

热萃取 GCMS 法在食品异物分析中的应用

近年来，食品中混入异物的案例增加，研究开展异物分析的必要性不断提高。用于仪器分析的混入异物鉴定使用傅立叶变换红外光谱仪（FTIR）和能量色散型荧光 X 射线分析仪（EDX）等。使用 GCMS 进行异物分析时，一般使用热裂解 GCMS 法或者热萃取 GCMS 法，可以对微量有机物异物中所含的树脂材料和添加剂进行定性。

在本稿中为您报告设想为食品异物，使用热萃取 GCMS 法对食品包装材料中的添加剂进行分析的结果。热萃取 GCMS 分析使用了多功能进样口 OPTIC-4，添加剂的定性使用了高分子添加剂数据库。

K. Kawamura, Y. Kawakita, Y. Kudo

■ 试样和分析条件

图 1 所示为分析时使用的 GCMS-QP2020 NX 及多功能进样口 OPTIC-4 的外观。

实际试样使用的是市售的食品包装材料。使用切割刀将试样切割成 0.2mg 左右，装入 OPTIC-4 的 DMI 微型试剂瓶中，然后放置在 DMI 用内衬管中（图 2）。其中，所检测的峰的保留指数计算使用的是通过热裂解 GCMS 法（分析条件参见应用新闻 No. M291）分析聚乙烯（PE）时得到的正构烷烃（烃类）的保留时间。

表 1 所示为装置系统及分析条件。



图 1 GCMS-QP2020 NX + OPTIC-4

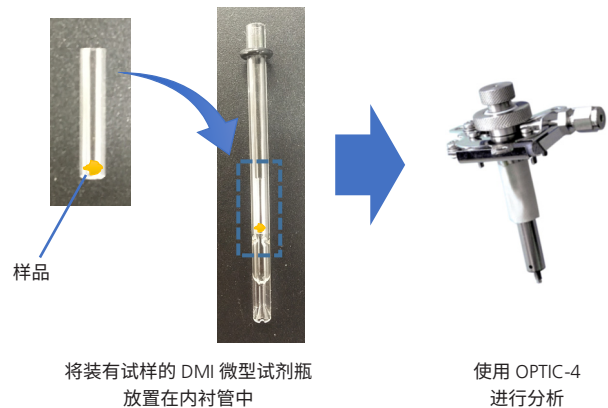


图 2 使用 OPTIC-4 进行热萃取分析的采样

表 1 分析条件

进样口	: OPTIC-4		
GCMS	: GCMS-QP2020 NX		
色谱柱	: UA-5 (MS/HT)-30M-0.25F (长 30m、0.25 mm I.D.、df=0.25 μm) (Frontier Lab)		
OPTIC-4 条件			
放空时间	: 30 sec		
平衡时间	: 5 sec		
结束时间	: 40 min		
气化室温度	: 40 °C (10 sec) → 60 °C /sec → 600 °C (3 min) → 320 °C (Hold)		
载气	: 氮气		
载气控制模式	: 恒流模式		
起始柱流量	: 1.0 mL/min		
结束柱流量	: 1.0 mL/min		
分流流量	: 100 mL/min		
隔垫吹扫流量	: 3 mL/min		
GC 条件			
柱温程序	: 40 °C (2 min) → 20 °C /min → 320 °C (16 min)		
MS 条件			
接口温度	: 280 °C		
离子源温度	: 230 °C		
离子源	: EI		
测定模式	: Scan (m/z 29 ~ 800)		
事件时间	: 0.3 sec		

结果

图3所示为通过热萃取 GCMS 法得到的总离子流图 (TIC)。针对所得到的峰,使用高分子添加剂数据库进行了检索。高分子添加剂数据库收录了在高分子材料中使用的各种添加剂以及添加剂分解生成产物的质谱。在各种化合物中登录了保留指数信息,通过保留指数进行精确查找,可以进行高精度地化合物鉴定。另外,还登录了添加剂的分类信息,即使没有添加剂的

详细知识,也可以了解通过数据库检索到的化合物与哪种添加剂有关。

图4所示为通过添加剂数据库检索到的化合物的峰。鉴定出了多种抗氧化剂 (Antioxidant) 及其分解产物。此时,通过使用保留指数进行精确查找,成功完成了高精度的添加剂定性。

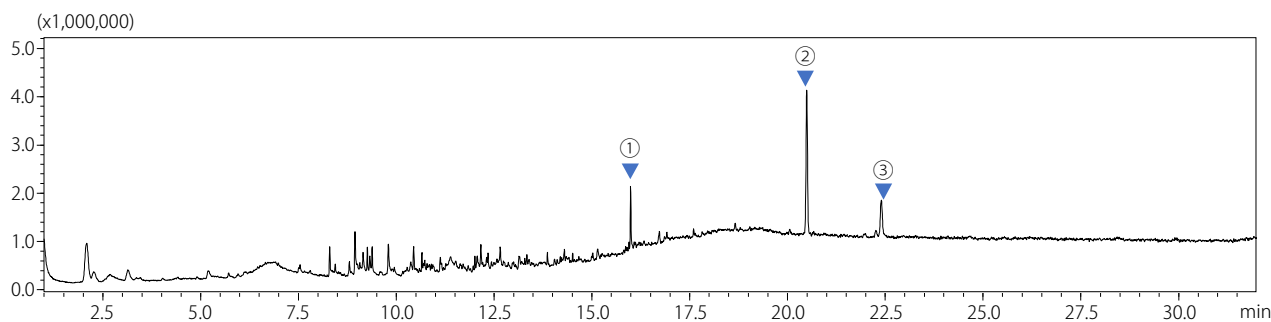
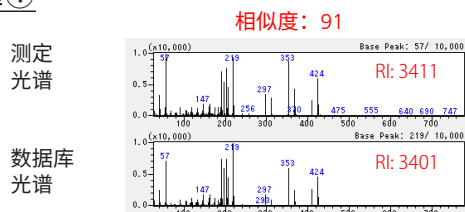
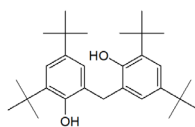


图3 通过热萃取 GCMS 法得到的 TIC

峰①

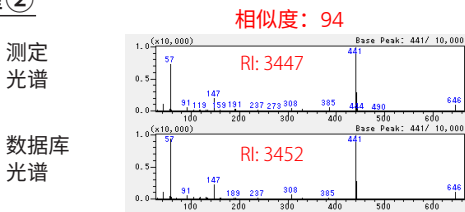


Bis(3,5-di-tert-butyl-2-hydroxyphenyl)methane

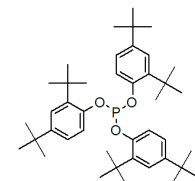


2,2'-Methylene bis(4,6-di-tert-butylphenyl)octylphosphite (ADK STAB HP-10) (抗氧化剂) 的分解产物

峰②

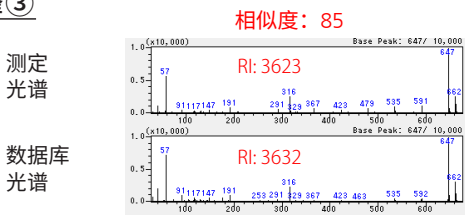


Tris(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphite (C42H63O3P)

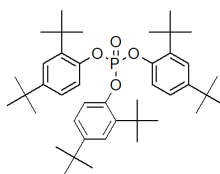


抗氧化剂 (Irgafos 168)

峰③



Tris(2,4-di-tert-butylphenyl)phosphite (C42H63O4P)



抗氧化剂 (Irgafos 168)
※ 峰②的氧化物

图4 通过高分子添加剂数据库对峰①、②、③进行定性分析的结果

总结

关于食品中的异物,使用多功能进样口 OPTIC-4,通过热萃取 GCMS 法和高分子添加剂数据库,对异物中所含的添加剂进行了分析。

结果显示,可以高精度地鉴定树脂中的添加剂。判断可以使用本次的分析方法,确定异物的发生源,并采取相应措施。

岛津应用云



GCMS-QP 是岛津制作所株式会社在日本及其他国家的商标。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

※ 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
※ 本资料中的所有信息仅供参考,不予任何保证。
如有变动,恕不另行通知。

第一版发行日: 2020年2月