

# HS-GCMSMS 法测定食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇含量

## GCMSMS-263

**摘要：** 本文使用岛津 HS-20 NX 顶空进样器结合 GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气相色谱质谱联用仪，建立了食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇含量的测试方法。环氧乙烷和 2-氯乙醇在配制标样浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数 R 均在 0.999 以上，方法定量限分别为 0.0052 和 0.015 mg/kg，低于欧盟最低限量值 0.02 mg/kg。以 6 针平行进样测试考察方法重复性，两个组分的峰面积 RSD 均小于 7.0%。方法重复性良好，操作简单，可用于食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇含量的测定。

**关键词：** 气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪 顶空进样 环氧乙烷 2-氯乙醇 食品

### 技术特点：

- ❖ 使用顶空进样方法，减少了基质干扰，方法操作简单。
- ❖ 使用多反应监控 (MRM) 模式进行数据采集，灵敏度高，满足欧盟限量要求。

近年来，出口到欧盟的多种食品中被曝环氧乙烷 (EO) 和 2-氯乙醇 (2-CE) 超标，引发了人们对食品中环氧乙烷安全问题的担忧。

环氧乙烷是一种低分子量有机化合物，常温下是气体。食品中环氧乙烷主要来源是由因使用环氧乙烷杀菌而导致的食品原料污染或使用含有环氧乙烷的接触材料引入的。2-氯乙醇是环氧乙烷杀菌过程中的反应产物之一。环氧乙烷具有神经毒性，属于一类致癌物；2-氯乙醇具有急性毒性，并有一定的致突变性。

目前，世界各个国家和地区对食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇的管控要求不一，其中欧盟的管控限值最低（以谷类为例，环氧乙烷和 2-氯乙醇之和的限量为 0.02

mg/kg）。我国尚未发布食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇的测试标准或限量要求，出口食品基本参考出口国或地区相关限量规定。此外，由于食品基质复杂，不同样品的净化处理耗时劳力，且容易造成目标物损失。同时，样品中的干扰物还可能会引起基质效应、共流出和仪器污染等各种问题。综上所述，食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇的测试主要是解决前处理复杂、灵敏度不足这两个关键问题。

本文参考欧盟的限量要求，使用顶空 - 三重四极杆气相色谱质谱联用法建立了测定食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇含量的分析方法。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

HS-20 NX 顶空自动进样器

GCMS-TQ8040 NX 三重四极杆气相色谱质谱联用仪

### 1.2 分析条件

HS 条件：

平衡温度：115°C

平衡时间：15 min

定量环温度：150°C

进样时间：1 min

GCMSMS 条件：

色谱柱：Rxi-624Sil MS, 60 m×0.32 mm×1.8 μm

传输线温度：160°C

样品瓶加：195 kPa

压用气压



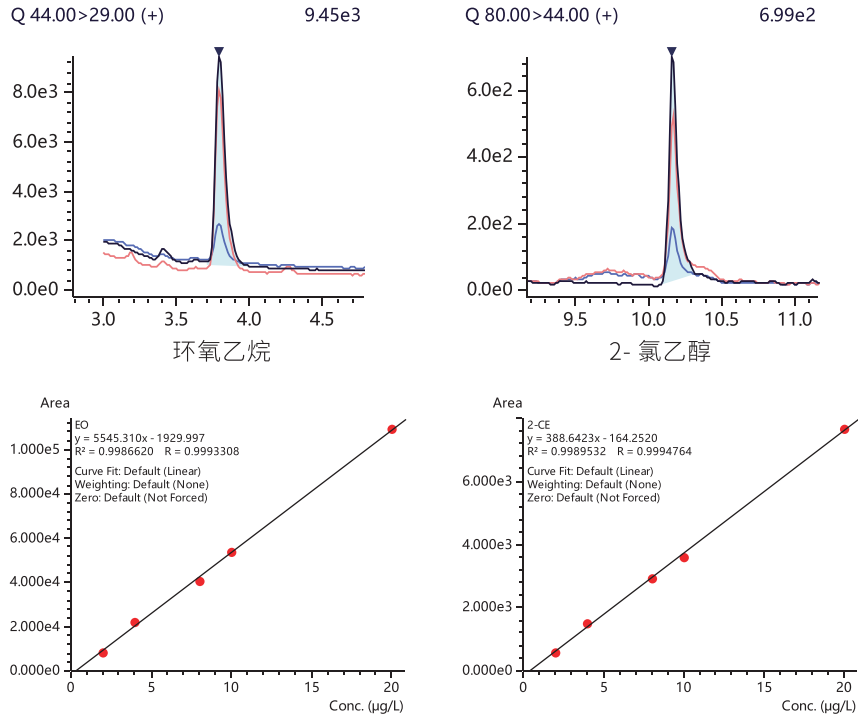


图3 目标物 MC 图（绝对量 8 ng）和标准曲线

表2 目标物标准曲线信息和检出限 (mg/kg)

No.	组分名称	浓度范围 (ng)	相关系数 (R)	检出限	定量限
1	环氧乙烷	2~20	0.9993	0.0015	0.0052
2	2- 氯乙醇	2~20	0.9994	0.0045	0.015

### 2.3 重复性实验

按 2.2 步骤配制 6 份平行标准样品（各组分绝对量为 2 ng），连续进样，考察仪器峰面积的重复性，测定结果见表 3。

表3 重复性实验结果 (n=6)

组分名称	面积 1	面积 2	面积 3	面积 4	面积 5	面积 6	平均面积	RSD (%)
环氧乙烷	8371	8708	8601	8445	8483	8090	8450	2.52
2- 氯乙醇	614	618	541	581	633	541	588	6.83

### 2.4 样品测试

按照 1.3 步骤处理某市售芝麻样品，样品中未检出环氧乙烷或 2- 氯乙醇。样品谱图如图 4 所示。

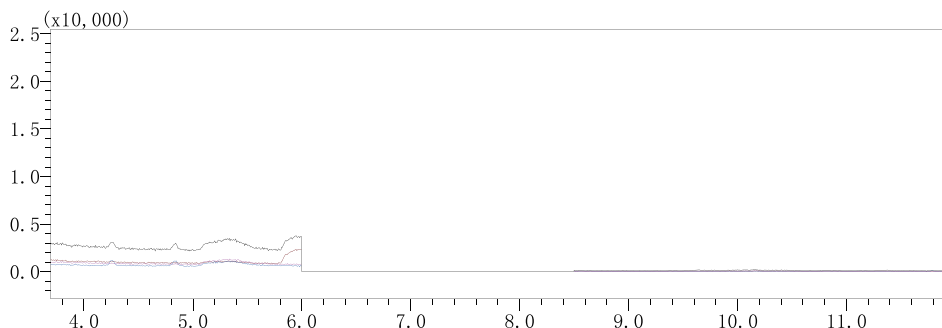


图4 芝麻样品色谱图

## 2.5 加标回收率

对上述芝麻和方便面样品进行加标回收实验，各组分加标绝对量为 0.02 mg/kg，按 1.3 处理并做 3 个平行样。样品加标回收率结果见表 4。

表 1 目标组分信息表

No.	组分名称	实际测得值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	环氧乙烷	0.0206	0.0206	0.0203	102.4
2	2-氯乙醇	0.0222	0.0195	0.0230	107.8

## ■ 结论

本方法采用岛津 HS-20 NX 顶空进样器结合 GCMS-TQ8040 NX，建立了食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇的测定方法。在配制浓度范围内，环氧乙烷和 2-氯乙醇标准曲线线性良好，线性相关系数均在 0.999 以上，方法定量限分别为 0.005 mg/kg 和 0.015 mg/kg。以目标组分绝对量为 2 ng 的标样连续进 6 次平行样，峰面积 RSD 均小于 7.0%，重复性良好。在 0.02 mg/kg 加标量条件下，环氧乙烷和 2-氯乙醇的平均回收率在分别是 102.4% 和 107.8%。该方法前处理简单方便，灵敏度高，可用于食品中环氧乙烷和 2-氯乙醇的测定。

岛津应用云

