

食品及食品包装材料溶剂残留检测方法研究概况

高家敏, 曹进*, 丁宏*

(中国食品药品检定研究院, 北京 100050)

摘要: 食品残留溶剂来源于生产加工过程或由食品包装材料带入, 对人体健康存在潜在危害, 食品中溶剂残留量的测定对于保证食品安全具有重要意义。本文论述了我国食品及食品包装材料溶剂残留的限量规定、检测的现行标准和技术规范。现行国家标准对食品和食品包装材料中残留溶剂的限量规定比较笼统, 建议细化具体检测的残留溶剂种类并设定合理的限值。对食品及食品包装材料残留溶剂检测方法的相关文献进行了梳理总结。气相色谱法是分析残留溶剂的常用检测方法, 具有专属性强、重现性好、灵敏度高等优点。本文对目前食品及食品包装材料残留溶剂检测存在问题和今后发展方向提出建议, 为建立同时检测食品及食品包装材料多种残留溶剂的检测方法提供理论依据和文献参考。

关键词: 食品; 食品包装材料; 残留溶剂; 检测方法; 气相色谱法

Status of detection methods of residual solvent in food and food packaging material

GAO Jia-Min, CAO Jin*, DING Hong*

(National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Residual solvents in food are derived from the manufacturing process or food packaging materials, which are potentially harmful to human health. The determination of residual solvents in food is of great importance to ensure food safety. In this paper, the limitation, existing standards and technical specifications for the detection of residual solvents in food and food packaging material were discussed. As the limitations of current national standards for the detection of residual solvents in food and food packaging material were lack in detail, it was recommended that the residual solvents should be refined and the reasonable limitation should be set up. This paper also reviewed the detection methods of residual solvents in food and food packaging material which had been reported in literatures in recent years. Gas chromatography was the most commonly used method in the determination of residual solvents. It had the advantages of good specificity, repeatability and sensitivity. The existing problems were pointed out and the future development direction were suggested, which would provide theoretical basis and references for establishing further simultaneous determination of multi-residual solvent in food and food packaging materials.

KEY WORDS: food; food packaging material; residual solvent; detection method; gas chromatography

*通讯作者: 曹进, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: caojin@gmail.com

丁宏, 主任药师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: dinghong@nifdc.org.cn

*Corresponding author: CAO Jin, Researcher, National Institutes for Food and Drug Control, No 2, Tiantanxili, Dongcheng District, Beijing 100050, China. E-mail: caojin@gmail.com

DING Hong, Chief Pharmacist, National Institutes for Food and Drug Control, No 2, Tiantanxili, Dongcheng District, Beijing 100050, China. E-mail: dinghong@nifdc.org.cn

1 引言

随着全社会对食品安全问题的关注程度不断增加,由食品残留溶剂所引起的安全风险已越来越受到社会各界的关注。有报道食用植物油产品抽检、食品包装用塑料复合膜(袋)抽查和食品相关产品风险监测中发现的主要质量问题涉及溶剂残留量超标^[1-4]。溶剂残留量高的食品对人体健康有很大的危害,长期接触会麻醉呼吸中枢、损伤皮肤屏障功能、损害周围神经和造血功能^[5]。因此需要对食品中有机溶剂残留量进行测定,以控制产品质量,保证产品安全。目前对易挥发性有机溶剂残留的检测主要集中在药品、环境样品、化妆品、食品、保健食品、涂料、玩具等方面,采用的检测方法有气相色谱法(gas chromatography, GC)、顶空气相色谱法(headspace gas chromatography, HS-GC)、顶空气相色谱-质谱法(headspace gas chromatography-mass spectrometry, HS-GC-MS)、吹扫捕集气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry with purge and trap, P&T-GC-MS)和固相萃取-气相色谱-质谱法(solid-phase microextraction-gas chromatography-mass spectrometry, SPME-GC-MS)^[6-14]等。

欧盟通过其框架法规和特殊指令来规范对食品包装用塑料材料的质量控制^[15,16]。欧盟指令关于塑料食品包材的单体及助剂列表^[17-20]中涉及到部分常用溶剂的限量。欧盟标准 EN 13628-1-2002^[21]、EN 13628-2-2002^[22]和 EN 14479-2004^[23]规定了食品包装用塑料软包装材料中残留溶剂的检测范围,共计包括 18 种有机溶剂。美国食品包装材料的相关规定中无专门针对残留溶剂的内容,但在 ASTM F1884-2004^[24]测定包装材料中残留溶剂的标准中涉及到了 10 种溶剂。我国出台的食品及食品包装材料相关法规和标准也涉及溶剂残留的相关规定。本文论述了我国食品及食品包装材料溶剂残留的限量规定、检测的现行标准和技术规范,梳理总结了食品及食品包装材料残留溶剂的检测方法,以期对食品及食品包装材料多种残留溶剂检测方法的研究提供参考。

2 食品残留溶剂的来源

2.1 生产加工过程带入

食品生产加工过程中会用到有机溶剂,有些有机溶剂在后期工艺中很难完全去除,终产品中可能存在溶剂残留。GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》^[25]附录 C《食品工业用加工助剂使用规定》中允许使用的有机溶剂类加工助剂有丙酮、乙醇、1,2-二氯乙烷、1-丁醇、石油醚、异丙醇、乙醚、乙酸乙酯、正己烷等。这些有机溶剂类加工助剂可以作为提取溶剂、浸油溶剂等。我国食用植物油的制取工艺主要有溶剂浸出法和压榨法 2 种:溶剂浸出法多以易挥发的有机溶剂(一般为六号溶剂)

为萃取剂从油料中提出油脂,六号溶剂其主要成分为正己烷,还有少量戊烷和庚烷,微量的芳烃;压榨法用物理压榨的方法从原料中榨油,压榨后的油饼仍需用浸出法抽提出剩余的油脂,以提高出油率。所以无论是浸出油还是压榨油的生产加工过程中都需要用到有机溶剂作为提取溶剂,虽经溶剂脱除步骤,但都可能残留抽提溶剂。还有个别不法厂家生产的食用植物油不经溶剂脱除就出售。六号溶剂是我国常用的食用植物油抽提溶剂,残留于食用油中的六号溶剂是人类摄入六碳烷烃的主要途径之一。正己烷虽然毒性低,但其挥发性高、脂溶性高,可在生物体内蓄积并产生神经毒性。急性中毒时,人体会出现恶心、头痛、眼部及咽部刺激、头晕、轻度麻醉等症状^[26]。

2.2 食品包装材料带入

食品包装材料属于食品相关产品范畴,作为特殊的食品添加剂与食品直接接触,是影响食品安全的关键因素之一。合适的包装方式和材料可以保护食品不受外界的污染。我们常见的食品包装包括纸、塑料、金属、陶瓷等,而塑料软包装渐渐成为食品包装材料的主要方式。随着材料领域的不断发展,食品包装袋从过去的单层塑料薄膜包装向多功能复合包装膜发展,品种多样的塑料复合膜材料将不同的薄膜复合在一起,同时具有各层薄膜的优良性能和良好的综合保护性能,成为目前比较理想的软包装材料,在食品包装领域发挥着越来越重要的作用。食品包装在使用过程中存在安全隐患,主要表现为包装材料与食物接触时,材料中残留的有机溶剂等有害物质可能迁移渗透到食品中而被人体摄入,对人体健康产生潜在的危害^[27,28]。食品包装复合膜由于其在存放过程中外表面与内表面的直接接触,也会造成食品包装复合膜外表面上的残留溶剂等有害物质迁移到内表面,通过内表面与食品的直接接触而污染到食品。复合包装材料中的溶剂残留主要来源于复合包装材料在复合、印刷、涂布的生产过程中使用的印刷油墨、粘合剂和溶剂,有甲苯、二甲苯、丁酮、异丙醇、乙酸丁酯、乙酸乙酯等物质。影响复合包装材料溶剂残留的因素主要有油墨和粘合剂中溶剂的性能、膜的厚度和涂布工艺。有机残留物会对人体健康造成一定的影响。苯系物的残留对人体神经系统和遗传可能造成重大危害。酯类如乙酸乙酯和乙酸丁酯,少量对眼及上呼吸道均有强烈的刺激,高浓度容易导致心血管和神经系统的损伤。酮类中丙酮和丁酮吸入、食入会对眼睛、鼻子、喉、粘膜有刺激性,长期接触可致皮炎。醇类中异丙醇等对人体也存在不良的影响^[29,30]。

3 食品及食品包装材料现行标准中残留溶剂限量及检验方法

3.1 食品及食品包装材料现行标准中残留溶剂限度

3.1.1 食用植物油溶剂残留的限量标准

为了保证食品安全,溶剂残留是国家卫生标准的必

检项目。GB 2716-2005《食用植物油卫生标准》^[31]规定植物原油的浸出油溶剂残留限量为100 mg/kg, 食用植物油的浸出油溶剂残留限量为50 mg/kg。GB 14932.1-2003《食用大豆粕卫生标准》^[32]规定豆粕中残留溶剂限量为500 mg/kg。我国常见食用植物油的产品标准中均将溶剂残留设为强制性指标^[33-41], 是植物油质量的重要指标, 如表1所列。

3.1.2 食品包装材料溶剂残留的限量标准

食品包装材料是食品不可分割的重要组成部分, 其品质质量和卫生安全直接关系到消费者的身体健康。国家质量监督检验检疫总局2006年发布的《食品用塑料包装、容器、工具等制品生产许可审查细则》^[42]对复合包装膜、袋类产品溶剂残留量作出了强制性规定: 复合包装膜(袋)产品的溶剂残留总量≤10 mg/m², 其中苯系溶剂残留量≤2 mg/m²。细则中规定了溶剂残留量检测溶剂种类包括苯系溶剂: 苯、甲苯、二甲苯(含对二甲苯、邻二甲苯、间二甲

苯); 其他溶剂: 乙醇、异丙醇、丁醇、丙酮、丁酮、乙酸乙酯、乙酸异丙酯、乙酸丁酯。我国食品包装材料国家标准^[43-45]对溶剂残留的限量规定见表2。QB/T 2024-2012《凹版塑料薄膜复合油墨》^[46]规定食品包装油墨中溶剂残留总量≤5 mg/m², 食品包装油墨中苯类溶剂残留量≤0.5 mg/m²。这些标准对食品包装复合材料溶剂残留总量和苯类溶剂残留量作出了规定。苯类溶剂危害大, 已被世界卫生组织确定为致癌物质, 因此标准对溶剂残留中的苯类溶剂残留作了限量规定。

3.2 食品及食品包装材料残留溶剂检测相关标准

目前食品及食品包装材料残留溶剂的检测标准主要采用顶空气相色谱法测定残留溶剂, 检测器有火焰离子化检测器、电子捕获检测器或质谱检测器检测, 能同时测定多种残留溶剂。我国现行标准中食品及食品包装材料残留溶剂的检测方法^[43,47-53]见表3。标准方法对试验条件的规

表1 不同食用植物油产品标准中溶剂残留的限量标准(mg/kg)

Table 1 Limited standards of residual solvent in edible vegetable oils (mg/kg)

品类	原油	压榨工艺	成品油			
			一级	二级	三级	四级
花生油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	≤50
大豆油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	≤50
菜籽油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	≤50
葵花籽油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	≤50
玉米油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	≤50
米糠油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	≤50
棉籽油	100	不得检出	不得检出	不得检出	≤50	/
芝麻油	100	不得检出	≤50	≤50	/	/
橄榄油	-	不得检出	/	/	/	/
油橄榄果渣油	100	不得检出	/	/	/	/

注: 划有“-”者不做检测; 溶剂残留量检出值小于10 mg/kg时, 视为“未检出”; “/”表示无该子品类。橄榄油和油橄榄果渣油中每种卤化溶剂残留量不得超过0.1 mg/kg, 所有卤化溶剂残留量总和不得超过0.2 mg/kg。

表2 食品包装材料标准中溶剂残留的限量标准

Table 2 Limited standards of residual solvent in food packaging material

标准名称	适用范围	溶剂残留量
GB/T 10004-2008 ^[43]	食品和非食品包装用塑料与塑料复合膜、袋	溶剂残留量总量≤5.0 mg/m ² , 其中苯类溶剂不检出(苯类溶剂残留量小于0.01 mg/m ² 视为不检出)
GB/T 18192-2008 ^[44]	液体食品无菌包装用纸基复合材料	溶剂残留量≤10 mg/m ² 苯类残留量≤2 mg/m ²
GB/T 18706-2008 ^[45]	液体食品保鲜包装用纸基复合材料	溶剂残留总量≤10 mg/m ² 苯类残留量≤2 mg/m ²
食品用塑料包装、容器、工具等制品生产许可审查细则 ^[42]	食品用塑料包装、容器、工具等制品	复合包装膜(袋)产品的溶剂残留总量≤10 mg/m ² , 其中苯系溶剂残留量≤2 mg/m ²

表3 食品及食品包装材料残留溶剂检测相关标准
Table 3 Methods for the determination of residual solvent in food and food packaging material standards

标准方法	检出限	测定方法	检测器	测定对象	适用范围
GB/T 5009.37-2003 ^[47]	0.10 mg/kg	顶空气相色谱法	氢火焰离子化检测器	六号溶剂	食用植物油
GB/T 5009.117-2003 ^[48] (2017-6-23 作废)	/	顶空气相色谱法	氢火焰离子化检测器	六号溶剂	食用豆粕
GB 5009.262-2016 ^[49] (2017-6-23 实施)	植物油 2 mg/kg 粕类 2 mg/kg	顶空气相色谱法	氢火焰离子化检测器	六号溶剂	食用植物油、食品加工用粕类
GB/T 10004-2008 ^[43]	/	顶空气相色谱法	氢火焰离子化检测器	生产实际使用溶剂	食品和非食品包装用塑料与塑料复合膜、袋
QB/T 2929-2008 ^[50]	/	顶空气相色谱法	氢火焰离子化检测器	苯、甲苯、二甲苯、乙醇、异丙醇、乙酸乙酯、乙酸丙酯、乙酸丁酯、丙酮、丁酮、溶剂型油墨产品丙二醇乙醚、丙二醇甲醚、其他挥发性溶剂	
SN/T 0801.23-2002 ^[51]	0.1 mg/kg	顶空气相色谱法	氢火焰离子化检测器	2-甲基丁烷等 16 种烷烃	以浸出法提取的各种食用植物油中以碳六烷烃为主体的烃类溶剂
SN/T 3180-2012 ^[52]	/	顶空气相色谱法	火焰离子化检测器、电子捕获检测器、质谱检测器	辛烷、乙酸乙酯、丁酮、乙醇、苯、癸烷、甲苯、乙酸丁酯	塑料薄膜中已知化学成分溶剂
SN/T 4068-2014 ^[53]	环己烷、丙酮、乙酸乙酯、乙酸异丙酯、丁酮、异丙醇、乙酸丙酯、甲基异丁基酮、乙酸异丁酯、2-丁醇、乙酸丁酯为 0.01 mg/dm ² ;四氢呋喃、乙醇、正丙醇、正丁醇、乙二醇丁醚、乙二醇丁醚醋酸酯 0.02 mg/dm ² ;甲苯 0.005 mg/dm ²	顶空气相色谱法	质谱检测器	乙酸乙酯等 18 种溶剂	适用于与食品接触的再生纤维素薄膜材料的涂层中 18 种溶剂残留量的测定

注: “/”表示标准中未标明。

定比较笼统,有的地方不够明确,如缺乏具体的顶空方法和色谱条件的描述、相应检测的溶剂范围和方法的检出限,有的方法仅针对部分溶剂等。在实际工作中需要在标准检测方法的基础上结合工作中的具体情况,对部分检测条件进行摸索优化。

3.3 食品及食品包装材料残留溶剂的检测方法

气相色谱法是分析残留溶剂的常用检测方法。目前残留溶剂分析的前处理技术主要有顶空进样(headspace, HS)、固相微萃取技术((solid-phase microextraction, SPME) 和吹扫捕集技术(purge and trap, P&T)。作为一种独特的气体萃取技术,顶空气相色谱法用于食品及食品包装材料中

残留溶剂检测具有前处理简便、专属性强、重现性好、灵敏度高等优点。采用顶空气相色谱法测定包装材料中的溶剂残留,免除了复杂的样品前处理过程,可用于多种材质检测研究,不受材质不同限制。固相微萃取技术是一种无溶剂样品前处理技术,它集富集进样于一体,适用于分析挥发性和半挥发性物质,与液-液萃取和固相萃取相比,具有操作时间短、样品量小、无溶剂萃取、重现性好等优点。吹扫捕集原理是液体或固体中挥发性化合物被富集到装有吸附剂的捕集阱中,然后被反吹进入气相色谱,其硬件构造和需要优化的参数都比顶空进样复杂。气相色谱氢火焰离子检测法(gas chromatography-flame ionization detector,

GC-FID)是靠保留时间来定性, 在应对争议性检测结果时, 很难给出肯定的数据报告。GC-MS 联用法测定易挥发性有机溶剂具有准确度高、确证性好等优点, 采用选择离子扫描模式(selected ion monitoring, SIM)可降低背景干扰, 提高信噪比和检测灵敏度。表 4 列举了采用顶空、固相微萃取和吹扫捕集前处理技术结合气相色谱或气质联用技术检测食品及食品包装材料中多种残留溶剂的应用。

4 结论与展望

本文重点讨论了我国食品及食品包装材料溶剂残留的限量规定概况和检测方法。现行国家标准对食品和食品包装材料中残留溶剂的限量规定比较笼统, 只对溶剂残留总量和苯类溶剂残留量作了规定, 没有对可能的各种残留溶剂的限量作详细的划分。在越来越重视食品安全的今天, 国家对食品和食品包装材料中溶剂残留的检测和监管将不断加强。建议国家标准对现有溶剂残留检测项目细化具体检测的残留溶剂种类, 结合风险监测数据和风险评估结果分别对具体的残留溶剂设定合理的限值, 以便更好地对相关产品的质量进行监督和控制。

顶空气相色谱法适用于挥发性有机物检测, 是残留溶剂测定最常用的方法。食品和食品包装材料溶剂残留量都相对较低, 一般在痕量或微量范围。现行国家标准对食品和食品包装材料残留溶剂的检测方法多为 HS-GC-FID。随着食品安全需求不断提升, 食品卫生标准中有害物质的限量标准会更加严格, 对检测技术提出了更高的要求, 高灵敏度、高选择性、高分辨率的气相色谱-质谱联用技术将越来越多地应用于食品和食品包装材料残留溶剂的检测。有效检测食品和食品包装材料中残留溶剂也是建立风险评估机制的重要依据, 提示相应的溶剂残留防控和消减目标, 对确保食品质量安全和维护消费者健康具有重要意义。

食品工业迅速发展, 新型食品包装材料不断出现, 不同食品和食品包装材料生产过程中使用有机溶剂的种类不尽相同, 这使食品残留溶剂测定具有不确定性。建立食品和食品包装材料中多种残留溶剂的通用检测方法和筛查途径, 是未来食品安全性检验检测发展的方向。食品和食品包装材料多种残留溶剂残留检测方法的建立, 可以筛查出未知残留溶剂的种类, 同时对多种残留溶剂进行种类鉴别和含量测定, 全面分析可能存在的残留溶剂, 使对食品残

表 4 气相色谱法同时测定食品及食品包装材料中多种残留溶剂的应用
Table 4 Application of GC in simultaneous determination of residual solvents in food and food packaging material

残留溶剂数量	样品	前处理方式	气相色谱柱	检测方法	参考文献
3 种有机溶剂(甲醇、乙醇和异丙醇)	豆粕	顶空	RTX-wax	HS-GC-FID	[54]
六号溶剂	食用植物油	顶空	HP-5	HS-GC-FID	[55]
六号溶剂(8 种有机溶剂)	食用植物油	顶空	Rtx-5	HS-GC-MS	[56]
9 种有机溶剂	食品添加剂	顶空	HP-5MS	HS-GC-MS	[57]
11 种有机溶剂	膳食补充剂	顶空	DB-FFAP	HS-GC-MS	[58]
57 种有机溶剂	蜂蜜	顶空	DB-624	HS-GC-MS	[59]
17 种有机溶剂	食品用纸容器	顶空	HP-INNOWAX	HS-GC-FID	[60]
20 种有机溶剂	食品包装纸	顶空	Supelco VOCOL	HS-GC-MS	[61]
16 种有机溶剂	餐垫纸	顶空	Agilent 19091N-136	HS-GC-MS	[62]
8 种有机溶剂	塑料包装: 牛奶百利包、方便面包装袋	顶空	Elite-VOC	HS-GC-MS	[63]
21 种有机溶剂	食品包装材料	顶空	HP-5	HS-GC-FID	[64]
17 种有机溶剂	食品包装用塑料复合膜	顶空	DB-FFAP	HS-GC-FID	[65]
12 种有机溶剂	复合食品包装袋	顶空	HP-INNOWAX	HS-GC-FID	[66]
15 种有机溶剂	食品包装材料	固相微萃取, 直接进样	DB-624	SPME-GC-FID	[67]
15 种有机溶剂	食品包装复合膜	顶空	DB-624	HS-GC-FID	[68]
31 种有机溶剂	食品接触材料	吹扫捕集	HP-VOC	P&T-GC-MS	[69]
13 种有机溶剂	食品包装用塑料复合膜袋	顶空	DB-FFAP	HS-GC-FID	[70]

留溶剂的控制更加完善，为食品的安全性监管提供有用工具和技术手段。

参考文献

- [1] 国家质量监督检验检疫总局. 国家质检总局组织“年货”食品抽查之食用植物油[EB/OL]. [2008-01-28]. http://www.aqsq.gov.cn/xxgk_13386/jlgg_12538/ccgg/20072008/200801/t20080128_314637.htm
General Administration of quality supervision, inspection and quarantine. The state quality inspection administration organization of edible vegetable oil sample of special purchases for the Spring Festival food [EB/OL]. [2008-01-28]. http://www.aqsq.gov.cn/xxgk_13386/jlgg_12538/ccgg/20072008/200801/t20080128_314637.htm
- [2] 国家质量监督检验检疫总局. 食品包装用塑料复合膜(袋)产品质量国家监督抽查质量公告[EB/OL]. [2007-05-08]. http://www.aqsq.gov.cn/xxgk_13386/jlgg_12538/ccgg/20072008/200705/t20070509_314716.htm
General Administration of quality supervision, inspection and quarantine. Quality supervision and inspection of plastic composite film (bag) product quality in food packaging [EB/OL]. [2007-05-08]. http://www.aqsq.gov.cn/xxgk_13386/jlgg_12538/ccgg/20072008/200705/t20070509_314716.htm
- [3] 兰莹莹, 孙洁. 阵痛与蜕变河北沧州市、东光县质监局服务塑包产业质量提升纪实[EB/OL]. [2015-09-11]. http://www.aqsq.gov.cn/zjxw/dfzjxw/dfftpxw/201509/t20150911_449284.htm
Lan YY, Sun J. Labor and metamorphosis-Quality record of service package industry of Dongguang County Bureau of quality supervision in Cangzhou city, Hebei [EB/OL]. [2015-09-11]. http://www.aqsq.gov.cn/zjxw/dfzjxw/dfftpxw/201509/t20150911_449284.htm
- [4] 国家质量监督检验检疫总局. 包装袋里的怪味真相调查[EB/OL]. [2016-10-29]. http://www.aqsq.gov.cn/ztlm/mzzlb/200610/t20061029_20016.htm
General Administration of quality supervision, inspection and quarantine. The investigation of strange smell in packing bag [EB/OL]. [2016-10-29]. http://www.aqsq.gov.cn/ztlm/mzzlb/200610/t20061029_20016.htm
- [5] 白璐, 廖林川, 颜有仪, 等. 挥发性有机溶剂的危害及滥用[J]. 法律与医学杂志, 2005, 12(2): 134-135.
Bai L, Liao LC, Yan YY, et al. VOS harm and abuse [J]. J Law Med, 2005, 12(2): 134-135.
- [6] 李弘韬, 杨敏, 万江陵, 等. 顶空固相微萃取-气相色谱法测定头孢匹胺钠中多种有机溶剂残留量[J]. 药物分析杂志, 2005, 25(1): 37-39.
Li HT, Yang M, Wan JL, et al. Determination of residual organic volatile solvents in cefpiramide sodium by headspace gas chromatography with solid-phase microextraction [J]. Chim J Pharm Anal, 2005, 25(1): 37-39.
- [7] 高芳, 李佳妮, 王建. GC 和 GC/MS 法分析替加环素中的 13 种残留溶剂[J]. 中国抗生素杂志, 2015, 40(11): 836-840.
Gao F, Li JN, Wang J. Analysis of thirteen residual organic solvents in tigecycline by GC and GC/MS [J]. Chin J Antibiot, 2015, 40(11): 836-840.
- [8] 陈平, 陆卫明. 吹扫捕集-GC/MS 联用同时测定水中 31 种挥发性有机物[J]. 中国卫生检验杂志, 2013, 23(5): 1096-1099.
Chen P, Lu WM. Determination of volatile organic compounds in water by gas chromatography mass spectrometry with purge and trap method [J]. Chin J Health Lab Technol, 2013, 23(5): 1096-1099.
- [9] 贾静, 李国傲. 热脱附-吹扫捕集-气相色谱质谱联用在大气挥发性有机物分析中的应用探索[J]. 分析试验室, 2012, 31(12): 61-65.
Jia J, Li GA. A application explorationdesorption-purge and trap-GC-MS analysis of volatile organic compounds in the atmosphere [J]. Chin J Anal Lab, 2012, 31(12): 61-65.
- [10] 达晶, 黄湘鹭, 王钢力, 等. 化妆品中挥发性有机溶剂的通用检测方法[J]. 色谱, 2014, 32(11): 1251-1259.
Da J, Huang XL, Wang GL, et al. Generic method for determination of volatile organic solvents in cosmetics [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 32(11): 1251-1259.
- [11] 魏琳琳. 顶空-气相色谱法测定食品用复合塑料包装袋中 23 种有机溶剂残留量[J]. 质量技术监督研究, 2012, 19(1): 21-23.
Wei LL. Determination of 23 kinds of solvent residues in plastic food packing material by headspace gas chromatography [J]. Qual Technol Superv Res, 2012, 19(1): 21-23.
- [12] 吴鸳鸯, 颜琳琦, 罗金文. 保健品固体制剂中 10 种残留溶剂 GC 分析及 GC-MS 确证[J]. 中国现代应用药学, 2014, 31(4): 465-469.
Wu YY, Yan LQ, Luo JW. Determination of 10 kinds of residual organic solvents in health food solid preparations by GC and its confirmation by GC-MS [J]. Chin J Mod Appl Pharm, 2014, 31(4): 465-469.
- [13] 张伟亚, 李英, 刘丽, 等. 顶空进样气质联用法测定涂料中 12 种卤代烃和苯系物[J]. 分析化学, 2003, 31(2): 212-216.
Zhang WY, Li Y, Liu L, et al. Determination of halohydrocarbons and benzoid compounds in paints by headspace gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2003, 31(2): 212-216.
- [14] 吕庆, 张庆, 康苏媛, 等. 顶空空气相色谱-质谱法测定玩具中的 10 种挥发性有机物[J]. 色谱, 2010, 28(8): 800-804.
Lu Q, Zhang Q, Kang SY, et al. Determination of 10 volatile organic compounds in toys by headspace gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2010, 28(8): 800-804.
- [15] European Commission. Framework Regulation 1935/2004/EC [DB/OL]. http://eur-lex.europa.eu/LexUriServ/site/en/oj/2004/1338/133820041113/en_00040017.pdf.
- [16] European Commission. Specific Directive 2002/72/EC [DB/OL]. <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/foodcontact/legisl list en.htm>
- [17] Provisional list of monomers and additives notified to European commission as substances which may be used in the manufacture of plastics or coatings intended to come into contact with foodstuffs (updated to June 2005) [DB/OL]. <http://europa.eu.int/comm/food/food/chemicalsafety/foodcontact/synoptic doc en.pdf>.
- [18] European Commission. Substances listed in EU directives on plastics in contact with food [DB/OL]. <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/foodcontact/eu substances en.pdf>.
- [19] Provisional list of additives used in plastics (updated 10/04/2008) [DB/OL]. <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/foodcontact/2008%2004%2010 provisional list additives used plastics.pdf>.
- [20] Substances listed in EU directives on plastics in contact with food (last update 10 April 2008) [DB/OL]. <http://ec.europa.eu/food/food/chemicalsafety/foodcontact/eu substances en.pdf>.
- [21] EN 13628-1-2002. Determination of residual solvents by static headspace gas chromatography-Part1: Absolutemethods [S].
- [22] EN 13628-2-2002. Solvents by static headspace gas chromatography-Part 2: Industrialmethods [S].
- [23] EN 14479-2004. Packaging-flexible packaging material-Determination of residual solvents by dynamic headspace gas chromatography: Absolute

- method [S].
- [24] ASTM F1884-2004. Standard test methods for determining residual solvents in packaging materials [S].
- [25] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standard Standard for uses of food additives [S].
- [26] 林飞, 罗飞亚. 正己烷的毒理学研究现状及风险评估[J]. 中国药事, 2013, 27(5): 525–529.
Lin F, Luo FY. Research progress and risk assessment of the toxicology of N-hexane [J]. Chin Pharm Aff, 2013, 27(5): 525–529.
- [27] Tehrany EA, Fournier F, Desobry S. Simple method to calculate partition coefficient of migrant in food simulant/polymer system [J]. J Food Eng, 2006, 77(1): 135–139.
- [28] Shahbazikhah P, Asadollahi-Baboli M, Khaksar R, et al. Predicting partition coefficients of migrants in food simulant/polymer systems using adaptive neuro-fuzzy inference system [J]. J Br Chem Soc, 2011, 22(8): 1446–1451.
- [29] 申松梅, 曹先仲, 宋艳辉, 等. 多环芳烃的性质及其危害[J]. 贵州化工, 2008, 33(3): 61–63.
Shen SM, Cao XZ, Song YH, et al. The nature and harm of polycyclic aromatic hydrocarbons [J]. Guizhou Chem, 2008, 33(3): 61–63.
- [30] 孟哲. 食品包装材料上油墨中残留烷基苯成分分析及其迁移性的GC-MS研究[J]. 高等学校化学学报, 2007, 28(6): 1039–1042.
Meng Z. Inks on food packaging material and residual benzene mobility component analysis by GC-MS research [J]. Chem J Chin Univ, 2007, 28(6): 1039–1042.
- [31] GB 2716-2005 食用植物油卫生标准[S].
GB 2716-2005 Hygienic standard for edible vegetable oil [S].
- [32] GB 14932. 1-2003 食用大豆粕卫生标准[S].
GB 14932. 1-2003 Hygienic standard for edible soybean meal [S].
- [33] GB 1534-2003 花生油[S].
GB 1534-2003 Peanut oil [S].
- [34] GB 1535-2003 大豆油[S].
GB 1535-2003 Soya bean oil [S].
- [35] GB 1536-2004 菜籽油[S].
GB 1536-2004 Rape seed [S].
- [36] GB 10464-2003 葵花籽油[S].
GB 10464-2003 Sunflower seed oil [S].
- [37] GB 19111-2003 玉米油[S].
GB 19111-2003 Maize oil [S].
- [38] GB 19112-2003 米糠油[S].
GB 19112-2003 Rice bran oil [S].
- [39] GB1537-2003 棉籽油[S].
GB1537-2003 Cottonseed oil [S].
- [40] GB8233-2008 芝麻油[S].
GB8233-2008 Sesameoil [S].
- [41] GB 23347-2009 橄榄油、油橄榄果渣油[S].
GB 23347-2009 Olive oil and olive-pomace oil [S].
- [42] 国家质量监督检验检疫总局. 关于印发《食品用包装、容器、工具等制品生产许可通则》及《食品用塑料包装、容器、工具等制品生产许可审查细则》的通知 [EB/OL]. [2006-11-07].
<http://www.sda.gov.cn/WS01/CL1617/91546.html>
- General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine.
- Circular on printing and distributing the general rules for the production of food packaging, containers, tools and other products and the detailed rules for the examination of the production license of food plastic packaging, containers, tools and other products [EB/OL]. [2006-11-07].
<http://www.sda.gov.cn/WS01/CL1617/91546.html>
- [43] GB/T 10004-2008 包装用塑料复合膜、袋 干法复合、挤出复合[S].
GB/T 10004-2008 Plastic laminated films and pouches for packaging-Dry lamination and extrusion lamination [S].
- [44] GB/T 18192-2008 液体食品无菌包装用纸基复合材料[S].
GB/T 18192-2008 Paper based laminated material using for aseptic packaging of liquid food [S].
- [45] GB/T 18706-2008 液体食品保鲜包装用纸基复合材料[S].
GB/T 18706-2008 Paper based laminated material for fresh-keeping packaging of liquid food [S].
- [46] QB/T 2024-2012 凹版塑料薄膜复合油墨[S].
QB/T 2024-2012 Gravure lamination ink for plastic film [S].
- [47] GB/T5009. 37-2003 食用植物油卫生标准的分析方法[S].
GB/T5009. 37-2003 Method for analysis of hygienic standard of edible oils [S].
- [48] GB/T 5009. 117-2003 食用豆粕卫生标准的分析方法[S].
GB/T 5009. 117-2003 Method for analysis of hygienic standard of edible soybean meal [S].
- [49] GB 5009. 262-2016 食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定[S].
GB 5009. 262-2016 National food safety standard Determination of residual solvent in foods [S].
- [50] QB/T 2929-2008 溶剂型油墨溶剂残留量限量及其测定方法[S].
QB/T 2929-2008 Limits and determination method of residual solvent in solvent based printing ink [S].
- [51] SN/T 0801. 23-2002 进出口动植物油及油脂溶剂残留量检验方法[S].
SN/T 0801. 23-2002 Animal and vegetable oils and fats for import and export method for the determination of residual solvents content [S].
- [52] SN/T 3180-2012 食品接触材料 高分子材料 塑料薄膜中残留溶剂的测定 气相色谱法[S].
SN/T 3180-2012 Food contact materials-Polymers-Determination of residual solvent in plastic film-Gas chromatography [S].
- [53] SN/T 4068-2014 食品接触材料 再生纤维素薄膜材料 涂层中溶剂残留量的测定 顶空-气相色谱/质谱法[S].
SN/T 4068-2014 Food contact materials-Regenerated cellulose film-Determination of solvent residue in coating-Headspace-gas chromatography-mass spectrometry [S].
- [54] 董晓丽, 孙娟, 张妍, 等. 顶空气相色谱法测定豆粕中残留溶剂研究 [J]. 中国油料作物学报, 2013, 35(4) : 436–440.
Dong XL, Sun J, Zhang Y, et al. Detection of residual solvent of soybean meal by headspace gas chromatography [J]. Chin J Oil Crop Sci, 2013, 35(4): 436–440.
- [55] 章晴, 陈士恒, 高丁, 等. 顶空-气相色谱法测定食用植物油中溶剂残留的方法研究[J]. 分析测试技术与仪器, 2015, 21(4): 225–230.
Zhang Q, Chen SH, Gao D, et al. Study on determination of residual solvent in edible vegetable oils by headspace-gas chromatography [J]. Anal Test Technol Instrum, 2015, 21(4): 225–230.
- [56] 王姣姣, 王宏磊, 舒凤. HS-GC-MS 测定食用植物油中残留溶剂的主要成分[J]. 广东化工, 2016, 43(9): 220–222.
Wang JJ, Wang HL, Shu F. Research on determination of residual solvents

- in edible vegetable oils by HS-GC-MS [J]. Guangdong Chem Ind, 2016, 43(9): 220–222.
- [57] 洪华, 王莉, 武中平, 等. 静态顶空气相色谱-质谱联用法同时测定食品添加剂中9种有机溶剂残留[J]. 食品科学, 2014, 35(18): 167–171.
Hong H, Wang Li, Wu ZP, et al. Simultaneous determination of 9 residual organic solvents in food additives by static headspace gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2014, 35(18): 167–171.
- [58] Hwa ML, Ji ES, Young MJ, et al. Analytical method development and monitoring of residual solvents in dietary supplements [J]. Korean J Food Sci Technol, 2010, 42(4): 390–397.
- [59] 刘永明, 葛娜, 王飞, 等. 顶空气相色谱-质谱法同时测定蜂蜜中57种挥发性有机溶剂残留[J]. 色谱, 2012, 30(8): 782–791.
Liu YM, Ge N, Wang F, et al. Simultaneous determination of 57 volatile organic solvents in honey by headspace gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2012, 30(8): 782–791.
- [60] 王美华, 屠璐, 沈之丞, 等. 食品用纸包装容器中17种残留溶剂的测定研究[J]. 包装工程, 2014, 35(1): 13–17.
Wang MH, Tu Y, Shen ZC, et al. Determination of 17 residual solvents in paper packages and containers for food [J]. Packag Eng, 2014, 35(1): 13–17.
- [61] 朱瑞芝, 刘凌璇, 刘志华, 等. 不同印刷食品包装纸溶剂残留量及与存放时间相关性研究[J]. 分析化学, 2015, 43(5): 723–728.
Zhu RZ, Liu LX, Liu ZH, et al. Correlation of solvent residues and storing time of different printing food packaging papers [J]. Chin J Anal Chem, 2015, 43(5): 723–728.
- [62] 肖原, 邵宇政, 马海东. 顶空-气相色谱/质谱法测定餐垫纸中16种挥发性有机物残留[J]. 化学分析计量, 2014, 23(4): 23–26.
Xiao Y, Shao YZ, Ma HD. Determination of 16 kinds volatile organic compounds in paper placemats by headspace-gas chromatography/mass spectrometry [J]. Chem Anal Meterage, 2014, 23(4): 23–26.
- [63] 于江, 马庭瑞. HS-GC/MS法检测食品塑料包装中的挥发性有机物[J]. 包装工程, 2009, 6: 30–31.
Yu J, Ma TR. Determination of VOCs in the plastic food package by HS-GC/MS [J]. Packag Eng, 2009, 06: 30–31.
- [64] 张智力, 许超, 张静, 等. 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, 42(11): 104–108.
Zhang ZL, Xu C, Zhang J, et al. Determination of 21 kinds of organic residual solvents in food packaging materials by headspace gas chromatography [J]. Plastic Sci Technol, 2014, 42(11): 104–108.
- [65] 刘钊, 万富, 陈红军, 等. 顶空气相色谱法测定食品包装用复合塑料膜中有机溶剂残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2013, 49: 824–830.
Liu Z, Wan F, Chen HJ, et al. Head-space-gas determination of residual amounts of organic solvents in composite plastic membrane for food packaging [J]. Phy Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2013, 49: 824–830.
- [66] 赵文良, 巩余禾. 顶空气相色谱法测定复合食品包装袋的溶剂残留[J]. 中国卫生检验杂志, 2008, 18(12): 2540–2542.
Zhao WL, Gong YH. Determination of residual organic solvents in composite laminated food packaging bag by head-space gas chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2008, 18(12): 2540–2542.
- [67] 秦金平, 高俊伟, 徐春祥, 等. 固相微萃取-气相色谱法测定食品包装材料中残留有机溶剂[J]. 理化检验-化学分册, 2010, 46(3): 260–262, 265.
Qin JP, Gao JW, Xu CX, et al. GC determination of residual organic solvents in food packaging materials with solid phase microextraction [J]. Phy Test Chem Anal (Part B: Chem Anal), 2010, 46(3): 260–262, 265.
- [68] 徐春祥, 杨洋, 高俊伟. 食品包装复合膜中15种溶剂残留的同时测定方法[J]. 食品科学, 2008, 29(9): 496–498.
Xu CX, Yang Y, Gao JW. Simultaneous determination of 15 kinds of residual organic solvents in laminated films used for food packages by head-space gas chromatography [J]. Food Sci, 2008, 29(9): 496–498.
- [69] 许华, 张经华, 陈舜琼, 等. 吹扫捕集-GC/MS法分析食品接触材料中的挥发性有机物[J]. 现代科学仪器, 2008, (1): 85–86.
Xu H, Zhang JH, Chen SZ, et al. Analysis of volatile organic compounds of materials in contact with food by purge & trap-GC/MS technique [J]. Mod Sci Instrum, 2008, (1): 85–86.
- [70] 何浩, 唐爱东, 陈红军, 等. 食品包装用塑料复合膜袋中13种有机溶剂残留量的测定[J]. 福建分析测试, 2012, 21(2): 19–22.
He H, Tang AD, Chen HJ, et al. Determination of thirteen kinds of solvent residues in food packaging plastic materials [J]. Fujian Anal Test, 2012, 21(2): 19–22.

(责任编辑: 姜 姗)

作者简介



高家敏, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: gaojiamin@nifdc.org.cn



曹进, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: caojin@gmail.com

丁宏, 主任药师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: dinghong@nifdc.org.cn