

电感耦合等离子体质谱法测定烘焙纸中 13 种元素含量及迁移情况研究

钱荣敬*, 赵金尧, 文 明, 刘红梅

(湖南省产商品质量监督检验研究院, 长沙 410007)

摘 要: **目的** 建立电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)测定烘焙纸中 13 种元素的方法, 分析 13 种元素在几种模拟液中的迁移情况。**方法** 将 13 种元素单标标准溶液, 用 4%乙酸逐级稀释, 配制成不同浓度的混合标准溶液, 按照选定的仪器工作条件进行上机分析, 绘制标准工作曲线。对 13 种元素分别进行高、中、低 3 个浓度水平的加标回收实验, 计算回收率和精密度。检测 20 个烘焙纸样品的 13 种元素含量, 分别采用 4%乙酸、10%乙醇和异辛烷作为迁移模拟液, 在一定条件下对烘焙纸进行迁移实验, 测定元素的迁移量。**结果** 该方法线性范围为 0.2~200 $\mu\text{g/L}$, 相关系数均 > 0.999 、检出限 0.0002~0.055 mg/kg 。加标回收率在 82.6%~116.9%之间, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)1.6%~4.3%, 烘焙纸中铝、钡、铜 3 种元素含量较高, 尤其是铝元素, 平均含量为 559 mg/kg ; 元素在 3 种迁移模拟液中迁移量的大小顺序为 4%乙酸 $>$ 10%乙醇 $>$ 异辛烷, 在 4%乙酸中锂的最大迁移量可高达 94.4%, 在 10%乙醇中迁移量最大的是钴元素, 迁移量 40.9%, 在异辛烷中迁移量最大的是铬元素, 迁移量 6.9%。**结论** ICP-MS 法测定烘焙纸中 13 种元素, 具有线性范围宽、灵敏度高优点, 该法适用于烘焙纸等食品接触用纸中多元素的检测分析。各元素在酸性食品模拟液 4%乙酸中更易迁移, 在油性食品模拟液异辛烷中迁移最小, 说明烘焙纸接触油脂类食品时, 元素迁移的风险较低。

关键词: 电感耦合等离子体质谱法; 烘焙纸; 元素; 迁移

Determination of 13 elements of in baking paper by inductively coupled plasma mass spectrometry and study on the migration situation

QIAN Rong-Jing*, ZHAO Jin-Yao, WEN Ming, LIU Hong-Mei

(Hunan Quality Supervision and Inspection Institute, Changsha 410007, China)

ABSTRACT: **Objective** To establish a method for the determination of 13 elements in baking paper by inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS), and analyze the migration of 13 elements in several simulated liquids. **Methods** The 13 elements standard solutions were diluted sequentially with 4% acetic acid to prepare mixed standard solution with different concentration. The standard working curve was drawn according to the selected working conditions. The recoveries and precisions of 13 elements were calculated by standard recovery tests at high, medium and low concentrations respectively. The content of 13 elements in 20 baking paper samples

基金项目: 湖南省市场监管局科技计划项目(2019KJJH08)

Fund: Supported by the Science and Technology Plan of Hunan Market Supervision Bureau Program (2019KJJH08)

*通信作者: 钱荣敬, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品接触材料的质量与安全。E-mail: 315175006@qq.com

*Corresponding author: QIAN Rong-Jing, Master, Engineer, 198 Lixiang East Road, Economic and Technological Development Zone, Changsha 410007, China. E-mail: 315175006@qq.com

was tested. The 4% acetic acid, 10% ethanol and isooctane were used as the migration simulation solution respectively. The migration test of elements in baking paper was carried out under certain conditions, and the migration of elements was determined. **Results** The linear range of the method was 0.2–200 $\mu\text{g/L}$, the correlation coefficient was greater than 0.999, and the detection limit was 0.0002–0.055 mg/kg. The standard recovery rates were 82.6%–116.9% and relative standard deviations (RSDs) were 1.6%–4.3%. The content of aluminum, barium and copper in baking paper were relatively high, especially aluminum, with an average content of 559 mg/kg. The order of element migration in the 3 migration simulation fluids was 4% acetic acid>10% ethanol>isooctane, the maximum migration of lithium in 4% acetic acid could be as high as 94.4%, the maximum migration of cobalt in 10% ethanol was 40.9%, and the maximum migration of chromium in isooctane was 6.9%. **Conclusion** ICP-MS method has the advantages of wide linear range and high sensitivity for the determination of 13 elements in baking paper, and it is suitable for the determination and analysis of element content and migration in baking paper. The migration of elements in acid food simulant 4% acetic acid is easier than that in oily food simulant isooctane, which indicates that the risk of element migration is lower when baking paper contacts oily food.

KEY WORDS: inductively coupled plasma mass spectrometry; baking paper; element; migration

0 引言

烘焙纸是一种食品用纸,俗称硅油纸,因其具有良好的剥离性、防油性、耐温性,广泛应用于食品加工与包装。根据其主要用途,烘焙纸主要分为烧烤及烤箱垫纸、蒸笼垫纸、食品包装、蛋糕杯等^[1]。近年来,我国烘焙业保持着每年10%以上的增长速度,专家预测,未来20年,烘焙市场仍将保持持续发展的态势,二三线城市烘焙市场容量的增长速度可接近30%^[2]。随着国内烘焙业的发展,烘焙纸的使用量也越来越多,然而,我国烘焙纸生产起步较晚,产品的质量和食品安全还不被国际市场认可,市面上烘焙纸的质量良莠不齐。

我国目前没有烘焙纸产品标准,作为食品接触用纸,烘焙纸应符合GB 4806.8—2016《食品安全国家标准 食品接触用纸和纸板材料及制品》^[3]。该标准对食品接触用纸中铅、砷2种元素的残留量进行了限定,分别是铅 $\leq 3.0 \text{ mg/kg}$,砷 $\leq 1.0 \text{ mg/kg}$ 。国际上,2017年欧盟食品接触的塑料制品法规(EU)10/2011的修订法规(EU)2017/752^[4],对铝、镍等9种元素的特定迁移进行了限定,分别是铝 1.0 mg/kg 、镍 0.02 mg/kg 、铁 48 mg/kg 、钡 1.0 mg/kg 、锂 0.6 mg/kg 、钴 0.05 mg/kg 、锰 0.6 mg/kg 、铜 5.0 mg/kg 、锌 5.0 mg/kg 。

近年来,食品接触用纸中元素的测定备受研究者青睐^[5–7],彭湘莲^[8]以食品纸塑复合包装材料为研究对象,针对其中的铅、铬、六价铬和汞进行了检验方法的优化,并进行了常规条件下以上元素向食品模拟物迁移行为的研究。禄春强等^[9]建立了一种电感耦合等离子体质谱法测定食品包装纸中9种元素含量的方法。应用该方法检测了十几种常见的食品接触用纸中的元素含量,结果显示,除

铅、砷外,其他7种元素有5种检出,最大检出量分别是铬 4.34 mg/kg 、锰 47.4 mg/kg 、铜 44.9 mg/kg 、锌 70.2 mg/kg 、镍 2.88 mg/kg 。

FORDHAM等^[10–11]建立了一种电感耦合等离子体质谱法测定了食品接触塑料中镁、铝、镉等11种元素的方法,并研究了其在橄榄油、3%乙酸、15%乙醇3种食品模拟物中的迁移情况。结果显示,元素在3%乙酸中有移量,如聚苯乙烯(PP)中的铅 $650 \mu\text{g/kg}$ 、聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)中的锑 $4 \mu\text{g/kg}$ 以及丙烯腈/丁二烯/苯乙烯共聚物中的镁 $50 \mu\text{g/kg}$ 。

2019年,广州质量监督检测研究院对全国范围内50批次烘焙纸及制品开展了风险监测^[12],监测了芳香胺、丙烯酰胺、镉、铬、汞迁移量。结果显示:50批次产品芳香胺迁移量、丙烯酰胺迁移量均未检出,汞、镉、铬均有不同程度的检出。可以看出,烘焙纸中铅、砷、其他元素都值得关注,相比残留量,有害元素的迁移直接影响食品的质量安全。

本研究根据电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)高通量、高灵敏度的特点,建立一种同时测试烘焙纸中多元素的分析方法,探讨实际使用过程中有害元素的迁移规律,为深入了解烘焙纸的安全性提供技术支撑。

1 材料与方法

1.1 仪器及试剂

NexION1000 电感耦合等离子体质谱仪(美国PerkinElmer公司);SHA-C水浴恒温振荡器(常州国宇仪器制造有限公司)。

元素标准储备液:铝(编号GSBG62006-90)、砷(编号GSBG62027-90)、钡(编号GSBG62046-90)、铍(编号GSBG62002-90)、镉(编号GSBG62040-90)、铬(编号

GSBG62017-90)、钴(编号 GSBG62021-90)、铜(编号 GSBG62024-90)、锂(编号 GSBG62001-90)、锰(编号 GSBG62019-90)、镍(编号 GSBG62022-90)、铅(编号 GSBG62071-90)、铈(编号 GSBG62043-90)。元素储备液浓度: 铈 500 μg/mL, 其他元素 1000 μg/mL, 来自钢铁研究总院国家钢铁材料测试中心。

高纯氩气(纯度大于 99.99%, 长沙日臻气体有限公司); 实验用水为超纯水(电阻率 18.25 MΩ·cm, 美国 Millipore 公司); 硝酸、冰醋酸、无水乙醇、异辛烷(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

(1)迁移模拟液的制备: 4%乙酸: 40 mL 冰醋酸置于 1000 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度; 10%乙醇: 100 mL 无水乙醇置于 1000 mL 容量瓶中, 用水定容至刻度; 异辛烷无需稀释处理。

(2)元素含量的测定: 随机选取烘焙纸样品 0.3 g 剪碎, 加 10 mL 浓硝酸, 在电热板上消解至无色或淡黄色, 赶酸至近干, 用 4%乙酸定容至 50 mL, 上机测试烘焙纸中元素的含量。

(3)迁移量的测定: 根据烘焙纸使用过程中可能接触到的食品类型, 选择 4%乙酸、10%乙醇、异辛烷作为食品

模拟液。取 0.5 g 烘焙纸样品剪成 5 mm×5 mm 的纸片, 将纸片装入 50 mL 的具塞三角烧瓶, 加入 20 mL 迁移模拟液, 振荡使样品得到充分浸湿, 然后将三角烧瓶置于水浴恒温振荡器中振荡处理, 一定时间后取出冷却, 10%乙醇和异辛烷的迁移浸泡液经蒸干、消解后, 过 0.45 μm 滤膜, 用 4%乙酸定容至 25 mL 上机, 4%乙酸的迁移浸泡液直接过滤定容。具体处理步骤见图 1, 同时进行试剂空白实验。

精密性与回收率: 按照 GB/T 6379.2—2004《测量方法与结果的准确度 第 2 部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法》^[13]和 GB/T 6379.4—2016《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第四部分: 确定标准测量方法正确度的基本方法》^[14]中的基本原则考察上述元素含量测定方法的精密度和准确度。具体实验方法如下: 取烘焙纸样品 0.3 g, 加入 13 种元素的标准溶液中间液, 加标量如表 1 所示, 进行高、中、低 3 个水平的加标回收实验, 每个水平做 7 个平行, 计算加标回收率和精密度。

1.2.2 仪器工作条件

电感耦合等离子体质谱仪的工作条件: 射频功率 1100 W; 载气流量 1.0 L/min, 冷却气流量 14.0 L/min, 辅助气流量 0.8 L/min, 驻留时间 0.02 s, 动能歧视模式(kinetic energy discrimination, KED)测定, 内标校正元素锗(Ge)、铑(Rh)、铼(Re)。

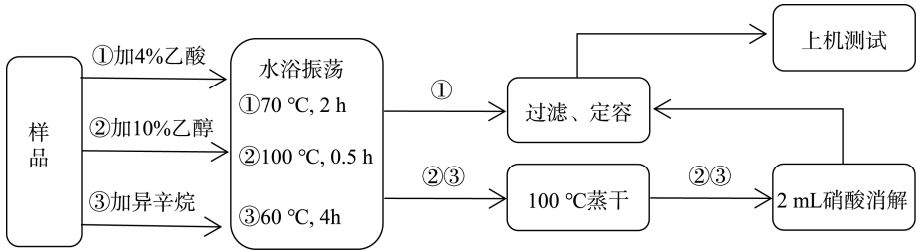


图 1 迁移实验步骤
Fig.1 Migration test procedure

表 1 各元素加标浓度 Table 1 Standard addition of each element			
元素	低水平加标量 /(mg/kg)	中间水平加标 量/(mg/kg)	高水平加标量 /(mg/kg)
锂	0.2	0.5	2.5
铍	0.2	0.5	2.5
铝	1.0	2.5	12.5
铬	1.0	2.5	12.5
锰	1.0	2.5	12.5
钴	0.2	0.5	2.5

表 1(续)			
元素	低水平加标量 /(mg/kg)	中间水平加标 量/(mg/kg)	高水平加标量 /(mg/kg)
镍	0.2	0.5	2.5
铜	1.0	2.5	12.5
砷	0.2	0.5	2.5
镉	0.2	0.5	2.5
铈	1.0	2.5	12.5
钡	1.0	2.5	12.5
铅	0.2	0.5	2.5

1.2.3 标准曲线的绘制

将元素单标标准溶液, 用 4%乙酸逐级稀释, 配制不同浓度的混合标准溶液, 锂、铍、钴、镍、砷、镉、铅元素标准溶液系列浓度分别为 0、0.2、1.0、4.0、10.0、40 μg/L, 铝、铬、铜、钡、锑、锰元素标准溶液系列浓度分别为 0、1.0、5.0、20、50、200 μg/L。按照选定的仪器工作条件, 依次将混合标准溶液上机进行分析, 以浓度 (X, μg/L) 为横坐标, 各元素的信号强度 Y(signal strength, CPS) 为纵坐标, 绘制标准工作曲线。

2 结果与分析

2.1 标准曲线

根据 1.2.3 所述方法绘制标准曲线, 各元素的线性方程如表 2, 重复测定空白溶液 11 次, 取 3 倍标准偏差所对应的质量浓度为检出限, 按照样品质量和定容体积计算出方法检出限, 结果见表 2。由表 2 可以看出, 该方法线性范围宽(0.2~200 μg/L), 灵敏度高, 相关系数均大于 0.999, 方法检出限为 0.0002~0.055 mg/kg, 满足检测的要求。

2.2 精密度与回收率

对样品进行高、中、低三水平的加标实验, 计算本方法的精密度和回收率, 结果见表 3。由表 3 可知, 各元素的加标回收率在 82.6%~116.9%之间, 相对标准偏差(relative

standard deviation, RSD) 为 1.6%~4.3%, 符合 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》^[15] 的规定, 说明该方法是准确可靠的。

2.3 元素在几种模拟液中的迁移

2.3.1 样品含量

测定了 20 个烘焙纸样品中 13 种元素的含量, 结果见表 4。从元素平均含量来看, 铝、钡、铜的平均含量较高, 分别为 559、27.7、13.3 mg/kg; 铅、镉、铍的平均含量较低, 分别为 0.14、0.11、0.11 mg/kg。从样品中元素总量来看, 含量最高的 3 个样品分别是 1 号、2 号、5 号, 分别为 1300、1437、1407 mg/kg, 含量最低的 3 个样品是 15 号、16 号、17 号, 分别为 136、105、87.2 mg/kg。值得关注的是, 铝含量普遍较高, 20 个样品中有 5 个在 1000 mg/kg 以上, 6 个样品铝含量在 500~1000 mg/kg 之间。

2.3.2 迁移量

将每个样品中 13 个元素的含量相加, 计算出元素总量, 选择元素总量相对较高的 1~6 号样品进行迁移实验, 以样品中元素含量为分母, 迁移出的元素量为分子, 计算迁移出元素的百分比, 即迁移量。6 个样品的迁移量结果见表 5。为更直观的分析, 将每个样品中各元素在 3 种模拟液中的迁移量数据绘制折线图, 如图 2。

表 2 线性参数和检出限(n=11)
Table 2 Linear parameters and detection limits (n=11)

元素	线性范围/(μg/L)	线性方程	相关系数 r	检出限/(μg/L)	方法检出限/(mg/kg)
锂	0.2~40	Y=0.006X+0.001	0.9999	0.016	0.003
铍	0.2~40	Y=0.002X+0.000	0.9999	0.0012	0.0002
铝	1.0~200	Y=0.005X+0.008	0.9999	0.035	0.006
铬	1.0~200	Y=0.032X+0.252	0.9991	0.33	0.055
锰	1.0~200	Y=0.029X+0.060	0.9996	0.016	0.003
钴	0.2~40	Y=0.048X+0.008	0.9999	0.0016	0.0003
镍	0.2~40	Y=0.012X+0.001	0.9999	0.045	0.007
铜	1.0~200	Y=0.029X+0.058	0.9996	0.0040	0.0007
砷	0.2~40	Y=0.013X+0.001	0.9999	0.0099	0.002
镉	0.2~40	Y=0.008X+0.001	0.9999	0.0032	0.0005
锑	1.0~200	Y=0.024X+0.051	0.9995	0.0028	0.0005
钡	1.0~200	Y=0.054X+0.099	0.9998	0.086	0.014
铅	0.2~40	Y=0.085X+0.013	0.9999	0.0087	0.002

表 3 准确度 and 精密度实验结果
Table 3 Accuracy and precision results

元素	本底浓度/(mg/kg)	加标实验(低水平)		加标实验(中间水平)		加标实验(高水平)	
		回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
锂	0.11	86.2~96.7	3.5	98.2~104.4	2.6	107.0~115.9	3.3
铍	0.01	91.5~101.8	2.8	98.6~101.5	3.2	106.6~116.9	2.6
铝	7.00	93.2~105.8	3.4	95.7~104.3	3.5	92.5~110.9	3.1
铬	0.11	83.1~98.8	2.1	86.0~101.6	2.5	92.3~101.6	2.4
锰	0.98	82.6~93.5	4.2	88.5~94.6	3.8	86.9~98.4	3.2
钴	0.01	84.0~93.5	3.1	88.0~90.9	2.9	89.4~96.9	2.4
镍	0.44	94.3~102.8	2.6	87.1~96.4	2.8	89.4~96.6	2.5
铜	1.26	85.0~96.3	2.7	85.6~105.8	4.1	92.2~98.2	2.9
砷	0.07	85.6~103.8	3.5	86.9~95.1	2.5	87.0~95.9	3.7
镉	0.02	86.9~101.2	1.6	88.7~102.3	1.8	89.7~103.4	2.1
锑	0.02	91.5~107.1	4.3	89.8~105.2	3.2	87.9~104.6	3.5
钡	0.55	91.5~102.9	2.1	86.7~101.5	2.5	94.5~101.9	2.8
铅	1.42	86.7~98.5	3.0	85.3~96.4	2.7	87.5~101.2	2.9

表 4 烘焙纸样品中元素的含量
Table 4 The content of elements in a sample of baking paper

样品编号	各元素的含量/(mg/kg)													
	锂	铍	铝	铬	锰	钴	镍	铜	砷	镉	锑	钡	铅	总量
1	0.57	0.14	1273	3.78	8.54	1.61	1.28	6.87	0.37	0.11	0.12	3.12	0.39	1300
2	0.90	0.15	1371	2.11	5.36	0.29	0.89	49.5	0.19	0.11	0.24	6.53	0.07	1437
3	0.29	0.12	1112	1.50	3.07	0.32	0.57	5.07	0.24	0.12	4.85	3.53	0.08	1132
4	0.36	0.11	515	2.03	3.56	0.68	0.74	15.9	0.21	0.10	0.13	9.53	0.03	548
5	0.21	0.13	1096	2.06	7.09	0.44	0.84	12.3	0.18	0.12	0.19	287	0.47	1407
6	0.39	0.13	1213	1.92	1.52	0.42	0.77	10.0	0.19	0.11	0.13	61.5	0.10	1290
7	0.17	0.10	297	5.93	3.77	0.65	2.69	49.5	0.44	0.11	0.15	34.9	0.07	395
8	0.14	0.11	697	6.42	3.23	0.43	1.93	19.8	0.29	0.11	0.12	15.6	0.22	745
9	0.31	0.11	319	3.65	6.36	0.44	1.15	5.06	0.30	0.14	0.12	14.9	0.41	352
10	0.32	0.11	173	3.98	4.37	0.58	1.51	6.73	0.36	0.12	0.10	8.64	0.12	200
11	0.19	0.10	253	2.00	4.53	0.30	0.86	6.30	0.23	0.13	0.13	9.79	0.27	278
12	0.17	0.11	146	1.46	4.40	0.52	0.61	2.64	0.49	0.11	21.5	4.15	0.00	182
13	0.24	0.11	519	3.06	2.09	0.32	1.17	8.72	0.32	0.11	0.17	8.61	0.05	544
14	0.24	0.11	117	5.51	4.40	0.51	2.16	8.05	0.41	0.13	0.16	9.50	0.20	148
15	0.17	0.11	110	7.20	5.02	1.30	2.65	5.47	0.44	0.11	0.16	3.49	0.00	136
16	0.15	0.11	68.7	6.59	3.88	0.89	2.68	17.8	0.41	0.11	0.14	3.07	0.05	105
17	0.14	0.10	40.5	2.10	4.69	0.27	0.81	13.8	0.15	0.10	0.12	24.5	0.00	87.2
18	0.17	0.11	995	5.31	2.73	0.55	2.16	9.91	0.34	0.11	0.14	32.9	0.04	1049
19	0.17	0.10	502	12.07	2.89	0.69	3.57	7.59	0.65	0.10	0.16	10.8	0.00	541
20	0.24	0.12	376	2.93	3.05	0.51	1.09	5.01	0.27	0.11	0.14	2.27	0.13	392
平均值	0.3	0.11	559	4.1	4.2	0.6	1.5	13.3	0.3	0.11	1.4	27.7	0.14	1300

表 5 样品中 13 种元素在 3 种模拟液中的迁移量
Table 5 13 elements' migration rate in 3 simulated fluids

样品号	迁移液	各元素的迁移量/%												
		锂	铍	铝	铬	锰	钴	镍	铜	砷	镉	锑	钡	铅
1 号	10%乙醇	20.8	0.8	3.4	7.9	2.8	4.9	12.0	1.3	2.2	1.3	18.8	9.5	2.4
	4%乙酸	35.8	44.5	76.2	13.8	13.2	47.0	21.2	7.0	20.2	17.3	45.5	76.4	74.0
	异辛烷	1.0	0.8	1.1	2.1	0.2	0.1	0.9	2.1	0.1	0.6	6.1	1.1	1.8
2 号	10%乙醇	12.8	0.8	2.6	17.7	1.2	4.1	11.7	0.0	10.0	2.3	19.2	6.3	7.2
	4%乙酸	33.4	40.4	80.8	12.1	23.1	20.4	27.6	1.5	23.6	23.6	4.9	55.9	63.1
	异辛烷	1.2	0.0	0.8	4.7	0.9	0.8	0.7	0.3	0.6	0.5	0.0	0.4	1.9
3 号	10%乙醇	28.4	1.0	4.1	13.2	2.1	31.6	13.1	2.4	7.9	4.9	0.5	12.0	6.1
	4%乙酸	35.2	9.7	72.1	13.5	8.9	73.1	41.8	20.0	13.0	57.5	0.1	67.2	57.6
	异辛烷	0.2	2.0	1.1	6.9	0.8	0.5	1.6	1.2	0.9	0.3	0.1	0.7	1.4
4 号	10%乙醇	28.4	1.0	4.1	13.2	2.1	31.6	13.1	2.4	7.9	4.9	0.5	12.0	6.1
	4%乙酸	35.2	9.7	72.1	13.5	8.9	73.1	41.8	20.0	13.0	57.5	0.1	67.2	57.6
	异辛烷	0.2	2.0	1.1	6.9	0.8	0.5	1.6	1.2	0.9	0.3	0.1	0.7	1.4
5 号	10%乙醇	37.5	4.5	2.3	6.9	3.5	40.9	5.5	0.8	2.8	1.1	18.7	0.1	1.8
	4%乙酸	94.4	18.6	86.9	16.4	25.4	82.8	11.2	1.9	7.8	11.8	61.8	21.8	36.9
	异辛烷	0.3	1.9	0.3	2.6	1.5	0.7	0.9	1.3	0.8	0.2	3.3	0.0	1.3
6 号	10%乙醇	11.7	1.1	9.2	2.4	2.3	1.6	4.6	1.1	2.9	0.4	5.8	0.8	25.4
	4%乙酸	20.2	4.4	49.3	12.3	8.6	3.0	5.2	2.7	7.0	1.4	8.6	72.2	31.4
	异辛烷	0.1	0.4	0.7	0.5	0.9	0.4	1.0	0.3	0.1	0.1	1.6	0.1	1.4

从迁移液种类来看,元素在 4%乙酸中的迁移量最大,迁移量在 20%以上的有 45 个,占比为 57.7%;迁移量在 50%以上的有 28 个,占比为 28.2%,最大值是 5 号样品的锂迁移量,达到 94.4%,最小值是 3 号样品的锑迁移量,为 0.1%。元素在 10%乙醇中有一定程度的迁移,但迁移量普遍低于 4%乙酸,仅有 10.3%的样品迁移量在 20%以上,迁移量在 10%以上的样品占 29.5%,最大值是 5 号样品的钴迁移量,为 40.9%,元素在异辛烷中的迁移量最小,97.4%的样品迁移量在 5%以下,最大值是 4 号样品的铬迁移量,为 6.9%。

从元素类别来看,铝、钴、钡元素的迁移量较大,6 个样品中铝、钴、钡元素在 4%乙酸中的平均迁移量分别为 72.2%、50.5%、60.1%。铬、锰、铜、砷几种元素的迁移量较低,6 个样品中铬、锰、铜、砷在 4%乙酸模拟液中的

平均迁移量分别为 13.6%、14.7%、8.8%、14.1%。

3 结论与讨论

本研究建立了电感耦合等离子体质谱法测定烘焙纸中 13 种元素含量的分析方法。该方法准确、快速、检出限低,在 0.2~200 μg/L 范围内,相关系数均大于 0.999,线性关系良好。加标回收率在 82.6%~116.9%之间,RSD 为 1.6%~4.3%,符合检测的要求,适用于食品接触用纸中多种元素的测定。运用该方法对 20 个烘焙纸样品进行检测,分析了各元素在 3 种迁移模拟液中的迁移情况,结果发现元素在 3 种迁移模拟液中迁移量的大小顺序为 4%乙酸>10%乙醇>异辛烷,迁移的风险较低。本研究为综合了解烘焙纸的质量安全提供了一定依据。

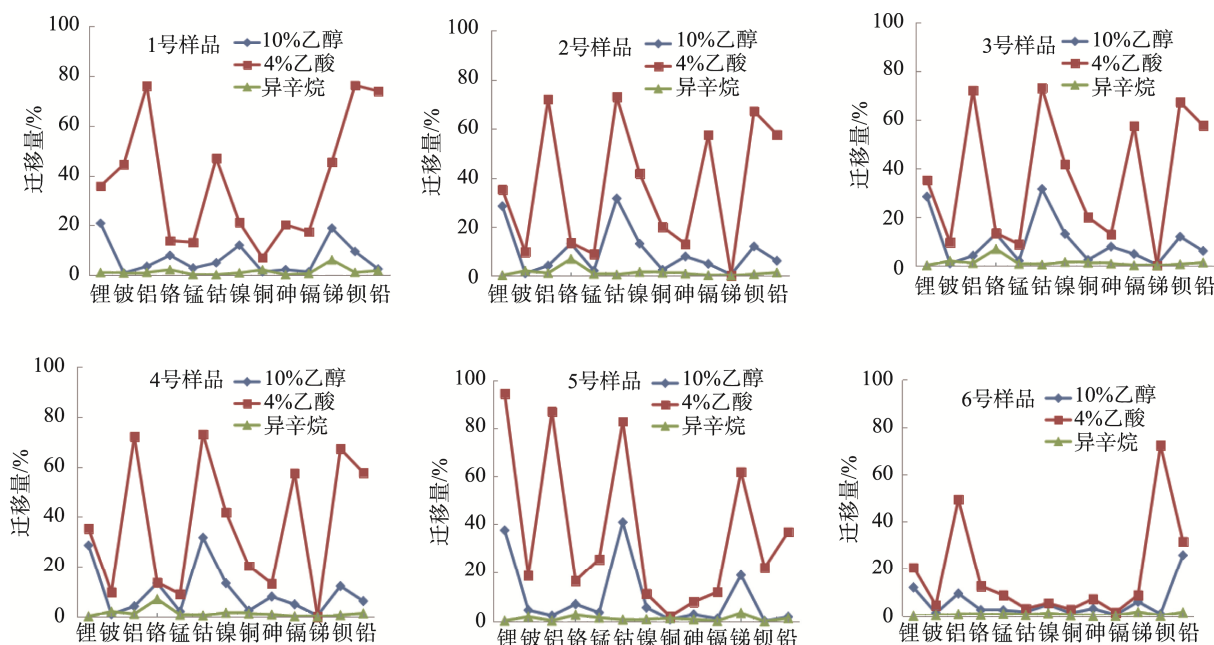


图2 迁移实验结果
Fig.2 Migration test results

参考文献

- [1] 李政, 刘文, 刘群华. 烘焙纸的特性及研究进展[J]. 中国造纸, 2016, 35(11): 52-57.
LI Z, LIU W, LIU QH. Characteristics and research progress of baking paper [J]. Chin Paper, 2016, 35(11): 52-57.
- [2] 曲彤旭, 姚薇. 中国烘焙行业发展趋势展望[J]. 食品安全导刊, 2015, 12: 43-45.
QU TX, YAO W. Development trend of baking industry in China [J]. Chin Food Saf Magaz, 2015, 12: 43-45.
- [3] GB 4806.8—2016 食品安全国家标准 食品接触用纸和纸板材料及制品[S].
GB 4806.8—2016 National food safety standard-Paper and paperboard materials and products for food contact [S].
- [4] Commission Regulation (EU) 2017/752. Amending and correcting Regulation (EU) No 10/2011 on plastic materials and articles intended to come into contact with food[Z].
- [5] 杨友聪, 张旺, 路辅勤, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定食品用纸制品中 6 种重金属的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(22): 7616-7620.
YANG YC, ZHANG W, LU FQ, et al. Determination of 6 heavy metals in food paper products by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(22): 7616-7620.
- [6] 黄杰. 纸质食品接触材料中常见重金属检测方法研究[D]. 青岛: 中国海洋大学, 2012.
HUANG J. Study on detection methods of common heavy metals in paper food contact materials [D]. Qingdao: Ocean University of China, 2012.
- [7] 李媛, 贾留千, 李思阳. 微波消解/ICP-MS 法测定乳制品纸铝塑包装中重金属[J]. 食品研究与开发, 2017, 38(4): 154-157.
LI Y, JIA SQ, LI SY. Determination of heavy metals in paper aluminum-plastic packaging for dairy products by microwave digestion/ICP-MS method [J]. Food Res Dev, 2017, 38(4): 154-157.
- [8] 彭湘莲. 食品纸塑复合包装材料中重金属的检测及迁移规律研究[D]. 长沙: 中南林业科技大学, 2015.
PENG XL. Study on the detection and migration of heavy metals in food paper-plastic composite packaging materials [D]. Changsha: Central South University of Forestry and Technology, 2015.
- [9] 禄春强, 罗婵, 孙多志, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定食品包装用纸中 9 种重金属元素[J]. 理化检验, 2015, 51: 111-113.
LU CQ, LUO C, SUN DZ, et al. Determination of 9 heavy metal elements in food packaging paper by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Phy Test Chem Anal, 2015, 51: 111-113.
- [10] FORDHAM PJ, GRAMSHAW JW, CASTLE L, et al. Determination of trace elements in food contact polymers by semi-quantitative inductively coupled plasma mass spectrometry-Performance evaluation using alternative multi-element techniques and in-house polymer reference materials [J]. J Anal Atomic Spectrom, 1995, 10: 303-309.
- [11] FORDHAM PJ, GRAMSHAW JW, CREWS HM, et al. Element residues in food contact plastics and their migration into food simulants, measured by inductively-coupled plasma-mass spectrometry [J]. Food Addit Contam, 1995, 12: 651-669.
- [12] 李露. 烘焙纸及制品质量安全风险监测研究[J]. 轻工标准与质量, 2019, 12: 651-669.

2020, 2: 52–53.

LI L. Study on quality safety risk monitoring of baking paper and products [J]. Light Ind Stand Qual, 2020, 2: 52–53.

- [13] GB/T 6379.2—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第二部分: 确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法[S].

GB/T 6379.2—2004 Accuracy of measurement methods and results (accuracy and precision)-Part 2: Basic methods for determining the repeatability and reproducibility of standard measurement methods [S].

- [14] GB/T 6379.4—2006 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第四部分: 确定标准 测量方法正确度的基本方法[S].

GB/T 6379.4—2006 Accuracy of measurement methods and results (accuracy and precision)-Part IV: Basic methods for determining accuracy of standard measurement methods [S].

- [15] GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].

GB/T 27404—2008 Laboratory quality control specifications-Chemical testing of food [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



钱荣敬, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品接触材料的质量与安全。

E-mail: 315175006@qq.com

“茶学研究”专题征稿函

茶叶源于中国, 与咖啡、可可并称为世界三大饮料。茶叶可鲜食, 也可以加工精制备用, 具有降压、提神等多种保健功能, 且含有多种有机化学成分和无机矿物元素。国内外对茶叶市场需求稳定增长, 我国的茶产业增长潜力巨大, 茶已成为社会生活中不可缺少的健康饮品和精神饮品。

鉴于此, 本刊特别策划了“茶学研究”专题, 主要围绕茶叶的贮藏保鲜、精深加工、品质评价、生物化学和功能性成分、香气成分分析、污染物分析检测、茶树生长代谢、茶叶资源的质量标准化等方面展开论述和研究, 综述及研究论文均可。

鉴于您在该领域丰富的研究经历和突出的学术造诣, 本刊主编吴永宁研究员特别邀请您为本专题撰写稿件, 综述、研究论文、研究简报均可, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。

本专题计划在2021年3月出版, 请在2021年1月30日前通过网站或E-mail投稿。我们将快速处理并经审稿合格后优先发表。

希望您能够通过各种途径宣传此专题, 并积极为本专题推荐稿件和约稿对象。

同时, 希望您能够推荐该领域的相关专家并提供电话和E-mail。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com(注明茶学研究专题)

E-mail: jfoodsqa@126.com(注明茶学研究专题)

《食品安全质量检测学报》编辑部