

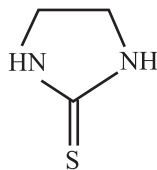
# 气相色谱法测定食品接触材料中2-巯基咪唑啉的含量

GC-023

**摘要：**本文建立了一种测定食品接触材料中2-巯基咪唑啉含量的气相色谱方法。样品经甲醇索氏提取、浓缩定容后，用气相色谱进行定性和定量分析。2-巯基咪唑啉在2~50 mg/L浓度范围内线性良好，相关系数为0.9999。对10 mg/L 2-巯基咪唑啉标准溶液进行精密度实验，6次分析保留时间及峰面积的相对标准偏差分别为0.018%、2.73%，系统精密度良好，样品添加回收率为92%~112%，能够满足食品接触材料中2-巯基咪唑啉的检测要求。

**关键词：**气相色谱 食品接触材料 2-巯基咪唑啉

2-巯基咪唑啉是一种用于氯丁橡胶、氯醇橡胶、聚氯乙烯等材料的仲胺结构促进剂，制品抗张强度高，永久压缩变形小。



然而，仲胺结构的促进剂在高温下会释放出仲胺化合物，仲胺化合物遇到大气中的氧氮化物或亚硝基化物就会发生反应生成一种强致癌物质N-亚硝胺化合物，虽然没有明确的结论，但2-巯基咪唑啉被怀疑具有致癌性。日本化审法将2-巯基咪唑啉判定为“指定的化合物”而限制其使用。1980年，JMPR确定2-巯基咪唑啉的口服致畸无作用剂量为15 mg/kg。

本文采用岛津GC-2010/FID对食品接触材料中2-巯基咪唑啉进行定性定量分析，能够有效检测食品接触材料中2-巯基咪唑啉的含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

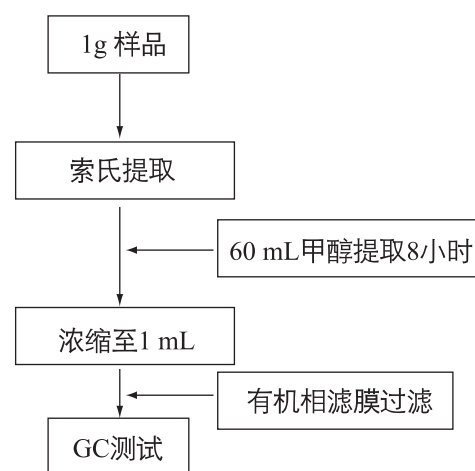
岛津GC-2010气相色谱仪，配FID检测器，GCsolution工作站；2-巯基咪唑啉标准品，甲醇(色谱纯)。

### 1.2 标准溶液的配制及样品前处理

准确称取一定量的2-巯基咪唑啉标准品，用甲醇定容，配制成浓度约为1000 mg/L的2-巯基咪唑啉标准储备

液，放于冰箱冷藏保存。

样品前处理示意图：



### 1.3 色谱条件

色谱柱：RTX-1701，30 m×0.25 mm×0.25 μm

进样口温度：220℃

柱温程序：220℃(10 min)

载气控制方式：恒线速度

载气：N<sub>2</sub>

线速度：30.0 cm/sec

分流比：5:1

FID检测器温度：280℃

H<sub>2</sub>流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

## 结果与讨论

### 2.1 2-巯基咪唑啉标准谱图

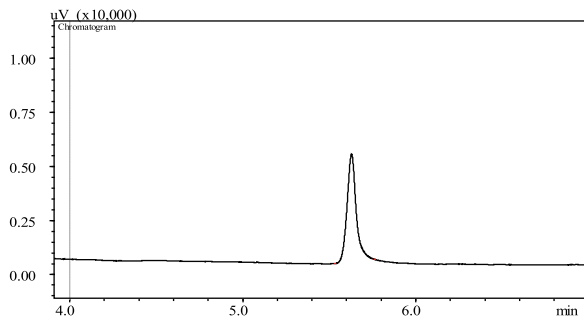


图1 2-巯基咪唑啉标样色谱图

### 2.2 标准曲线

分别配制一系列浓度为2, 5, 10, 20, 50 mg/L的2-巯基咪唑啉标准溶液, 按1.3中的分析条件进行测定, 以峰面积为纵坐标, 浓度为横坐标绘制工作曲线(图2)。结果表明: 2-巯基咪唑啉在2.0~50 mg/L的浓度范围内, 浓度与峰面积有良好的线性关系, 相关系数为0.9999。

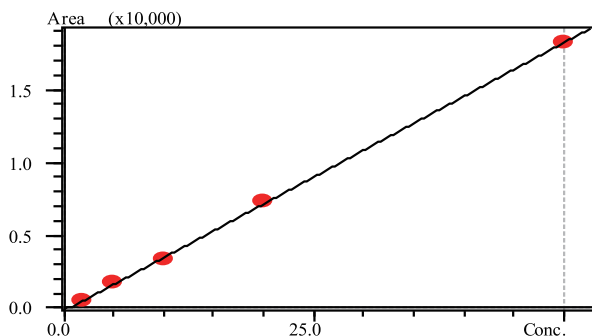


图2 2-巯基咪唑啉标准曲线

### 2.3 精密度实验

使用10 mg/L的2-巯基咪唑啉标准溶液平行进行6次试验, 考察仪器精密度。保留时间和峰面积的相对标准偏差分别为0.018%、2.73%, 结果如表1所示:

表1 2-巯基咪唑啉保留时间和峰面积重现性

序号	保留时间	峰面积
1	5.624	3349
2	5.624	3376
3	5.624	3218
4	5.622	3464
5	5.623	3460
6	5.622	3426
平均值	5.623	3382
RSD%	0.018	2.73

### 2.4 检测限

以2 mg/L标样数据为基础, 以3倍信噪比计算, 2-巯基咪唑啉最低检出限为0.66 mg/kg。

### 2.5 回收率实验

准确称取2份1 g手套样品, 将2-巯基咪唑啉标准溶液分别添加于两份样品中, 添加浓度分别为2、10 mg/kg, 按方法1.2进行样品前处理, 考察方法回收率, 得到色谱图见图3, 回收率结果如下表2所示。

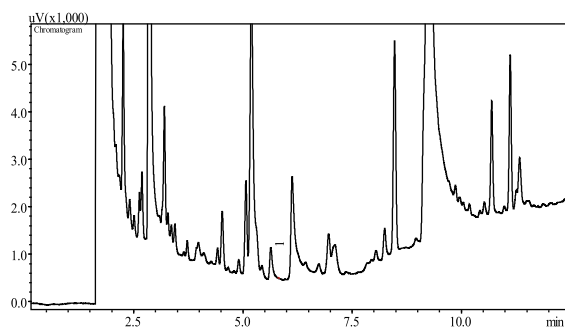


图3 手套样品加标色谱图(1=2-巯基咪唑啉)

表2 加标回收结果

样品 序号	空白值 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)	回收率 (%)
1	-	2.23	111.5
2	-	9.22	

## 结论

本文建立了GC-2010气相色谱仪测定食品接触材料手套中2-巯基咪唑啉的分析方法, 标准曲线线性关系良好, 相关系数达到0.9999; 对10 mg/L的标准溶液进行精密度实验, 6次分析保留时间和峰面积相对标准偏差分别为0.018%、2.73%, 系统精密度良好; 样品添加回收率在92%~112%之间, 以3倍信噪比计算, 2-巯基咪唑啉最低检出限为0.66 mg/kg。该方法能够满足食品接触材料中2-巯基咪唑啉的检测要求。