

顶空-气相色谱法测定食品包装材料中的 21 种残留溶剂

摘要：采用顶空-气相色谱法测定包装材料中可能残留的有机溶剂（乙醇、丙酮、乙酸乙酯、苯、甲苯、二甲苯、乙二醇单丁醚等）。该方法采用色谱柱分离，FID 检测，21 种溶剂能够很好分离，线性较好，样品加标回收率在 98.42%~100.27%之间，相对标准偏差（RSD）在 0.94%~6.73%之间，线性相关系数均在 0.998 以上，最低检出限为 $0.0006\text{mg} \cdot \text{m}^2$ ，方法简便、快速、重现性好、灵敏度和准确度高，完全能满足食品包装材料中溶剂残留量的分析。

食品包装材料对食品安全具有重要影响，如影响食品的口感、风味和保质期等。食品包装材料中有害物质残留过高而引起的食品中毒事件时有发生，如 2005 年甘肃的“毒食品袋”事件和 2009 年欧洲食品安全局(EFSA)在麦片包装袋的油墨中检测出 4-甲基二苯甲酮事件，都是由包装材料残留溶剂严重超标引起。由于直接关系到人类食品安全与健康，因而受到了包括卫生和食品监督部门的高度重视，同时，食品包装材料的安全性已成为国内外研究的热点。

食品包装膜（袋）的异味主要是由溶剂残留引起的，溶剂残留主要来源于溶剂型油墨、粘合剂及塑料加工过程中主机的迁移析出。在《食品用塑料包装、容器、工具等制品生产许可审查细则》中规定，食品用复合膜（袋）的溶剂残留指标包括溶剂残留总量和苯类，其中溶剂包括乙醇、异丙醇、乙酸乙酯、苯、甲苯等 11 种，苯类溶剂残留量包括苯、甲苯、二甲苯（邻、间、对）3 种。苯类溶剂具有致癌性，若采用高溶剂残留的材料包装食品将会危害人们的身体健康。所以在 GB/T 10004-2008 中明确规定溶剂残留总量 $\leq 5.0\text{mg}/\text{m}^2$ ，其中苯类溶剂不检出。欧盟标准 EN 13628-1—2002、EN 13628-2—2002 和 EN 14479—2004 规定了食品包装用塑料软包装材料中残留溶剂共有 19 种。美国标准 ASTM F 1884-2004 中涉及到了 10 种溶剂。欧盟标准及美国 ASTM 标准共计溶剂种类 21 种。以上 4 个标准的检出限均为 $0.5\text{mg}/\text{m}^2$ ，并随时发布指令和规定更新试剂和物质的种类和要求，对使用情况有严格的限制和明确的要求，并根据风险评估的结果分别制定了限量标准。

目前，包装材料中挥发性物质的检测主要采用气相色谱（GC）、气相色谱-质谱联用法（GC-MS）等，标准方法中对试验条件的规定比较笼统，有的没有规定色谱条件，有的方法仅针对部分溶剂，实际操作不方便、不统一。顶空-气相色谱法对挥发性有机物检测具有方法简单、便捷、前处理快等优点，在包括食品包装、医药包装、食品等相关领域检测受到

研究人员的重视，本文采用顶空-气相色谱法同时测定包装材料中可能残留的 21 种有机溶剂。该方法简便、快速、灵敏度高，重现性好。

1、实验部分

1.1 试剂

甲基环己烷、甲醇、乙醇、乙酸乙酯、丙酮、乙酸丁酯、丁酮、乙酸异丙酯、苯、甲苯、乙苯、二甲苯（邻、间、对）、正丙醇、甲基异丁酮、丙酸乙酯、异丁醇、乙二醇单丁醚、乙酸异丁酯、甲酸乙酯、乙酸正丙酯，均为色谱纯，市售。

1.2 仪器

气相色谱仪，GC9720，附氢火焰离子检测器；

全自动顶空进样器；

1.4 标准溶液的配制

溶剂残留混合标准储备液：准确吸取 22 种溶剂各 1mL 于 25mL 容量瓶中，摇匀，于 4℃ 冰箱中避光保存。

溶剂残留混合标准使用液：准确吸取标准储备液 2、4、6、8、10 μ L 于 20mL 顶空瓶中，换算各标准溶剂的质量。

1.5 样品制备

裁取 0.01m² 待测样品，并将样品迅速裁成 10mm $\times$ 10mm 的碎片，放入清洁的经过干燥的 20mL 顶空瓶中，立即压盖密封，放入自动顶空进样器待测。同时做空白试验。选择未检出溶剂残留的样品作为空白样品，加标待用。

2、结果与讨论

2.1 色谱柱的选择

实验中选取 RBX-Wax 色谱柱(30m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.5 μ m)和 RBX-5 色谱柱(30m $\times$ 0.32mm $\times$ 0.5 μ m) 2 种常用的不同型号的毛细管柱进行分析比较，结果表明：RBX-Wax 色谱柱甲醇和乙酸异丙酯分不开，有部分分离效果不是很好；虽然 RB-5 色谱柱对二甲苯与间二甲苯分不开，但其他组分分的很好；因此，选用 RBX-5 色谱柱进行分析研究。其中常见的乙酸乙酯、苯、甲苯出峰时间分别为 4.354min、5.289min、8.598min。

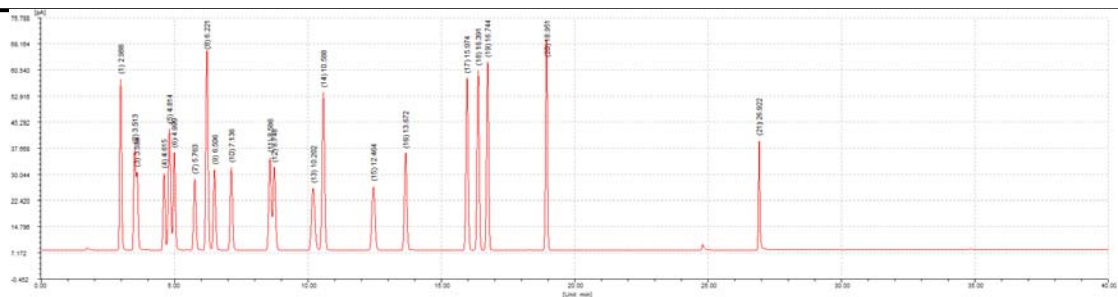


图1 RBX-Wax 分离混合标准的典型谱图

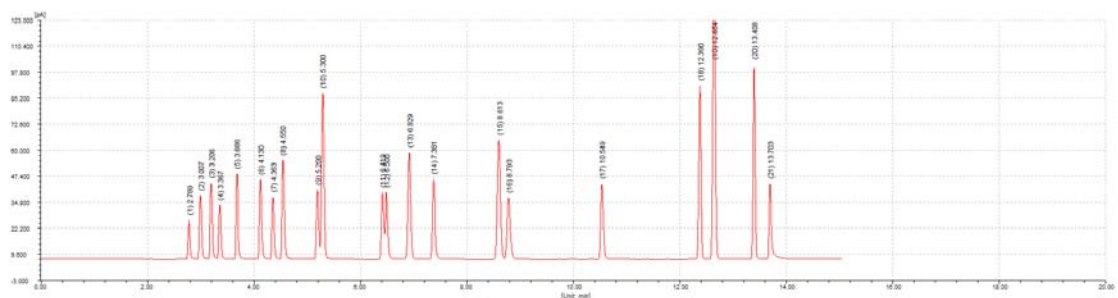


图2 RBX-5 分离混合标准的典型谱图

2.2 顶空条件的对峰面积的影响

2.2.1 平衡温度对峰面积的影响

由于组分的饱和蒸汽压随平衡温度的提高而增大，所以随着温度升高峰面积会逐渐增大，分析的灵敏度也随着提高，最后峰面积的响应值逐渐趋于平衡，但顶空瓶的体积恒定、耐受力一定，若温度过高会造成顶空瓶的气密性降低，没有实际的意义，因此选取 100℃ 为顶空瓶的平衡温度[1]。

2.2.2 平衡时间对峰面积的影响

平衡时间过短会影响有毒有害物质的动态平衡，主要影响试验的检测下限。平衡时间长短取决于被测组分分子从样品基质到气相扩散速度，其主要与待测物挥发性和加热温度有关，可用峰面积判断溶剂残留检测值的大小，峰面积随着平衡时间的延长而增大，直至气液达到动态平衡时，峰面积基本不再增加，因此选取平衡时间为 20min 为顶空瓶的平衡时间[1]。

2.3 检出限及重复性

准确吸取标准储备液 0.2、0.3、0.4、0.5、0.6uL 于 20mL 顶空瓶中，立即封盖，将顶空瓶放入进样器中，在 100℃ 下平衡 20min 后进行气相色谱分析，以各组分的浓度（质量）为横坐标，峰面积为纵坐标回执标准曲线，此曲线计算最低检出限，21 种有机溶剂的相关

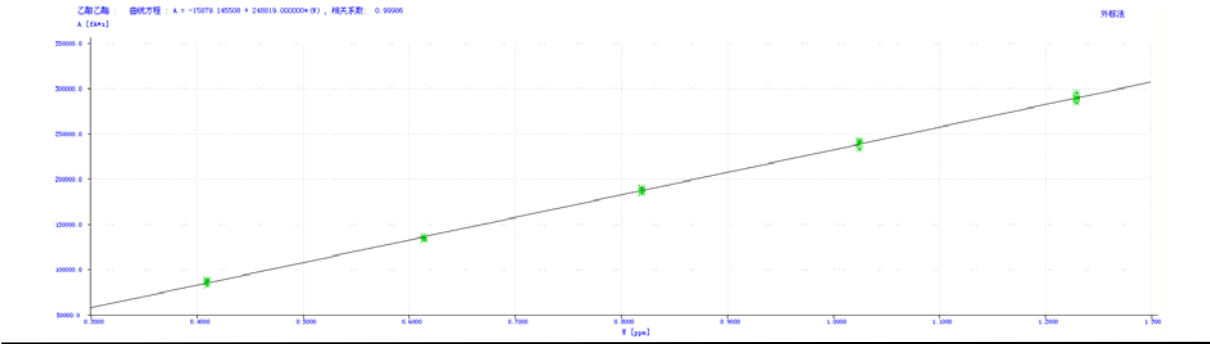
系数都在 0.998 以上，面积 RSD%都小于 3%。

表 1 21 种有机溶剂的保留时间、线性方程、相关系数及检出限

残留溶剂种类	保留时间 /min	标准曲线	相关系数	检出限/ (mg • m2/ppm)	定量限/ (mg • m2/ppm)
甲醇	2.789	A=-5650.763672+187073.0469W	0.99953	0.0010/0.05	0.0029/0.145
乙醇	3.007	A=-13991.08691+293545.1875W	0.99981	0.0006/0.03	0.0018/0.09
丙酮	3.206	A=-15825.19824+344265.9375W	0.99988	0.0007/0.035	0.0020/0.1
甲酸乙酯	3.367	A=-13659.85645+212373.7969W	0.99975	0.0009/0.045	0.0028/0.14
正丙醇	3.686	A=-21386.25195+390635.25W	0.99972	0.0006/0.03	0.0018/0.09
丁酮	4.130	A=-18801.92188+359159.1563W	0.99985	0.0008/0.04	0.0023/0.115
乙酸乙酯	4.363	A=-15879.145508+248819W	0.99986	0.0008/0.04	0.0023/0.115
异丁醇	4.550	A=-29272.21875+469786.6563W	0.99929	0.0006/0.03	0.0018/0.09
乙酸异丙酯	5.200	A=-20163.66992+287951.625W	0.99971	0.0007/0.035	0.0022/0.11
苯	5.300	A=-32528.876953+713346W	0.99990	0.0009/0.045	0.0026/0.13
丙酸乙酯	6.419	A=-22197.9707+299765.7813W	0.99933	0.0008/0.04	0.0023/0.115
乙酸正丙酯	6.500	A=-20415.53711+333856.2813W	0.99981	0.0009/0.045	0.0027/0.135
甲基环己烷	6.929	A=-26805.21094+585873.5625W	0.99992	0.0010/0.05	0.0031/0.155
甲基异丁酮	7.381	A=-29297.22852+464144.4688W	0.99938	0.0007/0.035	0.0020/0.1
甲苯	8.613	A=-39232.453125+681985.4375W	0.99987	0.0009/0.045	0.0027/0.135
乙酸异丁酯	8.793	A=-27969.88477+374449.75W	0.99908	0.0008/0.04	0.0025/0.125
乙酸丁酯	10.549	A=-26991.55859+367621.3438W	0.99928	0.0008/0.04	0.0025/0.125
乙苯	12.390	A=-41480.60547+689658W	0.99969	0.0007/0.035	0.0020/0.1
间（对）二甲苯	12.654	A=-78542.70313+714794.75W	0.99976	0.0010/0.05	0.0031/0.155
邻二甲苯	13.408	A=-41879.08594+698927.0625W	0.99977	0.0007/0.035	0.0022/0.11
乙二醇单丁醚	13.703	A=37298.0273+364584.8438W	0.99890	0.0025/0.125	0.0075/0.375

注意：本实验中的浓度都是根据 20mL 顶空瓶下计算得到的。

2.3.1 常见残留溶剂乙酸乙酯、苯、甲苯的标准曲线及相关系数



联系电话： 0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：XXX

邮编： 317500

审核：YYY

图3 乙酸乙酯的标准曲线及相关系数

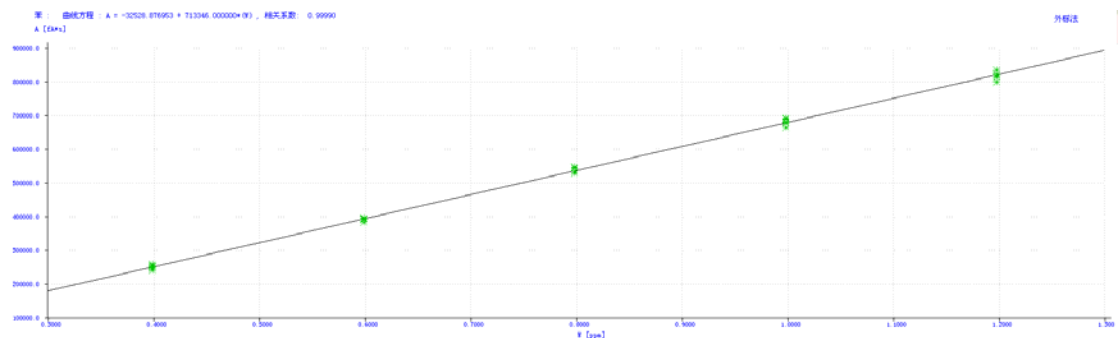


图4 苯的标准曲线及相关系数

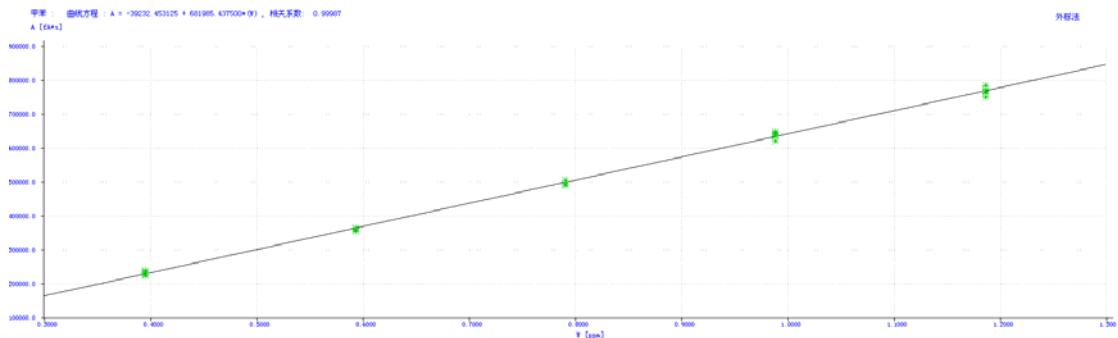


图5 甲苯的标准曲线及相关系数

2.3.2 混合标准品重复性的多重谱图

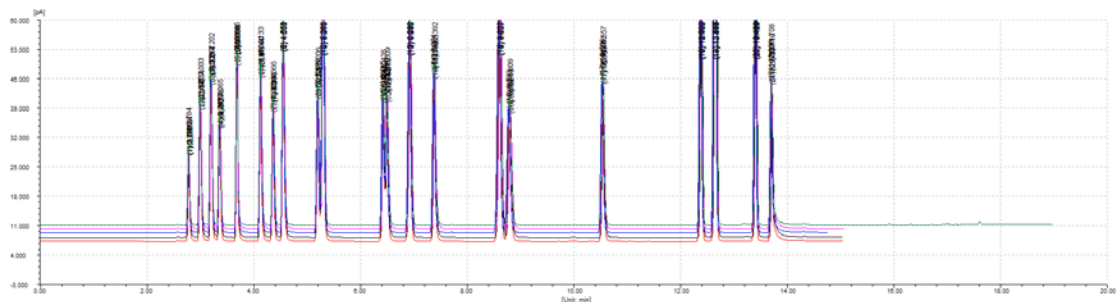


图6 0.2uL混合标准储备液的多重谱图



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

☐ 只显命名组名		☐ 自定义标题								
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	2.790	0.164	60780.8	2.7100	19100.2	2.6919	1.8611	0.4914	5
2	乙醇	3.009	0.165	91935.3	2.7537	30385.2	2.9928	2.8151	0.4783	5
3	丙酮	3.208	0.154	107388.7	2.8029	36287.3	2.7814	3.2882	0.6389	5
4	甲酸乙酯	3.370	0.146	76265.2	2.8411	25650.7	2.6314	2.3354	1.5283	5
5	正丙醇	3.690	0.129	123473.9	2.5500	41196.9	2.5433	3.7809	0.1250	5
6	丁酮	4.136	0.147	113658.8	2.7675	38216.5	2.6428	3.4802	0.3367	5
7	乙酸乙酯	4.368	0.136	87259.8	2.7517	29824.2	2.7036	2.6719	0.3677	5
8	异丁酯	4.555	0.135	146282.1	2.4788	47541.8	2.5812	4.4794	0.4724	5
9	乙酸异丙酯	5.207	0.140	97796.6	2.5974	33135.2	2.7186	2.9946	0.4143	5
10	苯	5.306	0.135	251817.1	2.6806	79037.8	2.8244	7.7108	0.3485	5
11	丙酸乙酯	6.427	0.156	100906.5	2.5659	31856.4	2.7884	3.0899	0.3905	5
12	乙酸正丙酯	6.508	0.153	115971.5	2.6785	32195.2	2.5947	3.5511	0.4768	5
13	甲基环己烷	6.936	0.150	182517.4	2.5592	51056.2	2.8456	5.5890	0.5291	5
14	甲基异丁酮	7.389	0.160	143157.6	2.2108	38137.2	2.8878	4.3840	0.5803	5
15	甲苯	8.622	0.161	232101.8	2.6621	56935.4	2.7277	7.1071	0.3404	5
16	乙酸异丁酯	8.803	0.170	126365.4	2.8921	29477.5	2.8614	3.8692	0.7581	5
17	乙酸丁酯	10.553	0.107	124095.4	2.3090	36374.7	1.9549	3.8002	0.5475	5
18	乙苯	12.395	0.079	234862.3	2.3421	82421.8	3.0302	7.1921	0.2743	5
19	间（对）二甲苯	12.660	0.078	491100.3	2.3604	154772.8	2.5644	15.0387	0.3115	5
20	邻二甲苯	13.415	0.075	241211.6	2.4423	90900.0	2.7705	7.3864	0.2917	5
21	乙二醇单丁醚	13.709	0.071	116725.6	2.2039	36452.5	2.6314	3.5746	0.5798	5

图 7 0.2ul 混合标准储备液的多重谱图的结果

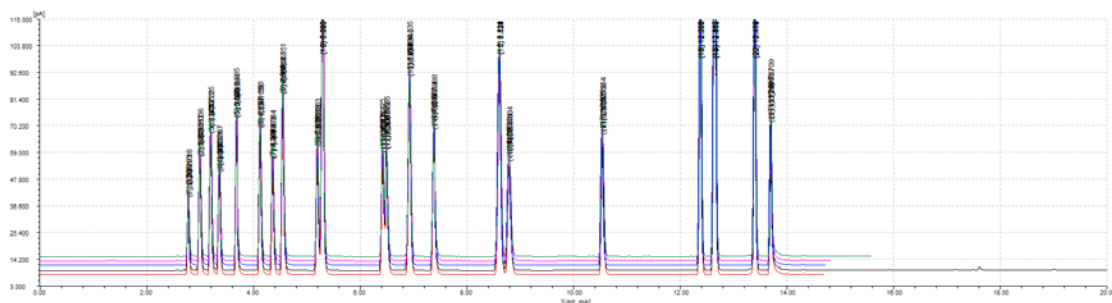


图 8 0.3ul 混合标准储备液的多重谱图

☐ 只显命名组名		☐ 自定义标题								
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	2.789	0.138	95249.8	1.4805	30126.0	1.7314	1.8778	0.7472	5
2	乙醇	3.007	0.120	142463.7	1.3886	46944.7	1.4012	2.8086	0.5779	5
3	丙酮	3.207	0.125	167035.1	1.2800	56324.8	1.3940	3.2931	0.6197	5
4	甲酸乙酯	3.369	0.117	118683.0	1.1415	40061.7	1.3969	2.3399	0.5996	5
5	正丙醇	3.688	0.110	190513.0	1.2287	63657.1	1.6234	3.7559	0.3189	5
6	丁酮	4.134	0.101	177078.8	1.1471	59597.8	1.5467	3.4911	0.4328	5
7	乙酸乙酯	4.366	0.093	135870.2	1.1604	46242.1	1.6446	2.6787	0.4194	5
8	异丁酯	4.553	0.086	224641.8	1.3104	73434.6	1.5482	4.4287	0.3349	5
9	乙酸异丙酯	5.204	0.075	152764.8	0.9757	51349.5	1.0922	3.0118	0.3706	5
10	苯	5.305	0.078	393201.4	1.0496	123444.1	1.3302	7.7520	0.3900	5
11	丙酸乙酯	6.425	0.060	156467.9	2.7344	49450.5	1.0366	3.0845	1.9734	5
12	乙酸正丙酯	6.506	0.061	180086.0	1.2108	50306.0	1.5629	3.5508	1.6724	5
13	甲基环己烷	6.936	0.058	288564.4	1.0245	80829.1	1.0107	5.6891	0.4026	5
14	甲基异丁酮	7.388	0.065	221352.3	1.0381	59167.2	1.2216	4.3640	0.2659	5
15	甲苯	8.622	0.082	362969.5	1.1204	88999.1	1.1134	7.1559	0.2007	5
16	乙酸异丁酯	8.802	0.086	195130.1	1.0401	45898.7	1.3092	3.8470	0.4987	5
17	乙酸丁酯	10.552	0.069	191808.5	1.0263	56683.7	1.0220	3.7816	0.5188	5
18	乙苯	12.393	0.051	363555.3	1.0311	127431.5	1.5862	7.1676	0.2974	5
19	间（对）二甲苯	12.659	0.046	756649.8	1.0492	237530.5	1.4675	14.9175	0.3822	5
20	邻二甲苯	13.412	0.042	374094.3	0.7232	141027.1	1.0673	7.3755	0.4228	5
21	乙二醇单丁醚	13.705	0.042	184068.6	1.8677	62638.1	2.3042	3.6289	1.4492	5

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：XXX

邮编：317500

审核：YYY

图9 0.3u1 混合标准贮备液的多重谱图的结果

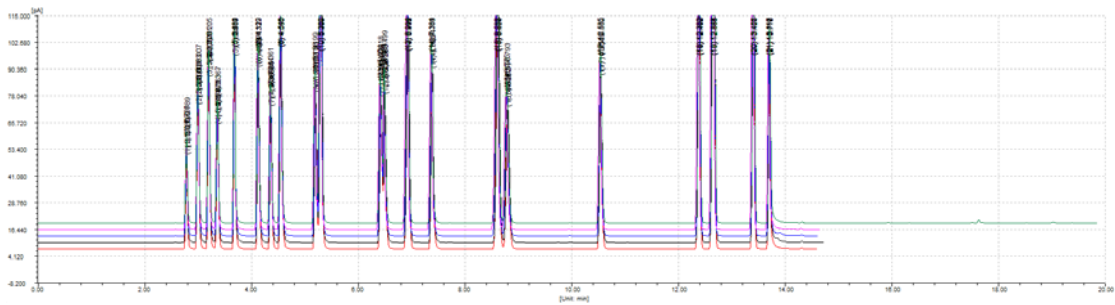


图10 0.4u1 混合标准贮备液的多重谱图

☒ 只显命名组名		☐ 自定义标题								
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	2.789	0.069	130742.9	1.2746	41690.2	1.1713	1.8730	0.6710	5
2	乙醇	3.007	0.081	196751.9	1.6710	65189.8	1.4696	2.8185	0.6992	5
3	丙酮	3.206	0.096	230100.0	1.3449	77974.5	1.2219	3.2964	0.5150	5
4	甲酸乙酯	3.368	0.104	163406.0	1.2197	55513.2	1.0539	2.3409	0.5423	5
5	正丙醇	3.686	0.114	262237.8	1.7941	88038.6	1.3805	3.7565	0.2567	5
6	丁酮	4.131	0.144	244026.2	1.4121	82059.1	1.5333	3.4958	0.3048	5
7	乙酸乙酯	4.363	0.143	187557.9	1.3386	64310.9	1.4520	2.6869	0.3606	5
8	异丁酯	4.550	0.143	309120.3	2.1649	101700.9	2.2193	4.4279	0.5092	5
9	乙酸异丙酯	5.201	0.156	210442.9	1.6849	71075.0	1.5345	3.0146	0.6357	5
10	苯	5.302	0.154	539505.1	1.3618	169675.9	1.6372	7.7288	0.5369	5
11	丙酸乙酯	6.421	0.168	215585.7	2.5317	68111.9	1.4852	3.0880	1.2086	5
12	乙酸正丙酯	6.501	0.160	248650.0	1.8611	69726.7	1.8468	3.5619	0.8244	5
13	甲基环己烷	6.932	0.158	396402.2	1.2832	111085.2	1.2801	5.6788	0.7146	5
14	甲基异丁酮	7.382	0.157	305865.0	2.1427	82114.4	2.0811	4.3812	0.4748	5
15	甲苯	8.617	0.147	498695.0	1.5012	122000.9	1.6501	7.1440	0.2037	5
16	乙酸异丁酯	8.796	0.158	268827.7	2.1636	63847.0	1.9396	3.8507	0.4742	5
17	乙酸丁酯	10.550	0.086	265019.7	2.1988	78459.0	1.6103	3.7961	0.5037	5
18	乙苯	12.396	0.066	500174.2	1.8944	174964.1	2.0196	7.1648	0.2423	5
19	间（对）二甲苯	12.663	0.063	1038208.4	1.8582	325759.7	1.5036	14.8720	0.2121	5
20	邻二甲苯	13.415	0.059	512536.0	1.9820	192047.4	2.6483	7.3418	0.3393	5
21	乙二醇单丁醚	13.710	0.058	256958.3	1.4661	90908.6	2.1952	3.6812	1.0848	5

图11 0.4u1 混合标准贮备液的多重谱图的结果

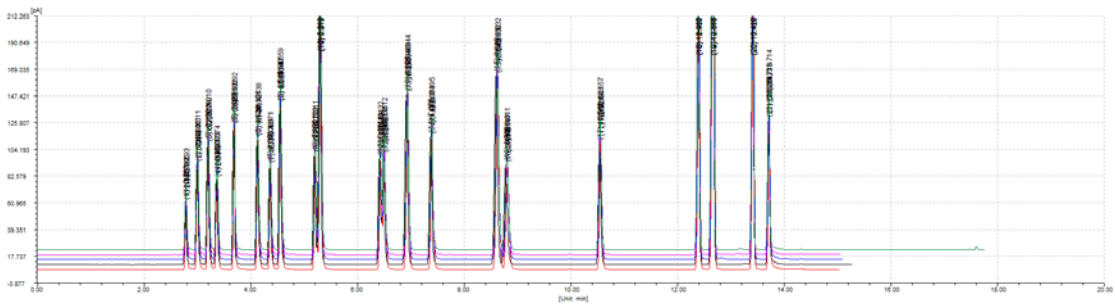


图12 0.5u1 混合标准贮备液的多重谱图



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

☐ 只显示命名组名 ☐ 自定义标题										
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	2.791	0.172	163079.4	0.7423	53155.5	1.0482	1.8268	1.7281	5
2	乙醇	3.009	0.164	250352.1	1.2448	83770.3	1.2511	2.8043	1.4518	5
3	丙酮	3.208	0.166	291753.5	1.2904	99564.1	1.5358	3.2678	1.0222	5
4	甲酸乙酯	3.372	0.160	207009.0	1.2904	71076.0	1.3198	2.3187	1.0326	5
5	正丙醇	3.690	0.158	336552.8	1.5480	114102.8	1.3698	3.7694	0.5097	5
6	丁酮	4.136	0.151	311813.4	1.5197	104669.5	2.4893	3.4923	0.4507	5
7	乙酸乙酯	4.369	0.146	239680.0	1.4311	82423.2	1.4657	2.6845	0.4381	5
8	异丁酯	4.557	0.150	398880.3	1.4854	132512.0	1.9036	4.4675	0.2987	5
9	乙酸异丙酯	5.208	0.141	271422.8	1.5304	91472.4	1.6371	3.0399	0.4854	5
10	苯	5.310	0.142	682091.8	1.6718	215042.8	1.4866	7.6393	0.4816	5
11	丙酸乙酯	6.430	0.140	280597.2	2.6951	87492.0	1.6932	3.1425	1.8966	5
12	乙酸正丙酯	6.510	0.139	315306.1	2.8512	90237.3	2.2230	3.5310	1.7280	5
13	甲基环己烷	6.942	0.138	499106.3	1.2188	140366.3	1.3344	5.5902	0.4650	5
14	甲基异丁酮	7.393	0.141	390323.3	1.5674	105819.4	1.6520	4.3717	0.9040	5
15	甲苯	8.630	0.136	638363.9	1.6384	155905.3	1.8470	7.1495	0.1915	5
16	乙酸异丁酯	8.809	0.138	346149.6	2.0456	82351.8	1.7131	3.8767	0.7652	5
17	乙酸丁酯	10.559	0.079	340245.0	1.3070	101998.3	2.9598	3.8109	0.6311	5
18	乙苯	12.402	0.046	641544.0	1.6685	224018.4	1.9421	7.1852	0.4151	5
19	间（对）二甲苯	12.671	0.041	1330284.7	1.7873	416945.6	1.7215	14.8988	0.5176	5
20	邻二甲苯	13.422	0.038	657839.1	2.0383	247363.5	1.4910	7.3673	0.6215	5
21	乙二醇单丁醚	13.718	0.034	336191.9	0.8219	122030.2	2.8252	3.7657	0.9749	5

图 13 0.5ul 混合标准贮备液的多重谱图的结果

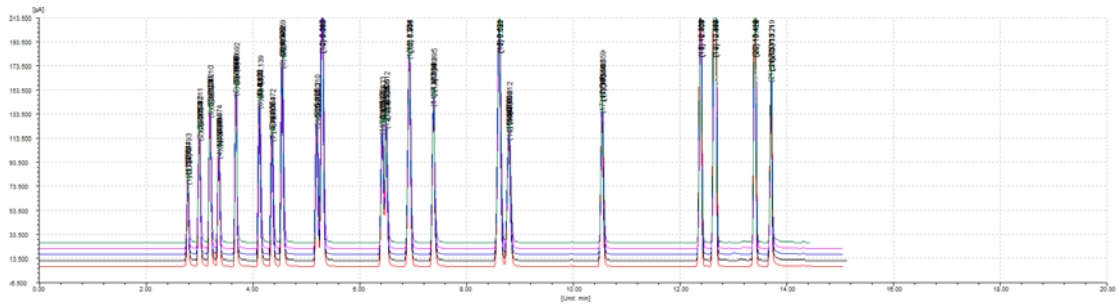


图 14 0.6ul 混合标准贮备液的多重谱图

☐ 只显示命名组名 ☐ 自定义标题										
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	2.787	0.142	195114.2	1.6010	62606.1	2.1638	1.8023	1.0080	5
2	乙醇	3.005	0.138	300948.0	1.6545	100029.4	1.7119	2.7798	0.6365	5
3	丙酮	3.204	0.130	351520.4	1.3061	118995.8	1.7948	3.2470	0.4532	5
4	甲酸乙酯	3.367	0.127	252301.9	1.2612	85299.9	1.8989	2.3306	0.9750	5
5	正丙醇	3.685	0.118	406849.2	1.7003	137171.3	1.9972	3.7579	0.4607	5
6	丁酮	4.131	0.143	375081.7	1.6893	126202.8	2.4795	3.4645	0.4649	5
7	乙酸乙酯	4.364	0.137	290286.7	1.3806	99224.0	1.6305	2.6814	0.1558	5
8	异丁酯	4.552	0.125	487039.8	1.2130	160764.6	1.5300	4.4989	0.4531	5
9	乙酸异丙酯	5.203	0.107	329001.8	1.3550	110426.2	1.5802	3.0390	0.2647	5
10	苯	5.305	0.101	819535.0	1.5797	256684.8	1.9902	7.5698	0.3688	5
11	丙酸乙酯	6.425	0.077	339968.7	2.0887	105534.2	1.8526	3.1401	1.0525	5
12	乙酸正丙酯	6.505	0.070	385179.1	0.8817	109847.1	1.4187	3.5581	0.7454	5
13	甲基环己烷	6.938	0.062	603196.9	1.5008	168183.4	1.8117	5.5716	0.3476	5
14	甲基异丁酮	7.388	0.060	480621.3	1.4020	128741.1	1.6999	4.4395	0.2484	5
15	甲苯	8.626	0.059	768639.2	1.5790	187315.6	1.8087	7.0997	0.3597	5
16	乙酸异丁酯	8.804	0.064	426580.5	1.0654	100768.6	1.4034	3.9405	0.8001	5
17	乙酸丁酯	10.553	0.047	418542.6	1.2571	124119.7	1.7190	3.8661	0.1891	5
18	乙苯	12.397	0.038	777508.3	1.2518	270708.7	1.2995	7.1819	0.1367	5
19	间（对）二甲苯	12.667	0.034	1609006.7	1.2107	503195.6	1.1921	14.8625	0.1312	5
20	邻二甲苯	13.417	0.032	797522.9	1.1338	299218.9	1.8494	7.3668	0.1786	5
21	乙二醇单丁醚	13.716	0.031	411549.3	0.6525	150367.7	1.4525	3.8020	1.4040	5

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：XXX

邮编：317500

审核：YYY

图 15 0.6ul 混合标准贮备液的多重谱图的结果

残留溶剂	加标值 (ppm)	测定值 (ppm)					平均加标回收率	RSD%
甲醇	8.99775	8.7123	8.7467	8.7387	9.1381	9.104	100.27%	2.77%
乙醇	8.9659	9.0673	9.0319	9.0882	8.9754	8.9357	99.94%	0.94%
丙酮	8.91475	8.4145	8.4354	8.4195	8.8208	8.8335	99.87%	3.69%
甲酸乙酯	10.45455	9.6036	9.6547	9.5866	10.281	10.3105	99.84%	5.47%
正丙醇	9.1318	9.4185	9.3172	9.4393	9.0144	8.9877	99.72%	2.87%
丁酮	9.1591	9.0664	8.9354	9.0725	8.9523	8.942	99.53%	1.24%
乙酸乙酯	10.25	9.9796	9.8888	10.0683	9.98	9.9749	99.47%	1.62%
异丁醇	9.11365	9.4258	9.286	9.471	8.8785	8.8658	99.51%	3.75%
乙酸异丙酯	10.0909	10.1374	9.8056	10.1024	9.7586	9.7606	99.37%	2.74%
苯	9.9841	9.4109	9.2374	9.476	9.5926	9.5992	99.26%	3.26%
丙酸乙酯	10.04545	10.1002	9.7982	10.1741	9.6522	9.6193	99.18%	3.46%
乙酸正丙酯	10.08865	10.1797	9.8298	10.0564	9.6937	9.6831	99.21%	2.66%
甲基环己烷	8.97725	8.4016	8.1129	8.3055	8.3748	8.5293	99.04%	3.85%
甲基异丁酮	9.0909	9.2104	8.8855	9.1587	8.6237	8.5418	98.81%	3.64%
甲苯	9.88635	9.7039	9.3521	9.7153	9.343	9.3614	98.96%	3.23%
乙酸异丁酯	10.0341	10.2218	9.8056	10.1192	9.5828	9.3835	98.72%	3.74%
乙酸丁酯	10.0284	10.1434	9.7472	10.1338	9.4823	9.2292	98.42%	4.20%
乙苯	9.88635	10.2425	9.4768	9.9548	9.3339	9.5313	99.41%	5.86%
对+间二甲苯	19.64775	20.6299	18.8494	19.7936	18.5246	19.1338	99.65%	6.65%
邻二甲苯	9.98865	10.523	9.6316	10.0409	9.3556	9.7244	99.65%	6.73%
乙二醇单丁醚	10.25	10.2152	10.2771	10.3403	9.7257	9.7162	98.97%	2.81%

表 2 加标回收率实验数据

2.4 回收率实验

选择未检出溶剂残留的样品进行加标，采取 0.01m² 的样品装入 20ml 顶空瓶中，再加入定量的混合溶剂残留标准溶液密封，按照 1.3.2 的气相色谱条件进行检测，在相同条件下，平行测定 5 次，取其平均值进行计算，结果如表 2 所示（加标回收试验的分流比为 60:1）。从表 2 可看，21 种有机溶剂加标回收率在 98.42%~100.27%之间，相对标准偏差（RSD）在 0.94%~6.73%之间。

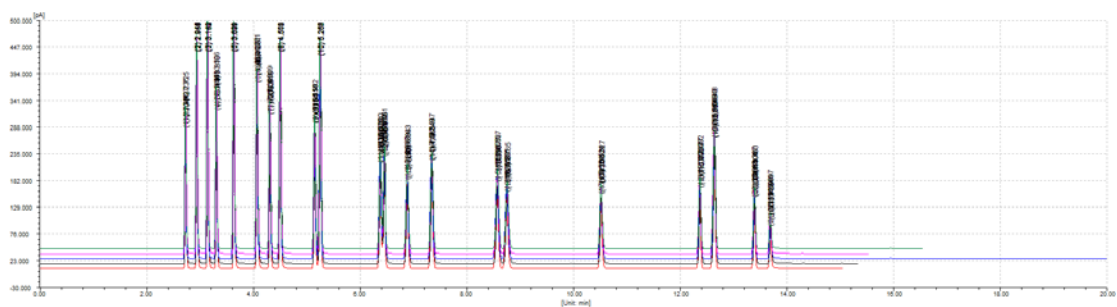


图 16 加标 5ul 多重谱图

只显示命名组名		自定义标题								
序号	组分名	平均时间	时间RSD%	平均面积	面积RSD%	平均峰高	峰高RSD%	平均含量	含量RSD%	谱图数
1	甲醇	2.732	0.190	513552.8	2.1048	275695.7	2.4466	8.8880	2.4022	5
2	乙醇	2.950	0.185	778338.4	0.7026	432068.3	0.4259	9.0197	0.7041	5
3	丙酮	3.149	0.181	852631.9	2.1076	473291.7	2.5671	8.5847	2.5799	5
4	甲酸乙酯	3.314	0.177	566682.7	3.1021	311727.5	3.6142	9.8833	3.8220	5
5	正丙醇	3.636	0.154	893129.1	2.1744	464903.1	1.9855	9.2354	2.3723	5
6	丁酮	4.077	0.154	788632.2	0.9157	363545.1	2.6597	8.9937	0.7718	5
7	乙酸乙酯	4.315	0.137	604757.0	0.7876	295881.8	0.5464	9.9782	0.6394	5
8	异丁醇	4.508	0.129	917250.2	2.7036	427338.1	2.4462	9.1854	3.2012	5
9	乙酸异丙酯	5.156	0.107	645513.3	1.7055	273404.1	2.2932	9.9129	1.9196	5
10	苯	5.259	0.109	994175.4	1.4863	413653.9	1.6949	9.4632	1.5775	5
11	丙酸乙酯	6.381	0.083	546994.5	2.3602	197477.3	2.2025	9.8688	2.5880	5
12	乙酸正丙酯	6.461	0.083	595049.1	1.9512	208248.8	2.5555	9.8886	2.2419	5
13	甲基环己烷	6.893	0.077	522708.8	1.7384	168043.7	2.1258	8.3449	1.8319	5
14	甲基异丁酮	7.346	0.079	638492.1	2.7047	198590.1	2.7765	8.8840	3.4088	5
15	甲苯	8.583	0.079	601144.9	1.4713	161842.9	1.7830	9.4951	2.0630	5
16	乙酸异丁酯	8.762	0.084	535231.3	2.8258	138317.3	2.7653	9.8226	3.5920	5
17	乙酸丁酯	10.527	0.048	430653.7	3.2224	134956.0	3.0324	9.7472	4.1193	5
18	乙苯	12.382	0.043	402952.9	2.2245	146836.6	2.2462	9.7067	3.9028	5
19	间(对)二甲苯	12.648	0.043	759591.4	2.5405	243239.3	2.1977	19.3863	4.3212	5
20	邻二甲苯	13.403	0.038	329285.1	2.7978	127616.2	2.9146	9.8554	4.5259	5
21	乙二醇单丁醚	13.697	0.039	204951.5	2.9058	75819.3	2.0649	10.0549	3.0639	5

图 17 加标 5ul 多重谱图的结果

2.5 样品测定

截取 0.032m2 干净的好丽友-呀！土豆食品包装，于 20ml 的顶空瓶中按 1.3.2 的色谱条件，顶空进样，测得溶剂残留总量为 0.7606mg/m2 (1.2169ppm)，谱图及结果如下：

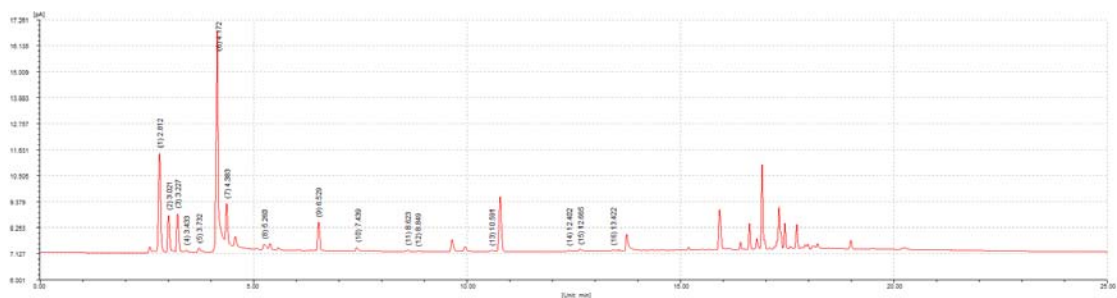


图 18 样品（好丽友-呀！土豆食品包装）的典型谱图

联系电话：0576-89965381

地址：浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员：XXX

邮编：317500

审核：YYY



FULI

浙江福立分析仪器股份有限公司应用中心

峰序	组分名	保留时间[min]	半峰宽[min]	峰高[fA]	峰面积[fA*s]	峰面积[%]	含量[ppm]
1	甲醇	2.812	0.054	4300.5	15005.5	20.2488	0.1104
2	乙醇	3.021	0.053	1573.7	5089.8	6.8683	0.0650
3	丙酮	3.227	0.052	1688.3	5646.5	7.6195	0.0624
4	甲酸乙酯	3.433	0.049	83.4	261.9	0.3534	0.0656
5	正丙醇	3.732	0.060	200.7	784.8	1.0590	0.0568
6	丁酮	4.172	0.046	9497.0	35185.6	47.4802	0.1503
7	乙酸乙酯	4.383	0.045	1641.2	4627.8	6.2448	0.0824
8	苯	5.260	0.080	221.5	963.7	1.3004	0.0470
9	乙酸正丙酯	6.529	0.054	1236.1	4448.8	6.0033	0.0745
10	甲基异丁酮	7.439	0.064	166.5	706.4	0.9533	0.0646
11	甲苯	8.623	0.069	77.9	357.2	0.4821	0.0581
12	乙酸异丁酯	8.849	0.068	17.3	88.3	0.1192	0.0749
13	乙酸丁酯	10.591	0.067	51.7	242.7	0.3275	0.0741
14	乙苯	12.402	0.049	42.7	148.1	0.1999	0.0604
15	间（对）二甲苯	12.665	0.056	98.0	377.4	0.5092	0.1104
16	邻二甲苯	13.422	0.100	38.9	171.3	0.2312	0.0602
		总计:		20935.4	74105.9	100.0000	1.2169

图 19 样品（好丽友-呀！土豆食品包装）的典型谱图的结果

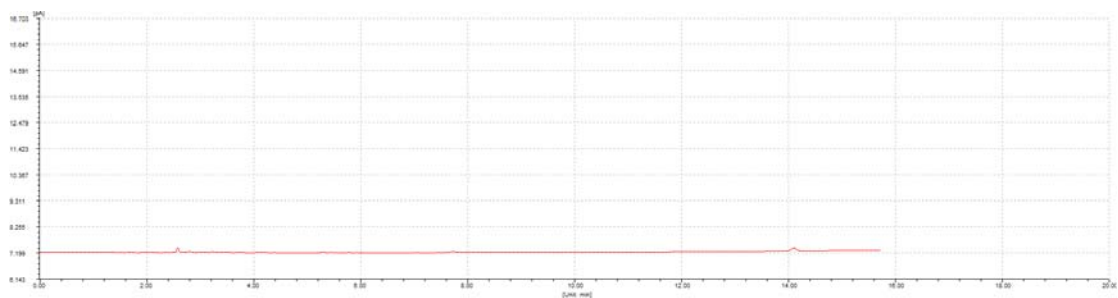


图 20 空白试验的典型谱图

参考文献:

- [1] 张智力, 许超, 张静. 顶空-气相色谱法测定食品包装材料中残留的 21 种有机溶剂[J]. 塑料科技, 2014, 11(42):104-108.
- [2] 杜黎明, 许庆琴, 蔺爱萍. 用大口径毛细管气相色谱法快速测定塑料食品包装袋中有机残留物[J]. 分析测试学报, 1991, 18(3):1-4.
- [3] 王英佩, 韩永生. 中外塑料食品软包装卫生标准比较[J]. 中国食品添加剂, 2009(S1):73-76.
- [4] 卫荣, 汪仕韬, 邵卫卫, 等. 顶空-气相色谱法同时测定包装材料中 18 种有机溶剂残留[J]. 分析科学学报, 2013, 29(2):248-252.
- [5] 梁振益, 邓广强, 罗盛旭, 等. 毛细管气相色谱法测定塑料食品包装中苯、乙酸乙酯的残留量[J]. 化学分析计量, 2004, 13(1):40-41.

上述数据仅供参考。

联系电话: 0576-89965381

地址: 浙江温岭经济开发区百丈南路95号

分析员: XXX

邮编: 317500

审核: YYY