

GCMSMS 法测定塑料包装食品中 16 种紫外吸收剂的含量

GCMSMS-318

摘要： 本文采用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX，建立了测定塑料包装食品中 16 种紫外吸收剂的检测方法。样品采用乙腈：丙酮（1：1）溶液提取，增强型脂质去除小柱净化，氮吹浓缩定容，以 MRM 方式采集数据，外标法进行定量。在 1.0~50.0 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内，各组分线性良好，相关系数均大于 0.9991；方法检出限在 0.003 ~0.438 $\mu\text{g/L}$ 之间。取 2.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度标准溶液连续进样 6 次，各组分峰面积 RSD 均小于 6%，精密度良好。加标量在 1.0 $\mu\text{g/kg}$ 水平下平行处理 3 次，各组分的平均回收率在 71.4~116.9% 之间，本方法简单方便，可用于塑料包装食品中 16 种紫外吸收剂的测定。

关键词： 三重四极杆气质联用仪 紫外吸收剂 塑料包装食品

技术特点：

- ❖ 采用增强型脂质去除 (EMR-Liquid) 小柱净化，除脂效果良好。
- ❖ 采用 MRM 的采集方式，进一步去除杂质干扰，大大提高检测灵敏度。

为了防止塑料食品包装材料老化褪色、延长使用寿命，在生产过程中经常会加入紫外吸收剂。当塑料制品接触食品时，这些紫外吸收剂可能会从食品包装材料中迁出，进入食物，尤其是含脂食品，长期摄入会对人体健康造成潜在风险。

我国国标 GB 9685-2016《食品安全国家标准 食品接触材料及制品用添加剂使用标准》中规定了一些紫外吸收剂（如 UV-0、UV-9、UV-71、UV-329、UV-326、UV-327、UV-234 和 UV-360）的特定迁移限量，但是目前还没有相应的法规规定食品中紫外吸收剂的限量要求，另外，目前的研究大部分聚

焦于食品接触材料或食品模拟物，缺乏食品本身关于紫外吸收剂的检测。紫外吸收剂种类繁多，部分物质结构性质类似，主要检测方法包括液相色谱法、液相色谱质谱法以及气相色谱质谱法。

本文利用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX 建立了塑料包装食品中 16 种紫外吸收剂的检测方法。样品采用乙腈：丙酮（1：1）提取，增强型脂质去除 (EMR-Liquid) 小柱净化，氮吹浓缩定容上机测试。该方法操作方便，灵敏度高，重复性好，定量准确，适用于塑料包装食品中紫外吸收剂的检测。

■ 实验部分

1.1 仪器

三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX

1.2 分析条件

色 谱 柱： SH-I-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱 温 程 序： 80°C (2 min)_30°C /min_190°C _5°C /min_280°C (2 min)

进 样 口 温 度： 310°C

离子源温度： 250°C

进 样 方 式： 不分流进样

接 口 温 度： 300°C

载气控制模式： 恒线速度，36.8 cm/s

检测器电压： 调谐电压 +0.8 kV

进 样 量： 1 μL

采 集 方 式： MRM，化合物信息见表 1

1.3 样品前处理

5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	Isoamyl 4-Methoxycinnamate	71617-10-2	11.095	161.00>133.10	9	178.00>161.10 178.00>132.10	12 12
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	Enzacamene	36861-47-9	11.424	171.00>128.00	21	171.00>143.10 211.00>169.10	6 9
7	2-(2- 羟基 -5- 苯甲基) 苯并三唑	UV-P	2440-22-4	11.565	225.00>93.10	21	225.00>154.10 225.00>78.00	18 24
8	二甲基 PABA 乙基己酯	octyl 4-(dimethylamino)benzoate	58817-05-3	14.090	277.00>165.10	12	165.00>77.10 165.00>118.10	30 27
9	2-(5- 叔丁基 -2- 羟基 苯基) 苯并三唑	UV-PS	3147-76-0	14.146	252.00>105.10	18	252.00>133.10 252.00>79.10	12 30
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	OMC	5466-77-3	14.791	161.00>133.10	9	178.00>161.10 178.00>132.10	12 12
11	2-(3,5- 二叔丁基 -2- 羟基 苯基) 苯并三唑	UV-320	3846-71-7	16.988	308.00>57.10	24	308.00>133.10 308.00>105.20	18 27
12	2-(2'- 羟基 -3'- 异丁基 -5'- 叔丁基 苯基) 苯并三唑	UV-350	36437-37-3	17.318	294.00>57.10	21	308.00>133.10 238.00>91.10	18 18
13	2'-(2'- 羟基 -3'- 叔丁基 -5'- 甲基 苯基)-5- 氯 苯并三唑	UV-326	3896-11-5	18.041	300.00>119.10	15	119.00>91.10 300.00>91.10	9 27
14	2-(2'- 羟基 -5'- 叔辛基 苯基) 苯并三唑	UV-329	3147-75-9	18.395	252.00>105.10	21	252.00>133.10 252.00>79.10	12 33
15	2-(2'- 羟基 -3',5'- 二叔戊基 苯基) 苯并三唑	UV-328	25973-55-1	19.470	322.00>71.10	18	322.00>92.10 322.00>105.10	33 30
16	2-(2''- 羟基 -3'',5''- 二叔丁基 苯基)-5- 氯 代 苯并三唑	UV-327	3864-99-1	19.590	344.00>57.10	21	342.00>57.20 342.00>105.10	24 30

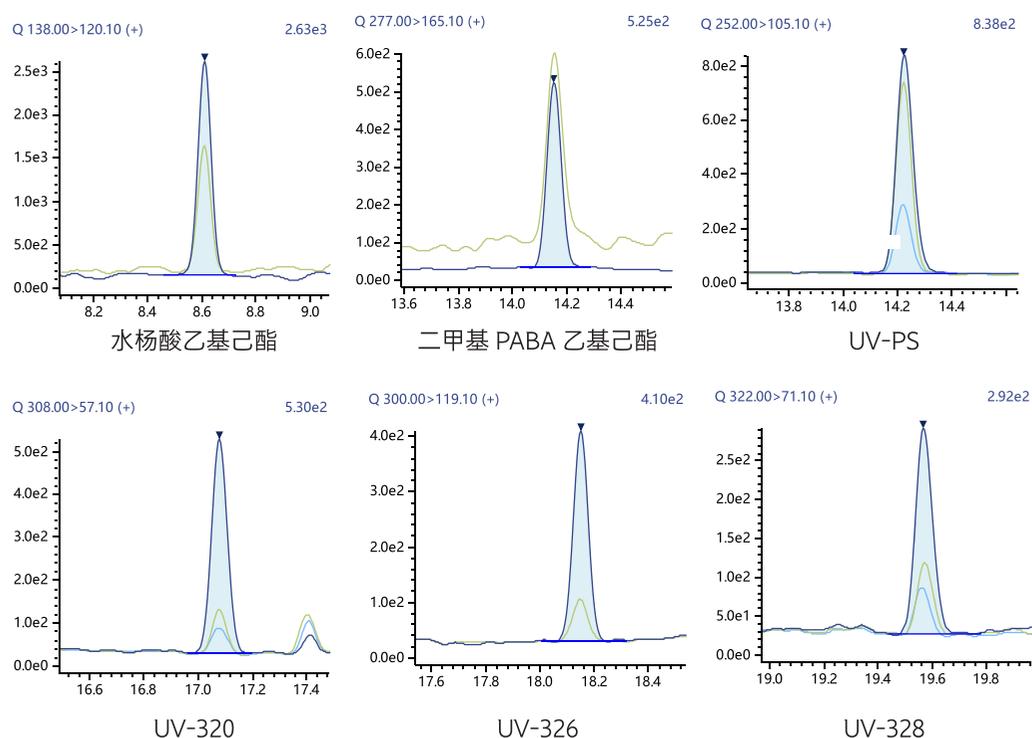


图 3 部分化合物质量色谱图 (1.0 µg/L)

2.2 标准曲线

以丙酮为溶剂，配置目标物浓度为 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 和 50.0 $\mu\text{g/L}$ 标准系列，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标进行线性拟合，部分化合物标准曲线如下图 4 所示。根据 1.0 $\mu\text{g/L}$ 标样数据，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。各化合物标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示。

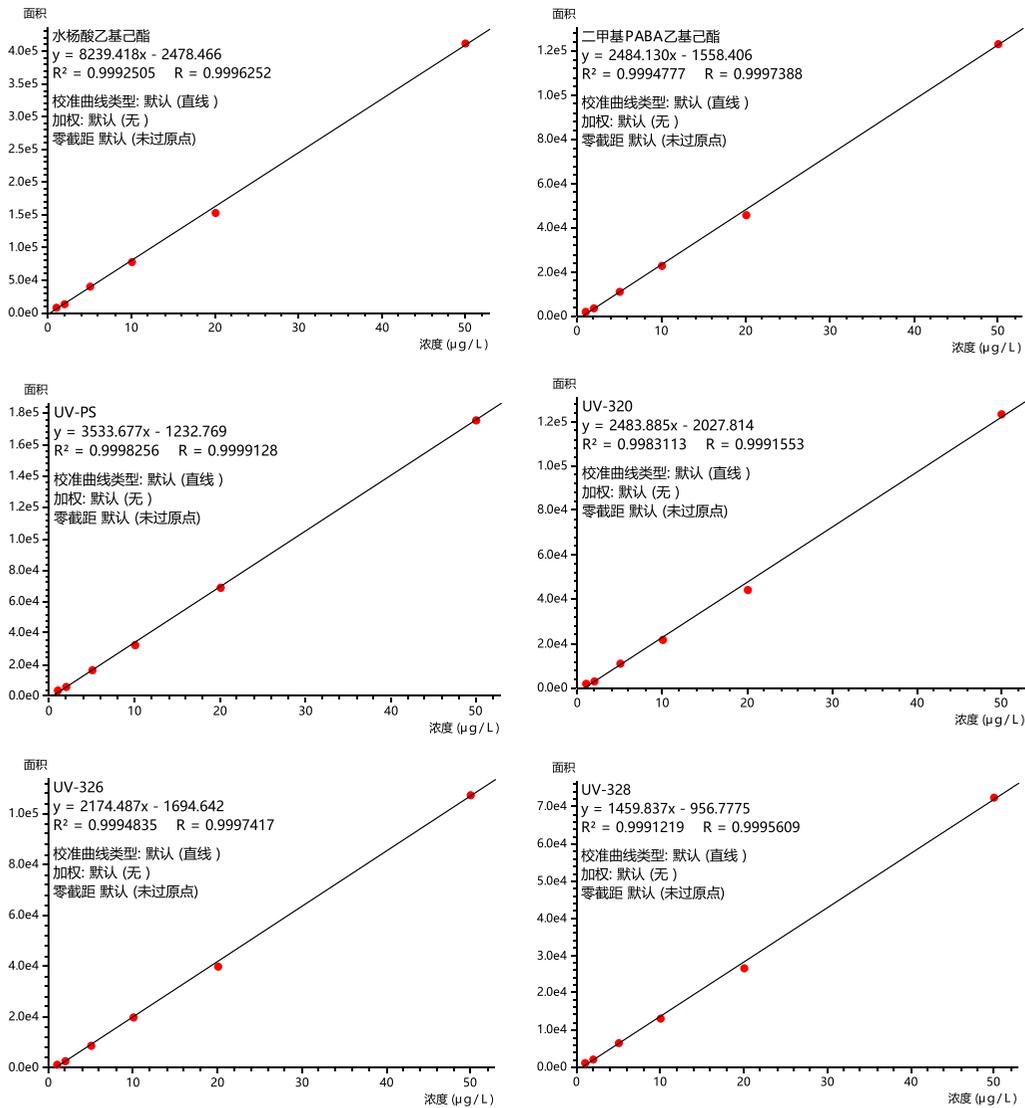


图 4 部分化合物标准曲线 (1.0-50.0 $\mu\text{g/L}$)

表 2 16 种紫外吸收剂校准曲线相关系数和检出限结果

No.	化合物名称	相关系数 (R)	仪器检出限 ($\mu\text{g/L}$)
1	水杨酸乙基己酯	0.9995	0.012
2	胡莫柳酯	0.9994	0.018
3	3- 亚苄基樟脑	0.9997	0.154
4	UV-9	0.9991	0.009
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	0.9997	0.069

6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	0.9997	0.438
7	UV-P	0.9991	0.013
8	二甲基 PABA 乙基己酯	0.9994	0.006
9	UV-PS	0.9997	0.004
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	0.9997	0.177
11	UV-320	0.9992	0.006
12	UV-350	0.9991	0.012
13	UV-326	0.9997	0.016
14	UV-329	0.9993	0.003
15	UV-328	0.9994	0.023
16	UV-327	0.9993	0.027

2.3 重复性测试

取浓度为 2.0 µg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，各组分峰面积及 RSD% 见表 3。

表 3 重复性结果

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	水杨酸乙基己酯	15651	15644	15991	15838	15404	15204	1.82
2	胡莫柳酯	12440	12906	12507	13052	12110	12374	2.79
3	3- 亚苄基樟脑	3526	3436	3616	3709	3447	3693	3.35
4	UV-9	7864	7529	7057	6948	7119	7123	4.82
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	10861	10333	9650	9795	10403	10126	4.32
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	2753	2648	2765	2727	2883	2872	3.23
7	UV-P	3352	3007	3044	3259	2868	3202	5.76
8	二甲基 PABA 乙基己酯	3670	3673	3557	3817	3521	3849	3.60
9	UV-PS	5672	5782	5489	5584	6159	5725	4.05
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	9081	9135	9608	9359	9877	9159	3.37
11	UV-320	4153	3717	4033	3817	4048	3800	4.40
12	UV-350	1846	1695	1846	1819	1725	1974	5.48
13	UV-326	2919	2988	2820	2865	3058	2972	2.96
14	UV-329	7602	7828	7878	7725	7364	7583	2.45
15	UV-328	2336	2232	2332	2293	2214	2336	2.40
16	UV-327	1106	1256	1113	1175	1219	1137	5.17

2.4 实际样品和加标回收率测试

取某超市购买的塑料包装食品样品，添加目标化合物标准溶液，添加浓度为 1.0 µg/kg，按 1.3 前处理方法进行测定，平行处理 3 份，实际样品色谱图见下图 5，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

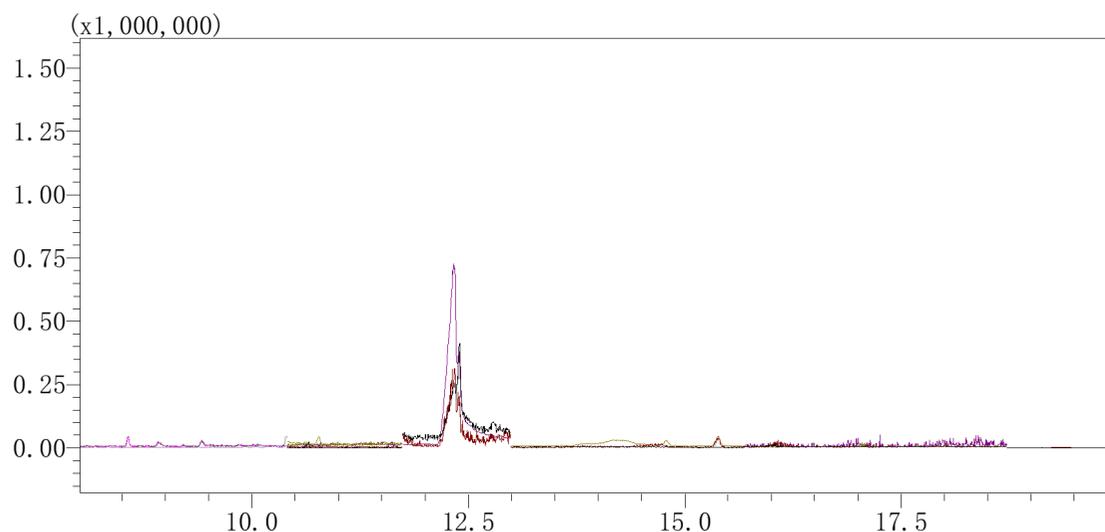


图 5 实际样品色谱图

表 4 样品加标回收率结果

No.	化合物名称	样品浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加标样测定浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	水杨酸乙基己酯	0.534	1.555	1.596	1.574	104.1
2	胡莫柳酯	0.608	1.367	1.558	1.305	80.3
3	3- 亚苄基樟脑	0.695	1.676	1.686	1.662	98.0
4	UV-9	N.D.	1.064	1.032	1.202	109.9
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	N.D.	1.048	1.010	1.104	105.4
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	N.D.	1.029	1.222	1.256	116.9
7	UV-P	4.458	5.397	5.462	5.675	105.3
8	二甲基 PABA 乙基己酯	N.D.	0.937	1.009	0.903	95.0
9	UV-PS	N.D.	0.701	0.742	0.744	72.9
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	7.728	8.412	8.771	8.534	84.5
11	UV-320	N.D.	0.531	0.900	0.710	71.4
12	UV-350	N.D.	0.723	0.740	1.003	82.2
13	UV-326	N.D.	0.911	1.191	1.278	112.7
14	UV-329	N.D.	0.741	0.684	0.748	72.4
15	UV-328	N.D.	0.711	0.906	0.833	81.7
16	UV-327	N.D.	1.016	0.910	0.936	95.4

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文采用岛津三重四极杆气质联用仪 GCMS-TQ8040 NX，建立了塑料包装食品中 16 种紫外吸收剂的检测方法。该方法在 1.0~50.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内，各组分线性关系良好，相关系数均大于 0.9991，方法检出限在 0.003~0.438 $\mu\text{g/L}$ 之间。取 2.0 $\mu\text{g/L}$ 浓度标准溶液连续进样 6 次，各组分峰面积 RSD 均小于 6%，精密度良好。加标量在 1.0 $\mu\text{g/kg}$ 水平下平行处理 3 次，各组分的平均回收率在 71.4~116.9% 之间，该方法前处理简单，灵敏度高，可为塑料包装食品中紫外吸收剂的检测提供参考。

岛津应用云

