

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间苯二甲酸二甲酯 迁移量的测定

Determination of migration of dimethyl isophthalate 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间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定

1 范围

本文件规定了食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定方法。
本文件适用于食品接触材料及制品中间苯二甲酸二甲酯迁移量的测定。

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采用食品模拟物或替代溶剂进行迁移试验后，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）乙醇食品模拟物浸泡液经正己烷提取后测定；橄榄油食品模拟物浸泡液经甲醇萃取后测定；化学替代溶剂（95%（体积分数）乙醇）浸泡液经无水硫酸钠进行干燥后测定。采用气相色谱进行分离，质谱检测器进行测定，根据保留时间和特征离子定性，外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外，本方法所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682中规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 甲醇：色谱纯。

4.1.2 无水硫酸钠。

4.1.3 乙醇：色谱纯。

4.1.4 乙酸。

4.1.5 橄榄油。

4.2 试剂配制

4%（体积分数）乙酸溶液、10%（体积分数）乙醇溶液、20%（体积分数）乙醇溶液、50%（体积分数）乙醇溶液和 95%（体积分数）乙醇溶液：按 GB 5009.156 的规定配制。所用食品模拟物应满足 GB31604.1 及相关产品标准的规定。

4.3 标准品

间苯二甲酸二甲酯（CAS No: 1459-93-4）：纯度 $\geq 97\%$ ，或经国家认证并授权标准物质证书的标准品。

4.4 标准溶液的配制

4.4.1 标准储备液（1 000 mg/L）

准确称取 10 mg（精确至 0.1 mg）间苯二甲酸二甲酯标准品（4.3）于 10 mL 容量瓶中，用乙醇溶解并定容至 10 mL。摇匀，于 4℃ 冰箱中保存，有效期为 6 个月。

4.4.2 标准系列中间溶液

分别准确移取标准储备液（4.4.1）0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL 于 5 个 10 mL 容量瓶中，用乙醇定容至刻度，得到 1 mg/L、2 mg/L、5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L 的标准中间溶液。于 4℃ 冰箱中保存，有效期为 3 个月。

4.4.3 标准工作溶液

4.4.3.1 标准工作溶液 A（适用于水、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）

分别准确移取 0.10 mL 标准中间溶液（4.4.2）于 5 个 10 mL 容量瓶中，用正己烷配制成质量浓度分别为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L 的标准工作溶液。临用现配。

4.4.3.2 标准工作溶液 B（适用于化学替代溶剂 95%（体积分数）乙醇）

分别准确移取 0.10 mL 标准中间溶液（4.4.2）于 5 个 10 mL 容量瓶中，用 95%（体积分数）乙醇配制成质量浓度分别为 0.01 mg/L、0.02 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L 的标准工作溶液。临用现配。

4.4.3.3 标准工作溶液 C（适用于含油脂食品模拟物）

分别准确称取 10 g（精确至 0.001 g）橄榄油于 5 个 10 mL 具塞离心管中，分别加入 0.10 mL 标准中间溶液（4.4.2），涡旋混匀，得到间苯二甲酸二甲酯质量浓度分别为 0.01 mg/kg、0.02 mg/kg、0.05 mg/kg、0.1 mg/kg、0.2 mg/kg 的标准工作溶液。按 6.1.2.3 处理标准工作溶液。临用现配。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱-质谱仪：配电子轰击离子源（EI）。

5.2 分析天平：感量分别为 0.1 mg 和 0.001 g。

5.3 涡旋混合仪。

5.4 有机相尼龙微孔滤膜：孔径为 0.45 μm 。

5.5 离心机：转速 $\geq 4\,000\text{ r/min}$ 。

6 分析步骤

6.1 试液的制备

6.1.1 迁移试验

食品接触材料及制品按照GB 31604.1和GB 5009.156的要求进行迁移试验。迁移试验所得浸泡液如不能立即测试，应置于0℃～4℃冰箱中避光保存不超过48 h。若进行下一步试验，应将浸泡液恢复至室温后使用。

6.1.2 浸泡液的处理

6.1.2.1 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）乙醇浸泡液

准确移取从迁移试验中获得的食品模拟物 2.0 mL于10 mL具塞玻璃管中，加入2.0 mL正己烷，经涡旋提取2 min后，静置分层，移取上层清液，用无水硫酸钠进行干燥，经滤膜过滤后供气相色谱质谱仪测定。

6.1.2.2 化学替代溶剂（95%（体积分数）乙醇）浸泡液

移取从迁移试验中获得的食品模拟物 2.0 mL于10 mL具塞玻璃管中，用无水硫酸钠进行干燥，经滤膜过滤后供气相色谱质谱仪测定。

6.1.2.3 含油脂食品模拟物浸泡液

准确称取2.0 g（精确到0.001 g）从迁移试验中获得的橄榄油浸泡液于10 mL的具塞离心管中，向离心管中加入2 mL甲醇，经涡旋提取1 min后，静置分层，4000 r/min转速下离心5 min，立刻移取上层清液，经滤膜过滤后供气相色谱质谱仪测定。

6.1.3 空白试液的制备

按6.1.1～6.1.2分别处理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。

6.2 仪器参考条件

6.2.1 气相色谱参考条件如下：

- 色谱柱：聚乙二醇毛细管气相色谱柱，柱长 30 m，内径 0.25 mm，膜厚 0.25 μm，或性能相当者；
- 进样口温度：250℃；
- 载气：氦气（纯度≥99.999%）；
- 流速：1.2 mL/min；
- 进样方式：脉冲不分流；
- 升温程序：初始温度 60℃，以 20℃/min 升温至 250℃，保持 3min；
- 进样量：1 μL；

6.2.2 质谱参考条件如下：

- 色谱与质谱接口温度：280℃；
- 离子源温度：230℃；
- 电离方式：电子轰击电离源（EI）；
- 监测方式：选择离子扫描方式（SIM），定量离子：163，定性离子：194、135、120；
- 溶剂延迟：6 min。

6.3 标准工作曲线

按照仪器参考条件，对标准工作溶液依次进样测定。以标准工作液中间苯二甲酸二甲酯质量浓度为横坐标，以对应色谱峰的峰面积为纵坐标，绘制标准工作曲线。标准工作溶液色谱图参见附录A中图A.1～A.3。

6.4 定性测定

按照仪器参考条件，判定样品中存在相应目标物应满足以下条件：

- a) 样品中检出间苯二甲酸二甲酯色谱峰保留时间与标准溶液中目标化合物色谱峰保留时间差异在±0.5%范围内；
- b) 所选择的离子，在扣除背景后的样品质谱图中均出现且信噪比≥3；
- c) 定性离子的相对丰度与浓度相当的标准溶液的相对丰度偏差不超过表1的规定。

表1 离子相对丰度比最大允许偏差

相对离子丰度，K/%	K≥50	20<K<50	10<K<20	K≤10
允许的最大偏差/%	±10	±15	±20	±50

6.5 定量测定

按照6.2所列仪器参考条件，对样品试液（6.1.2）和空白试验试液（6.1.3）依次进样测定，得到目标物的峰面积，根据标准曲线计算得到试液中间苯二甲酸二甲酯的浓度。

试样溶液中目标物的浓度应在标准工作曲线的线性范围之内。

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待测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，目标分析物间苯二甲酸二甲酯特定迁移量以mg/kg表示时，按式（1）进行计算：

$$X_1 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{m_1} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_1 ——间苯二甲酸二甲酯特定迁移量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

c ——试样浸泡液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/kg）；

c_0 ——空白浸泡液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（mg/L）或毫克每千克（mg/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 ——样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 ——样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。

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待测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，目标分析物间苯二甲酸二甲酯特定迁移量以 mg/kg 表示时，按式（2）计算。

$$X_2 = \frac{(c - c_0) \times V}{S} \times \frac{S_0}{m_2} \dots\dots\dots$$

（2）

式中：

X_2 ——间苯二甲酸二甲酯特定迁移量，单位为毫克每件（ mg/kg ）；

c ——试样浸泡液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/kg ）；

c_0 ——空白浸泡液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/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 ——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 $1 \text{ kg}/\text{L}$ 将其体积换算为相应的质量。

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待测物特定迁移量的计算（以 $\text{mg}/\text{件}$ 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，目标分析物间苯二甲酸二甲酯特定迁移量以 $\text{mg}/\text{件}$ 表示时，按式（3）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。

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

式中：

X_3 ——间苯二甲酸二甲酯特定迁移量，单位为毫克每件（ $\text{mg}/\text{件}$ ）；

c ——试样浸泡液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/kg ）；

c_0 ——空白浸泡液中间苯二甲酸二甲酯的含量，单位为毫克每升（ mg/L ）或毫克每千克（ mg/kg ）；

V ——试样浸泡液体积或质量，单位为升（L）或千克（kg）；

n ——浸泡时所用密封制品的数量，单位为件。

结果保留 3 位有效数字。

8 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间苯二甲酸二甲酯的检出限均为 0.005 mg/L，定量限均为 0.01 mg/L；油脂类食品模拟物中间苯二甲酸二甲酯的检出限为 0.005 mg/kg，定量限为 0.01 mg/kg；间苯二甲酸二甲酯迁移量的检出限和定量限按第 7 章进行计算。

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算术平均值的 10 %。

附 录 A
(资料性附录)

不同基质中间苯二甲酸二甲酯标准溶液气相色谱-质谱参考色谱图

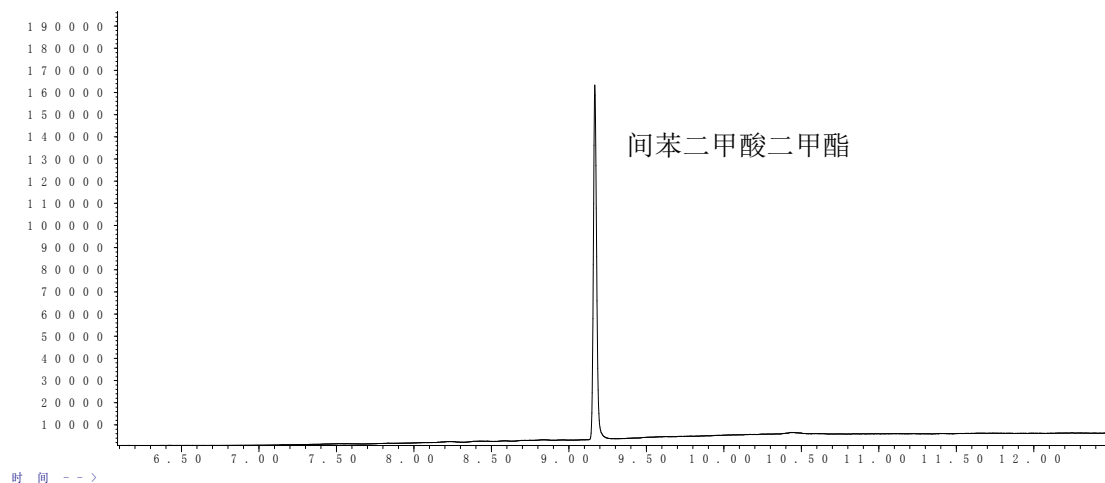


图 A.1 正己烷中间苯二甲酸二甲酯标准溶液 (0.2 mg/L) 气相色谱-质谱总离子流色谱图

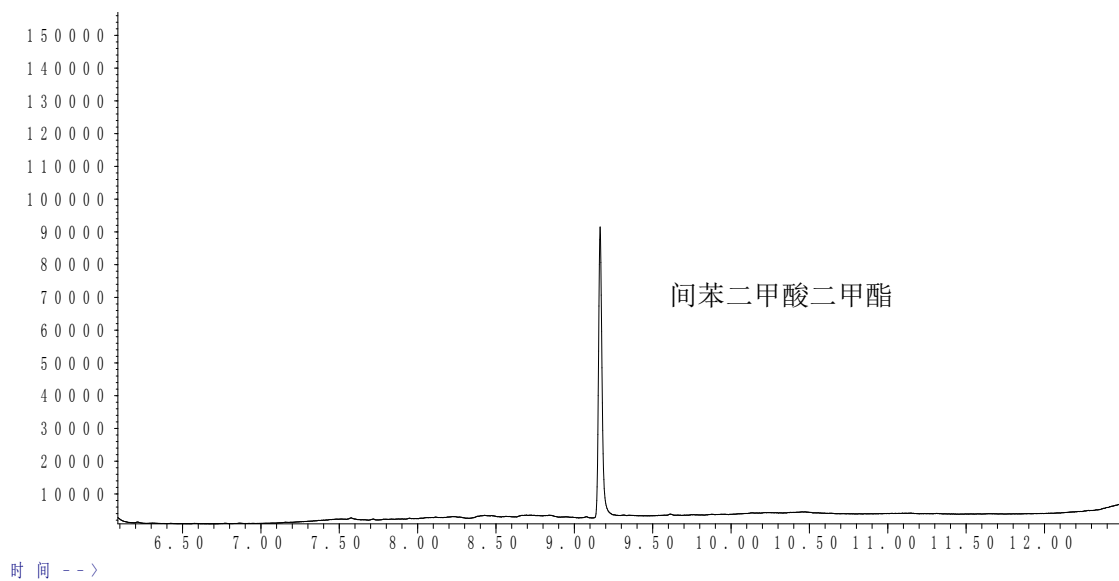


图 A.2 95% (体积分数) 乙醇中间苯二甲酸二甲酯标准溶液 (0.2 mg/L) 气相色谱-质谱总离子流色谱图

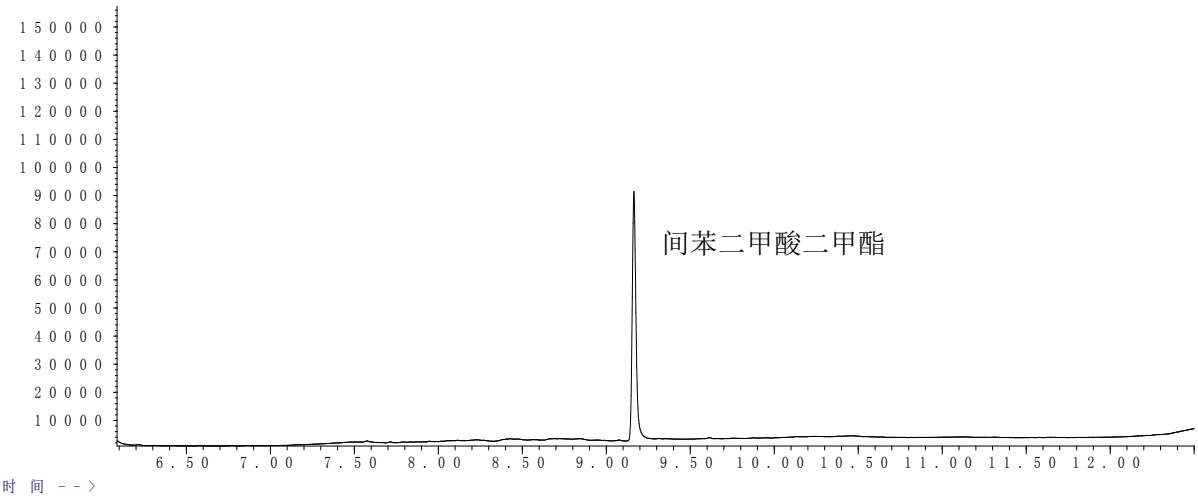


图 A.3 甲醇中间苯二甲酸二甲酯标准溶液（0.2 mg/L）气相色谱-质谱总离子流色谱图