

气相色谱法测定食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇的迁移量

GC-192

摘要: 本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪,建立了食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇迁移量的测定方法。不同食品模拟物条件下配制的校准曲线线性关系良好,相关系数 R 均大于 0.999。取最低点的标准溶液连续进样 6 针,峰面积 RSD % 均小于 3.7 %。该方法准确、可靠,可以应用于食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇迁移量的检测。

关键词: 气相色谱 食品接触材料 迁移量 1,4- 丁二醇

1,4- 丁二醇是一种重要的有机化工和精细化工原料,可广泛应用于生产四氢呋喃、聚对苯二甲酸丁二醇酯、 γ - 丁内酯、聚氨酯树脂、涂料和增塑剂等,是合成塑料的重要中间单体。

1,4- 丁二醇具有一定的毒性,吸入后可能引起呼吸道刺激,蒸气可引起睡意和眩晕。GB 4806.6-2016《食品安全国家标准 食品接触用塑料树脂》中将 1,4- 丁二醇列为受限物质,迁移量或迁移总量限量均为 5 mg/

kg。国家卫健委和市场监管局于 2021 年 2 月 22 日发布了 GB 31604.51-2021《食品安全国家标准 食品接触材料及制品 1,4- 丁二醇迁移量的测定》,该标准已于 2021 年 8 月 22 日正式实施。

本文使用岛津 Nexis GC-2030,参考 GB 31604.51-2021,建立了食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇迁移量的检测方法。该方法具有良好的线性和重复性,适用于食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇迁移量的测定。

■ 实验部分

1.1 仪器

Nexis GC-2030 气相色谱仪

1.2 分析条件

色谱柱: Stabilwax (30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μ m)

柱温程序: 60 $^{\circ}$ C (2 min) $_20^{\circ}$ C / min $_240^{\circ}$ C (5 min)

进样口温度: 250 $^{\circ}$ C

载气控制方式: 恒流

流速: 1 mL/min

进样方式: 不分流进样

进样量: 1 μ L

FID 温度: 250 $^{\circ}$ C

■ 样品前处理

食品接触材料及制品按照 GB 31604.1-2015 和 GB 5009.156-2016 的要求进行迁移实验,得到浸泡液。

对于 4 % 乙酸溶液、10 % 乙醇溶液、20 % 乙醇溶液、50 % 乙醇溶液、95 % 乙醇溶液的浸泡液处理: 准确移取浸泡液 5.00 mL 于 25 mL 容量瓶中,加入甲醇准确定容至刻度,充分摇匀后,静置,待测。

对于油脂类食品模拟物的处理: 准确移取油脂类食品模拟物橄榄油 2.0 g 于具塞试管中,加入 50 μ L 丙酮,再加入 2.00 mL 甲醇萃取,充分摇匀后,离心分层,取上层清液通过 0.45 μ m 滤膜后待测。

■ 结果与讨论

3.1 不同食品模拟物中 1,4- 丁二醇的标准溶液谱图

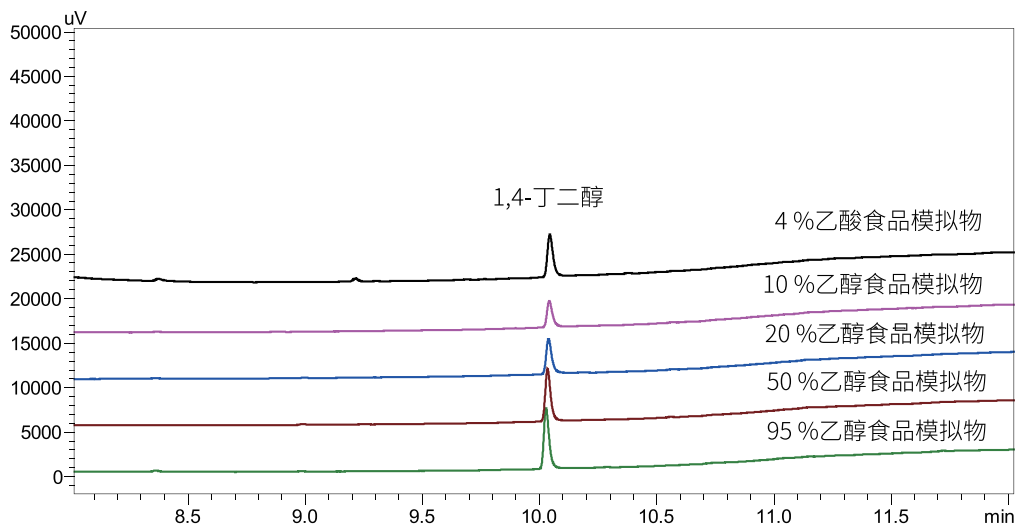


图 1 4 % 乙酸、10 % 乙醇、20 % 乙醇、50 % 乙醇和 95 % 乙醇中 1,4- 丁二醇色谱图 (1.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$)

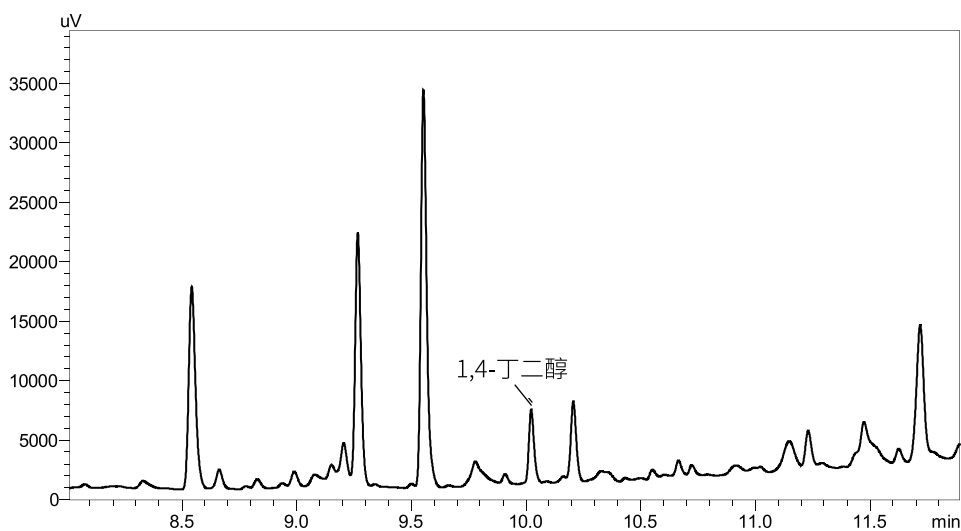


图 2 油脂类食品模拟物橄榄油甲醇萃取液中 1,4- 丁二醇色谱图 (1.0 mg/kg)

表 1 化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	1,4- 丁二醇	1,4-butanediol	110-63-4	10.038

3.2 标准曲线和检出限

以甲醇为溶剂配制不同食品模拟物的标准溶液，使得 4 % 乙酸溶液、10 % 乙醇溶液、20 % 乙醇溶液、50 % 乙醇溶液、95 % 乙醇溶液的食品模拟物中 1,4- 丁二醇标准物质浓度为 0.20、0.40、0.60、0.80、1.00 和 2.00 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，油脂类食品模拟物中 1,4- 丁二醇标准物质浓度为 1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 和 10.0 mg/kg ，对各浓度标准溶液进行检测，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，标准曲线如图 3 所示，以 3 倍信噪比计算不同食品模拟物条件下 1,4- 丁二醇的仪器检出限，检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

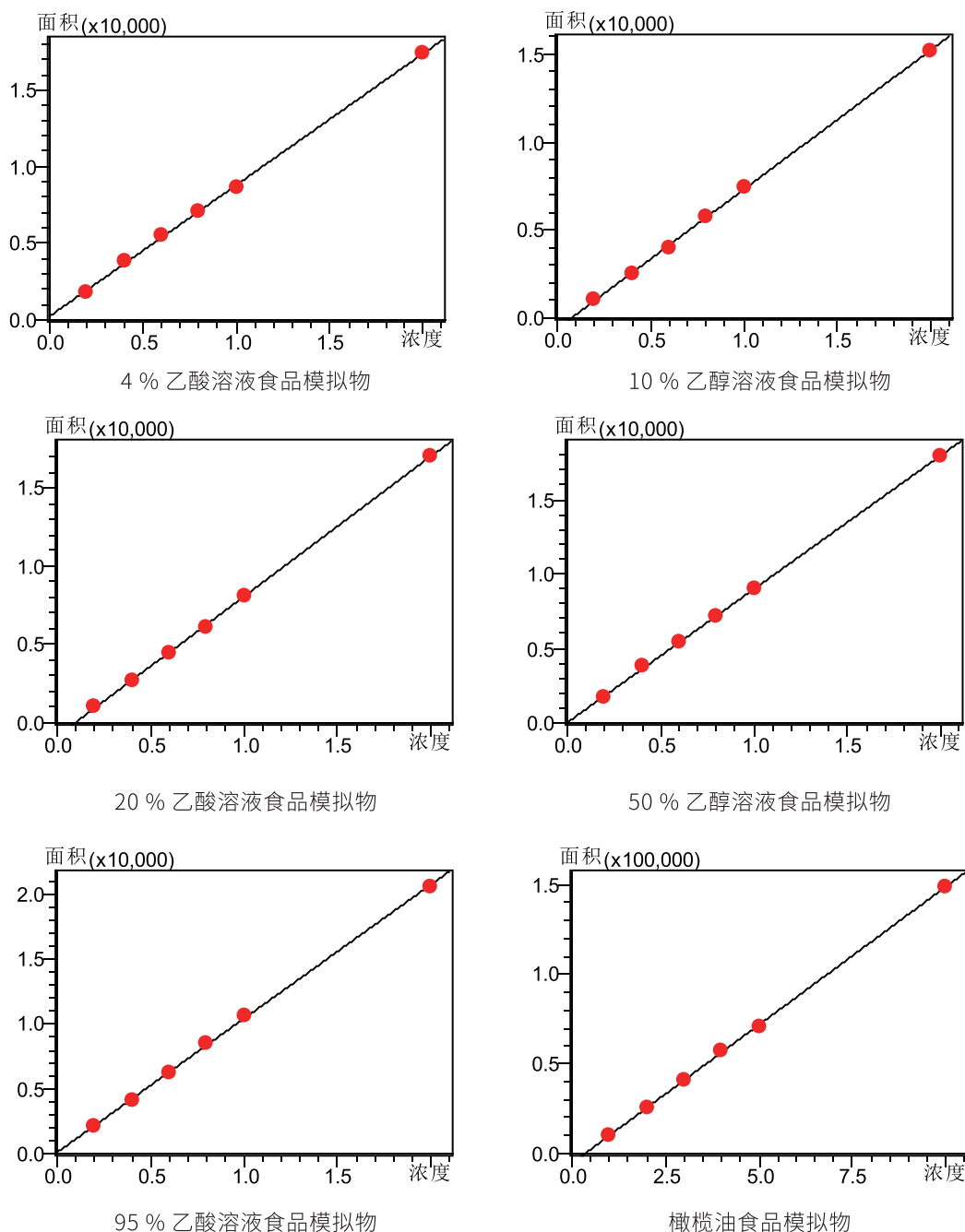


图 3 不同食品模拟物中 1,4- 丁二醇的标准曲线

表 2 不同食品模拟物中 1,4- 丁二醇标准曲线的相关系数及仪器检出限

No.	食品模拟物	相关系数 (R)	检出限	单位
1	4 % 乙酸溶液	0.9996	0.047	μg/mL
2	10 % 乙醇溶液	0.9997	0.036	μg/mL
3	20 % 乙醇溶液	0.9998	0.027	μg/mL
4	50 % 乙醇溶液	0.9997	0.024	μg/mL
5	95 % 乙醇溶液	0.9996	0.030	μg/mL
6	橄榄油	0.9999	0.014	mg/kg

3.3 重复性实验

取不同食品模拟液最低点标准品溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 不同食品模拟物中 1,4- 丁二醇重复性结果

No.	食品模拟物	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD%
1	4 % 乙酸溶液	1624	1654	1598	1631	1643	1658	1.35
2	10 % 乙醇溶液	674	669	673	622	656	658	2.96
3	20 % 乙醇溶液	1041	1064	1028	1029	1130	1038	3.68
4	50 % 乙醇溶液	2105	2178	2242	2239	2239	2237	2.53
5	95 % 乙醇溶液	2310	2236	2166	2200	2296	2325	2.87
6	橄榄油	13974	13484	13898	13853	13792	14169	1.63

3.4 样品测试

取市售聚丙烯材质塑料瓶（该塑料瓶预期接触全脂或脱脂乳饮料，预期最极端使用条件为室温贮存 180d 以上），按照 GB 31604.1-2015 和 GB 5009.156-2016 的要求确定试验条件，浸泡液为体积分数为 50 % 的乙醇，浸泡温度为 60℃，浸泡时间为 240 h。取 5.00 mL 浸泡液用甲醇定容至 25 mL，上机检测，样品测试色谱图如图 4 所示，样品中未检测出 1,4- 丁二醇。

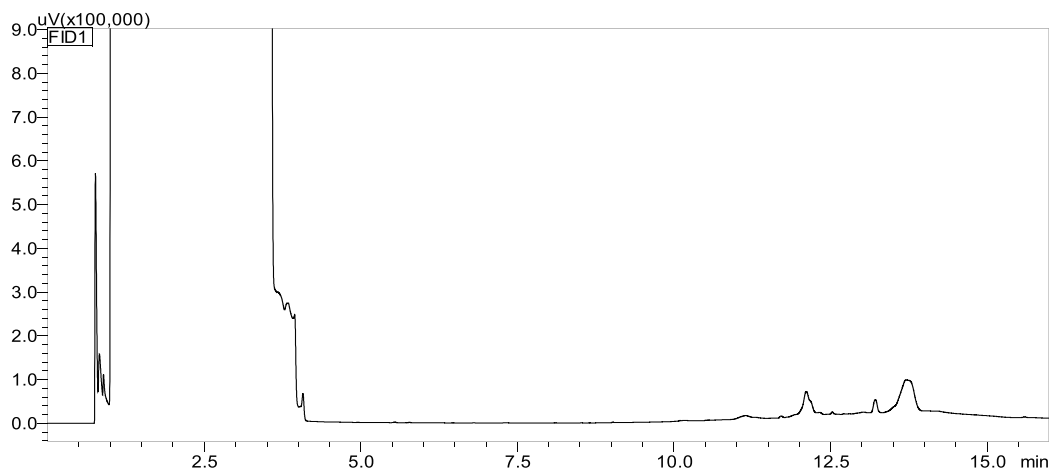


图 4 样品测试谱图

■ 结论

本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，建立了食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇的测定方法。方法表明，不同食品模拟物条件下配制的校准曲线线性关系良好，相关系数 R 均大于 0.999。取最低点的标准溶液连续进样 6 针，峰面积 RSD % 均小于 3.7 %。本方法简单方便，灵敏度高，具有良好的线性和重复性，适用于食品接触材料及制品中 1,4- 丁二醇的检测。

岛津应用云

