

食品包装材料中乙二醇和二甘醇向食品模拟物特定迁移量的气相色谱检测

No.GC-014

摘要： 本文设计了食品包装材料中乙二醇和二甘醇向食品模拟物特定迁移实验，并对特定移量采用气相色谱进行检测。该方法线性关系良好，具有良好的回收率和系统精密度。可以满足GB 9685-2008的检测要求。

关键词： 乙二醇、二甘醇、气相色谱

GB 9685-2008《食品容器、包装材料用添加剂使用卫生标准》已经于2009年6月1日正式实施，新国标中对添加剂的特定迁移量做出限量，这其中包括有乙二醇和二甘醇。乙二醇是生产增塑剂的原料，二甘醇一般在塑料生产中作为溶剂使用。二者均有毒性，乙二醇对肾脏和中枢神经有损害；二甘醇会损害肝脏和肾脏，严重者导致死亡。由于二者作为生产原料有可能残留在包装材料中，继而与食品接触时迁移到食品中，对人类健康产生危害。因此需要对二者的特定迁移量进行检测。本文参照GB/T 23296.1-2009和GB/T 23296.18-2009设计了迁移实验并对迁移量进行检测。

■ 实验部分

1、仪器与试剂

岛津GC-2010气相色谱仪，AOC-20i自动进样器，GCsolution工作站。乙二醇、二甘醇和1,4-丁二醇由Dr. E提供。甲醇为色谱纯，水为纯净水。

流量控制方式：恒线速度方式

线速度：30cm/sec

进样模式：不分流进样，1min；高压进样250kpa

FID检测器温度：260℃

2、色谱条件

色谱柱：Stabilwax-DA，30m × 0.25mm × 0.25 μm

进样口温度：260℃

柱温程序：100℃ (1min) - 10℃/min - 230℃ (8min)

载气：氮气

氢气流速：40mL/min

空气流速：400mL/min

尾吹气流量：30mL/min

进样量：1 μL

定量方法：内标法

3、迁移实验

本实验对保鲜膜和食品包装袋进行检测。根据GB/T 23296.1-2009要求，选择水为食品模拟物，将面积为0.5dm²的待测样品放入磨口玻璃容器中，加入25mL水，加入玻璃珠使样品能够平展的浸没在水里，盖好玻璃塞。放入70℃烘箱内保持2小时。

加标回收实验时，将一定浓度标准溶液先滴加在空白样品上，稍干后再加入水和玻璃珠，加玻璃塞后于70℃烘箱内保持2小时。

4、标准溶液配制及样品制备

配制乙二醇和二甘醇浓度为0.00mg/L、3.00mg/L、6.00mg/L、15.00mg/L、30.00mg/L、60.00mg/L的水基标准工作溶液，内标1,4-丁二醇的浓度为16mg/L。

样品制备：在10mL容量瓶中，加入0.2mL浓度为800mg/L的内标溶液，用迁移实验中获得的水基食品模拟物定容，混合均匀，过0.2 μm滤膜。取1 μL在气相色谱上进样。

结果与讨论

1、标准工作曲线

按照上述测定条件对标准工作溶液进行检测。得到标准样品色谱图，见图1。标准工作曲线见图2。方法具有良好的线性，乙二醇线性相关系数为0.9987，二甘醇线性相关系数为0.9998。

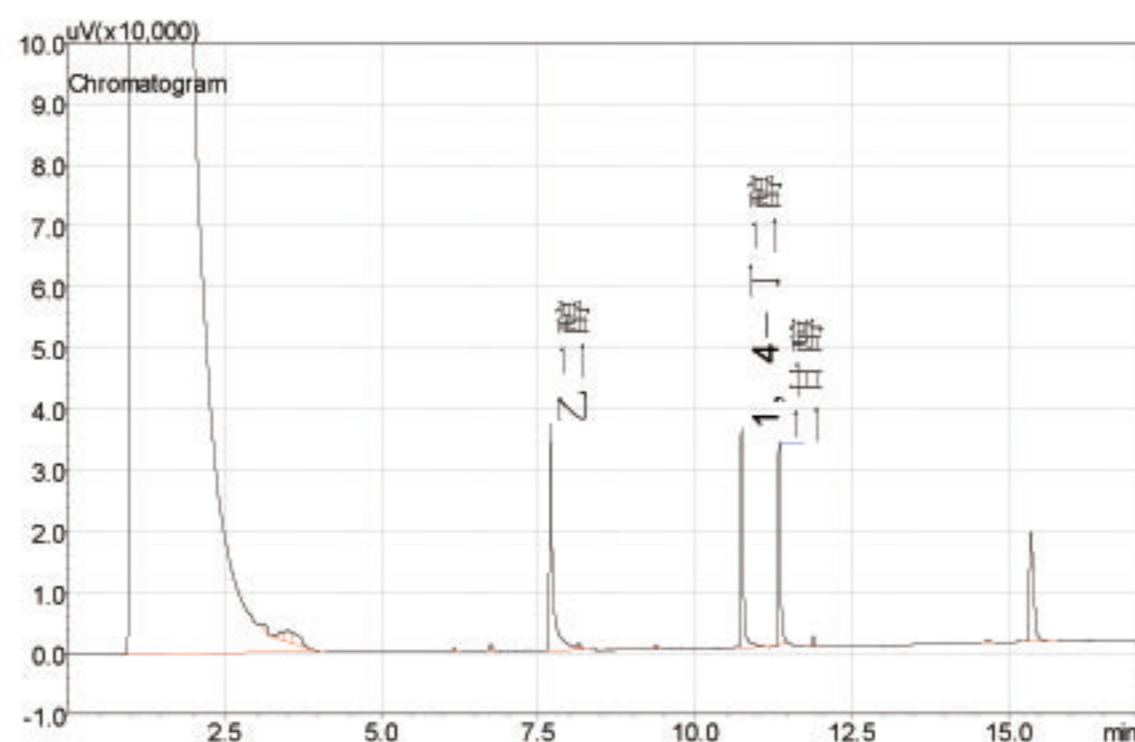
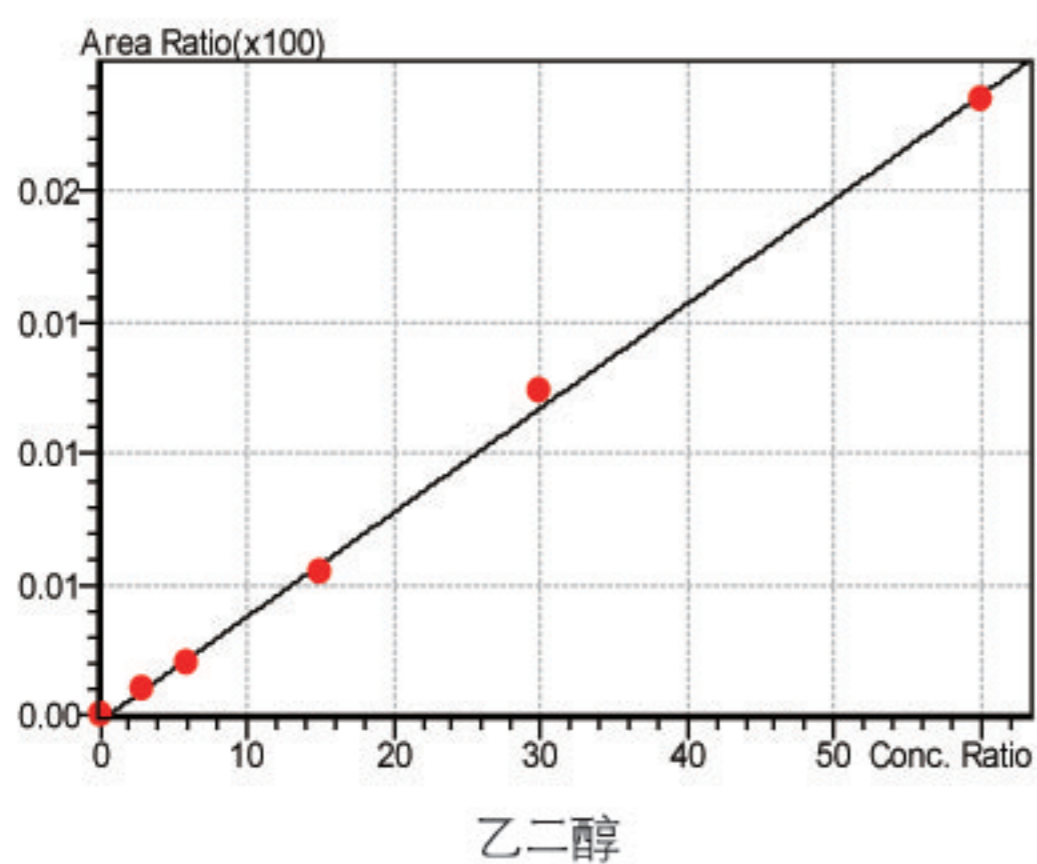
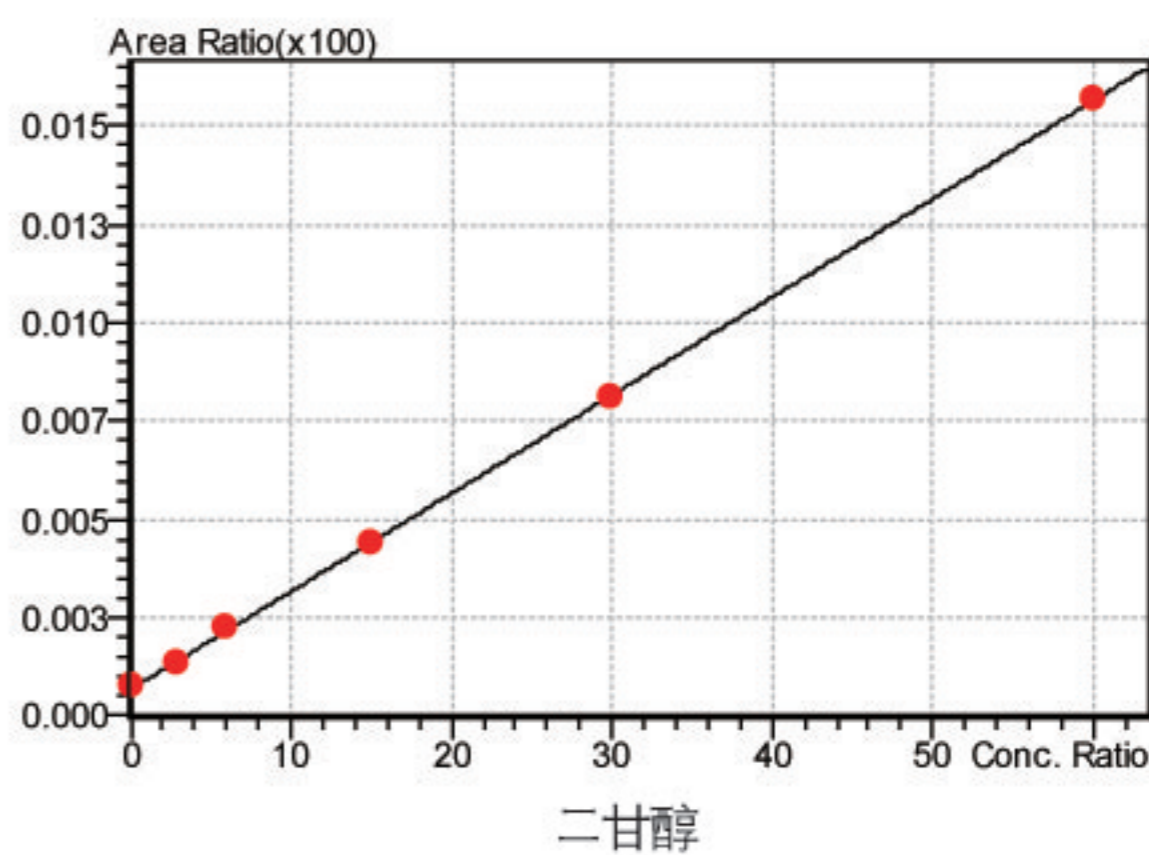


图1 标准样品色谱图 (30mg/L)



乙二醇



二甘醇

图2 标准工作曲线

2、方法检出限

以3倍噪声计算检出限。乙二醇检出限为0.82mg/L，二甘醇检出限为1.67mg/L，优于国标要求。

3、方法精密度和加标回收率

GB 9685-2008中对乙二醇和二甘醇的迁移量限量要求为30mg/kg，按照GB/T 23296.1-2009中给的换算方法换算后相当于溶液浓度为30mg/L。所以选择标准曲线最小浓度3mg/L，中间适当浓度10mg/L和限量浓度30mg/L进行标准添加。每个浓度平行制备3份进行检测，各个浓度回收率和相对标准偏差结果见表2。结果表明，乙二醇的回收率在100%~109%之间，检测精密度在2.40%之内。二甘醇回收率在95%~109%之间，检测精密度在1.60%之内。

4、实际样品分析

本实验分别对保鲜膜、超市塑料袋和菜市场塑料袋按照上述方法进行迁移实验并检测水基模拟物，均未检测到乙二醇和二甘醇。

结论

本实验建立了食品包装材料中乙二醇和二甘醇向食品模拟物特定迁移量的气相色谱检测方法。方法线性关系良好，在高中低3个不同浓度均具有良好的回收率和精密度可以满足GB 9685-2008的检测要求。