

气相色谱法测定食品中 1,2- 丙二醇含量

GC-228

摘要：本文建立了岛津 GC-2010 Pro 测定食品中 1,2- 丙二醇含量的分析方法。食品基质经提取后，使用 SH-Rtx-wax 色谱柱进行分离，FID 检测器进行检测，外标法定量。结果表明：目标组分在 2 ~ 50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内线性关系良好，相关系数在 0.999 以上。标准品溶液连续 6 针进样，保留时间和峰面积比的相对标准偏差分别为 0.020% 和 1.826%；不同基质的加标回收率结果在 91.9% ~ 104.4% 之间。该方法简单可靠，可用于食品中 1,2- 丙二醇含量的测定。

关键词：气相色谱法 食品 1,2- 丙二醇

1,2- 丙二醇是一种无色无味、无臭低毒、具有吸湿性的粘稠液体，作为润滑剂和保湿剂在食品、制药、烟草等行业领域应用广泛。糕点类食品和生湿面制品中常添加 1,2- 丙二醇起到保湿、增稠、抗结等作用。然而，1,2- 丙二醇作为化学合成物质，虽可用作食品添加剂改善食品感官品质，但摄入量过大对人体健康极为不利。

我国现行的 GB 2760-2014《食品安全国家标准食品添加剂使用标准》中规定了在糕点类食品和生湿面制品中 1,2- 丙二醇的最大使用量分别为 3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 1.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；但鉴于近年来少数食品企业和加工小作

坊存在超标添加 1,2- 丙二醇，同时也将 1,2- 丙二醇添加到其他类食品中的案例，加强对食品中 1,2- 丙二醇的监管和检测非常必要。GB 5009.251-2016 规定了用气相色谱法 (GC 法) 和气相色谱-质谱法 (GCMS 法) 2 种检测食品中 1,2- 丙二醇含量的方法，其中 GC 法操作简便、准确度高，且成本低，是实验室测定食品中 1,2- 丙二醇的常规方法。

本文使用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，参考 GB 5009.251-2016 第一法建立了测定食品中 1,2- 丙二醇含量的分析方法。该方法操作简单、准确度高，可用于日常食品中 1,2- 丙二醇含量的测定及监管。

■ 实验部分

1.1 仪器

GC-2010 Pro 气相色谱仪

1.2 分析条件

气相色谱条件

进样口温度：230 $^{\circ}\text{C}$

色谱柱：SH-Rtx-wax, (30m \times 0.25 mm \times 0.25 μm)

柱温程序：80 $^{\circ}\text{C}$ (1min) _20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _160 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)
_15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _220 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)

载气控制：恒线速

进样方式：不分流进样

不分流进样时间：1min

色谱柱流量：1mL/min

进样体积：1 μL

检测器温度：240 $^{\circ}\text{C}$

载气：氮气

1.3 标准溶液的配制

准确称取 1,2- 丙二醇标准样品 1 g (精确至 0.0001 g) 用无水乙醇溶解并转移至 100 mL 容量瓶中，定容至刻度，此为 10.0 mg/mL 的标准储备液，贮存于 4 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱，有效期 3 个月。

准确吸取一定量的 1,2- 丙二醇标准储备液，用无水乙醇稀释，配置成浓度为 2、5、10、20、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准使用液，现用现配。

1.4 样品前处理

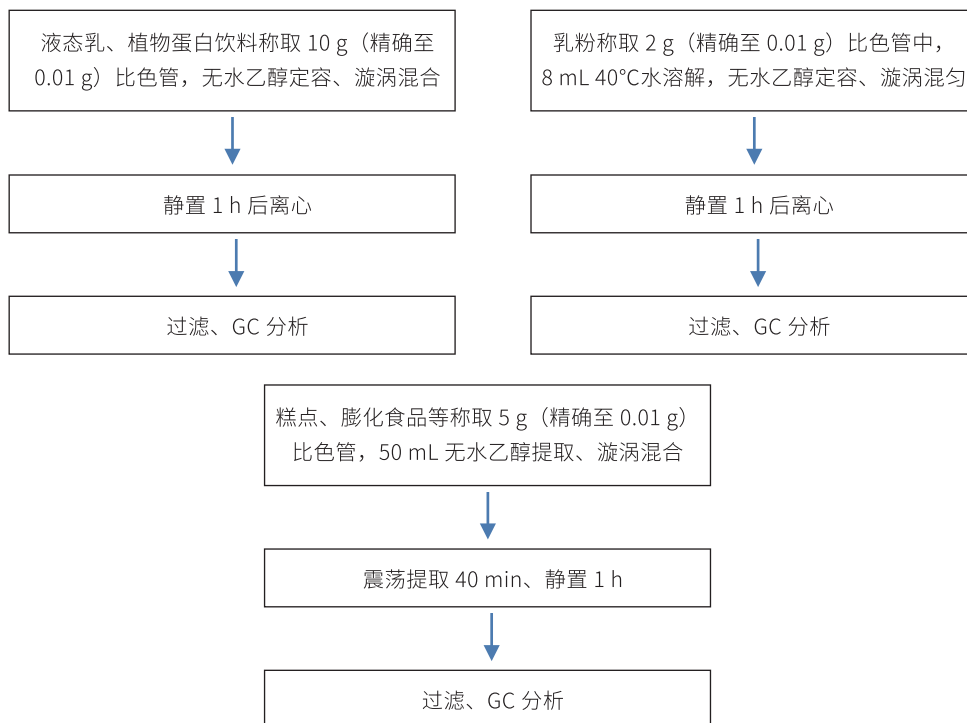


图 1 前处理流程图

注：其他食品前处理参照 GB 5009.251-2016 进行。

■ 结果与讨论

2.1 标准品色谱图

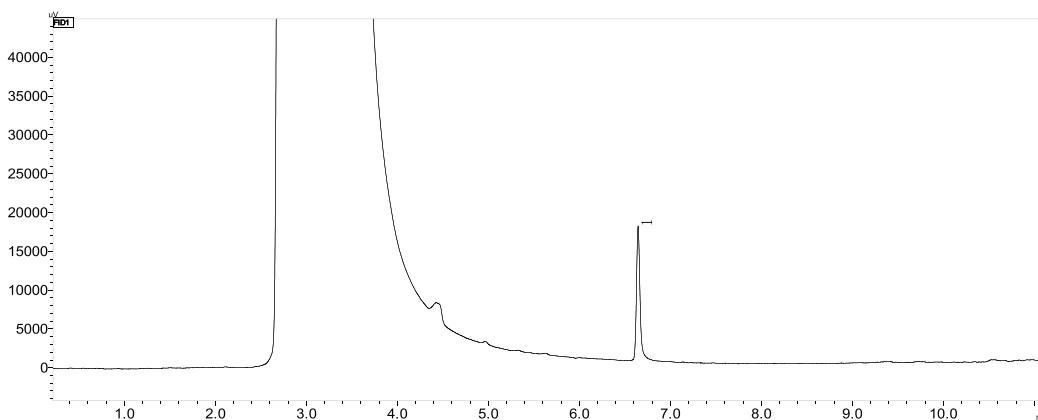


图 2 1,2- 丙二醇标准溶液色谱图 (20 µg/mL)

表 1 1,2- 丙二醇相关信息

No.	名称	英文名称	CAS 号	出峰时间 (min)
1	1,2- 丙二醇	1,2-propanediol	57-55-6	6.468

2.2 标准曲线、检出限

将 1,2- 丙二醇标准系列浓度按 1.2 中的分析条件进行测定，以浓度为横坐标，面积为纵坐标，制作标准曲线，如图 3 所示。线性方程、线性范围相关系数见表 2 所示，并以最低浓度的 S/N=3 计算仪器检出限结果如表 2 所示。

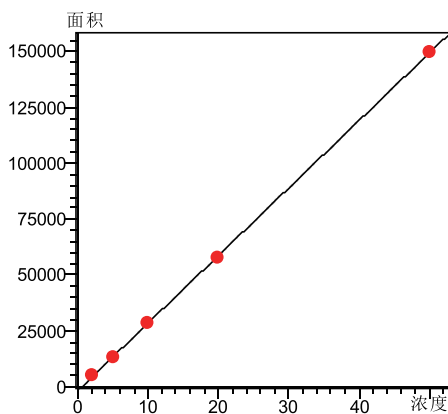


图3 标准曲线

表2 标准曲线相关系数、仪器检出限

名称	线性方程	相关系数 R	检出限 (µg/mL)
1,2- 丙二醇	$Y=3019.5X-1745.2$	0.9998	0.73

2.3 重复性实验

取 10 µg/mL 标准工作溶液连续测定 6 次，考察仪器的重复性，保留时间和峰面积的重复性结果如表 3 所示。保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为 0.020% 和 1.826%，表明仪器重复性良好。

表3 重复性结果

No.	保留时间	峰面积
1	6.498	31106
2	6.499	31125
3	6.497	30847
4	6.498	32188
5	6.499	31720
6	6.500	32145
RSD (%)	0.020	1.826

2.4 加标回收率

在糕点、液态奶以及奶粉样品中分别加入一定量的 1,2- 丙二醇标准溶液，其不同基质的加标回收率见表 4 所示。结果表明，该方法的准确度高。

表4 加标回收率结果

食品名称	本底值 (µg/mL)	加标浓度 (µg/mL)	加标样品测定值 (µg/mL)	加标回收率 (%)
糕点	7.31	15	22.547	101.6
液态奶	0	15	15.668	104.4
乳粉	0	15	13.785	91.9

■ 结论

本文采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 参考 GB 5009.251-2016 标准建立了 GC 测定食品中 1,2- 丙二醇含量的分析方法。实验表明，该方法满足标准中的各项规定，可用于食品中 1,2- 丙二醇含量的测定。

岛津应用云

