

GCMS法测定食品包装材料中多环芳烃 (PAHs)

No.GCMS-033

多环芳烃 (PAHs) 是指两个以上苯环以稠环形式相连的化合物, 是有机化合物不完全燃烧和地球化学过程中产生的一类致癌物质。由于这些化合物的致癌和致畸性, 使得PAHs痕量分析成为一个重要课题。食品中的PAHs污染有不同的来源, 主要是环境、食品加工过程和来自包装材料的污染。PAHs广泛分布于环境中, 可以在我们生活的每一个角落发现, 任何存在有机物加工、废弃、燃烧或使用的地方都有可能产生多环芳烃, 多环芳烃污染物已成为环境和食品污染物中极重要的物质。

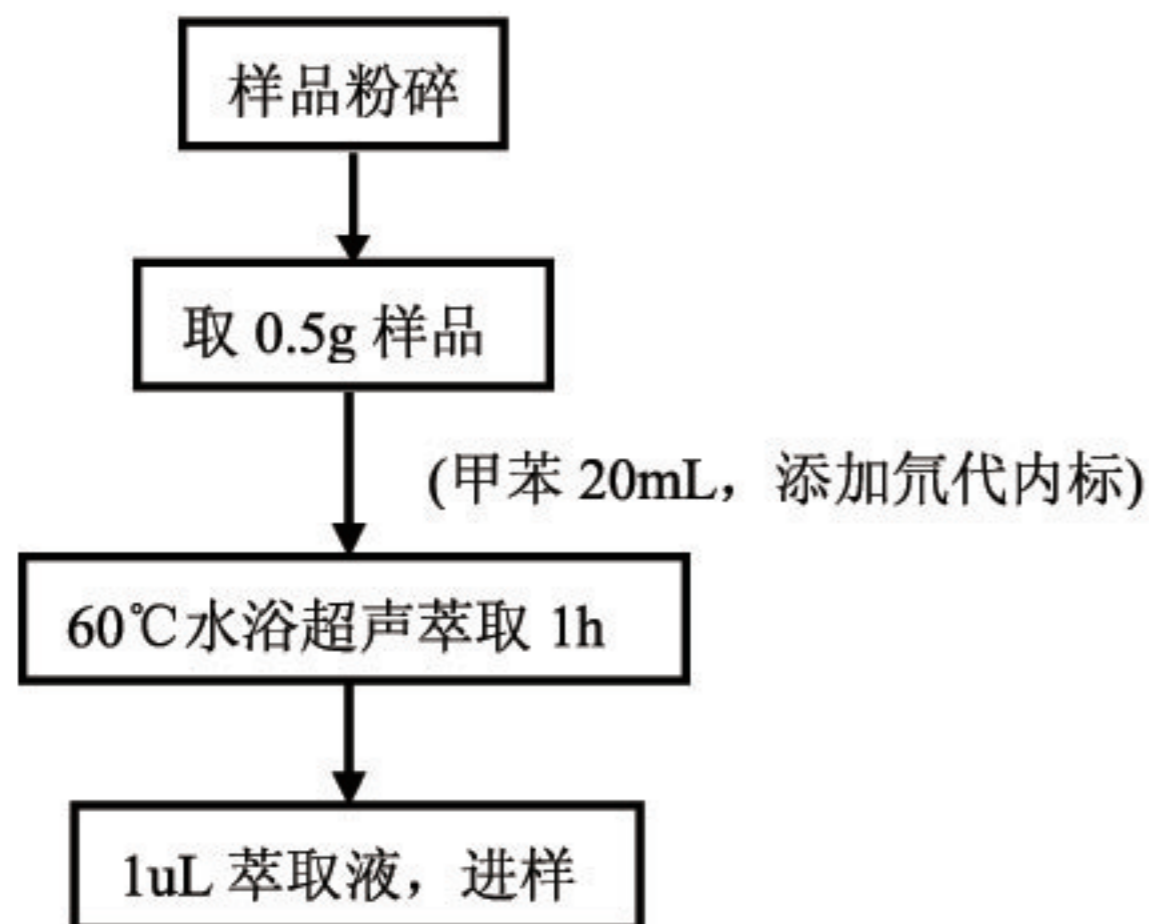
本方法利用超声萃取方式将食品包装材料如PE保鲜膜萃取后再使用GCMS进行检测。

试剂

甲苯、PAHs混合标样、PAHs氘代同位素内标

样品前处理

甲苯、PAHs混合标样、PAHs氘代同位素内标



分析条件

GC部分:

色谱柱: RTX-5ms, 30m × 0.25mm × 0.25 μm

柱温程序: 90°C(1min) → 25°C/min → 180°C(0min)

→ 5°C/min → 300°C(0min)

→ 20°C/min → 320°C(2min)

进样口温度: 260°C

进样模式: Splitless

载气控制模式: 恒线速度

载气线速度: 40cm/sec

MS部分:

电离方式: EI

接口温度: 280°C

离子源温度: 260°C

采集模式: SIM

定量方法: 内标法

检测结果

1、16种PAHs混合标样总离子流图如下所示。

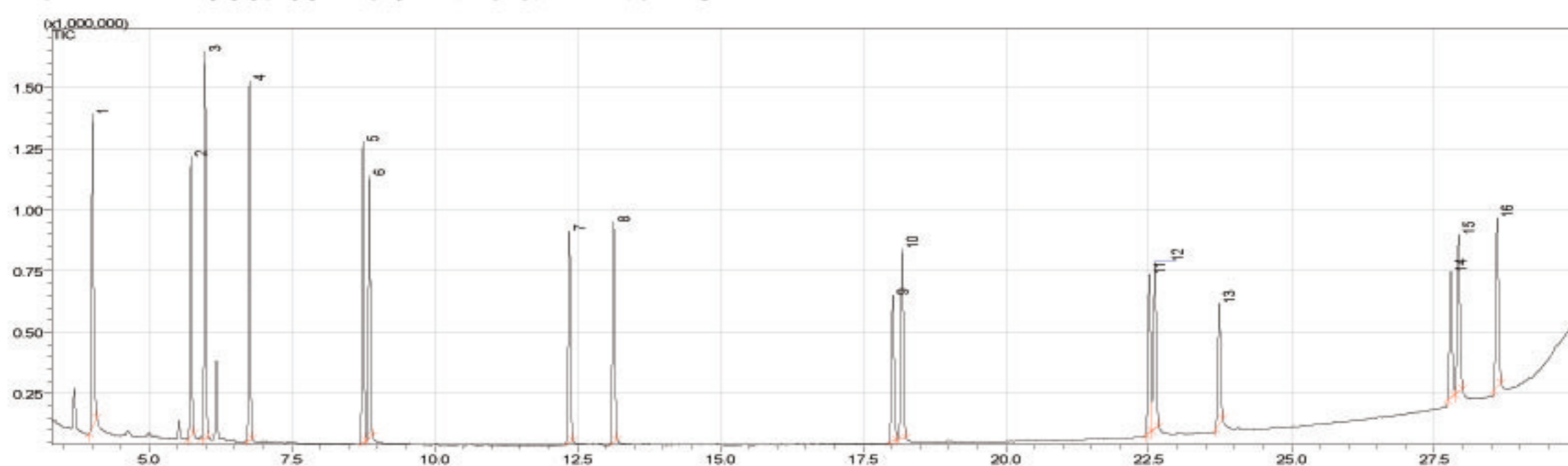
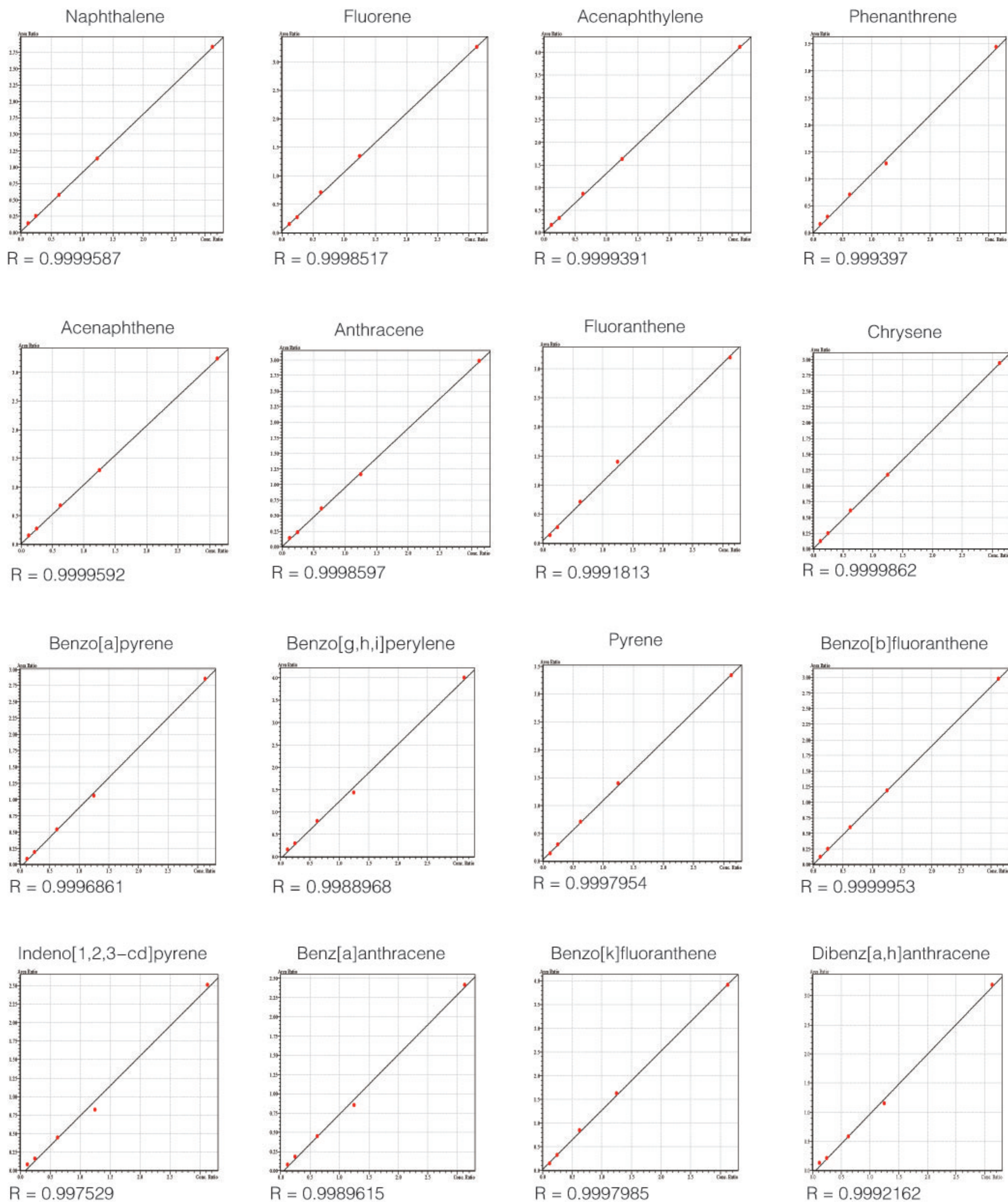


图1 16种PAHs标准溶液的总离子流图

2、标准曲线

配制PAHs标准溶液，浓度范围为2、4、10、20、50 pg/ μ L，各组标准曲线及线性相关系数如下所示：



3、仪器重现性

16种PAHs（浓度为10pg/ μ L）混合标准溶液重复进样7针，重现性结果如下表所示，各组分所得浓度值的相对标准偏差（RSD）均小于10%。

表1 仪器重现性结果

	萘	芴烯	芴	芘	菲	蒽	荧蒽	芘
N=1	9.918	10.337	10.177	10.412	10.251	10.26	10.399	10.157
N=2	9.063	10.362	10.421	10.795	10.007	10.993	9.88	10.127
N=3	9.489	10.949	10.164	9.831	10.498	10.818	9.907	9.964
N=4	9.414	10.619	10.093	10.521	9.886	10.752	9.435	9.706
N=5	9.435	11.203	10.023	10.341	10.026	10.053	9.462	9.957
N=6	9.574	10.828	10.091	10.533	10.008	10.25	9.522	10.153
N=7	9.625	10.796	9.857	9.807	10.225	10.18	9.979	9.696
Ave.	9.503	10.728	10.118	10.32	10.129	10.472	9.798	9.966
SD	0.258	0.313	0.171	0.37	0.208	0.371	0.35	0.199
RSD%	2.7	2.9	1.7	3.6	2.1	3.5	3.6	2

<续上表>

	苯并[a]蒽	屈	苯并[b]蒽	苯并[k]蒽	苯并[a]芘	蒽并[1,2,3-cd]芘	二苯并[a,h]蒽	苯并[g,h,i]芘
N=1	10.048	10.164	10.016	10.442	10.162	10.127	9.842	10.501
N=2	10.269	10.228	9.479	9.418	9.881	9.48	10.615	9.366
N=3	10.508	9.984	9.035	9.982	9.961	8.777	9.272	9.12
N=4	9.543	9.991	9.373	9.202	9.507	8.898	9.774	8.776
N=5	10.06	9.858	9.546	10.092	10.618	9.692	9.857	9.621
N=6	9.544	9.577	9.112	9.392	9.991	8.515	8.59	10.048
N=7	9.797	9.997	9.529	9.154	9.892	8.508	10.367	9.063
Ave.	9.967	9.971	9.441	9.669	10.002	9.142	9.76	9.499
SD	0.362	0.213	0.324	0.5	0.336	0.629	0.674	0.605
RSD%	3.6	2.1	3.4	5.2	3.4	6.9	6.9	6.4

4、仪器灵敏度(信噪比S/N表征)

用GCMS分析PAHs (2pg/μL) 标准溶液, 利用工作站软件计算各组分的S/N值均大于10, 表明各组分的定量检出限均小于2pg/μL (10倍信噪比)。

5、加标回收试验

取剪碎后PE保鲜膜, 添加内标溶液和PAHs标准溶液(添加浓度为5ng/mL), 按上述前处理方法进行样品处理, 测得各组分的加标回收率均在70%~130%之间。

■ 结论

本方法是基于德国ZEK01-08方法对样品进行超声前处理后采用GCMS进行定量分析的方法。样品前处理简单、快速, 测定灵敏度高, 重现性好, 回收率在70~130%之间, 可以满足食品包装材料中16种PAHs的检测要求。