

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—2025

食品接触材料及制品中 5 种乙醇胺迁移量的测定

Determination of migration of 5 Ethanolamine compounds in food contact materials and products

(征求意见稿)

2025 - XX - XX 发布

2025 - 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 5 种乙醇胺迁移量的测定

1 范围

本标准规定了食品接触材料及制品中乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇及N,N-二乙基乙醇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乙醇胺、二乙醇胺、三乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇及N,N-二乙基乙醇胺迁移量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

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 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。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

3 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、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）乙醇浸泡液过滤后直接进样；4%（体积分数）乙酸食品模拟物经氮气吹干后用水复溶过滤进样。多反应监测模式检测，峰面积外标法定量。

4 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。

4.1 试剂

4.1.1 乙腈（ C_2H_3N ）：质谱纯。

4.1.2 醋酸铵（ $C_2H_7NO_2$ ）：质谱纯。

4.1.3 乙醇（ C_2H_6O ）：色谱纯。

4.1.4 乙酸（ $C_2H_4O_2$ ）。

4.2 试剂配制

4.2.1 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。

4.2.2 2 mmol/L 醋酸铵溶液：准确称取 0.154 g 醋酸铵（4.1.2），用水溶解后定容至 1 L，混合均匀，抽滤。

4.3 标准品

4.3.1 乙醇胺标准品 ($\text{C}_2\text{H}_7\text{NO}$, CAS 号: 141-43-5), 纯度 $\geq 98\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.3.2 二乙醇胺标准品 ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}_2$, CAS 号: 111-42-2), 纯度 $\geq 99\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.3.3 三乙醇胺标准品 ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}_3$, CAS 号: 102-71-6), 纯度 $\geq 97\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.3.4 2-(二甲氨基)乙醇标准品 ($\text{C}_4\text{H}_{11}\text{NO}$, CAS 号: 108-01-0), 纯度 $\geq 99\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.3.5 N,N-二乙基乙醇胺标准品 ($\text{C}_6\text{H}_{15}\text{NO}$, CAS 号: 100-37-8), 纯度 $\geq 98\%$, 或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 乙醇胺标准储备溶液 (1 000 mg/L): 准确称取 10 mg (精确至 0.1 mg) 乙醇胺标准品 (4.3.1) 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解, 定容至刻度。摇匀, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 6 个月。

4.4.2 二乙醇胺标准储备液 (1 000 mg/L): 准确称取 10 mg (精确至 0.1 mg) 二乙醇胺标准品 (4.3.2) 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解, 定容至刻度。摇匀, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 6 个月。

4.4.3 三乙醇胺标准储备液 (1 000 mg/L): 准确称取 10 mg (精确至 0.1 mg) 三乙醇胺标准品 (4.3.3) 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解, 定容至刻度。摇匀, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 6 个月。

4.4.4 2-(二甲氨基)乙醇标准储备液 (1 000 mg/L): 准确称取 10 mg (精确至 0.1 mg) 2-(二甲氨基)乙醇标准品 (4.3.4) 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解, 定容至刻度。摇匀, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 6 个月。

4.4.5 N,N-二乙基乙醇胺标准储备液 (1 000 mg/L): 准确称取 10 mg (精确至 0.1 mg) N,N-二乙基乙醇胺标准品 (4.3.5) 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈溶解, 定容至刻度。摇匀, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 6 个月。

4.4.6 混合标准中间溶液 A: 分别准确移取乙醇胺、二乙醇胺、2-(二甲氨基)乙醇标准储备溶液各 0.50 mL, 三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺标准储备溶液各 0.10 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 混匀, 得到乙醇胺、二乙醇胺、2-(二甲氨基)乙醇浓度各为 50 mg/L, 三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度各为 10 mg/L 的混合标准溶液, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 3 个月。

4.4.7 混合标准中间溶液 B: 准确移取混合标准中间溶液 A 1.00 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 混匀, 得到乙醇胺、二乙醇胺、2-(二甲氨基)乙醇浓度各为 5 mg/L, 三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度各为 1 mg/L 的混合标准溶液, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 避光密封保存。有效期为 3 个月。

4.4.8 水、酸性、含乙醇食品模拟物的标准工作溶液: 分别准确移取混合标准中间溶液 B (4.4.7) 0.030 mL、0.050 mL、0.10 mL、0.30 mL、0.50 mL 于 10 mL 容量瓶中, 用相应的食品模拟物定容至刻度, 混匀, 得到乙醇胺、二乙醇胺、2-(二甲氨基)乙醇质量浓度分别为 15.0 $\mu\text{g/L}$ 、25.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 、150.0 $\mu\text{g/L}$ 、250.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作溶液, 三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺质量浓度分别为 3.0 $\mu\text{g/L}$ 、5.0 $\mu\text{g/L}$ 、10.0 $\mu\text{g/L}$ 、30.0 $\mu\text{g/L}$ 、50.0 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作溶液。4% (体积分数) 乙酸标准工作溶液上机前按 6.2.2 处理。

5 仪器和设备

5.1 液相色谱串联质谱仪: 配电喷雾离子源(ESI)。

5.2 分析天平: 感量 0.1 mg。

5.3 氮吹仪。

- 5.4 涡旋振荡器。
- 5.5 针式尼龙微孔滤膜：孔径为 0.22 μm。

6 分析步骤

6.1 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，最长不超过72 h。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后再使用。

6.2 浸泡液的处理

- 6.2.1 对于水、10%乙醇、20%乙醇、50%乙醇食品模拟物及化学替代溶剂 95%乙醇
移取迁移试验所得浸泡液约1 mL，用针式尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。
- 6.2.2 对于 4%乙酸食品模拟物
准确移取1.0 mL迁移试验所得浸泡液，氮气吹干后，准确加入1.0 mL水复溶，用针式尼龙微孔滤膜过滤后，待上机测定。
- 6.2.3 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 6.2.1~6.2.2 处理即得空白试液。

6.3 仪器参考条件

6.3.1 液相色谱条件如下：

- a) 色谱柱：氨基柱（50 mm×2.1 mm，1.7μm），或同等性能色谱柱；
- b) 流动相：A 为 2 mmol/L 醋酸铵溶液，B 为乙腈，洗脱梯度见表 1；

表 1 洗脱梯度表

时间/min	A/%	B/%
0	18	82
1	18	82
4	40	60
5.5	40	60
6	18	82
10	18	82

- c) 流速：0.3 mL/min；
- d) 柱温：35 °C；
- e) 进样量：1 μL。

6.3.2 质谱条件如下：

- 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。

6.4 标准曲线制作

按照 6.3 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，以乙醇胺类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.6。

6.5 试样溶液的测定

6.5.1 定性测定

按照6.3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±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 定性测定时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度，K/%	≥50	20<K<50	10<K≤20	K≤10
允许的相对偏差/%	±20	±25	±30	±50

6.5.2 定量测定

按照6.3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乙醇胺类化合物的含量。

7 分析结果的表述

7.1 非密封制品类食品接触材料及制品乙醇胺类化合物特定迁移量的计算（以 mg/kg 表示）

对于非密封制品类食品接触材料及制品，目标分析物乙醇胺类化合物特定迁移量以mg/kg表示时，按式（1）进行计算。

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times S} \times \frac{S_0}{V_1} \quad \text{-----(1)}$$

式中：

- X₁-----乙醇胺类化合物的特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；
- c-----试样浸泡液中乙醇胺类化合物的含量，单位为微克每升（μg/L）或微克每千克（μg/kg）；
- c₀-----空白浸泡液中乙醇胺类化合物的含量，单位为微克每升（μg/L）或微克每千克（μg/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（dm²）；
- S₀-----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（dm²）；

V₁-----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S₀/V₁未知或无法估算时，S₀/V₁按6 dm²/kg计，即6 dm²食品接触材料及制品接触1 kg食品或食品模拟物。

计算结果保留3位有效数字。

7.2 密封制品类食品接触材料及制品乙醇胺类化合物特定迁移量的计算（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，目标分析物乙醇胺类化合物特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（2）进行计算。

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{1000 \times S} \times \frac{S_0}{V_2} \quad \text{-----}(2)$$

式中：

X_2 -----乙醇胺类化合物的特定迁移量，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）；

V_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3位有效数字。

7.3 密封制品类食品接触材料及制品乙醇胺类化合物特定迁移量的计算（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，目标分析物乙醇胺类化合物特定迁移量以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。

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

式中：

X_3 -----乙醇胺类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；

计算结果保留3位有效数字。

8 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%。

9 其他

本方法对水基、酸性、酒精类食品模拟物浸泡液和化学替代溶剂浸泡液中乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇迁移量的检出限均为 5.0 μg/L，定量限均为 15.0 μg/L，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺迁移量的检出限均为 1.0 μg/L，定量限均为 3.0 μg/L。单种乙醇胺类化合物迁移量的检出限和定量限按第 7 章进行计算。

附 录 A
质谱参考条件

质谱参考条件如下（见表A.1）：

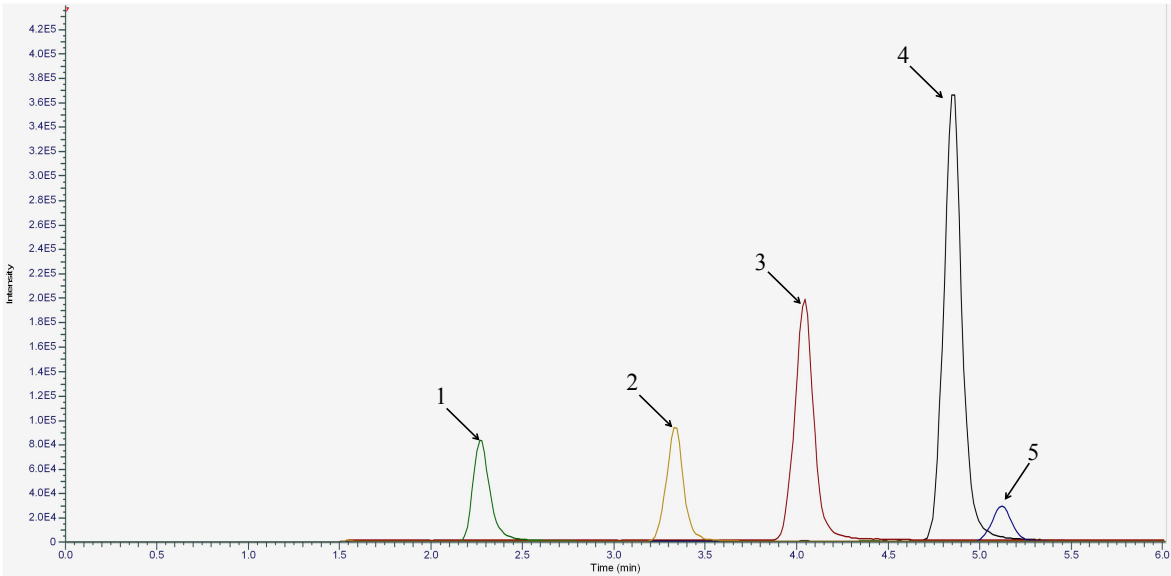
- a) 喷雾电压：500 V；
- b) 雾化气：6.08 L/min；
- c) 辅助加热气：11.36 L/min；
- d) 反吹气：1.5 L/min；
- e) 辅助气温度：300 °C；
- f) 离子传输管温度：280 °C；
- g) 碰撞气：0.20 Pa；

表 A.1 5 种乙醇胺类化合物主要参考质谱参数

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	乙醇胺	62.1	44.1*	52	45	10
			45.1	52		16
2	二乙醇胺	106.0	88.0*	52	60	12
			70.0	52		15
3	三乙醇胺	150.0	132.0*	52	83	15
			88.0	52		18
4	2-(二甲氨基)乙醇	90.0	72.0*	52	59	14
			70.0	52		17
5	N,N-二乙基乙醇胺	118.0	100.0*	52	75	15
			72.0	52		17
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

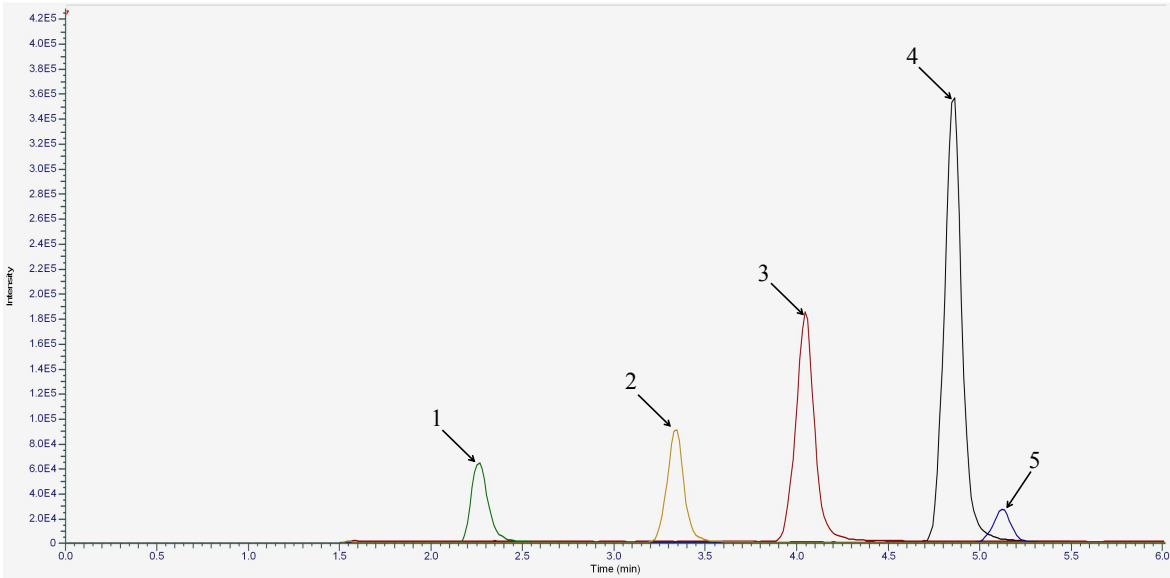
五种乙醇胺类化合物总离子流(TIC)色谱图



标引序号说明：

- 1——三乙醇胺；
- 2——N,N-二乙基乙醇胺；
- 3——2-（二甲氨基）乙醇；
- 4——二乙醇胺；
- 5——乙醇胺。

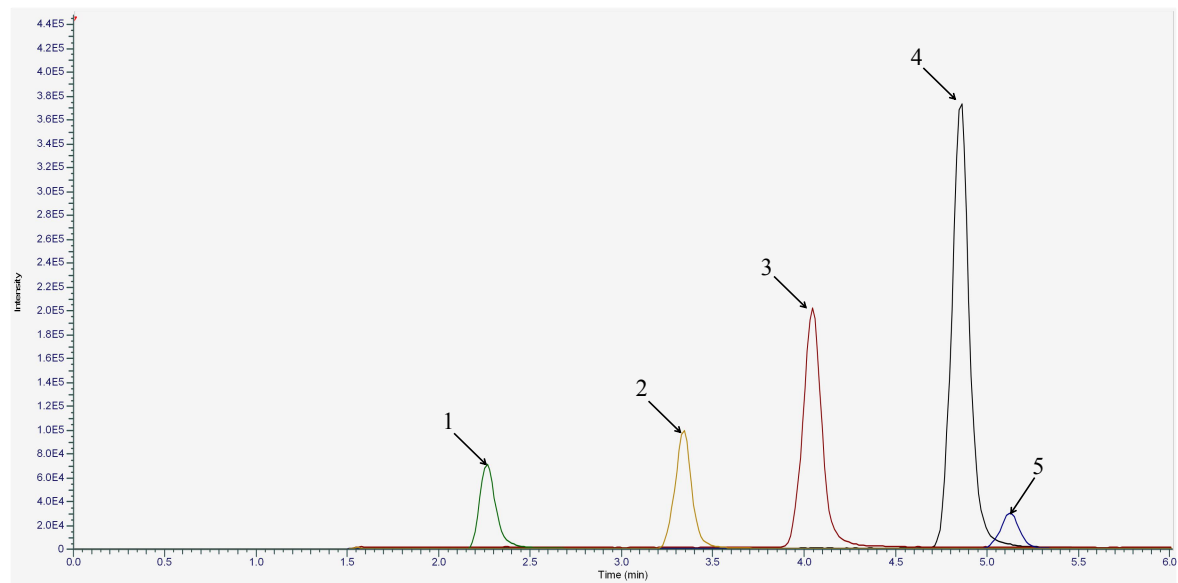
图B.1 水中五种乙醇胺类化合物总离子流色谱图（乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇浓度为50.0 μg/L，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度为10.0 μg/L）



标引序号说明：

- 1——三乙醇胺；
- 2——N,N-二乙基乙醇胺；
- 3——2-（二甲氨基）乙醇；
- 4——二乙醇胺；
- 5——乙醇胺。

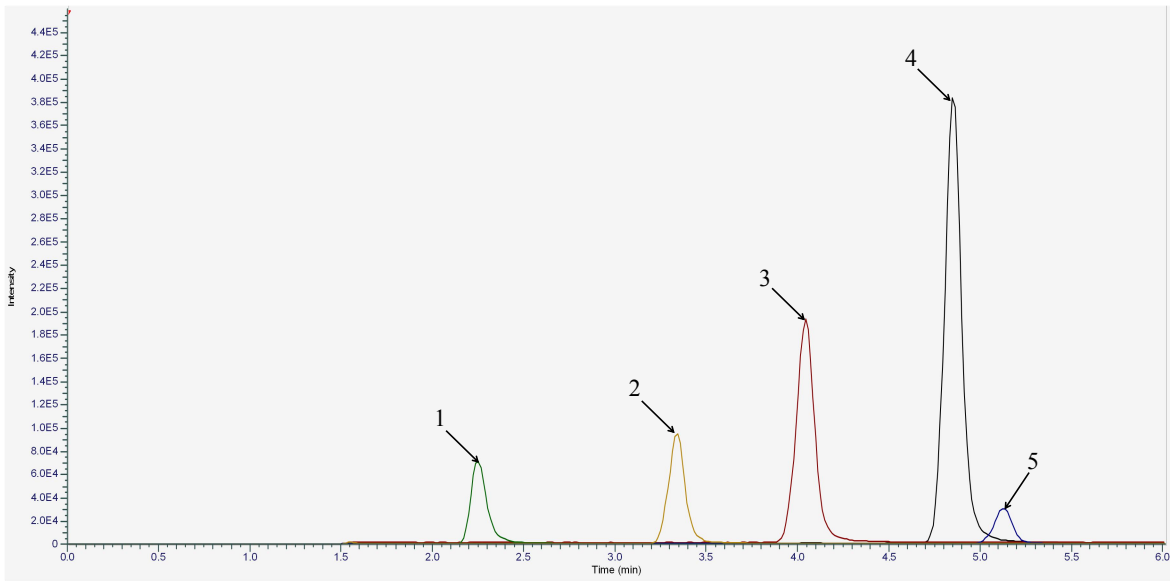
图B.2 4%乙酸中5种乙醇胺类化合物提取离子流色谱图（乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇浓度为50.0 $\mu\text{g/L}$ ，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度为10.0 $\mu\text{g/L}$ ）



标引序号说明：

- 1——三乙醇胺；
- 2——N,N-二乙基乙醇胺；
- 3——2-（二甲氨基）乙醇；
- 4——二乙醇胺；
- 5——乙醇胺。

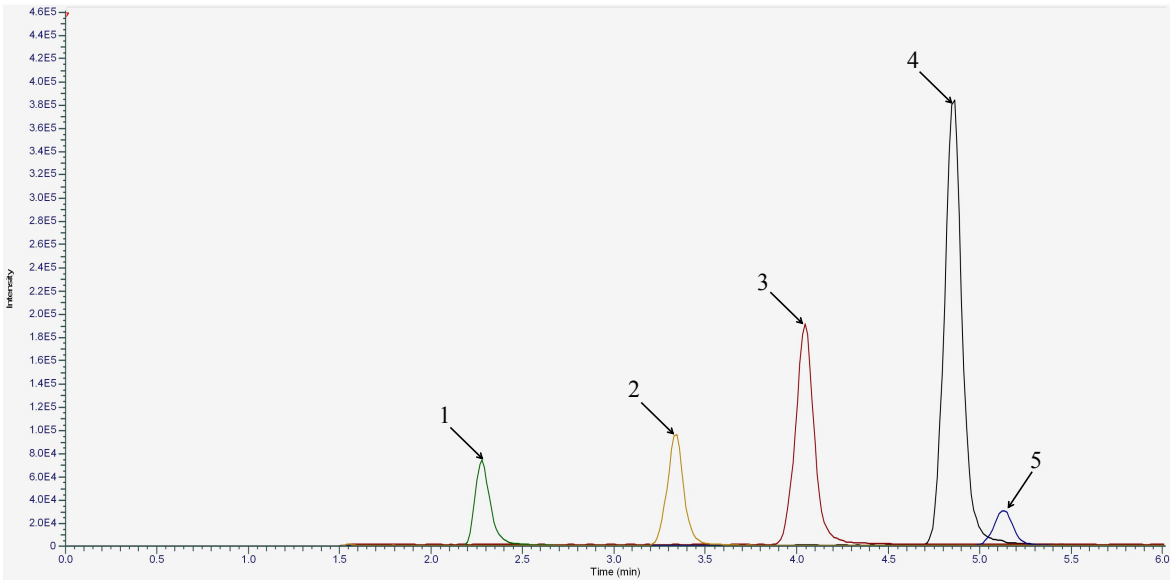
图B.3 10%乙醇中5种乙醇胺类化合物提取离子流色谱图（乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇浓度为50.0 $\mu\text{g/L}$ ，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度为10.0 $\mu\text{g/L}$ ）



标引序号说明：

- 1——三乙醇胺；
- 2——N,N-二乙基乙醇胺；
- 3——2-（二甲氨基）乙醇；
- 4——二乙醇胺；
- 5——乙醇胺。

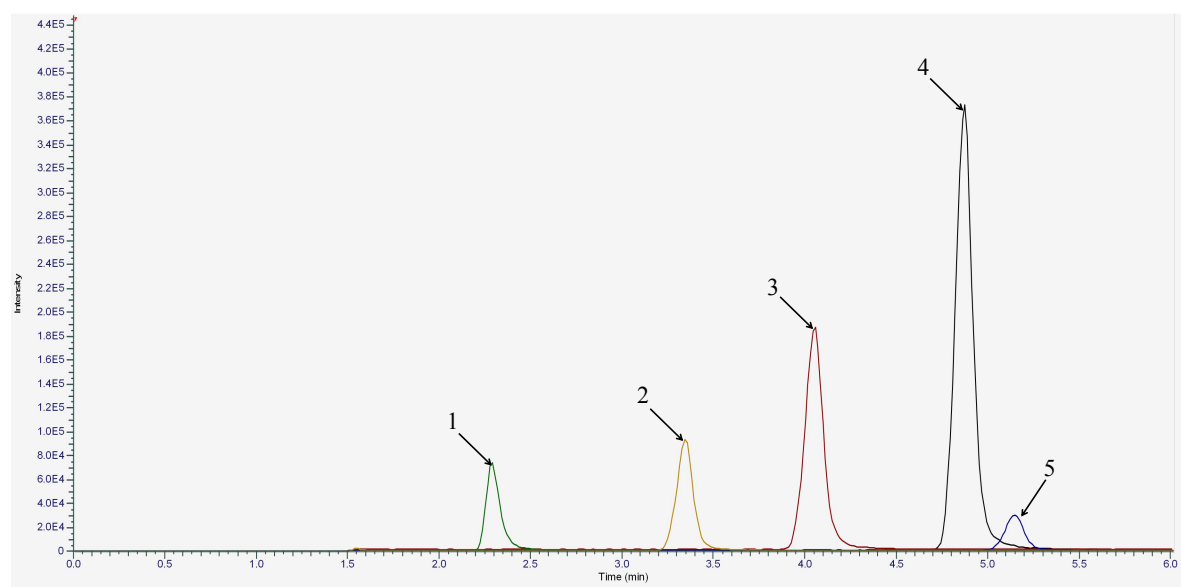
图B.4 20%乙醇中5种乙醇胺类化合物提取离子流色谱图（乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇浓度为50.0 μg/L，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度为10.0 μg/L）



标引序号说明：

- 1——三乙醇胺；
- 2——N,N-二乙基乙醇胺；
- 3——2-（二甲氨基）乙醇；
- 4——二乙醇胺；
- 5——乙醇胺。

图B.5 50%乙醇中5种乙醇胺类化合物提取离子流色谱图（乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇浓度为50.0 μg/L，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度为10.0 μg/L）



标引序号说明：

- 1——三乙醇胺；
- 2——N,N-二乙基乙醇胺；
- 3——2-（二甲氨基）乙醇；
- 4——二乙醇胺；
- 5——乙醇胺。

图B.6 95%乙醇中5种乙醇胺类化合物提取离子流色谱图（乙醇胺、二乙醇胺、2-（二甲氨基）乙醇浓度为50.0 μg/L，三乙醇胺、N,N-二乙基乙醇胺浓度为10.0 μg/L）