

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 14 种光引发剂化合物迁移量的测定

Determination of migration of 14 photoinitiator compounds 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 14 种光引发剂化合物迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中光引发剂2959、光引发剂907、光引发剂369、光引发剂379、光引发剂127、4-(二甲氨基)苯甲酸乙酯、光引发剂307、光引发剂TPO-L、光引发剂150、4,4'-双(二甲氨基)二苯甲酮、光引发剂TPO、4,4'-双(二乙氨基)二苯甲酮、光引发剂819、光引发剂EHA迁移量的测定方法。

本标准适用于食品接触材料及制品中光引发剂2959、光引发剂907、光引发剂369、光引发剂379、光引发剂127、4-(二甲氨基)苯甲酸乙酯、光引发剂307、光引发剂TPO-L、光引发剂150、4,4'-双(二甲氨基)二苯甲酮、光引发剂TPO、4,4'-双(二乙氨基)二苯甲酮、光引发剂819、光引发剂EHA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 进行迁移试验后，采用液相色谱-串联质谱法进行检测。其中水、4%乙酸（体积分数）、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%（体积分数）乙醇浸泡液经甲醇稀释过滤后直接进样；化学替代溶剂异辛烷浸泡液氮吹至近干后用甲醇复溶过滤进样；橄榄油浸泡液经正己烷分散，用酸化甲醇乙腈涡旋萃取离心分层后，取上层清液过滤进样。峰面积外标法定量。

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 甲酸（ CH_2O_2 ）：色谱纯。

- 5.1.3 乙醇 (C₂H₆O)：色谱纯。
- 5.1.4 乙酸 (C₂H₄O₂)。
- 5.1.5 异辛烷 (C₈H₁₈)：色谱纯。
- 5.1.6 橄榄油。
- 5.1.7 丙酮 (C₃H₆O)：色谱纯。
- 5.1.8 正己烷 (C₆H₁₄)：色谱纯。
- 5.1.9 乙腈 (C₂H₃N)：色谱纯。

5.2 试剂配制

- 5.2.1 酸性、含乙醇食品模拟物、橄榄油及化学替代溶剂的配制按 GB 5009.156 操作。
- 5.2.2 0.05%甲酸水溶液：取 0.50 mL 甲酸 (5.1.2) 于容量瓶中，加水定容至 1 L，混合均匀。
- 5.2.3 0.05%甲酸甲醇：取 0.50 mL 甲酸 (5.1.2) 于容量瓶中，加甲醇 (5.1.1) 定容至 1 L，混合均匀。
- 5.2.4 酸化甲醇乙腈：量取 20 mL 甲醇 (5.1.1)，80 mL 乙腈 (5.1.9) 至具塞锥形瓶中，加入 0.40 mL 乙酸 (5.1.4)，混匀。

5.3 标准品

14种光引发剂：标准品（见附录A），纯度≥98%；或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

5.4 标准溶液配制

- 5.4.1 14种光引发剂标准储备溶液 (1 000 mg/L)：准确称取 14 种光引发剂标准品各 10 mg（精确到 0.1 mg），分别用甲醇溶解后转移至 10 mL 棕色容量瓶中，并用甲醇定容至刻度，于-20℃冰箱中避光密封保存，有效期为 6 个月。
- 5.4.2 光引发剂混合标准中间溶液 A（光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 浓度均为 10 μg/mL、其余光引发剂均为 1.0 μg/mL）：分别吸取光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 标准储备溶液各 0.50 mL，其余光引发剂各 0.050 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，用甲醇定容至刻度，于-20℃冰箱中避光密封保存，有效期为 3 个月。
- 5.4.3 光引发剂混合标准中间溶液 B（光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 浓度均为 1.0 μg/mL、其余光引发剂均为 0.10 μg/mL）：吸取光引发剂混合标准中间溶液 5.0 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，用甲醇定容至刻度，于-20℃冰箱中避光密封保存，有效期为 3 个月。
- 5.4.4 光引发剂混合标准中间溶液 C（光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 浓度均为 4.0 μg/mL、其余光引发剂均为 0.40 μg/mL）：分别吸取光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 标准储备溶液各 0.20 mL，其余光引发剂各 0.020 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，用丙酮定容至刻度，于-20℃冰箱中避光密封保存，有效期为 3 个月。
- 5.4.5 光引发剂混合标准中间溶液 D（光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 浓度均为 0.40 μg/mL、其余光引发剂均为 0.040 μg/mL）：吸取光引发剂混合标准中间溶液 5.0 mL 于 50 mL 棕色容量瓶中，用丙酮定容至刻度，于-20℃冰箱中避光密封保存，有效期为 3 个月。
- 5.4.6 橄榄油标准工作溶液：称取 2.00 g（精确至 0.01 g）迁移试验后得到的橄榄油浸泡液至离心管中，准确吸取光引发剂混合标准中间溶液 D(5.4.5)0.040 mL、0.10 mL，光引发剂混合标准中间溶液 C(5.4.4) 0.020 mL、0.050 mL、0.10 mL 于 10 mL 比色管中，加入 3.0 mL 正己烷，再加入 2.0 mL 酸化甲醇乙腈，涡旋 10 min，随后 10000 r/min 离心 10 min，用针式注射器抽取上层液体约 1 mL，经有机相尼龙微孔滤膜过滤，得到光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 质量浓

度均为 8.0 µg/kg、20 µg/kg、40 µg/kg、100 µg/kg、200 µg/kg，其余光引发剂质量浓度均为 0.80 µg/kg、2.0 µg/kg、4.0 µg/kg、10 µg/kg、20 µg/kg 的标准工作溶液。

5.4.7 其他食品模拟物、化学替代溶剂的标准工作溶液：准确移取光引发剂混合标准中间溶液 B (5.4.3) 0.040 mL、0.10 mL，光引发剂混合标准中间溶液 A (5.4.2) 0.020 mL、0.050 mL、0.10 mL 于 10 mL 容量瓶中，再加入 0.080 mL 的乙酸 (5.1.4)，用甲醇定容，混匀，得到光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L 和光引发剂 150 质量浓度均为 4.0 µg/L、10 µg/L、20 µg/L、50 µg/L、100 µg/L，其余光引发剂质量浓度均为 0.40 µg/L、1.0 µg/L、2.0 µg/L、5.0 µg/L、10 µg/L 的标准工作溶液。

6 仪器和设备

- 6.1 液相色谱串联质谱仪：配电喷雾离子源 (ESI)。
- 6.2 分析天平：感量 0.01 g 和 0.1 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。
- 6.5 氮吹仪。
- 6.6 离心机。

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 试液的制备

7.2.1.1 化学替代溶剂异辛烷试样溶液

移取5.0 mL迁移试验后得到的异辛烷浸泡液于10 mL比色管中，40°C氮吹近干，加入0.080 mL乙酸，用甲醇定容至5 mL刻度线，混匀，取约1 mL用针式有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

7.2.1.2 含油脂食品模拟物试样溶液

称取2.00 g (精确至0.01 g) 迁移试验后得到的橄榄油浸泡液至离心管中，加入3.0 mL正己烷，再加入2.0 mL酸化甲醇乙腈，涡旋10 min，随后10000 r/min离心10 min，用针式注射器抽取上层液体约1 mL，用有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

7.2.1.3 其他食品模拟物和化学替代溶剂 95%乙醇试样溶液

移取5.0 mL迁移试验后得到的食品模拟物或95%乙醇替代溶剂于10 mL棕色容量瓶中，加入0.080 mL乙酸，用甲醇定容到10 mL，混匀，取约1 mL用针式有机相尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。

7.2.2 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 (100 mm×2.1 mm, 1.9 µm)，或同等性能色谱柱；

- b) 流动相：A 为 0.05%甲酸水溶液，B 为 0.05%甲酸甲醇，洗脱梯度见表 1；

表 1 洗脱梯度表

时间/min	A/%	B/%
0	90	10
2	90	10
6	10	90
8.5	10	90
9	90	10
13	90	10

- c) 柱温：40°C；
d) 进样量：2 μ L；
e) 流速：0.4 mL/min。

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，测定各待测目标物相应的峰面积，以光引发剂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 C 中图 C.1~图 C.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/%	$K \geq 50$	$20 < K < 50$	$10 < K \leq 20$	$K \leq 10$
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，得到各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光引发剂的含量。

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光引发剂特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于非密封制品类食品接触材料及制品，目标分析物光引发剂特定迁移量以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 ——光引发剂的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
 c ——试样浸泡液中光引发剂的含量，单位为微克每升（ $\mu\text{g/L}$ ）或微克每千克（ $\mu\text{g/kg}$ ）；
 c_0 ——空白浸泡液中光引发剂的含量，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 $6 \text{ dm}^2/\text{kg}$ 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，化学替代溶剂异辛烷和橄榄油食品模拟物不涉及换算， f 值用1表示，其他食品模拟物和化学替代溶剂95%乙醇试液需1:1稀释上机， f 值用2表示；

计算结果保留到小数点后2~3位，但不超过3位。

8.2 密封制品类食品接触材料及制品光引发剂特定迁移量的计算（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，目标分析物光引发剂特定迁移量以mg/kg表示时，按式（2）进行计算。

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

式中：

- X_2 ——光引发剂的特定迁移量，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（ dm^2 ）；
 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。

计算结果保留到小数点后2~3位，但不超过3位。

8.3 密封制品类食品接触材料及制品光引发剂特定迁移量的计算（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，目标分析物光引发剂特定迁移量以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。

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

式中：

- X_3 ——光引发剂的特定迁移量，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；
计算结果保留到小数点后2~3位，但不超过3位。

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

本方法对于化学替代溶剂异辛烷，光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L、光引发剂 150 的检出限均为 2.0 $\mu\text{g/L}$ ，定量限均为 4.0 $\mu\text{g/L}$ ，其余光引发剂检出限均为 0.2 $\mu\text{g/L}$ ，定量限均为 0.4 $\mu\text{g/L}$ ；对于橄榄油模拟物，光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L、光引发剂 150 的检出限均为 4.0 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限均为 8.0 $\mu\text{g/kg}$ ，其余光引发剂检出限均为 0.4 $\mu\text{g/kg}$ ，定量限均为 0.8 $\mu\text{g/kg}$ ；对于其他食品模拟物和化学替代溶剂 95%乙醇试液，光引发剂 2959、光引发剂 127、光引发剂 TPO、光引发剂 TPO-L、光引发剂 150 的检出限均为 4.0 $\mu\text{g/L}$ ，定量限均为 8.0 $\mu\text{g/L}$ ，其余光引发剂检出限均为 0.4 $\mu\text{g/L}$ ，定量限均为 0.8 $\mu\text{g/L}$ 。单种光引发剂迁移量的检出限和定量限按第 8 章进行计算。

附录 A

14种光引发剂类化合物名称、化学文摘编号、分子式见表A.1。

表 A.1 14种光引发剂的名称、化学文摘编号和分子式

序号	名称	CAS号	分子式
1	光引发剂2959	106797-53-9	C ₁₂ H ₁₆ O ₄
2	光引发剂907	71868-10-5	C ₁₅ H ₂₁ NO ₂ S
3	光引发剂369	119313-12-1	C ₂₃ H ₃₀ N ₂ O ₂
4	光引发剂379	119344-86-4	C ₂₄ H ₃₂ N ₂ O ₂
5	光引发剂127	474510-57-1	C ₂₁ H ₂₄ O ₄
6	4-(二甲氨基)苯甲酸乙酯	10287-53-3	C ₁₁ H ₁₅ NO ₂
7	光引发剂307	94576-68-8	C ₂₀ H ₂₃ NO ₂
8	光引发剂TPO-L	84434-11-7	C ₁₈ H ₂₁ O ₃ P
9	光引发剂150	163702-01-0	C ₂₆ H ₃₂ O ₄
10	4,4'-双(二甲氨基)二苯甲酮	90-94-8	C ₁₇ H ₂₀ N ₂ O
11	光引发剂TPO	75980-60-8	C ₂₂ H ₂₁ O ₂ P
12	4,4'-双(二乙氨基)二苯酮	90-93-7	C ₂₁ H ₂₈ N ₂ O
13	光引发剂819	162881-26-7	C ₂₆ H ₂₇ O ₃ P
14	光引发剂EHA	21245-02-3	C ₁₇ H ₂₇ NO ₂

附 录 B
质谱参考条件

质谱参考条件如下：

- a) 喷雾电压：3500 V；
- b) 雾化气流速：5.58 L/min；
- c) 辅助加热气流速：7.79 L/min；
- d) 辅助气温度：350°C；
- e) 离子传输管温度：325°C；
- f) 碰撞气：0.20 Pa；
- g) 其他质谱参数见下表。

表 B.1 14 种光引发剂的质谱参考参数

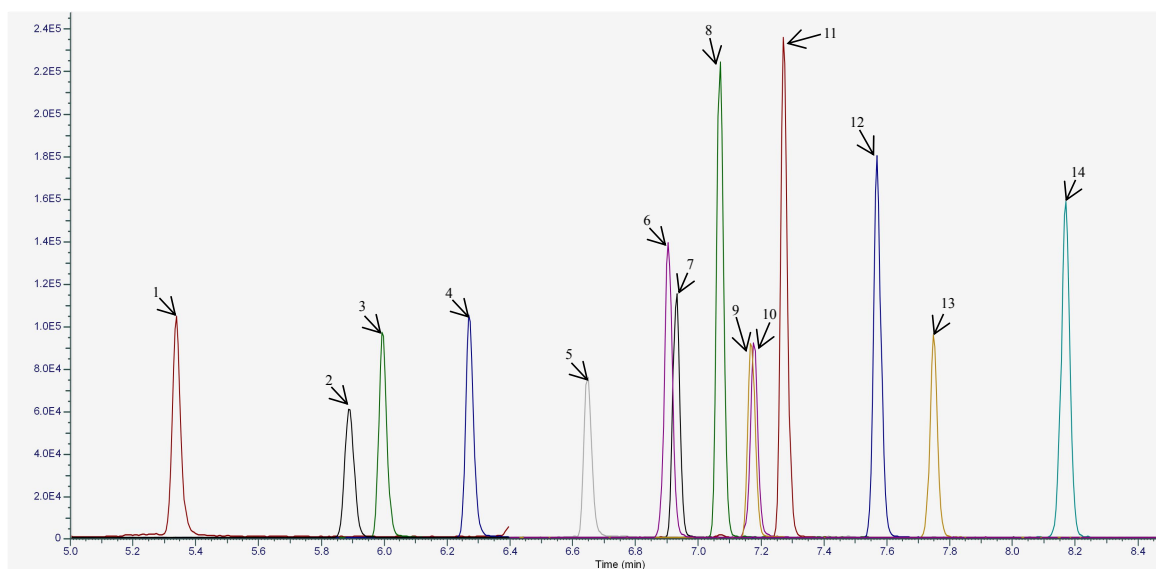
序号	化合物	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	驻留时间/ms	透镜电压 /V	碰撞能量 /V
1	光引发剂 2959	225.2	179.2*	9.1	65	12
			135.1			21
2	光引发剂 907	280.2	165.1*	9.1	110	22
			117.1			35
3	光引发剂 369	367.3	176.3*	9.1	116	20
			190.1			27
4	光引发剂 379	381.3	190.2*	9.1	122	22
			308.3			20
5	光引发剂 127	341.3	295.3*	9.1	94	13
			249.2			23
6	4-(二甲氨基)苯甲酸乙酯	194.2	151.1*	9.1	97	24
			166.1			17
7	光引发剂 307	310.2	195.1*	9.1	118	23
			167.1			37
8	光引发剂 TPO-L	317.1	147.1*	9.1	56	12
			119.1			33
9	光引发剂 150	409.3	317.2*	9.1	106	24
			187.2			15
10	4,4'-双(二甲氨基)二苯甲酮	269.3	148.1*	9.1	123	22
			91.1			45
11	光引发剂 TPO	349.2	147.1*	9.1	67	13
			119.1			36

12	4,4'-双(二乙氨基)二苯酮	325.3	176.2*	9.1	146	26
			133.1			47
13	光引发剂 819	441.2	147.1*	9.1	170	27
			119.2			44
14	光引发剂 EHA	278.3	151.1*	9.1	126	31
			166.2			21
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。						

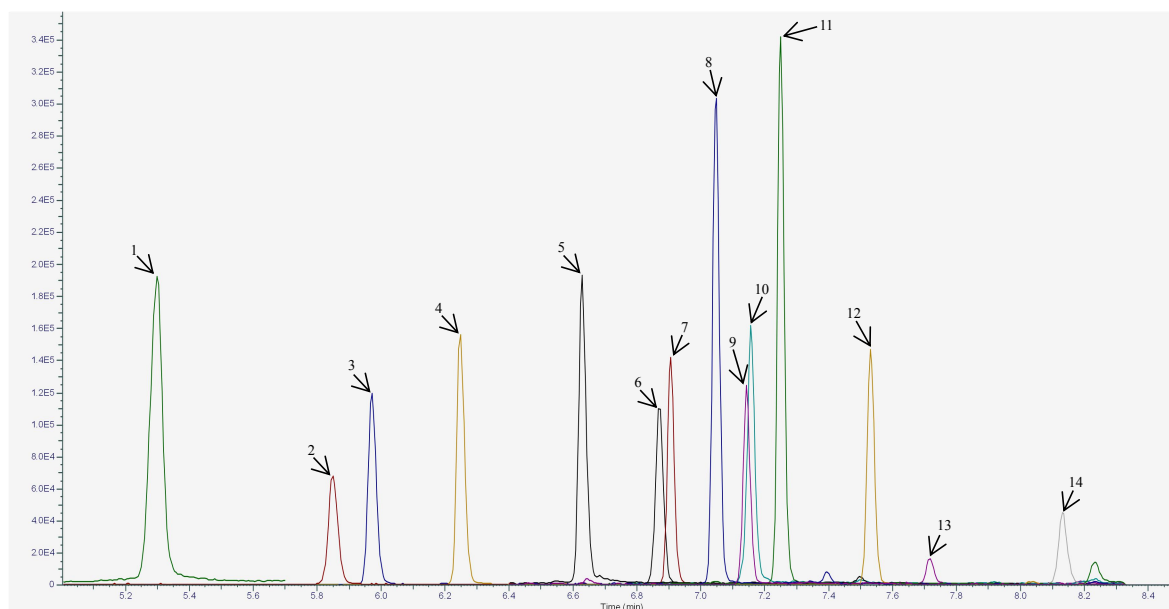
附录 C

14种光引发剂提取离子流(XIC)色谱图

14种光引发剂提取离子流(XIC)色谱图见图C.1和图C.2。



图C.1 甲醇中14种光引发剂标准溶液提取离子流色谱图（光引发剂2959、光引发剂127、光引发剂TPO、光引发剂TPO-L、光引发剂150浓度均为10.0 $\mu\text{g/L}$ ，其余光引发剂浓度均为1.0 $\mu\text{g/L}$ ）



图C.2 橄榄油中14种光引发剂标准溶液提取离子流色谱图（光引发剂2959、光引发剂127、光引发剂TPO、光引发剂TPO-L、光引发剂150浓度均为20.0 $\mu\text{g/kg}$ ，其余光引发剂浓度均为2.0 $\mu\text{g/kg}$ ）

标引序号说明：

1——光引发剂2959；

2——光引发剂907；

8——光引发剂TPO-L；

9——4,4'-双(二甲氨基)二苯甲酮；

- | | |
|-------------------|----------------------|
| 3——光引发剂369; | 10——光引发剂150; |
| 4——光引发剂379; | 11——光引发剂TPO; |
| 5——光引发剂127; | 12——4,4'-双(二乙氨基)二苯酮; |
| 6——光引发剂307; | 13——光引发剂819; |
| 7——4-(二甲氨基)苯甲酸乙酯; | 14——光引发剂EHA; |
-