

ICS 点击此处添加 ICS 号

点击此处添加中国标准文献分类号

团 体 标 准

T/GDAQI XXX—2026

食品接触材料及制品中苯代三聚氰胺迁移量的测定

Determination of migration of Benzoguanamine in food contact materials and products

(征求意见稿)

2026 - XX - XX 发布

2026 - XX - XX 实施

广东省质量检验协会 发布

前 言

本文件按照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》的规定起草。

本文件由广东省质量检验协会提出和归口。

本文件起草单位：广州质量检验研究院、国家包装产品质量检验检测中心（广州）、……。

本文件主要起草人：……。

食品接触材料及制品中苯代三聚氰胺迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中苯代三聚氰胺迁移量的测定方法。
本标准适用于食品接触材料及制品中苯代三聚氰胺迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

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。

3 术语和定义

本标准没有需要界定的术语和定义。

4 原理

食品接触材料及制品根据GB 31604.1及GB 5009.156进行迁移实验后，采用液相色谱-串联质谱法进行检测，以外标法定量。其中，水、4%（体积分数）乙酸、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇食品模拟物及化学代替溶剂95%（体积分数）乙醇经甲醇稀释后直接进样测定；含油脂食品模拟物用甲醇萃取，萃取液过滤后进样测定。

5 试剂和材料

除非另有说明，本方法所用试剂均为分析纯，水为 GB/T 6682 规定的一级水。

5.1 试剂

5.1.1 甲醇（ CH_4O ）：色谱纯。

5.1.2 醋酸铵（ $\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}_2$ ）：色谱纯。

5.1.3 乙醇（ $\text{C}_2\text{H}_6\text{O}$ ）：色谱纯。

5.1.4 乙酸（ $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2$ ）。

5.1.5 橄榄油：应符合 GB 5009.156 中油脂类食品模拟物的规定。

5.2 试剂配制

5.2.1 酸性、含乙醇食品模拟物及化学替代溶剂的配制按 GB 5009.156 操作。

5.2.2 醋酸铵溶液（5 mmol/L）：准确称取 0.385 g 醋酸铵（5.1.2），用水溶解后定容至 1 L，混合均匀，抽滤。

5.3 标准品

5.3.1 苯代三聚氰胺标准品（C₉H₉N₅，CAS 号：91-76-9）：纯度≥99%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

5.4 标准溶液配制

5.4.1 苯代三聚氰胺标准储备溶液（1 000 mg/L）：准确称取 10 mg（精确至 0.01 mg）苯代三聚氰胺标准品（5.3.1）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解，定容至刻度。摇匀，于 4 °C 冰箱避光密封保存，有效期为 6 个月。

5.4.2 标准中间溶液 A：准确移取标准储备液（5.4.1）0.5 mL 于 100 mL 容量瓶中，用甲醇溶液定容至刻度，混匀，得到苯代三聚氰胺浓度为 5.0 mg/L 的标准溶液，于 4 °C 冰箱中避光保存，有效期为 3 个月。

5.4.3 标准中间溶液 B：准确移取标准中间溶液 A（5.4.2）1.0 mL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀，得到苯代三聚氰胺浓度为 0.5 mg/L 的标准溶液，于 4 °C 冰箱避光密封保存，有效期为 3 个月。

5.4.4 水、酸性、含乙醇食品模拟物及化学代替溶剂 95%（体积分数）乙醇的标准工作溶液：分别准确移取 0.06 mL，0.10 mL，0.20 mL，0.60 mL，1.00 mL 标准中间液 B（5.4.3）于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，混匀，得到质量浓度分别为 3 μg/L，5 μg/L，10 μg/L，30 μg/L，50 μg/L 的标准工作溶液，临用现配。

5.4.5 橄榄油标准工作溶液：分别准确称量 1.00 g（精确至 0.01g）橄榄油于 5 个具塞离心管中，分别准确加入 0.030 mL，0.050 mL，0.10 mL，0.30 mL，0.50 mL 标准中间液 B（5.4.3），得到质量浓度分别为 15 μg/kg，25 μg/kg，50 μg/kg，150 μg/kg，250 μg/kg 的标准工作溶液，再分别加入 4.97 mL，4.95 mL，4.90 mL，4.70 mL，4.50 mL 甲醇，涡旋萃取 2 min，再以 10000 r/min 离心 5 min，取 1 mL 上层清液，经 0.22 μm 有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测，临用现配。

6 仪器和设备

6.1 液相色谱串联质谱仪：带电喷雾离子源（ESI）。

6.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.01 mg。

6.3 涡旋振荡器。

6.4 针式有机相尼龙微孔滤膜：孔径为 0.22 μm。

7 分析步骤

7.1 迁移试验

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1 和 GB 5009.156 的规定进行迁移试验。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于 4 °C 冰箱中避光保存。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后再使用。

7.2 浸泡液的处理

7.2.1 水、10%（体积分数）乙醇、20%（体积分数）乙醇、50%（体积分数）乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%乙醇（体积分数）浸泡液

准确移取迁移试验后得到的浸泡液2 mL于10 mL具塞容量瓶中，用甲醇定容至刻度，涡旋混匀，经有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测。

7.2.2 含油脂食品模拟物

准确称取迁移试验后得到橄榄油浸泡液 1.00 g（精确至 0.01g）于 10 mL 具塞离心管中，加入 5 mL 甲醇，涡旋萃取 2 min，再以 10000 r/min 离心 5 min，取上层溶液，经 0.22 μ m 有机相尼龙微孔滤膜过滤后待测。

7.2.3 空白试液的制备

未与食品接触材料及制品接触的食品模拟物和化学替代溶剂，按 7.2.1~7.2.2 处理即得空白试液。

7.3 仪器参考条件

7.3.1 液相色谱条件

- a) 色谱柱：C₁₈柱（100 mm×2.1 mm，3.0 μ m），或同等性能色谱柱；
- b) 流动相：A 为 5 mmol/L 醋酸铵溶液，B 为甲醇，洗脱梯度见表 1；

表 1 洗脱梯度表

时间/min	A/%	B/%	流速/mL·min ⁻¹
0.0	60	40	0.3
2.0	10	90	0.4
4.0	10	90	0.4
4.1	60	40	0.4
7.0	60	40	0.4

- c) 柱温：30°C；
- d) 进样量：1 μ L。

7.3.2 质谱条件

- a) 离子化模式：电喷雾电离正离子模式（ESI⁺）。
- b) 质谱扫描方式：多反应监测（MRM）。
- c) 其他质谱参考条件参见附录 A。

7.4 标准曲线制作

按照 7.3 所列仪器参考条件，将标准工作溶液按浓度从低到高的顺序分别注入液相色谱-串联质谱仪中，测定待测目标物相应的峰面积，以苯代三聚氰胺化合物的质量浓度为横坐标，对应的定量离子峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线，得到线性回归方程。标准工作溶液的色谱图参见附录 B 中图 B.1~图 B.2。

7.5 试样溶液的测定

7.5.1 定性测定

按照 7.3 所列仪器参考条件，分别测定试样溶液和标准工作溶液，如果试样溶液与标准溶液中相对应的色谱峰保留时间偏差在 $\pm 2.5\%$ 范围以内，所有定性离子的信噪比均超过 3:1，且定性离子对的相对丰

度与浓度相当的标准溶液的相对丰度一致，相对丰度偏差不超过表2的规定，则可判断样品中存在相应的待测物。

表 2 离子对相对丰度比的最大允许偏差

离子对相对丰度比, K/%	K≥50	20<K<50	10<K≤20	K≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

7.5.2 定量测定

按照7.3所列仪器参考条件，分别将试样溶液和空白试液分别注入液相色谱-串联质谱仪中，得到待测目标物的色谱峰峰面积，根据标准曲线计算得到试样溶液和空白试液中苯代三聚氰胺化合物的含量。

8 分析结果的表述

8.1 非密封制品类食品接触材料及制品苯代三聚氰胺特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于非密封制品类食品接触材料及制品，目标分析物苯代三聚氰胺特定迁移量以mg/kg表示时，按式（1）进行计算。

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times S} \times \frac{S_0}{m_1} \times f \quad \text{-----(1)}$$

式中：

X_1 ——苯代三聚氰胺的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中苯代三聚氰胺的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）或微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；

c_0 ——空白浸泡液中苯代三聚氰胺的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）或微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；

V ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

S ——迁移试验中试样与浸泡液接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

S_0 ——非密封制品实际使用时与食品接触的面积，单位为平方分米（ dm^2 ）；

m_1 ——非密封制品实际使用时接触固态食品的质量，或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量，单位为千克（kg）；当实际使用情形下的 S_0/m_1 未知或无法估算时， S_0/m_1 按6 dm^2/kg 计，即6 dm^2 食品接触材料及制品接触1 kg食品或食品模拟物；

f ——浸泡液中目标分析物前处理过程换算因子，此处 f 值用5表示。

结果至少保留2位有效数字。

8.2 密封制品类食品接触材料及制品苯代三聚氰胺特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，当预期用途已知时，目标分析物苯代三聚氰胺特定迁移量以mg/kg表示时，按式（2）进行计算。

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times S} \times \frac{S_0}{m_2} \times f \quad X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times S} \times \frac{S_0}{m_2} \quad \text{-----(2)}$$

式中：

- X_2 ——苯代三聚氰胺的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- S_0 ——密封制品实际使用时与食品接触的面积，单位为平方分米（dm²）；
- m_2 ——密封制品实际使用时与适配容器共同接触固态食品的质量，或实际接触液态食品的体积所对应的食品质量，单位为千克（kg）；各种液态食品按密度为1 kg/L将其体积换算为相应的质量；
- f ——浸泡液中目标分析物前处理过程换算因子，此处 f 值用5表示。
结果至少保留2位有效数字。

8.3 密封制品类食品接触材料及制品苯代三聚氰胺特定迁移量的计算（以 mg/件表示）

对于密封制品类食品接触材料及制品，当预期用途未知时，目标分析物苯代三聚氰胺特定迁移量以 mg/件表示时，按式（3）进行计算，需注明采用的迁移试验方法、迁移试验中单个密封制品与食品模拟物接触的面积。

$$X_3 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times n} \times f \quad X_3 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times n} \quad \text{-----}(3)$$

式中：

- X_3 ——苯代三聚氰胺化合物的特定迁移量，单位为毫克每件（mg/件）；
- n ——浸泡时所用密封制品的数量，单位为件；
- f ——浸泡液中目标分析物前处理过程换算因子，此处 f 值用5表示。
结果至少保留2位有效数字。

9 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过其算术平均值的 15%。

10 其他

本方法对水基、酸性、酒精食品模拟物浸泡液和化学替代溶剂浸泡液中苯代三聚氰胺的检出限均为 0.005 mg/L，定量限均为 0.015 mg/L；油脂类食品模拟物中苯代三聚氰胺的检出限为 0.005 mg/kg，定量限为 0.015 mg/kg。苯代三聚氰胺迁移量的检出限和定量限按第 8 章进行计算。

附 录 A
质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 喷雾电压：4000 V；
- b) 雾化气：55 psi；
- c) 辅助加热气：55 psi；
- d) 气帘气：40 psi；
- e) 加热温度：550 °C；
- f) 其他质谱参数见下表。

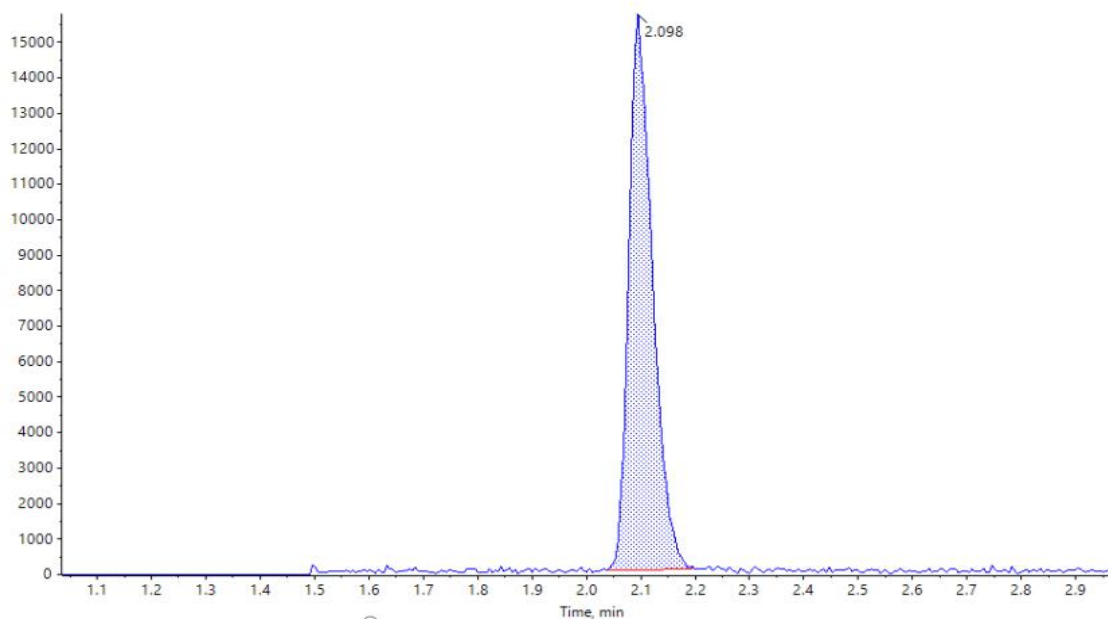
表 A.1 苯代三聚氰胺参考质谱参数

化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	去簇电压/V	碰撞电压/V
苯代三聚氰胺	188	104*	60	30
	188	85	60	27
	188	146	60	26
注 1：*为定量离子。				
注 2：对于不同的质谱仪，仪器参数可能存在差异，测定前应将质谱参数优化到最佳。				

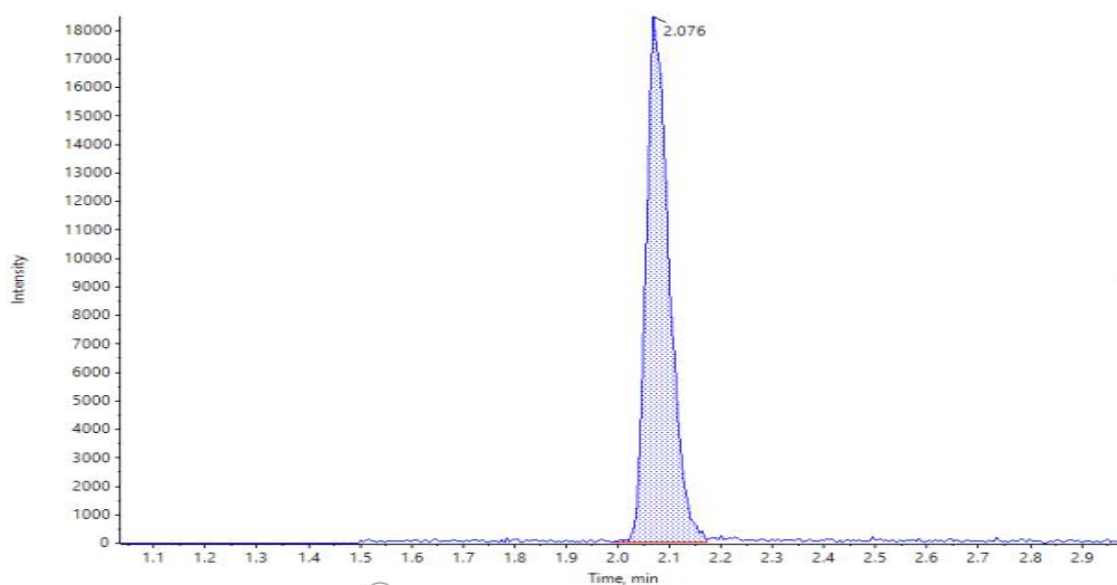
附录 B

苯代三聚氰胺液相色谱-串联质谱总离子流色谱图

苯代三聚氰胺液相色谱-串联质谱总离子流色谱图见图B.1和B.2。



图B.1 甲醇中苯代三聚氰胺 (0.015 mg/L) 总离子流色谱图



图B.2 橄榄油中苯代三聚氰胺 (0.015 mg/L) 总离子流色谱图