Methods for the Specific Migration of Substances from Plastics to Foods and Food Simulants and the Determination of Substances in Plastics and the Selection of Conditions of Exposure to Food Simulants. European Committee for Standardization, 2004.
- [28] DIN EN **14338**: 2004. Paper and Board Intended to Come into Contact with Foodstuffs - Conditions for Determination of Migration from Paper and Board Using Modified Polyphenylene Oxide (MPPO) as a Simulant. German Version EN 14338: 2003. *European Committee for Standardization*, 2004.
- [29] Xing Q Y, Pei W W, Xu R Q, et al. *Basic Organic Chemistry*. 4th ed. Beijing: Peking University Press (邢其毅, 裴伟伟, 徐瑞秋, 等. 基础有机化学. 4版. 北京: 北京大学出版社), **2016**.
- [30] Chen Z F, Hao T Y, Lin Q B, Zhong H N, Hu C Y. *J. Instrum. Anal.* (陈智峰, 郝天英, 林勤保, 钟怀宁, 胡长鹰. 分析测试学报), **2022**, 41 (10): 1568-1576.

(责任编辑: 丁 岩)