团体标准《造纸化学品中氯丙醇含量的测定 气相色谱-质谱法（征求意见稿）》编制说明

一、标准起草的基本情况

（一）任务来源、起草单位、起草人

1.任务来源及起草单位

受中国食品工业协会委托，济宁南天农科化工有限公司、四川洋淼环保科技有限公司、浙江传化华洋化工有限公司、杭州杭化哈利玛化工有限公司、广东良仕工业材料有限公司、珠海红塔仁恒包装股份有限公司、山东奥赛新材料有限公司、爱森（中国）絮凝剂有限公司、广州海关技术中心、保世高（广州）贸易有限公司、中国食品工业协会食品接触材料专业委员会共同参与了《造纸化学品中氯丙醇含量的测定 气相色谱-质谱法》团体标准的起草工作。

2.起草人及主要起草工作

本标准主要起草人有：黄军、陈蓉秋、陈文杰、齐锋、黄房生、王玥、张西成、凌静、牟子瞳、朱红梅、马朴、曾莹、李丹、陈俊骐、田家明。

起草人员负责标准制定工作的组织、协调，相关资料的查阅、收集，标准文本及编制说明的起草、撰写，组织多次研讨会，通过电子邮件、网络会议、线下会议等方式，征集、整理和归纳相关的意见和建议。

（二）简要起草过程

2023年6月26日，广州海关技术中心向中国食品工业协会正式提出团体标准立项申请。2023年7月19日，《造纸化学品中氯丙醇含量的测定 气相色谱-质谱法》团体标准获得中国食品工业协会标准化工作委员会正式立项。

根据《团体标准管理规定》的要求，起草工作组于2023年8月开始正式启动标准起草工作，收集整理了不同类型的造纸化学品包括湿强剂、粘缸剂、改性松香、改性淀粉、涂布抗水剂、改性纤维素、防油剂、模塑防水剂、改性树脂、消泡剂、表面施胶剂等，并进行分析与研究，确定标准制订的技术路线，就相关重点问题召开专题讨论，咨询企业和专家意见，在此基础上形成了标准草案。草案确定后，选择了不同基质的样品对方法的特异性、检出限、定量限、测定范围、正确度、重复性进行了验证，得到征求意见稿。

二、标准的重要内容及主要修订情况

本标准为首次制定，无修订情况比对。

（一）标准格式及编制原则

本标准格式和编审程序等按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分:标准化文件的结构和起草规则》和《团体标准管理规定》执行。

（二）标准名称

根据中国食品工业协会发布的团体标准名称，本标准的名称为《造纸化学品中氯丙醇含量的测定 气相色谱-质谱法》。

（三）范围

本标准适用于造纸化学品中氯丙醇的检测，造纸化学品包括湿强剂、粘缸剂、改性松香、改性淀粉、涂布抗水剂、改性纤维素、防油剂、模塑防水剂、改性树脂、消泡剂、表面施胶剂等。其他化学品也可根据具体情况参考使用。

（四）术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

（五）方法原理

本标准分为两部分：直接分析法与衍生化法。其中直接分析法的原理是造纸化学品使用有机溶剂提取后上气相色谱-质谱测定，内标法定量。衍生化法的原理是固体样品经乙酸乙酯超声提取或液体样品经固相小柱净化后，加入七氟丁酰基咪唑衍生后上气相色谱-质谱测定，同位素内标法定量。

三、标准中涉及专利的情况

本文件中涉及检测方法的部分内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

四、国内国际相关标准情况

1. GB 4806.8《食品安全国家标准 食品接触用纸和纸板材料及制品》附录C

测试食品接触纸制品的水提取物中氯丙醇含量的标准方法GB 4806.8附录C主要是针对纸制品的成品按照一定条件浸泡得到的水提取液中氯丙醇的测试，未涉及到造纸化学品的前处理。且由于对应的法规限量较低，因此方法的测定水平

较低，不适用于部分浓度较大的化学品，可能需要大量稀释，加长了检测时间。

五、标准研制技术内容

1. 色谱柱的选择

对比常用的色谱柱如 DB-5MS 和 HP-INNOWAX，发现两种目标物在后者上的峰形更好，因此选用极性的色谱柱 HP-INNOWAX 进行分离，两种氯丙醇以及内标物都可以很好地分离且峰形较好。

2. 直接前处理法中溶剂的选择

本方法的目标物为氯丙醇，极性较强，优先使用强极性溶剂提取，包括丙酮、甲醇、乙醇。对比各类型造纸化学品在三种溶剂的分散效果，发现甲醇的溶解性对化学品的分散性更加，因此选用甲醇作为溶剂。但考虑到部分化学品的成分复杂，实际操作中可以根据样品实际情况选择合适的溶剂。

3. 衍生化法中气-质仪器条件

本方法参考了GB 4806.8-2022的附录C：水提取液经过硅藻土小柱净化后，或者乙酸乙酯提取后，经七氟丁酰基咪唑衍生，使用DB-5 MS色谱柱，以气相色谱-质谱测定。仪器条件也参考了该标准附录中使用的仪器条件。

4. 方法验证情况

方法验证参考了新发布的国家标准GB 31604.59-2023《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》来进行。验证过程中覆盖了本标准适用范围中的所有样品类型。

4.1 直接前处理法

1）检出限：向基质空白提取液中添加一定量的目标分析物，将信噪比为3的添加浓度作为估算检出限。获得预估检出限值后，制备20个基质空白提取液，分别添加估算检出限浓度的目标物，进行检出概率验证。

2）定量限：向基质空白提取液中添加一定量的目标分析物，将信噪比为10的添加浓度作为估算定量限。获得预估定量限值后，制备6个基质空白提取液，分别添加估算定量限浓度的目标物，进行精密度和回收率验证。

经过试验确定本方法的两种目标物检出限均为1 mg/kg，实际空白样品在检出限浓度水平下加标后，目标分析物的检出概率均为100%。定量限确定为2.0

mg/kg，经过数据统计，每种实际空白样品在定量限水平下加标后，目标分析物的正确度和精密度均满足要求。

3）线性：按照标准文本的测定条件，对标准工作溶液（0.20~6.0 mg/L）进行检测，得到两种目标物的线性方程相关系数均大于0.995，满足方法验证要求。

4）正确度和精密度：在基质空白提取液中，加入氯丙醇的标准中间溶液，添加水平为最低浓度（2.0 mg/kg）、中间浓度（10 mg/kg）和高浓度（40 mg/kg），对于每一浓度，分别进行 6 次平行独立试验，并进行数据统计分析，结果也均满足方法验证要求。

4.2 衍生化前处理法

与4.1直接前处理法的做法相类似，对该方法分别进行了检出限和定量限、线性（0.015~0.50 mg/L）、正确度和精密度（三水平加标浓度分别为最低浓度0.030 mg/kg、中间浓度0.400 mg/kg和高浓度0.800 mg/kg）等主要参数的验证实验，实验结果均满足方法验证的相关要求。

六、标准可能带来的经济和社会影响评估

自从新修订的GB 4806.8-2022《食品安全国家标准　食品接触用纸和纸板材料及制品》正式发布以来，标准中新增加的氯丙醇水提取物指标受到行业和监管部门的极大关注，因为这个项目不仅在当前的食品接触用纸制品中检出率和不合格率都较高，而且在检测方法上也具有较大的难度和挑战性。因此对于食品接触用纸制品的生产企业来说，做好产品中的氯丙醇含量管控、确保产品复合新修订的GB 4806.8-2022产品标准要求、保障消费者健康与安全成为亟待解决的重要任务。

本标准建立了一种针对造纸化学品中氯丙醇含量的测试方法，为造纸化学品生产企业提供一种有效的检测技术手段，并对检测方法进行验证。经过检测限、线性范围、精密度与回收率的验证，该方法灵敏度、准确度高，可满足造纸化学品中氯丙醇含量的测定要求。经与食品接触纸制品行业多家企业的沟通，普遍认为本标准可以作为造纸化学品中氯丙醇测试的方法，具有很高的实用价值。标准的制定为食品接触用纸的生产企业在选择原材料和上游供应商时提供技术性参考依据，确保食品接触用纸的安全性，保障消费者健康与安全。

七、其他需要说明的事项

无。