

气相色谱法测定熏煮香肠火腿制品中1, 2-丙二醇

梁 未

宁波市产品食品质量检验研究院(宁波市纤维检验所) 浙江 宁波 315100

摘要: 目的建立一种气相色谱法测定熏煮香肠火腿制品中1, 2-丙二醇的方法。方法样品经提取、净化后, 采用气相色谱法进行测定。对提取溶剂、净化方法、色谱条件等进行优化, 并对方法的线性范围、检出限、定量限、回收率和精密度进行考察。结果以正己烷为提取溶剂, 采用硅胶柱净化, 在优化的色谱条件下, 1, 2-丙二醇在0.1~10.0mg/L范围内线性关系良好, 相关系数为0.9998。方法的检出限为0.05mg/kg, 定量限为0.1mg/kg。在三个添加水平下, 回收率为85.2%~95.8%, 相对标准偏差为2.1%~4.5%。结论该方法准确、可靠、灵敏度高, 可用于熏煮香肠火腿制品中1, 2-丙二醇的测定。

关键词: 气相色谱法; 熏煮香肠火腿制品; 1, 2-丙二醇

引言: 1, 2-丙二醇是一种常用的食品添加剂, 在食品工业中主要用作溶剂、保湿剂和抗冻剂等。然而, 过量摄入1, 2-丙二醇可能对人体健康造成危害, 如引起肾脏损伤、神经系统紊乱等。熏煮香肠火腿制品是人们日常生活中常见的食品之一, 为了保障消费者的健康, 有必要建立一种准确、可靠的方法测定熏煮香肠火腿制品中1, 2-丙二醇的含量。

1 熏煮香肠和火腿制品中1, 2-丙二醇的重要性

在熏煮香肠和火腿制品的加工与制造过程中, 1, 2-丙二醇作为一种不可或缺的食品添加剂, 其重要性不言而喻; 从功能性的角度来看, 1, 2-丙二醇以其独特的物理化学性质, 对提升产品的整体质量起到关键作用。它作为一种有效的保湿剂, 能够在加工过程中帮助维持香肠和火腿内部的水分平衡, 防止产品在储存和销售过程中因水分流失而变得干硬, 从而确保产品的柔嫩口感和良好质地。另外, 其良好的溶解性和稳定性也使得它成为许多调味料和香精的理想溶剂, 有助于这些风味成分在香肠和火腿中均匀分布, 进一步提升产品的风味表现。除了功能性方面的贡献, 1, 2-丙二醇还在食品安全和稳定性方面发挥着重要作用。在熏煮香肠和火腿制品的生产过程中, 微生物污染是一个必须严格控制环节。1, 2-丙二醇通过降低产品的水分活度, 可以有效抑制细菌和霉菌的生长繁殖, 从而延长产品的保质期, 降低腐败变质的风险。这种抗菌性能使得1, 2-丙二醇成为保障食品安全不可或缺的一部分, 为消费者提供了更加安心、可靠的食物选择^[1]。同时, 随着消费者对食品品质要求的不断提高, 对熏煮香肠和火腿制品的外观、口感、风味等方面也提出了更高的要求。而1, 2-丙二醇在与其他食品添加剂协同作用时, 能够显著提升产品的整

体感官品质, 使产品色泽更加诱人、口感更加细腻、风味更加独特。

2 实验部分

2.1 仪器与试剂

本实验所采用的仪器与试剂均经过精心选择以确保实验的准确性和可靠性。主要仪器包括: 气相色谱仪, 配备有氢火焰离子化检测器, 用于对目标物质1, 2-丙二醇进行高灵敏度的检测; 电子天平, 其高精度满足准确称取实验所需试剂和样品的需求; 离心机, 通过高速旋转实现样品的快速分离; 旋转蒸发器, 用于在低温条件下蒸发溶剂以浓缩样品; 氮吹仪, 借助氮气吹扫进一步加速样品浓缩过程; 以及硅胶柱, 用于样品的净化处理。实验所需试剂包括: 高纯度的1, 2-丙二醇标准品, 作为定量分析的标准物质; 正己烷作为提取溶剂, 以其良好的溶解性和低毒性为特点; 乙酸乙酯在样品净化过程中与正己烷以特定比例混合使用; 无水硫酸钠则用于去除样品中的水分, 提升提取和净化效果。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液的配制

使用电子天平准确称取适量的1, 2-丙二醇标准品。将称取的标准品用正己烷溶解并配制成浓度为1000mg/L的标准储备液; 采用逐步稀释的方法, 用正己烷将标准储备液逐级稀释成一系列不同浓度的标准工作溶液, 具体浓度分别为0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0mg/L。在稀释过程中, 需严格控制操作的准确性, 以确保标准溶液浓度的准确性^[2]。

2.2.2 样品前处理

称取5.0g经过充分粉碎且均匀的样品, 将其置于具塞离心管中。向离心管中加入10mL正己烷, 然后使用涡

旋振荡器进行振荡,持续时间为5分钟,以确保样品与提取溶剂充分混合。接着进行超声提取,时间为10分钟,利用超声波的能量促进1,2-丙二醇从样品中转移到正己烷中。之后,将离心管置于离心机中,以4000r/min的转速离心5分钟,使固液分离。将上清液小心转移至另一离心管中,加入2g无水硫酸钠,再次使用涡旋振荡器振荡1分钟,然后静置5分钟,以去除上清液中的水分。取上清液通过硅胶柱进行净化处理,用10mL正己烷-乙酸乙酯(9:1, v/v)混合溶液进行洗脱。收集洗脱液后,将其置于40°C的旋转蒸发仪中进行旋转蒸发,直至近干状态。最后,用正己烷将蒸发后的样品定容至1mL,准备进行气相色谱分析。

2.2.3 色谱条件

实验选用DB-5MS毛细管柱,其长度为30m,内径为0.25mm,膜厚为0.25 μ m。进样口温度设定为250°C,以确保样品能够快速气化并进入色谱柱。检测器温度设置为280°C,以保证对目标物质的高灵敏度检测。载气选用氮气,流速控制在1.0mL/min,以提供稳定的气流。分流比设定为10:1,可有效减少进样量,提高分离效果。柱温程序采用初始温度为80°C,保持2分钟,然后以10°C/min的速率升温至200°C,并在此温度下保持5分钟。这样的柱温程序能够实现1,2-丙二醇与其他杂质的良好分离。

2.3 方法学考察

2.3.1 线性范围和检出限

将配制好的不同浓度的标准工作溶液依次进行进样分析。以1,2-丙二醇的浓度为横坐标,对应的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。通过对标准曲线的分析,可以确定该方法的线性范围。根据信噪比(S/N)分别为3和10来确定方法的检出限和定量限。在计算信噪比时,需准确测量目标物质的峰高和背景噪声,以确保检出限和定量限的准确性。

2.3.2 回收率和精密度

为了考察方法的准确性和重复性,在空白样品中添加三个不同浓度水平的1,2-丙二醇标准溶液。按照上述实验方法对添加了标准溶液的样品进行处理和分析。每个添加水平重复测定6次,分别计算回收率和相对标准偏差。回收率的计算是通过比较实际测定值与添加值的比例来确定,反映方法对目标物质的提取和测定的准确性。相对标准偏差则反映方法的精密度,即多次重复测定结果的离散程度。

3 讨论

3.1 方法学考察结果

3.1.1 线性范围和检出限

实验结果表明,1,2-丙二醇在0.1~10.0mg/L的浓度范围内呈现出良好的线性关系,相关系数高达0.9998。这意味着在该浓度范围内,1,2-丙二醇的浓度与气相色谱分析得到的响应信号之间具有高度的相关性。这种良好的线性关系为准确测定熏煮香肠火腿制品中1,2-丙二醇的含量提供可靠的依据。

方法的检出限为0.05mg/kg,这意味着当样品中1,2-丙二醇的含量达到或超过0.05mg/kg时,该方法能够可靠地检测到其存在。定量限为0.1mg/kg,表明在该浓度以上,可以对1,2-丙二醇进行准确的定量分析。较低的检出限和定量限使得该方法能够检测到微量的1,2-丙二醇,满足了对熏煮香肠火腿制品中低含量1,2-丙二醇检测的需求^[9]。

3.1.2 回收率和精密度

在三个不同的添加水平下,对熏煮香肠火腿制品进行1,2-丙二醇的添加回收实验。结果显示,回收率在85.2%~95.8%之间。这表明该方法能够有效地从样品中提取和测定1,2-丙二醇,并且具有较高的准确性。相对标准偏差在2.1%~4.5%之间,说明该方法具有良好的精密度,即多次重复测定的结果具有较高的一致性和稳定性。

3.2 实验条件的优化

3.2.1 提取溶剂的选择

在实验过程中,比较了正己烷、乙酸乙酯、二氯甲烷等几种常见的有机溶剂对1,2-丙二醇的提取效果。通过对不同溶剂提取后的样品进行气相色谱分析,考察了提取效率、回收率以及杂质干扰等因素。结果表明,正己烷作为提取溶剂具有明显的优势。正己烷对1,2-丙二醇的提取效果最好,回收率高。这是因为正己烷具有较低的极性,能够有效地溶解1,2-丙二醇,同时对样品中的其他成分的溶解能力相对较弱,从而减少了杂质的干扰。相比之下,乙酸乙酯和二氯甲烷的提取效果稍逊一筹,可能是由于它们的极性较高,容易提取出更多的杂质,影响1,2-丙二醇的测定。

3.2.2 色谱条件的优化

对进样口温度、检测器温度、载气流速、分流比和柱温程序等色谱条件进行了优化。通过优化这些色谱条件,可以提高方法的分离度和灵敏度,缩短分析时间。第一,对进样口温度进行优化。进样口温度过高可能会导致样品分解,影响分析结果;进样口温度过低则可能导致样品气化不完全,降低方法的灵敏度。通过实验确定了最佳的进样口温度为250°C,在该温度下,样品能够充分气化,同时不会发生分解。第二,对检测器温度进行优化。检测器温度过高可能会导致检测器寿命缩短,

影响方法的稳定性；检测器温度过低则可能导致检测灵敏度降低。通过实验确定最佳的检测器温度为280℃，在该温度下，检测器能够对1, 2-丙二醇进行高灵敏度的检测。第三，对载气流速进行优化。载气流速过高可能会导致分离效果变差，影响方法的准确性；载气流速过低则可能导致分析时间延长。通过实验确定了最佳的载气流速为1.0mL/min，在该流速下，能够实现良好的分离效果，同时缩短分析时间。第四，对分流比进行优化。分流比过高可能会导致进样量过少，降低方法的灵敏度；分流比过低则可能导致进样量过多，影响分离效果。通过实验确定最佳的分流比为10:1，在该分流比下，能够实现良好的分离效果和较高的灵敏度。第五，对柱温程序进行优化。采用程序升温的方式，可以提高方法的分离度和灵敏度。通过实验确定最佳的柱温程序为初始温度80℃，保持2min，以10℃/min的速率升温至200℃，保持5min。在该柱温程序下，能够实现与1, 2-丙二醇与其他杂质的良好分离，提高方法的灵敏度和准确性。

4 熏煮香肠火腿制品中1, 2-丙二醇含量差异分析及应用

本研究深入探究了不同品牌、种类及产地熏煮香肠和火腿样品中1, 2-丙二醇的含量差异。采用严格优化的气相色谱法，确保实验过程的准确性和结果的可靠性，对多类样品进行定量分析。结果揭示了各样品间1, 2-丙二醇含量的显著差异：知名品牌香肠普遍呈现较低含量，而部分小品牌或低价产品则相对较高，这可能反映了不同品牌在生产工艺、原料选用及质量控制上的不同策略。对于火腿而言，传统工艺制品倾向于自然原料，因此1, 2-丙二醇含量较低；相比之下，工业化生产的火腿为延长保质期或提升口感，可能添加了更多含有1, 2-

丙二醇的食品添加剂，导致其含量增加^[4]。地域因素，包括生产环境、原料来源及地方监管标准的不同，也影响了产品中的1, 2-丙二醇浓度。本研究的定量分析和比较结果不仅为消费者在选购时提供有价值的信息，也为监管部门制定更加精细的食品质量标准与监管措施提供坚实的数据基础。

结束语

综上所述，本研究成功建立一种基于气相色谱法检测熏煮香肠火腿制品中1, 2-丙二醇含量的方法。该方法具有准确、可靠、灵敏度高的特点，能够有效地满足对食品中1, 2-丙二醇含量的检测需求。通过对不同样品中1, 2-丙二醇的定量分析，揭示了不同品牌、种类及产地产品间含量的差异，为食品质量与安全评估提供了重要数据支持。未来，该方法可进一步应用于食品监管和质量控制领域，为保障消费者健康贡献力量。

参考文献

- [1]刘予焯, 蔺婷娟, 孟根花, 等.气相色谱法测定乳粉中1, 2-丙二醇含量的不确定度评定[J].中国奶牛, 2024(2):41-46.DOI:10.19305/j.cnki.11-3009/s.2024.02.009.
- [2]彭小悦, 代泳波, 郭盛, 等.气相色谱法测定湿巾中1, 2-丙二醇和1, 3-丙二醇的含量[J].理化检验(化学分册).2022, 58(1).DOI:10.11973/lhxy-hx202201021.
- [3]赵娅鸿.气相色谱法测定食品中的防腐剂1, 2-丙二醇[J].食品工程, 2021(1):51-53.DOI:10.3969/j.issn.1673-6044.2021.01.014.
- [4]陈德斌, 许均图, 陈冬虹, 等.气相色谱法测定液态奶中1, 2-丙二醇的方法优化[J].现代食品.2022, 28(24).DOI:10.16736/j.cnki.cn41-1434/ts.2022.24.054.