

浅析残留量筛查方法在食品接触材料特定迁移量检测领域的应用

魏 魏*, 孙春燕, 吕先敏, 陈 彤, 刘艇飞[#]

台州海关综合技术服务中心, 浙江 台州

收稿日期: 2025年6月19日; 录用日期: 2025年7月16日; 发布日期: 2025年7月24日

摘 要

本文简要地阐述了残留量筛查方法在食品接触材料特定迁移量检测领域应用的意义, 并结合部分现行检测标准分析了残留量筛查方法的可行性、适宜性以及实际应用方式。分析结果表明: 按照目前的食品接触材料检测标准现状, 残留量筛查法还存在较大的局限性, 首先是残留量和特定迁移量的换算系数不明确, 需要单个试样单独分析, 并结合残留量的经验数据来预判; 其次是缺少残留量的检测方法, 使得筛查法从根本上就无从实现。但是残留量筛查法为快速测定部分物质的特定迁移量提供了可能, 在某些特定情况下能起到意想不到的作用, 还能够节约大量的人力物力并提高检测效率, 存在较大的研究和应用价值。

关键词

食品接触材料, 迁移量检测, 残留量, 筛查

Simple Analysis of the Application of Residue Screening Method in Specific Migration Detection of Food Contact Materials

Wei Wei*, Chunyan Sun, Xianmin Lyu, Tong Chen, Tingfei Liu[#]

Taizhou Customs Comprehensive Technology Service Centre, Taizhou Zhejiang

Received: Jun. 19th, 2025; accepted: Jul. 16th, 2025; published: Jul. 24th, 2025

*第一作者。

[#]通讯作者。

Abstract

This article briefly explains the significance of residual screening methods in specific migration detection of food contact materials, and analyzes the feasibility, suitability, and practical application methods of residual screening methods in combination with some current detection standards. The analysis results indicate that according to the current status of food contact material detection standards, the residual screening method still has significant limitations. Firstly, the conversion coefficient between residual amount and specific migration amount is not clear, and a single sample needs to be analyzed separately and combined with empirical data of residual amount to predict; Secondly, the lack of residual detection methods makes it fundamentally impossible to implement screening methods. However, the residual screening method provides the possibility of quickly determining the specific migration amount of certain substances, which can play an unintended role in certain specific situations, It can also save a lot of manpower and material resources and improve detection efficiency, which has significant research and application value.

Keywords

Food Contact Material, Migration Detection, Residual, Screening

Copyright © 2025 by author(s) and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY 4.0).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

1. 前言

近年来,我国食品接触材料标准管理体系日趋完善,在适用性、科学性和透明性等方面都有了明显改善。目前我国食品接触材料标准管理体系主要以 GB 9685-2016《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》为基础,并配套有 GB 4806 系列的产品标准和 GB 31604 系列的检测方法标准,以及 GB 31603-2015《食品安全国家标准 食品接触材料及制品生产通用卫生规范》,涵盖了塑料、橡胶、玻璃、搪瓷、陶瓷、金属、纸和纸板、涂料、油墨、粘合剂、竹木及复合材料等食品接触材料和制品的基本要求、限量要求、符合性原则、检验方法、可追溯性、产品信息和通用生产规范等。

其中 GB 31604 系列标准作为 GB 4806 系列配套的检测标准,主要目的是为准确测定某种物质的特定迁移量(SML)或某一类物质的特定迁移总量(SML(T))以验证其合规性。

众所周知,特定迁移量的测定分为两个步骤,第一步要按照 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》[1]和 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》[2]的要求进行迁移试验,得到食品模拟物浸泡液[3]。第二步才是测定浸泡液中目标物质的特定迁移量。相比于残留量的检测方法,不仅要多出一个迁移试验的步骤,而且食品模拟物种类较多,涉及水性、酸性、油性、含酒精模拟物以及替代模拟物等多种不同基体,非常地繁琐复杂。

GB 31604.1 中描述了一种用残留量筛查特定迁移量的方法。若能实现这种筛查方法,则可有效地节约人力物力,并极大地提高检测效率。然而在现有的食品接触材料标准体系中,尚未有相关的研究报道,使得残留量筛查方法一直处于空缺的状态。本文拟从现行的食品接触材料检测标准出发,简要地分析残留量筛查的可行性、适宜性,以便为后续食品接触材料标准管理体系的进一步完善提供借鉴。

2. 残留量筛查方法应用于食品接触材料特定迁移量测定的意义

在食品接触材料检测领域,迁移量检测标准是无可替代的根本性标准。然而,GB 31604.1 描述的以残留量筛查迁移量的这种理念为快速测定食品接触材料及制品中的特定迁移量提供了一种可能性,对于实验室检测、相关部门的检验监管和生产企业的工艺参数优化等具有非常重要的意义。

1) 残留量筛查法可为检测实验室节约大量的人力物力,并提高检测效率。首先在迁移试验过程中,不同的食品模拟物分别需要独立的测试样品;如果迁移试验温度不同,还需要配备更多的恒温设备,否则只能等前一个迁移试验结束;最关键的是,有些样品根据预期用途,迁移时间长达 10 天,如果是重复使用产品,且第一次浸泡液测试不合规,要进行重复 3 次的迁移试验,单单迁移试验过程最快都要 30 个自然日。其次在食品模拟物浸泡液的测试过程中,由于各模拟物基体的性质差异较大,大多数标准针对不同的模拟物需要分别建立不同的标准曲线;部分标准针对不同食品模拟物的前处理方式也不同。而残留量的方法不仅省去了迁移试验过程,样品基体也只是试样本身。相比可以节约大量的试剂、耗材、标准品、样品量和温控系统的耗电量等,并极大地提高检测效率,也更符合低碳实验室的发展理念。

2) 残留量筛查法可极大地缩短工艺参数优化过程,为食品接触产品生产企业解决根本性的难题。食品接触生产企业在生产过程中,难免会碰到某一产品的某个迁移量指标检测不合规的情况,必须通过重新选择原料或优化工艺参数的方式直到该产品检测合规,以此来满足为客户供货的要求。这个过程可能要耗费大量的时间,特别是当这个产品(如密封罐等)的迁移试验条件为 40℃,10 d 时,很有可能因为工艺参数调整时间过长而影响产品的供货期限。若能以残留量进行筛查,则可减少因检测流程过长导致的等待时间,从而缩短整个流程,为企业解决根本性的难题。

3) 残留量筛查法可为检验监管部门解决特殊监管样品的检测难题。当监管部门查验如树脂、粒料、涂料、油墨或粘合剂等食品接触材料时,如果要进行迁移量测定,就必须按照实际加工条件制成最终产品(或片材、试样)后方可进行迁移试验。若能以残留量进行筛查,则可免去加工过程,直接进行残留量测试后进行筛查,为相关部门的检验监管提供便利。

因而,残留量筛查法在食品接触材料迁移量测定领域的应用具有十分重要的意义,在某些特定情况下可以起到意想不到的作用。

3. 残留量筛查方法应用于食品接触材料特定迁移量测定的可行性、适宜性

根据 GB 31604.1 迁移试验通则的规定,以残留量筛查特定迁移量有两个原则:一是假设所测得的残留物质全部迁移到食品或食品模拟物中;二是测得的残留量要根据产品预期接触食品的体积或质量及相应的接触面积进行换算。

3.1. 残留量筛查法的具体换算过程解析

假设测得某试样中 X 物质的残留量为 $A(\text{mg/kg})$,按照迁移试验通则确定该试样的实际接触面积体积比为 $S(\text{dm}^2)/V(\text{L})$,称得(或算得)当接触总面积为 S 时试样的质量为 $m(\text{g})$,则筛查得到该物质的特定迁移量 $B(\text{mg/kg})$ 为: $B = (A \times m \times 10^{-3})/V$,公式中分子部分为接触面积为 S 时该物质的总残留量。再假设残留量检测方法的检出限为 $\text{LOD}_r(\text{mg/kg})$,迁移量检测方法的检出限为 $\text{LOD}_m(\text{mg/kg})$,X 物质的特定迁移限量为 SML_X 。则残留量筛查可能出现以下几种情形,详见表 1。

从表 1 可以看出,残留量筛查方法的适宜性主要取决于经换算后得到的迁移量 B 值、特定迁移限量 SML_X 值以及迁移量方法的检出限 LOD_m 值。当且仅当 B 值小于 LOD_m 时,方可实现真正意义上的筛查。此种情况下,无论何种模拟物,何种迁移试验条件下迁移量均可直接出具“未检出”的结果。而当 B 值大于 LOD_m 小于 SML_X 时,则只能验证迁移量的合规性。此时可出具迁移量结果为“ $<\text{SML}_X$ ”,但无法

出具具体的迁移量数值，针对相关部门的检验监管或生产企业的自检自控有一定的应用价值。当 B 值大于 SML_x 时，则无法实现筛查。

Table 1. Several possible scenarios and specific applications of residue screening
表 1. 残留量筛查可能出现的几种情形及具体应用

序号	残留量测定值 A (mg/kg)	经换算得到的迁移量值 B (mg/kg)	筛查方法适宜性	具体应用
1	有检出	$B < LOD_m$	可以筛查	迁移量可出具“未检出”
2		$SML_x > B > LOD_m$	半筛查	可验证迁移量合规性
3		$B > SML_x$	无法筛查	无
4	未检出 以 LOD_r 替代 A 值	$B < LOD_m$	可以筛查	迁移量可出具“未检出”
5		$SML_x > B > LOD_m$	半筛查	可验证迁移量合规性
6		$B > SML_x$	无法筛查	无

3.2. 预估换算系数法初步判定残留量筛查法适宜性

以现行 GB 31604 系列标准中 1、3-丁二烯、丙烯腈和氯乙烯[4]-[6]为例，假设试样为规则的长方体形，面积体积比采用通用的 $6\text{ dm}^2/1\text{ L}$ 的比例，考虑到 GB 5009.156 中规定的试样厚度小于 0.5 mm 时，计算试样的单面面积；厚度大于 0.5 mm 小于 2 mm 时，计算试样的双面面积。则 A/B 值的换算系数如下，详见表 2：

Table 2. Conversion coefficients for residual screening of 1,3-butadiene, acrylonitrile, and vinyl chloride
表 2. 1、3-丁二烯、丙烯腈和氯乙烯的残留量筛查换算系数

物质名称/ 对应标准	LOD_r (mg/kg)	LOD_m (mg/kg)	SML_x (mg/kg)	试样密度 (g/cm ³)	试样厚度 (mm)	单面接触 面积(dm ²)	试样质量 (g)	A/B 值
1,3-丁二烯 GB 31604.12	0.1	0.01	ND	约 1.1 (ABS)	<0.5	6	<33	>30
			DL = 0.01		0.5~2	3	16~66	62~15
丙烯腈 GB 31604.17	0.1	0.01	ND	约 1.06 (AS)	<0.5	6	<32	>31
			DL = 0.01		0.5~2	3	16~64	62~16
氯乙烯 GB 31604.31	0.1	0.001	ND	约 1.4 (PVC)	<0.5	6	<42	>24
			DL = 0.01		0.5~2	3	21~84	48~12

以 ABS 试样为例，密度约为 1.1 g/cm^3 ，当试样厚度为 0.1 mm 时，接触单面面积为 6 dm^2 ，试样的质量约为 $1.1\text{ g/cm}^3 \times 6\text{ dm}^2 \times 0.1\text{ mm} = 1.1 \times 6 \times 10^2 \times 0.1 \times 10^{-1} = 6.6\text{ g}$ ， $A/B = V/(m \times 10^{-3}) = 1/(6.6 \times 10^{-3}) \approx 152$ 。其他情况下的 A/B 值计算方式相同。

当获取预估的 A/B 值换算系数后，可以将 B 值设定为 LOD_m 值，再按照 $A = (A/B) \times LOD_m$ 的公式去反推 A 值的大小，并结合残留量 A 值测定的一些经验数据，判定该物质以残留量筛查的可能性。仍旧以 ABS 试样为例，当试样厚度为 0.1 mm 时，A/B 值约为 152，则 A 值应小于 $152 \times 0.01 = 1.5\text{ mg/kg}$ 时，方可实现筛查；当试样厚度约为 0.5 mm 时，A/B 值约为 30，则 A 值应小于 $30 \times 0.01 = 0.30\text{ mg/kg}$ 时，方可实现筛查；当试样厚度约为 2 mm 时，A/B 值约为 15，则 A 值应小于 $15 \times 0.01 = 0.15\text{ mg/kg}$ 时，方可实现筛查。从大量经验数据及文献资料来看，ABS 或 AS 制品中的丙烯腈残留量水平通常都要超过 4.0 mg/kg [7]，基本无法实现筛查。但丁腈橡胶中的丙烯腈残留量则大都为未检出[8]，此时 A 值相当于 LOD_r 值 0.1 mg/kg ，则完全可以实现筛查。一般地，残留量普遍较小或者未检出，且残留量方法检出限 LOD_r

值和特定迁移量方法检出限 LOD_m 值相差倍数较小的物质,可实现筛查的可能性更大。比如氯乙烯的 LOD_r 值和 LOD_m 值相差100倍,已经超出通常情况下换算系数(12~48)的范围,即便有经验数据表明氯乙烯残留量均为未检出[9],也无法实现筛查,只能进行合规性的判定。这也是后续在补充或完善残留量检测方法时需要重点考虑的。

3.3. 残留量筛查法在特定迁移量检测领域的实际应用

从表2可以看出,试样密度越大,A/B值的范围就越窄;试样厚度越大,A/B值就越小。这使得每个试样几乎都是独立的个体,很难从统计学的角度来确定具体的换算系数。不同材质的试样,密度不同,m值也就不同;同一材质的试样,不同形状、厚度以及预期用途都会影响接触面积,进而影响m值和V值,这也是残留量筛查法难以实现的较大因素之一。

因此在实际应用当中,可以在进行某物质特定迁移量检测前,先通过称量或者计算获取S、V、m的值,然后假定B值为 LOD_m 反推出A值的大小,并结合残留量A值测定的经验数据,判定该物质以残留量筛查的可能性,再决定是否采用残留量筛查法。

残留量筛查法应用的首要前提是针对某物质的检测标准既要有迁移量的方法又要有残留量的方法。而目前GB 31604系列标准主要以迁移量的方法为主,只有少数如环氧乙烷、环氧丙烷和环氧氯丙烷等,因易与水基模拟物发生反应,做成了残留量的检测标准;以及少数如氯乙烯、1,3-丁二烯、丙烯腈、邻苯二甲酸酯等,同时保留了残留量和迁移量的方法。因此只有在后续GB 31604系列标准的制修订过程中,在评估可行性和适宜性的前提下补充增加部分物质的残留量检测方法,才能为实施残留量筛查提供更多的可能性。

4. 小结

综上,残留量筛查法不仅可以为实验室检测节约大量人力、物力,并极大地缩短检测周期,提高检测效率。也能为生产企业的工艺参数优化和相关部门针对特殊材质的检验监管提供便利。

就现行检测标准的现状来看,残留量筛查法在特定迁移量检测领域的应用还存在较大的局限性。首先是没有残留量和特定迁移量之间统一明确的换算系数,需要单个试样单独分析,并根据残留量的经验数据来预判。其次是缺少残留量的检测方法,使得筛查方法从根本上就无法实现。因此建议在后续GB 31604系列标准的制修订过程中,研究方向能够适当地兼顾快速筛查方面的内容,让快速检测食品接触材料的特定迁移量成为可能。

参考文献

- [1] GB31604.1-2023 食品安全国家标准 食品接触材料及制品迁移试验通则[S]. 2023.
- [2] GB5009.156-2016 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[S]. 2016.
- [3] GB31604.59-2023 食品安全国家标准 食品接触材料及制品化学分析方法验证通则[S]. 2023.
- [4] GB31604.12-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品1,3-丁二烯的测定和迁移量的测定[S]. 2016.
- [5] GB31604.17-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品丙烯腈的测定和迁移量的测定[S]. 2016.
- [6] GB31604.31-2016 食品安全国家标准 食品接触材料及制品氯乙烯的测定和迁移量的测定[S]. 2016.
- [7] 魏梦夏, 刘雅慧, 陈萌, 等. 顶空气相色谱-质谱法测定 ABS 塑料玩具中丙烯腈和苯乙烯的残留量与迁移量[J]. 分析测试学报, 2021, 40(8): 1190-1196.
- [8] 秦鹏, 耿占杰, 范国宁, 等. 热裂解-气相色谱质谱联用测定丁腈橡胶中结合丙烯腈含量[J]. 合成橡胶工业, 2023, 46(4): 313-315.
- [9] 余胜兵, 朱炳辉, 许瑛华, 等. 聚氯乙烯(PVC)管材中氯乙烯单体的溶解沉淀-顶空-气相色谱法测定[J]. 分析测试学报, 2010, 29(10): 1083-1086.