

# GCMS 法测定食品包装材料中 16 种紫外吸收剂的含量

## GCMS-574

**摘要：** 本文采用岛津 GCMS-QP2050 气质联用仪，建立了 GCMS 测定食品包装材料中 16 种紫外吸收剂的检测方法。样品采用甲醇 / 二氯甲烷 (1:1, v/v) 超声萃取，氮吹浓缩定容，以 SIM 方式采集数据，外标法进行定量。在 10~500  $\mu\text{g/L}$  的浓度范围内，各组分线性良好，相关系数均大于 0.9995，取 10  $\mu\text{g/L}$  浓度标准溶液连续进样 6 次，各组分峰面积 RSD 均小于 3%，精密度良好。加标量在 0.04 mg/kg 水平下平行处理 3 次，各组分的平均回收率在 84.8~116.7% 之间，本方法简单方便，可用于塑料食品包装材料中 16 种紫外吸收剂的测定。

**关键词：** 气相色谱质谱联用仪 紫外吸收剂 食品包装材料

### 技术特点：

- ❖ 采用 SIM 的采集方式，16 种目标组分在 SH-I-5Sil MS 色谱柱上分离良好。
- ❖ 使用新发布 GCMS-QP2050 测定 16 种目标组分，仪器检出限低于 2.7  $\mu\text{g/L}$ ，灵敏度高。

紫外线吸收剂是一种光稳定剂，能吸收阳光及荧光光源中的紫外线部分，而本身又不发生变化，因此被广泛应用于塑料食品包装材料中，以防止材料老化褪色，延长使用寿命。紫外线吸收剂按化学结构可分为以下几类：水杨酸酯类、苯酮类、苯并三唑类、取代丙烯腈类、三嗪类和受阻胺类。这些物质在一定条件下，会从食品包装材料中迁出，进入食物，对人体健康造成潜在风险。

紫外线吸收剂种类繁多，部分物质结构性质类似，

目前，检测食品包装材料中紫外吸收剂的方法主要包括液相色谱法、液相色谱质谱法以及气相色谱质谱法。

本文利用岛津气质联用仪 GCMS-QP2050 建立了塑料食品包装材料中 16 种紫外吸收剂的检测方法。样品采用甲醇 / 二氯甲烷 (1:1, v/v) 超声萃取，氮吹浓缩定容上机测试。结果表明，该方法操作方便，灵敏度高，重复性好，定量准确，适用于塑料食品包装材料中紫外吸收剂的检测。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱质谱联用仪 GCMS-QP2050

### 1.2 分析条件

色 谱 柱	: SH-I-5Sil MS, 30 m×0.25 mm×0.25 $\mu\text{m}$		
柱 温 程 序	: 50°C (2 min)_30°C /min_190°C _5°C /min_290°C (2 min)		
进 样 口 温 度	: 310°C	离子源温度	: 250°C
进 样 方 式	: 分流进样 (分流比 5:1)	接 口 温 度	: 300°C
载气控制模式	: 恒线速度, 36.3 cm/s	检测器电压	: 调谐电压 +0.3 kV
进 样 量	: 1 $\mu\text{L}$	采 集 模 式	: SIM, 化合物信息见表 1

### 1.3 样品前处理

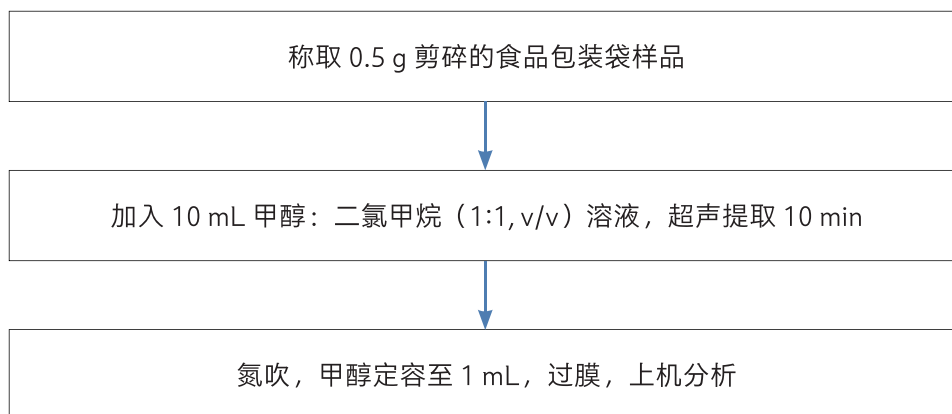


图 1 样品前处理流程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准品溶液色谱图

16 种标准品溶液色谱图如图 2 所示，部分物质的质量色谱图见图 3。

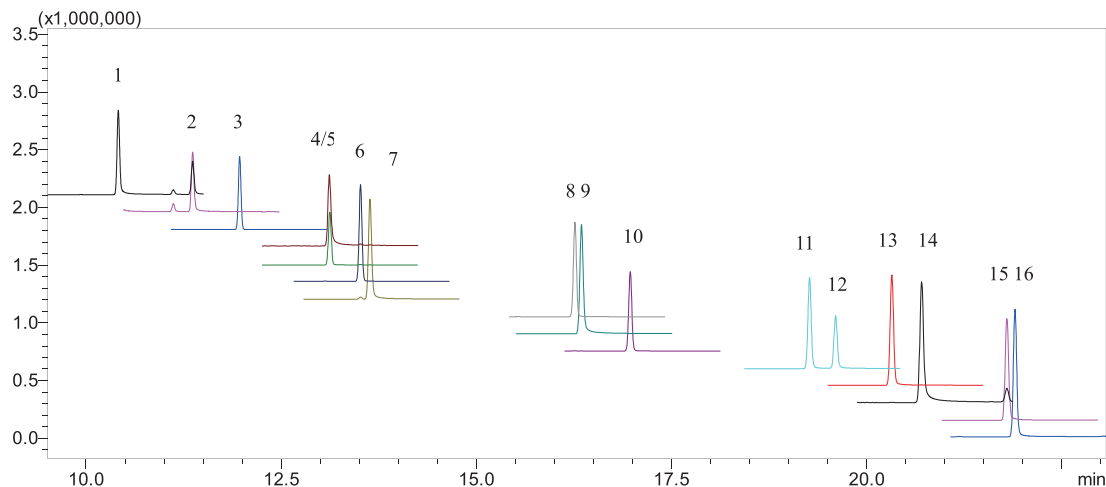
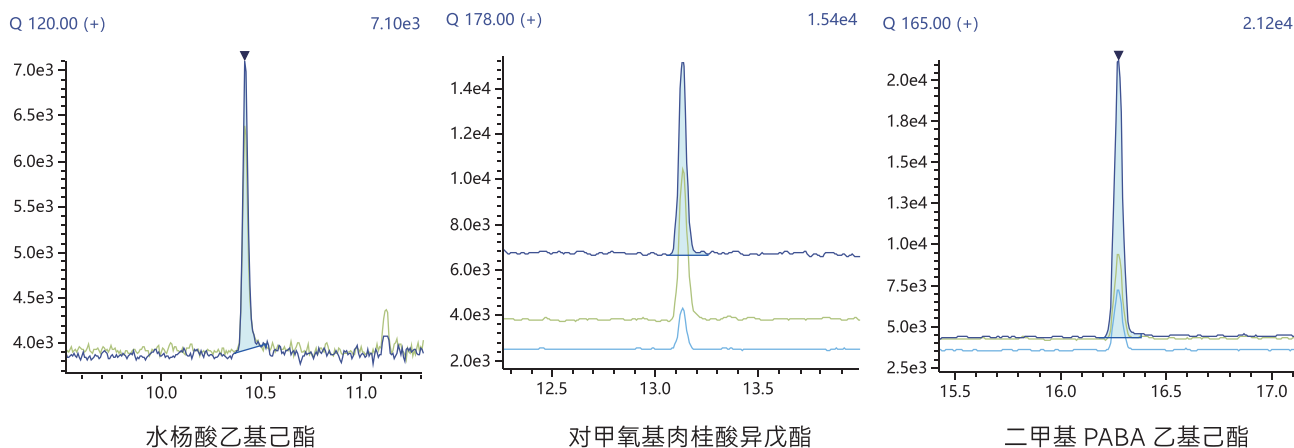


图 2 16 种紫外吸收剂标准品溶液色谱图 (500 µg/L)

表 1 化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	CAS 号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	水杨酸乙基己酯	EHS	118-60-5	10.418	120	138、121
2	胡莫柳酯	HMS	118-56-9	11.370	138	69、109
3	3-亚苄基樟脑	3-Benzylidenecamphor	15087-24-8	11.974	240	157、129
4	2-羟基-4-甲氧基二苯甲酮	UV-9	131-57-7	13.122	151	227、228
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	Isoamyl 4-Methoxycinnamate	71617-10-2	13.129	178	161、248

6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	Enzacamene	36861-47-9	13.521	254	211、239
7	2-(2- 羟基 -5- 苯甲基 ) 苯并三唑	UV-P	2440-22-4	13.641	225	93、168
8	二甲基 PABA 乙基己酯	octyl 4-(dimethylamino) benzoate	58817-05-3	16.267	165	148、277
9	2-(5- 叔丁基 -2- 羟苯基 ) 苯并三唑	UV-PS	3147-76-0	16.350	252	267、253
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	OMC	5466-77-3	16.978	178	161、179
11	2-(3,5- 二叔丁基 -2- 羟基苯 基 ) 苯并三唑	UV-320	3846-71-7	19.274	308	323、309
12	2-(2'- 羟基 -3'- 异丁基 -5'- 叔丁基苯基 ) 苯并三唑	UV-350	36437-37-3	19.608	308	294、323
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	20.330	300	315、302
14	2-(2'- 羟基 -5'- 叔辛基苯基 ) 苯并三唑	UV-329	3147-75-9	20.711	252	253、323
15	2-(2'- 羟基 -3',5'- 二叔戊基 苯基 ) 苯并三唑	UV-328	25973-55-1	21.804	322	323、351
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	21.908	342	344、357



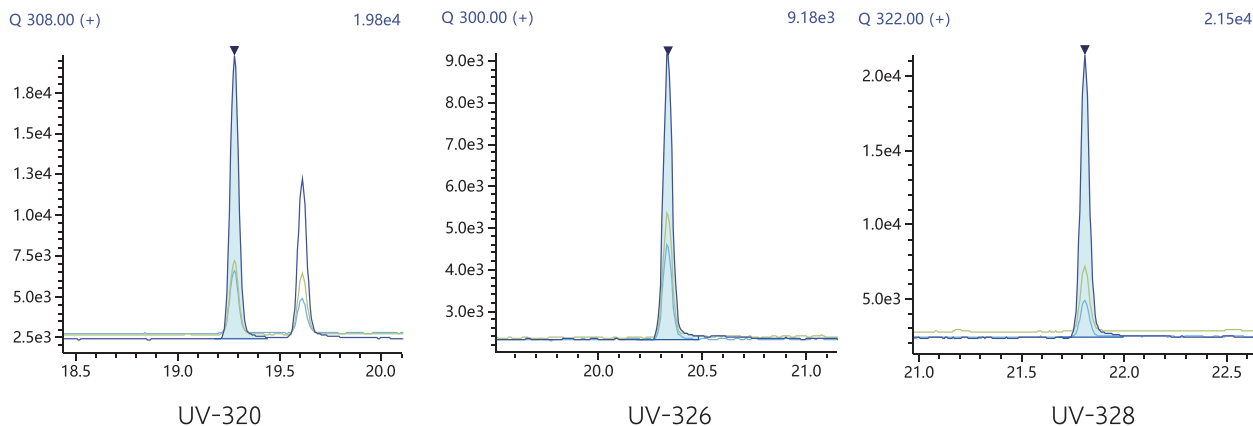
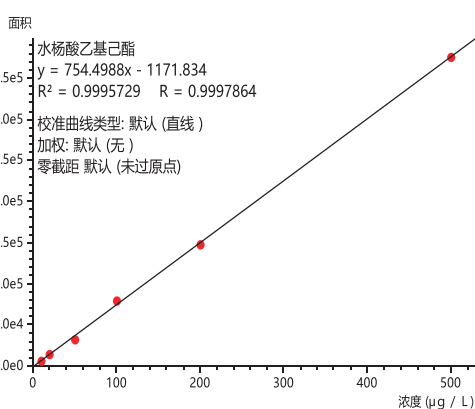


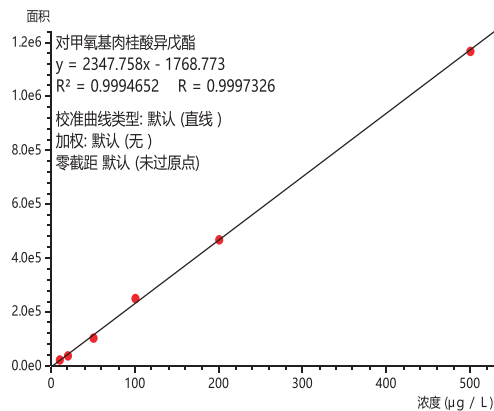
图3 部分化合物质量色谱图 (10  $\mu\text{g/L}$ )

## 2.2 标准曲线

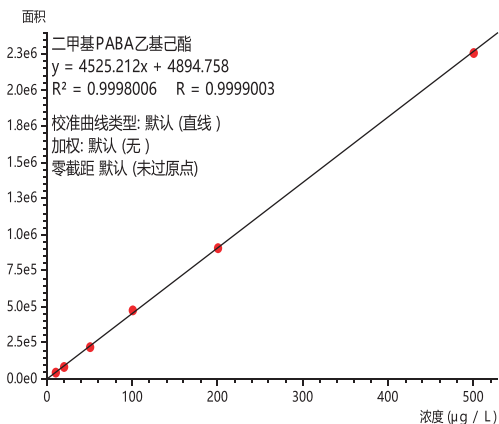
以甲醇为溶剂，配置浓度为 10、20、50、100、200 和 500  $\mu\text{g/L}$  标准系列，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标进行线性拟合，部分化合物标准曲线如下所示。根据 10  $\mu\text{g/L}$  标样数据，以 3 倍信噪比计算各化合物仪器检出限。各化合物标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示。



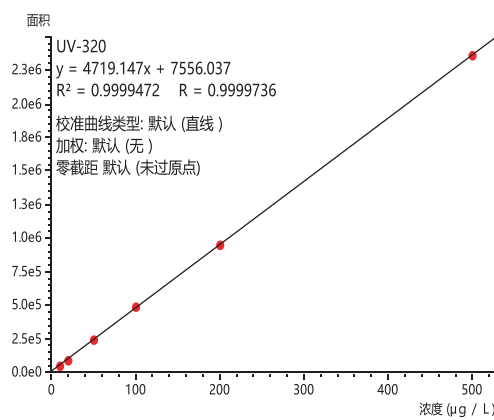
水杨酸乙基己酯



对甲氧基肉桂酸异戊酯



二甲基 PABA 乙基己酯



UV-320

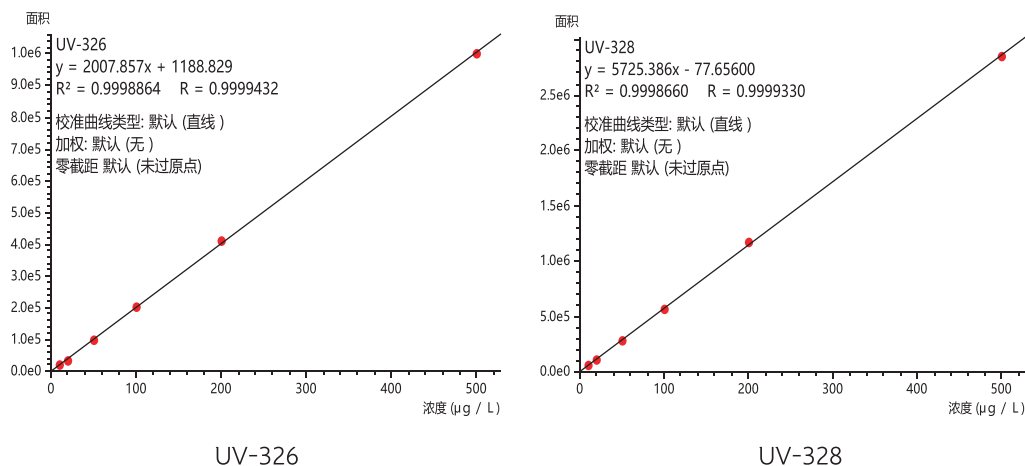


图 4 部分化合物标准曲线

表 2 16 种紫外吸收剂标准曲线相关系数和仪器检出限结果

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (µg/L)
1	水杨酸乙基己酯	0.9997	1.18
2	胡莫柳酯	0.9998	2.07
3	3- 亚苄基樟脑	0.9997	1.77
4	UV-9	0.9998	2.14
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	0.9997	0.80
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	0.9996	0.86
7	UV-P	0.9998	0.45
8	二甲基 PABA 乙基己酯	0.9999	0.32
9	UV-PS	0.9998	0.57
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	0.9998	0.34
11	UV-320	0.9999	0.26
12	UV-350	0.9999	0.59
13	UV-326	0.9999	0.50
14	UV-329	0.9999	1.18
15	UV-328	0.9999	0.26
16	UV-327	0.9999	2.62

### 2.3 重复性测试

取浓度为 5 µg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器重复性，各组峰面积及 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	7740	7667	8102	8033	7958	7945	2.14
2	胡莫柳酯	5427	5580	5500	5517	5274	5510	1.95
3	3- 亚苄基樟脑	6391	6530	6573	6469	6565	6357	1.41
4	UV-9	7661	7242	7865	7570	7383	7426	2.95
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	22048	22468	22421	22422	22633	22564	0.91
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	9288	8883	9061	9398	9536	8978	2.79
7	UV-P	22461	23917	23475	22801	23411	23493	2.28
8	二甲基 PABA 乙基己酯	44892	44226	45491	44420	45592	44273	1.36
9	UV-PS	27354	27839	28457	28585	28047	28694	1.82
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	46908	46776	48490	47018	47791	48817	1.83
11	UV-320	45968	46908	47575	47378	47669	47791	1.45
12	UV-350	27766	27743	28087	27891	28575	28862	1.64
13	UV-326	20127	20322	19377	19090	19567	19447	2.40
14	UV-329	34448	34258	34946	34488	34747	35206	1.02
15	UV-328	54800	56647	57909	56895	57184	57394	1.89
16	UV-327	33957	33712	32757	32991	32334	32444	2.02

#### 2.4 加标回收率测试

取空白塑料包装袋样品，添加目标化合物标准溶液，添加浓度为 0.04 mg/kg，按 1.3 前处理方法进行测定，平行处理 3 份，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

表 4 样品加标回收率结果

No.	化合物名称	加标样测定浓度 (mg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	水杨酸乙基己酯	0.045	0.044	0.044	110.6
2	胡莫柳酯	0.043	0.041	0.038	101.2
3	3- 亚苄基樟脑	0.037	0.033	0.037	89.9
4	UV-9	0.039	0.038	0.038	95.8
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	0.046	0.042	0.045	110.5
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	0.042	0.043	0.038	103.4
7	UV-P	0.035	0.033	0.033	84.8
8	二甲基 PABA 乙基己酯	0.040	0.041	0.041	102.0
9	UV-PS	0.037	0.039	0.039	95.8
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	0.046	0.047	0.047	116.7

11	UV-320	0.036	0.041	0.042	99.5
12	UV-350	0.037	0.043	0.043	102.1
13	UV-326	0.043	0.045	0.041	107.7
14	UV-329	0.041	0.043	0.041	103.9
15	UV-328	0.039	0.045	0.045	106.6
16	UV-327	0.046	0.047	0.046	115.6

## 2.5 实际样品测试

取某超市购买的塑料包装袋样品,按 1.3 前处理方法进行测定,实际样品色谱图见图 5,样品测定结果见表 5。

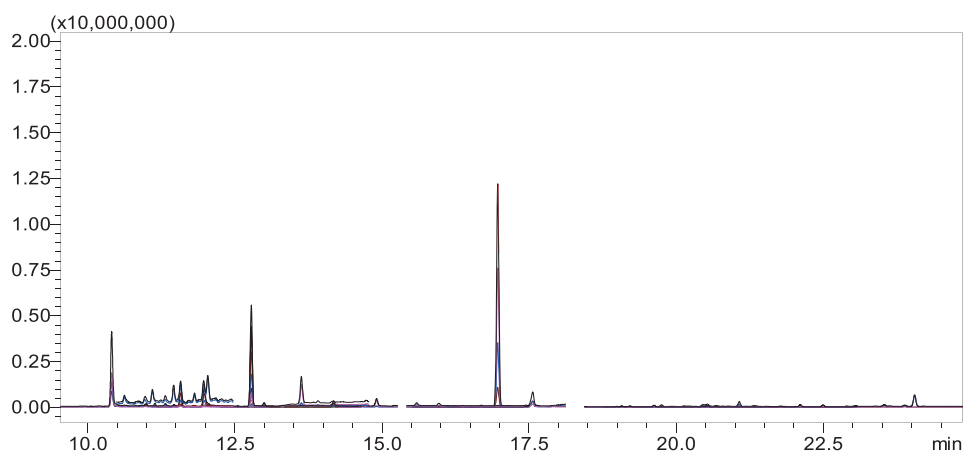


图 5 实际样品色谱图

表 5 实际样品测试结果

No.	化合物名称	样品测试结果 (mg/kg)
1	水杨酸乙基己酯	22.7
2	胡莫柳酯	N.D.
3	3- 亚苄基樟脑	N.D.
4	UV-9	4.02
5	对甲氧基肉桂酸异戊酯	N.D.
6	4- 甲基苯亚甲基樟脑	N.D.
7	UV-P	N.D.
8	二甲基 PABA 乙基己酯	N.D.
9	UV-PS	N.D.
10	对甲氧基肉桂酸辛酯	17.5
11	UV-320	N.D.
12	UV-350	N.D.
13	UV-326	0.014

14	UV-329	N.D.
15	UV-328	N.D.
16	UV-327	N.D.

注：N.D. 表示未检出

## ■ 结论

本文采用岛津 GCMS-QP2050 气相色谱质谱联用仪，建立了食品包装材料中 16 种紫外吸收剂的检测方法。该方法在 10~500  $\mu\text{g/L}$  范围内，各组分线性关系良好，相关系数均大于 0.9995，取 10  $\mu\text{g/L}$  浓度标准溶液连续进样 6 次，各组分峰面积 RSD 均小于 3%，精密度良好。加标量在 0.04 mg/kg 水平下平行处理 3 次，各组分的平均回收率在 84.8~116.7% 之间，该方法前处理简单，灵敏度高，可为食品包装材料中紫外吸收剂的检测提供参考。

岛津应用云

