

通过自动顶空冷阱捕集和 GC-MS 定量分析食品包装中的残留溶剂

这项研究表明，使用新型 Centri[®] 自动化多模式采样和浓缩系统进行气相色谱-质谱法（GC-MS）数据采集分析，可用于筛选食品包装中的残留溶剂和其他添加剂。本应用对一种休闲食品的薄复合聚合物的样品（包装物）分析发现，除了制造过程中产生的许多其他挥发性化合物外，还存在含量为 1.92 mg/m² 的乙醇。

如今消费的绝大多数食品都使用包装来标注有关产品信息，并在运输和储存过程中对其进行保护。然而，包装本身可能是污染物的来源，包括残留溶剂，单体和添加剂。除了异味之外，这些污染物也会引起健康问题，因此美国（标准：21CFR175）和欧盟（标准：EC 1935/2004）都对食品包装中的残留溶剂进行了监管。用于测定软包装的残留溶剂分析通常符合 EN 13628-1 或 EN 13628-2 的静态顶空- GC 方法。

在这项研究中，我们展示了对休闲零食的薄软包装（样品）使用顶空冷阱捕集采样的新型 Centri 自动化多模式平台联合 GC-MS 进行残留溶剂和添加剂的全自动采样和检测。

图 1A 显示了含有 25 种常见于食品包装中的溶剂，通过采用顶空冷阱捕集和 GC-MS 分析的标准谱图，所有物质在 15 分钟内分析完成。图 1 B 显示来自 64cm² 食品包装样品的实际分析谱图，这表明存在的大量溶剂和其他一些组分可能来源于生产制造过程。

包装物中的溶剂在校准的基础上，通过将标准品添加到 4 个小瓶中采用曲线校准定量，如图 2 所示。包装中产生的残留溶剂含量如表 1 所示，其中最显著的成分是乙醇（1.92 mg/m²），其他 7 种溶剂均为痕量水平。这种定量方法通常也适用于食品包装样品中发现的其他化学物质，例如：1-乙氧基丙-2-醇（#D）和 1-丙氧基丙-2-醇（#E）。



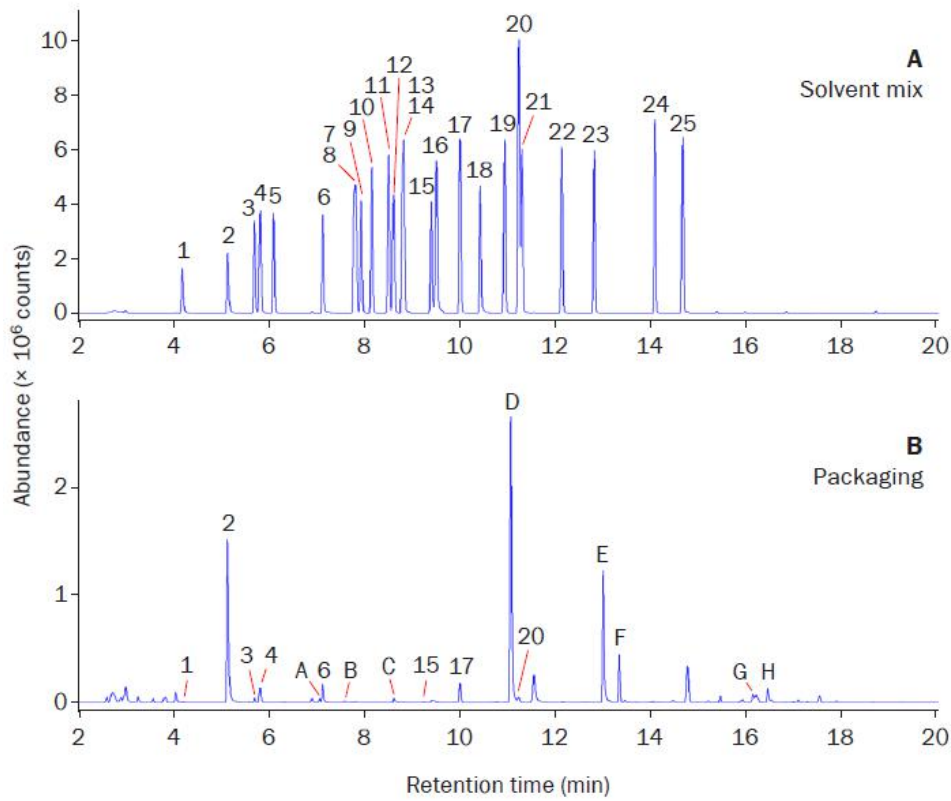


图 1：顶空冷阱捕集和 GC-MS 分析识别溶剂和其他污染物：A 标准溶剂混合；B 食品包装

- 溶剂：** 1、甲醇 2、乙醇 3、丙酮 4、丙-2-醇 5、醋酸甲酯 6、正丙醇
 7、2-丁酮 8、乙酸乙酯 9、2-丁醇 10、四氢呋喃 11、环己烷
 12、2-甲基丙-1-醇 13、2-甲氧基乙醇 14、乙酸异丙酯 15、正丁醇
 16、1-甲氧基丙-2-醇 17、正丙基乙酸酯 18、2-乙氧基乙醇
 19、4-甲基戊烷-2-酮 20、甲苯 21、乙酸异丁酯 22、醋酸正丁酯
 23、乙酸 2-甲氧基乙酯 24、乙酸 2-乙氧基乙酯 25、环己酮

其它污染物： A、甲基丙烯醛 B、3-乙基丙-2-醇 C、醋酸

D、1-乙氧基丙-2-醇 E、1-丙氧基丙-2-醇 F、1-甲氧基丙-2-基醋酸盐

G、1-(2-甲氧基-1-甲基乙氧基-丙-2-醇) H、1-(2-甲氧基丙氧基)-丙-2-醇

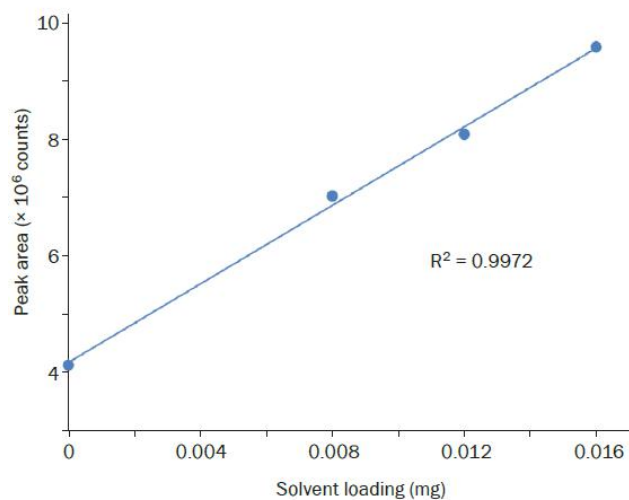


图 2：用于测定包装样品中溶剂含量的校准曲线图（乙醇）示例，分别使用 4 种标准添加物 0、0.008、0.012 和 0.016 mg。



序号	化合物	含量 (mg/m ²)
1	甲醇	0.005
2	乙醇	1.92
3	丙酮	0.024
4	丙-2-醇	0.059
6	丙-1-醇	0.102
15	正丁醇	0.093
17	乙酸丙酯	0.135
20	甲苯	0.061

表 1: 食品包装样品中发现的残留溶剂的含量

该分析的两个特征相结合，可以测定低于 mg / m² 水平的残留溶剂：

- 与不使用分析物聚焦的顶空方法相比，使用分析物重新聚焦于 Centri 聚焦冷阱可以获得更好的 GC-MS 峰形。
- 使用 3.5:1（非常低）分流比进样意味着将大部分样品送至 GC-MS。在许多冷阱系统中，使用如此低的分流比会导致峰形较差，但使用 Centri 可以避免这种情况，因为聚焦冷阱的优化设计和高效的反向解吸。

Centri[®] 的背景

Markes 国际公司的 GC-MS Centri 是第一个（具有高的灵敏度、无需人值守的）集中分析固体、液体和气体样品中 VOCs 和 SVOCs 采样和预浓缩的平台。

Centri 包括 HiSorb™ 大容量吸附萃取，顶空，SPME 和采样管热脱附。领先的自动化技术和分析捕获技术用于提高样品吞吐量并最大限度地提高灵敏度，适用于各种应用——包括食品，饮料和香料产品的分析，环境监测，临床研究和法医分析。

此外，Centri 允许任何进样模式下被分离的样品，重新收集到干净的吸附剂管上，避免了重复冗长的样品提取过程并提高有价值样品的安全性等诸多好处。

有关 Centri 的更多信息，请访问 www.phky.com.cn。



综上所述，我们已经证明了 Centri 能够对食品包装进行高灵敏度的顶空冷阱捕集分析，以改进残留溶剂和其他添加剂的检测。这种能力由 Centri 提供的其他采样模式补充——HiSorb 大容量吸附提取、顶空和 SPME——所有这些模式都可以从常温模式（无需冷冻技术）中有效采集样品，从而提高灵敏度。此外，（在一个序列中）通过允许使用不同进样模式对多个样品类型进行无人值守的分析，Centri 极大地提高了实验室的分析效率以及样品吞吐量。

实验

样品

将未使用过的休闲零食的软包装切成 64cm² 大小，卷起来放入 20 毫升的顶空瓶中。瓶子用顶空瓶盖密封。

标准品

根据 EN 13628-1，制备了一种含有 25 种常用溶剂的标准溶液。通过向密封的小瓶中注入适当体积的标准溶液，进行了一式两份的校准。乙醇和 1-甲氧基丙-2-醇的含量分别为 0、0.008、0.012 和 0.016 mg，其他化合物的含量分别为 0、0.000150、0.000225 和 0.000300 mg。

顶空冷阱模块

仪器：Centri (Markes International)
样品平衡时间：100°C 平衡 60min
进样体积：顶空进样 1 mL
进样口温度：180°C
冷阱：U-T15ATA-2S (T0-15/T0-17 空气毒物分析冷阱)
冷阱流速：50 mL/min
冷阱解析：25°C 到 290°C 保持 3 min
分流流速：5 mL/min (3.5:1)
传输线温度：180°C

GC

色谱柱：DB-624™ 60 m × 0.32 mm × 1.8 μm
柱流速：2 mL/min (恒流)
升温程序：40°C (2 min)，10°C/min to 200°C (5 min)
辅助加热器：210°C

MS

扫描范围：m/z 15 - 300
离子源温度：300°C
传输线温度：280°C



计算

根据 EN 13628-1 中的标准添加程序，从校准标准中分析的每种溶剂的四个级别的线性回归图确定包装中残留溶剂的量（以 mg / m^2 计）。

Centri®和 HiSorb™ 是 Markes International 的商标。DB-624™ 是 Agilent 公司的商标。

应用是在规定的分析条件下进行的。在不同条件下的操作，或具有不相容的样本矩阵，可能会影响所示的性能。

