

ĐỊNH LƯỢNG MỘT SỐ HỢP CHẤT HỮU CƠ TRONG BAO BÌ NHỰA CHO THỰC PHẨM

Chu Phạm Ngọc Sơn, Phạm Thị Ánh, Diệp Ngọc Sương, Vương Quang Huy, Nguyễn Huỳnh Tuấn Anh

Công ty cổ phần dịch vụ khoa học công nghệ Sắc Ký Hải Đăng

SUMMARY

ANALYSIS OF ORGANIC COMPOUNDS IN FOOD AND BEVERAGE PLASTIC PACKAGING

Suspected endocrine disrupting and carcinogenic phthalates, bisphenol A, diethylhexyl adipate (DEHA) and some volatile organic compounds can be found in foods because of their migration from packaging materials or films. In this review, analytical methods for organic compounds in plastic packaging or leaching from packaging into food were proposed such as: phthalates in fatty food, silicon by GC-MS, DEHA in wrapping paper by GC-FID, bisphenol A in polycarbonate by GC-MS and toluene, xylene, ethylbenzene and styrene in polystyrene packaging by GC-MS. These methods determined both the quality of the packaging and the migration of toxic organic compounds into food.

1. ĐẶT VẤN ĐỀ

Bao bì hầu như được sử dụng trong lưu trữ và bảo quản thực phẩm. Tuy nhiên, một số hợp chất trọng lượng phân tử thấp chẳng hạn như: dư lượng các monomer, oligomer hoặc phụ gia có thể thôi ra khỏi bao bì và nhiễm vào thực phẩm. Những hợp chất này có nguy cơ ảnh hưởng đến sức khỏe người tiêu dùng cũng như chất lượng sản phẩm. Do đó, đánh giá mức độ phơi nhiễm cũng như xác định hàm lượng các hợp chất này trong bao bì thực phẩm là vấn đề luôn được quan tâm. Trong nghiên cứu này, một số phương pháp phân tích xác định các hợp chất hữu cơ thôi nhiễm từ bao bì như: xác định DEHA trong màng bọc thực phẩm, DEHP trong nhựa silicon và thực phẩm béo, bisphenol A trong nhựa polycarbonate và toluene, xylene, ethyl benzene, styrene trong hộp xốp polystyrene bằng phương pháp GC-MS và GC-FID.

2. PHƯƠNG PHÁP - THỰC NGHIỆM

2.1. ĐỊNH LƯỢNG PHTHALATE TRONG NỀN MẪU THỰC PHẨM BÉO BẰNG SẮC KÝ KHÍ GHÉP KHỐI PHỔ

2.1.1 Hóa chất

Chuẩn tinh khiết (>99,5%) gồm các phthalate: dimethyl phthalate (DMP), diethyl phthalate (DEP), dibutyl phthalate (DBP), benzylbutyl phthalate (BzBP), di(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP) của hãng Dr. Ehrenstorfer. Nội chuẩn là đồng vị DEHP-d4 của hãng Dr. Ehrenstorfer. Acetonitrile của hãng J.T.Baker dùng cho LC-MS, n-hexane của hãng J.T.Baker được tinh chế lại, MgSO₄, CH₃COONa, CH₃COOH tinh khiết của Merck, hỗn hợp bột PSA (primary secondary amine) và C18 của Agilent.

2.1.2 Chuẩn trung gian và dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn gốc đơn của từng phthalate có nồng độ 1000 mg/L trong n-hexane. Chuẩn đơn trung gian của các phthalate có nồng độ 10 mg/L được pha loãng từ chuẩn gốc. Pha loãng chuẩn đơn trung gian để đạt nồng độ 1 mg/L. Hỗn hợp chuẩn làm việc được xây dựng với nồng độ 5, 10, 15, 20, 30, 50, 100, 150, 200, 300, 500 µg/L có chứa nội chuẩn đồng vị với nồng độ 50 µg/L.

2.1.3. Xử lý mẫu [1]

Phương pháp QuEChERS theo AOAC 2007.01 được tham khảo. Phthalate được chiết ra khỏi nền béo bằng hỗn hợp ACN 1% acid acetic. Cân khoảng 1 g mẫu cho vào ống ly tâm nhựa loại 50 mL. Thêm chính xác 50 µL dung dịch nội chuẩn DEHP-d4 nồng độ 1 mg/L, để yên 2 giờ. Thêm 15 mL dung dịch ACN 1% CH₃COOH. Vortex đều mẫu trong 5 phút. Thêm hỗn hợp muối gồm 6 g MgSO₄ và 1,5 g CH₃COONa. Lắc mạnh trong 1 phút. Ly tâm mẫu 5 phút, tốc độ 5000 vòng/phút. Lấy dịch chiết ở lớp trên cho vào ống ly tâm chứa hỗn hợp bột clean-up gồm 0,15 g C18 và 0,15 g PSA. Lắc mạnh trong 1 phút. Ly tâm mẫu 5 phút, tốc độ 5000 vòng/phút. Lấy dịch chiết ở lớp trên cho vào bình cầu 50 mL cô quay đến cạn. Hòa tan lại bằng 1 mL n-hexane, lọc qua màng lọc 0,45 µm cho vào vial và tiêm vào máy GC-MS.

2.1.4. Điều kiện GC-MS xác định phthalate

Thiết bị GC-MS của Thermo Scientific Trace GC-ISQ được sử dụng để phân tích phthalate.

Điều kiện vận hành GC:

-Cột phân tích: cột mao quản DB5-MS Ultra Inert (30 m × 0,25 mm, 0,25 µm).

- Khí mang: Helium với tốc độ dòng 1,5 ml/phút.

-Injector PTV splitless:

70°C (0,5 phút) $\xrightarrow{14,5^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 250°C

-Chương trình nhiệt độ lò cột:

60°C (1 phút) $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 220°C (10 phút) $\xrightarrow{20^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 280°C (2 phút)

Điều kiện vận hành MS:

- Chế độ vận hành: EI, 70 eV, Scan/SIM đồng thời với khoảng quét m/z: 40 – 500, SIM trên 3 ion

- Nhiệt độ ống chuyển ion: 250°C. Nhiệt độ nguồn ion: 200°C.

Thời gian lưu và các ion chọn được ghi trong bảng 1.

Bảng 1. Thời gian lưu, ion định lượng và ion xác nhận của các phthalate

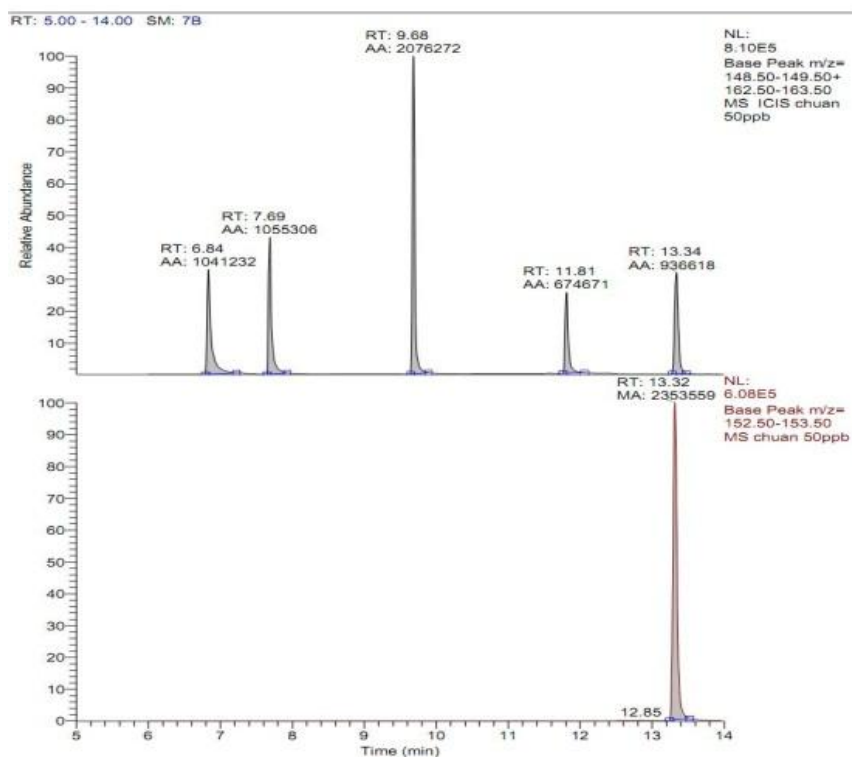
Hợp chất	Thời gian lưu (phút)	Ion định lượng (m/z)	Ion xác nhận 1 (m/z)	Ion xác nhận 2 (m/z)
DMP	6,84	163	135	194
DEP	7,69	149	177	222
DBP	9,68	149	205	223
BzBP	11,81	149	206	312
DEHP	13,34	149	167	279
DEHP-d4	13,32	153		

2.1.5 Đường chuẩn

Đường chuẩn thể hiện tỉ lệ diện tích ion định lượng của chuẩn trên diện tích ion nội chuẩn theo nồng độ chuẩn. Kết quả đường chuẩn với hệ số tương quan R^2 từ 0,9991 \rightarrow 0,9999 của 5 phthalate được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 2. Phương trình đường chuẩn, hệ số tương quan của 5 phthalate

Hợp chất	Đường chuẩn 0 \rightarrow 50 $\mu\text{g/L}$	Hệ số tương quan (R^2)	Đường chuẩn 50 \rightarrow 500 $\mu\text{g/L}$	Hệ số tương quan (R^2)
DMP	$y=0,00886x+0,0064$	0,9998	$y=0,00906x+0,0086$	0,9998
DEP	$y=0,00899x-0,00377$	0,9995	$y=0,00962x-0,01124$	0,9991
DBP	$y=0,01758x+0,00352$	0,9999	$y=0,01732x-0,01456$	0,9990
BzBP	$y=0,00571x-0,00025$	0,9996	$y=0,00516x+0,01612$	0,9997
DEHP	$y=0,00791x-0,00047$	0,9995	$y=0,00801x-0,00286$	0,9999



Hình 1. Chuẩn hỗn hợp phthalate 50 $\mu\text{g/L}$

Bảng 3. LOD của các phthalate trên nền mẫu bơ và phô mai

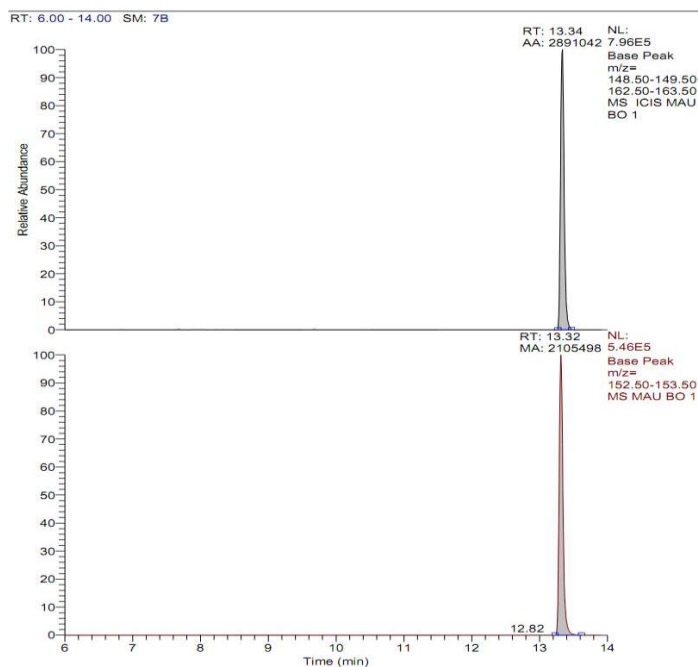
Hợp chất	LOD trên nền mẫu bơ ($\mu\text{g/Kg}$)	LOD trên nền mẫu phô mai ($\mu\text{g/Kg}$)
DMP	0,33	0,38
DEP	0,33	0,33
DBP	0,12	0,13
BzBP	1,00	1,00
DEHP	0,38	0,43

2.1.6 Một số kết quả phân tích trên nền mẫu bơ và phô mai

Kết quả phân tích một số mẫu bơ và phô mai chứa trong hộp nhựa và đựng trong giấy tráng nhựa được lấy ở các chợ và siêu thị trong thành phố Hồ Chí Minh. Phthalate phát hiện là DEHP với nồng độ được thể hiện ở bảng 7.

Bảng 4. Kết quả phân tích phthalate của một số mẫu bơ và phô mai

Tên	DEHP ($\mu\text{g/Kg}$)	Tên	DEHP ($\mu\text{g/Kg}$)
Mẫu bơ 1	$170,1 \pm 8,7$	Mẫu phô mai 1	$18,7 \pm 1,1$
Mẫu bơ 2	218 ± 11	Mẫu phô mai 2	$190,0 \pm 9,9$
Mẫu bơ 3	$15,1 \pm 1,0$	Mẫu phô mai 3	$26,6 \pm 1,5$



Hình 2. Kết quả phân tích mẫu bơ 1

2.2. ĐỊNH LƯỢNG PHTHALATE TRONG VẬT LIỆU BẰNG NHỰA SILICON

2.2.1. Hóa chất

Chuẩn tinh khiết (>99,5%) gồm các phthalate: dimethyl phthalate (DMP), diethyl phthalate (DEP), dibutyl phthalate (DBP), benzylbutyl phthalate (BzBP), di(2-ethylhexyl) phthalate (DEHP), DNOP, (di-n-octylphthalate) của hãng Dr. Ehrenstorfer. Nội chuẩn là đồng vị DEHP-d4 của hãng Dr. Ehrenstorfer. Dung môi n-hexane tinh khiết (>99%) của hãng J.T.Baker. Ethanol tinh khiết (>99%) của hãng Merck. Nước cất hai lần khử ion.

2.2.2. Chuẩn trung gian và dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn gốc đơn của từng phthalate có nồng độ 1000 mg/L trong n-hexane. Chuẩn đơn trung gian của các phthalate có nồng độ 10 mg/L được pha loãng từ chuẩn gốc. Pha loãng chuẩn đơn trung gian để đạt nồng độ 1 mg/L. Hỗn hợp chuẩn làm việc được xây dựng với nồng độ 100, 200, 300, 500, 1000 µg/L có chứa nội chuẩn đồng vị với nồng độ 500 µg/L.

2.2.3. Xử lý mẫu

Rửa kỹ mẫu bằng nước, sử dụng dung dịch ngâm ethanol 15 % với tỷ lệ 2ml/cm² diện tích bề mặt mẫu ở 70°C trong 2 giờ.

Lấy 20 mL mẫu vào ống ly tâm 50 mL. Thêm 20 mL n-hexane. Vortex trong 5 phút. Lấy phần n-hexane vào bình cầu 50 mL. Chiết thêm 1 lần như trên vào bình cầu 50 mL. Sau đó, cô quay đến cạn và hòa tan lại 1 ml nội chuẩn 500 µg/L.

2.2.4. Điều kiện GC-MS xác định phthalate

Thiết bị GC-MS QP 2010 của Shimadzu được sử dụng để phân tích phthalate.

Điều kiện vận hành GC:

-Cột phân tích: cột mao quản DB5-MS Ultra Inert (30 m × 0,25 mm, 0,25 µm).

- Khí mang: Helium (0,99999) với tốc độ dòng 1,5 ml/phút.

-Injector split:

-Chương trình nhiệt độ lò cột:

100°C (0 phút) $\xrightarrow{10^\circ\text{C/phút}}$ 200°C (0 phút) $\xrightarrow{5^\circ\text{C/phút}}$ 300°C $\xrightarrow{35^\circ\text{C/phút}}$ 315°C (5 phút)

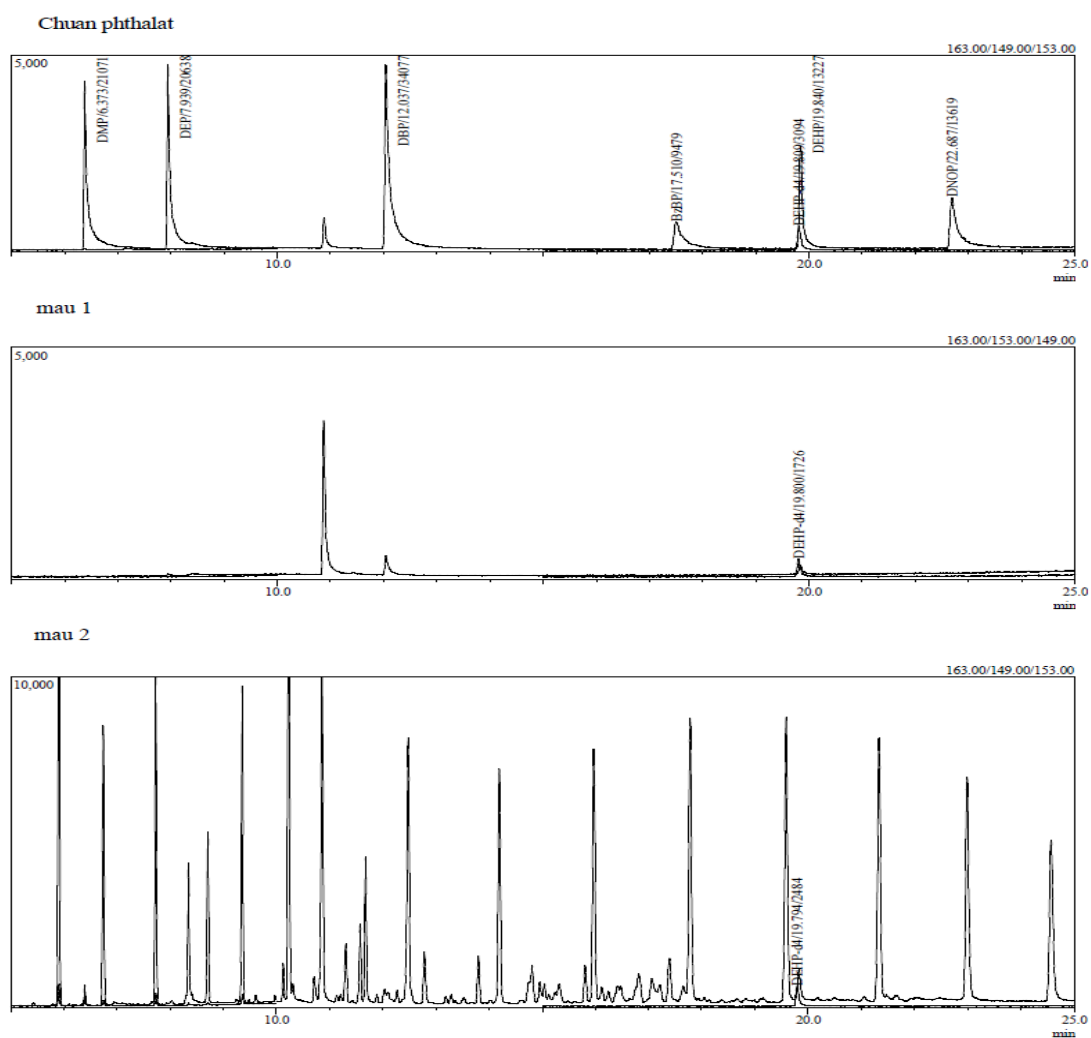
Điều kiện vận hành MS:

- Chế độ vận hành: EI, 70 eV, Scan/SIM đồng thời với khoảng quét m/z: 40 – 500, SIM trên 3 ion

- Nhiệt độ ống chuyển ion: 250°C. Nhiệt độ nguồn ion: 200°C.

Bảng 5. Thời gian lưu, ion định lượng và ion xác nhận của các phthalate

Hợp chất	Thời gian lưu (phút)	Ion định lượng (m/z)	Ion xác nhận 1 (m/z)	Ion xác nhận 2 (m/z)
DMP	6,37	163	135	194
DEP	7,94	149	177	222
DBP	12,04	149	205	223
BzBP	17,51	149	206	312
DEHP	19,84	149	167	279
DNOP	22,69	149	167	279
DEHP-d4	19,80	153		



Hình 3: Kết quả phân tích phthalate trên một số mẫu nhựa

2.3. ĐỊNH LƯỢNG DIETHYLHEXYLADIPATE TRONG MÀNG BỌC THỰC PHẨM POLYVINYLCHORIDE (PVC) VÀ POLYETHYLEN (PE)

2.3.1. Hóa chất

Chuẩn diethylhexyl adipate (DEHA) và nội chuẩn dimethyl phthalate tinh khiết (>99,5%) của hãng Merck. Ethanol, n-heptane và tetrahydrofuran tinh khiết (>99%) của hãng Merck.

2.3.2. Chuẩn trung gian và dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn gốc DEHA có nồng độ 10000 mg/L trong n-heptane. Chuẩn đơn trung gian của các phthalate có nồng độ 100 mg/L được pha loãng từ chuẩn gốc.

Nội chuẩn gốc DMP có nồng độ 14000 mg/L và 10000 mg/L trong n-heptane. Nội chuẩn đơn trung gian có nồng độ 10 mg/L trong n-heptane.

Đường chuẩn 1: phân tích DEHA thôi nhiễm gồm 5 điểm có nồng độ: 1, 2, 5, 10, 20 mg/L DEHA có chứa nội chuẩn DMP 100 mg/ trong n-heptane.

Đường chuẩn 2: phân tích DEHA thôi nhiễm gồm 5 điểm có nồng độ: 50, 100, 200, 300, 500 mg/L có chứa nội chuẩn DMP 100 mg/L trong n-heptane.

Đường chuẩn phân tích DEHA trong màng bọc (thử vật liệu) gồm 5 điểm có nồng độ: 50, 100, 200, 300, 500 mg/L có chứa nội chuẩn DMP 100 mg/L trong tetrahydrofuran.

2.3.3. Xử lý mẫu

2.3.3.1 Quy trình xử lý mẫu DEHA thôi nhiễm trong ethanol 20 %

Chuẩn bị dung dịch ethanol 20 % bằng cách trộn lẫn hai ethanol 100% và nước theo tỷ lệ 2:8

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi nhiễm trong dung dịch ethanol 20 %, ngâm theo tỷ lệ 2 mL dung dịch /1cm² bề mặt mẫu trong 30 phút ở 60°C.

Chuyển toàn bộ dịch này vào phễu chiết, thêm 10 ml heptane, lắc kỹ để trộn đều trong 5 phút, để cho ổn định và chuyển lớp heptane vào bình cầu. Thêm tiếp 10 ml heptane, thực hiện quá trình chiết như trên và lấy lớp heptane vào bình định mức cầu trên. Sau đó, cô quay mẫu đến cạn. Hòa tan lại bằng 1 mL DMP 100 mg/L, lọc qua màng lọc 0,45 µm cho vào vial và tiêm vào máy GC-FID.

2.3.3.2 Quy trình xử lý mẫu DEHA thôi nhiễm trong n-heptan

Rửa sạch mẫu bằng nước cất, ngâm thôi nhiễm trong dung dịch n-heptane, ngâm theo tỷ lệ 2 mL dung dịch /1cm² bề mặt mẫu trong 60 phút ở 25°C (dung dịch ngâm có chứa DMP nồng độ 100 mg/L. Lấy 1,5 mL dịch chiết lọc qua màng lọc 0,45 µm cho vào vial và tiêm vào máy GC-FID).

2.3.3.2 Quy trình xử lý mẫu phân tích hàm lượng DEHA trong màng bọc

Cân 0,1 gam mẫu vào bình định mức 10 mL. Thêm 0,1 ml nội chuẩn DMP 10000 mg/L. Hòa tan mẫu bằng tetrahydrofuran và định mức tới 10 mL. Cho mẫu vào vial và tiêm vào máy GC-FID.

2.3.4. Điều kiện GC-FID xác định DEHA

Thiết bị GC-FID 2010 của Shimadzu được sử dụng để phân tích DEHA.

-Cột phân tích: cột mao quản DB5-MS Ultra inert (30 m × 0,25 mm, 0,25 μm).

- Khí mang: Nitrogen (0,99999) với tốc độ dòng 1 ml/phút.

- Injector split:

Chương trình nhiệt:

100°C $\xrightarrow{30^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 250°C (10 phút)

250°C $\xrightarrow{40^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 300°C (3 phút)

2.3.5 Đường chuẩn

Đường chuẩn thể hiện tỉ lệ diện tích ion định lượng của chuẩn trên diện tích ion nội chuẩn theo nồng độ chuẩn. Kết quả đường chuẩn với hệ số tương quan R^2 từ 0,9991 → 0,9999 của DEHA được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 6. Phương trình đường chuẩn, hệ số tương quan của DEHA

	Đường chuẩn	Hệ số tương quan (R^2)
Đường chuẩn 1 → 20 mg/L	$y=0,0087x-0,012$	0,9999
Đường chuẩn 50 → 500 mg/L trong heptane	$y=0,009x-0,003$	0,9995
Đường chuẩn 1 → 20 mg/L trong tetrahydrofuran	$y=0,009x-0,104$	0,9999

Bảng 7. LOD của DEHA

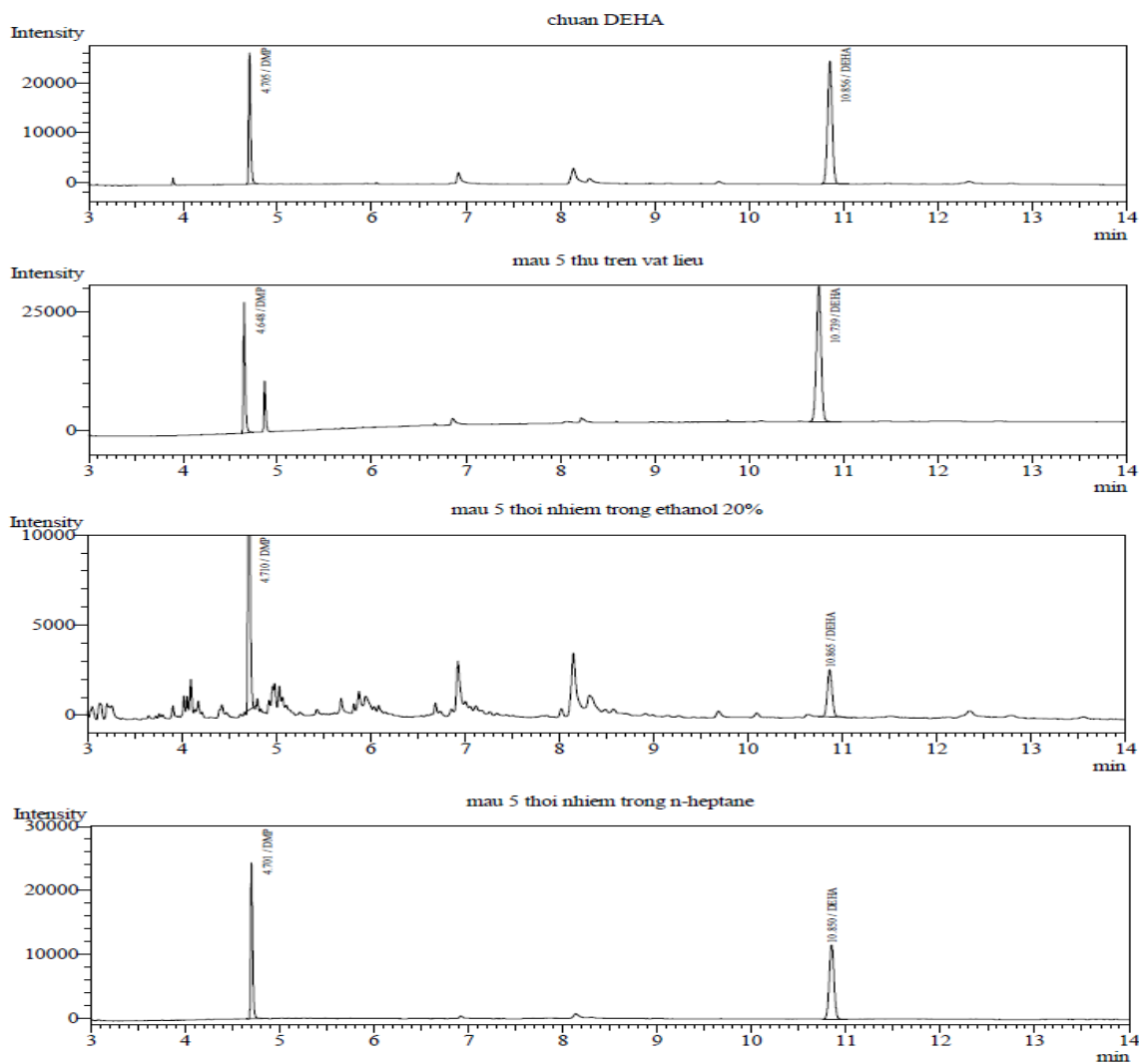
	LOD
Thôi nhiễm trong ethanol 20%	0,15 mg/L
Thôi nhiễm trong n-heptane	0,15 mg/L
Trên vật liệu	0,01 %

2.3.6 Một số kết quả phân tích DEHA trên màng bọc PVC và PE

Kết quả phân tích một số mẫu màng bọc PVC và PE

Bảng 8. Kết quả phân tích DEHA

	Nhựa	Hàm lượng trên vật liệu %	Hàm lượng thối nhiễm trong heptane mg/l	Hàm lượng thối nhiễm trong ethanol 20% mg/l
Mẫu 1	PVC	8.5	39.4	Kph
Mẫu 2	PVC	21.8	116.6	1.52
Mẫu 3	PVC	7.2	36.2	Kph
Mẫu 4	PE	Kph	Kph	Kph
Mẫu 5	PVC	18.8	109.9	1.15
Mẫu 6	PVC	16.3	83.8	0.67



Hình 4. Kết quả phân tích DEHA trên mẫu 5

2.4. ĐỊNH LƯỢNG BISPENOL A TRONG NHỰA POLYCARBONATE (PC)

2.4.1. Hóa chất

Chuẩn bisphenol A và nội chuẩn 1,2,4-trichlorobenzene tinh khiết (>99,5%) của hãng Merck. Acid acetic tinh khiết (>99%) của hãng Merck. Dung môi acetone và methanol tinh khiết (99,5%) của hãng J.T.Baker. Cột Strata X.

2.4.2. Chuẩn trung gian và dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn gốc bisphenol A có nồng độ 1000 mg/L trong acetone. Chuẩn đơn trung gian có nồng độ 10 mg/L được pha loãng từ chuẩn gốc.

Nội chuẩn gốc 1,2,4-trichlorobenzene có nồng độ 1000 mg/L trong acetone. Nội chuẩn đơn trung gian có nồng độ 10 mg/L trong acetone.

Đường chuẩn phân tích bisphenol A gồm 5 điểm có nồng độ: 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,5 mg/L có chứa nội chuẩn 1,2,4-trichlorobenzene có nồng độ 0,1 mg/L.

2.4.3. Xử lý mẫu

Rửa kỹ mẫu bằng nước, sử dụng dung dịch ngâm acid acetic 4 % với tỷ lệ 2ml/cm² diện tích bề mặt mẫu tại 60°C trong 30 phút.

Hoạt hoá cột Strata X bằng 5ml Methanol và 5ml nước

Cho mẫu qua cột không áp suất và rửa giải cột bằng hỗn hợp Acetone:Dichloromethane=7:3 đến 10ml.

Thổi khô, định mức bằng 1ml nội chuẩn trichlorobenzene 100 ppb (0,1 µg/ml) trong Acetone. Lọc dịch qua màng lọc 0,45µm, cho vào vial thể tích 1,5 ml và tiêm vào máy GC-MS.

2.4.4. Điều kiện GC-MS xác định bisphenol A

Thiết bị GC-FID 2010 của Shimadzu được sử dụng để phân tích DEHA.

-Cột phân tích: cột mao quản DB5-MS Ultra Inert (30 m × 0,25 mm, 0,25 µm).

- Khí mang: Nitrogen (0,99999) với tốc độ dòng 1 ml/phút.

- Injector split:

Chương trình nhiệt:

100°C $\xrightarrow{30^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 250°C (10 phút)

250°C $\xrightarrow{40^\circ\text{C}/\text{phút}}$ 300°C (3 phút)

2.4.5. Đường chuẩn

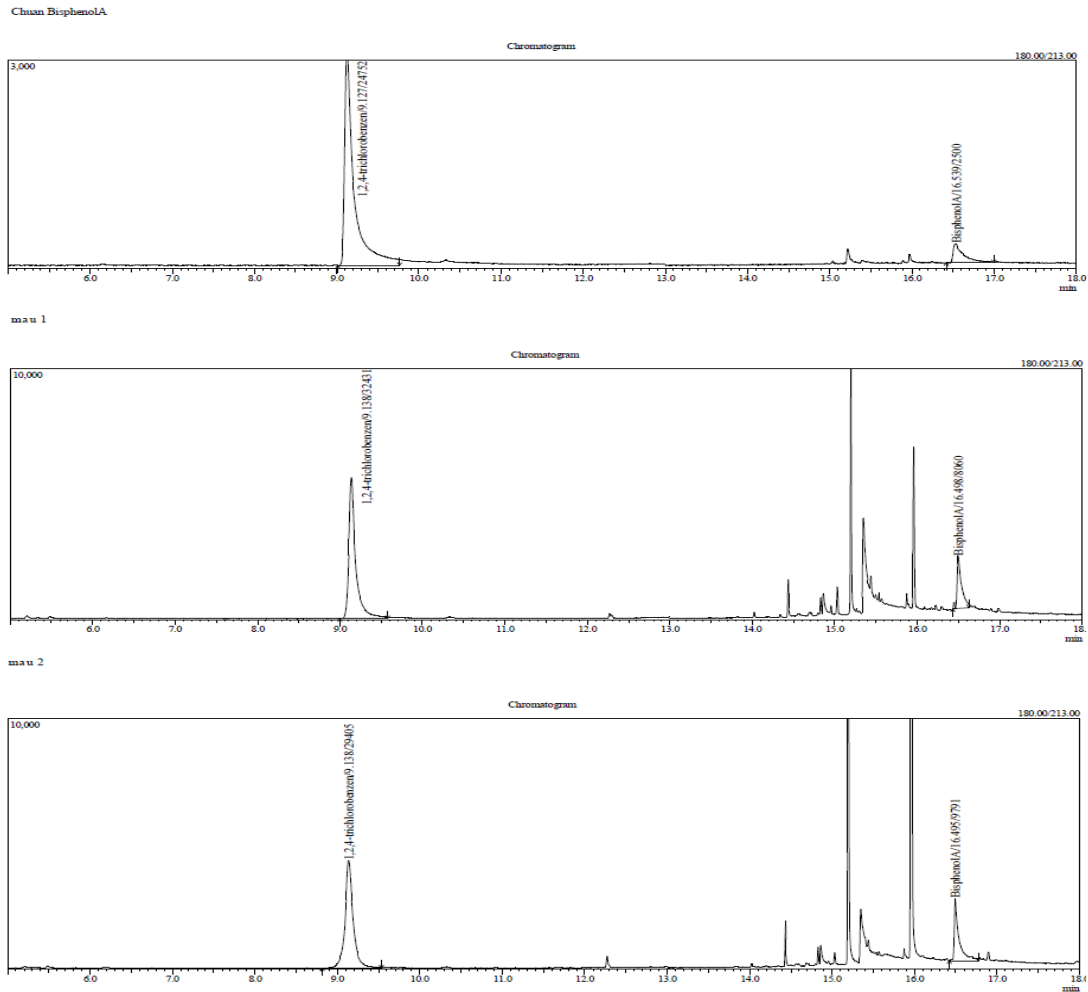
Đường chuẩn thể hiện tỉ lệ diện tích ion định lượng của chuẩn trên diện tích ion nội chuẩn theo nồng độ chuẩn. Kết quả đường chuẩn với hệ số tương quan R² từ 0,9991→0,9999 của bisphenol A được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 9. Phương trình đường chuẩn, hệ số tương quan của bisphenol A

Hợp chất	Đường chuẩn 0→50 µg/L	Hệ số tương quan (R ²)
Bisphenol A	y=1,75x+0,0064	0,9996

Bảng 10. Kết quả phân tích 1 số mẫu nhựa polycarbonate

Hợp chất	Mẫu 1 μg/L	Mẫu 2 μg/L
Bisphenol A	0,55	1,24



Hình 5. Kết quả phân tích bisphenol A trên nhựa polycarbonate

2.5. ĐỊNH LƯỢNG TOLUENE, XYLENE, ETHYLBENZEN VÀ STYRENE TRONG HỘP XÓP POLYSTYREN

2.5.1. Hóa chất

Chuẩn tinh khiết (>99,5%) gồm: toluene, xylene, ethylbenzene và styrene của hãng Merck. Nội chuẩn là 1,4-diethylbenzene. Tetrahydrofuran tinh khiết (>99%) của hãng Merck.

2.5.2. Chuẩn trung gian và dung dịch chuẩn làm việc

Chuẩn gốc đơn của từng chất có nồng độ 1000 mg/L trong tetrahydrofuran. Chuẩn đơn trung gian của các chất có nồng độ 10 mg/L được pha loãng từ chuẩn gốc. Pha loãng chuẩn đơn trung gian để đạt nồng độ 1 mg/L. Hỗn hợp chuẩn làm việc được xây dựng với nồng độ 0,1, 0,2, 0,4, 0,8, 1 mg/L đối với toluene, xylene và ethylbenzene có chứa nội chuẩn 1,4-diethylbenzene 0,1 mg/L trong tetrahydrofuran. Riêng styrene chuẩn làm việc ở các nồng độ: 0,4, 0,8, 1, 2, 5 mg/L có chứa nội chuẩn 1,4-diethylbenzene 0,1 mg/L trong tetrahydrofuran.

2.5.3. Xử lý mẫu

Cân 0,5 gam mẫu vào bình định mức 10 mL. Thêm 0,1 ml nội chuẩn 1,4-diethylbenzene 1 mg/L. Hòa tan mẫu bằng tetrahydrofuran và định mức tới 10 mL. Cho mẫu vào vial và tiêm vào máy GC-MS.

2.5.4. Điều kiện GC-MS

Thiết bị GC-MS của Thermo Scientific Trace GC-ISQ được sử dụng để phân tích phthalate.

Điều kiện vận hành GC:

- Cột phân tích: cột mao quản DB5-MS Ultra inert (30 m × 0,25 mm, 0,25 μm).
- Khí mang: Helium (0.99999) với tốc độ dòng 1,0 ml/phút.
- Injector split:
- Chương trình nhiệt độ lò cột:

32°C (5 phút) $\xrightarrow{30^\circ\text{C/phút}}$ 250°C (10 phút)

Điều kiện vận hành MS:

- Chế độ vận hành: EI, 70 eV, Scan/SIM đồng thời với khoảng quét m/z : 40 – 500, SIM trên 3 ion
- Nhiệt độ ống chuyển ion: 250°C. Nhiệt độ nguồn ion: 200°C.

Bảng 11. Thời gian lưu, ion định lượng và ion xác nhận của các hợp chất

Hợp chất	Thời gian lưu (phút)	Ion định lượng (m/z)	Ion xác nhận (m/z)
Toluene	5,62	91	92
Ethylbenzene	6,91	91	92
Xylene	7,01, 7,24	91	92
Styrene	7,24	104	78
1,4-diethylbenzene		119	

2.5.5 Đường chuẩn

Đường chuẩn thể hiện tỉ lệ diện tích ion định lượng của chuẩn trên diện tích ion nội chuẩn theo nồng độ chuẩn. Kết quả đường chuẩn với hệ số tương quan R^2 từ 0,9991 → 0,9999 của các chất được thể hiện ở bảng 2.

Bảng 12. Phương trình đường chuẩn, hệ số tương quan của 5 chất

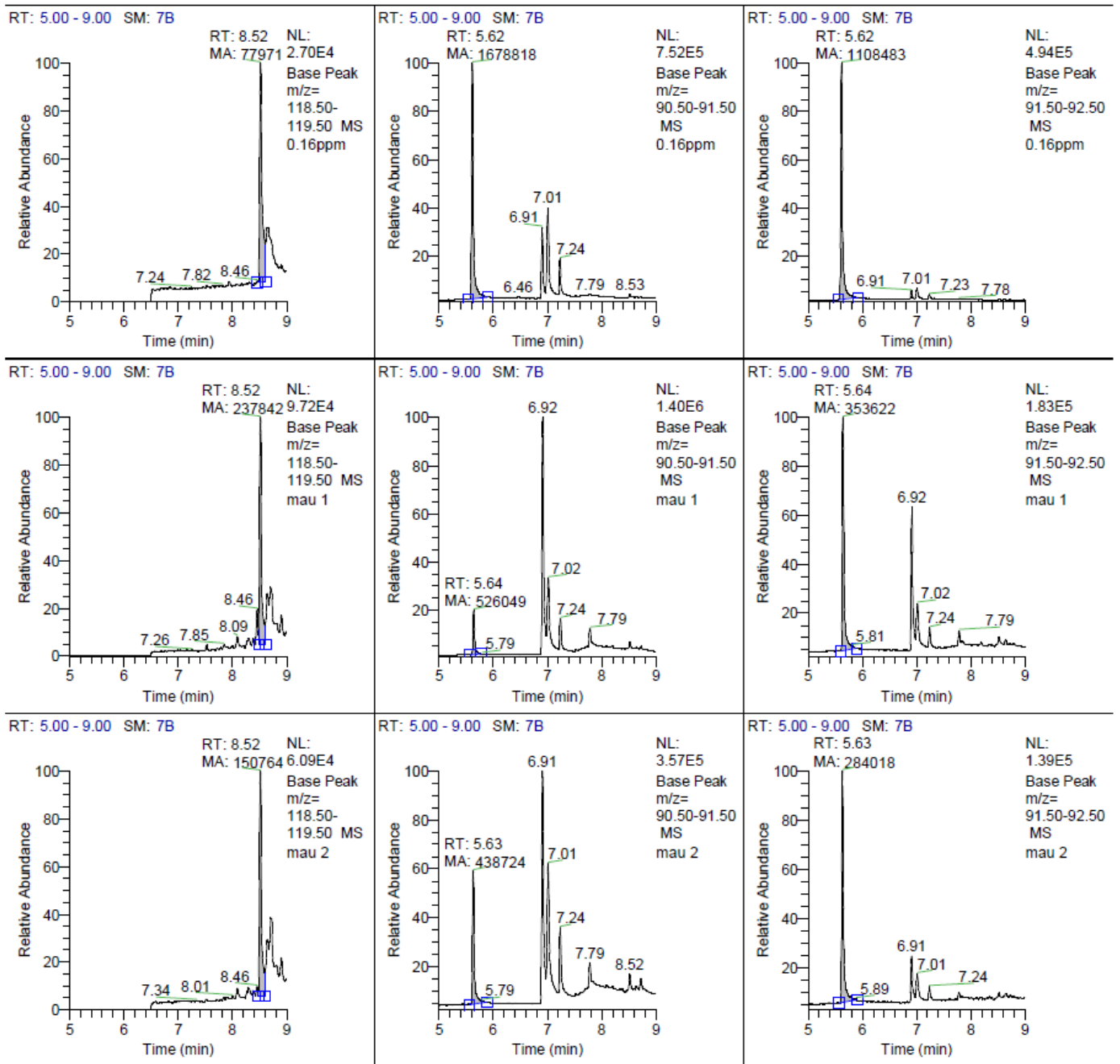
Hợp chất	Đường chuẩn	Hệ số tương quan (R^2)
Toluene	$y=150,0x-2,2$	0,9998
Ethylbenzene	$y=29,6x-1,3$	1,000
Xylene	$y=76,0x+0,9$	0,9999
Styrene	$y=6,8x+0,4$	0,9999

Bảng 13. LOD của các chất

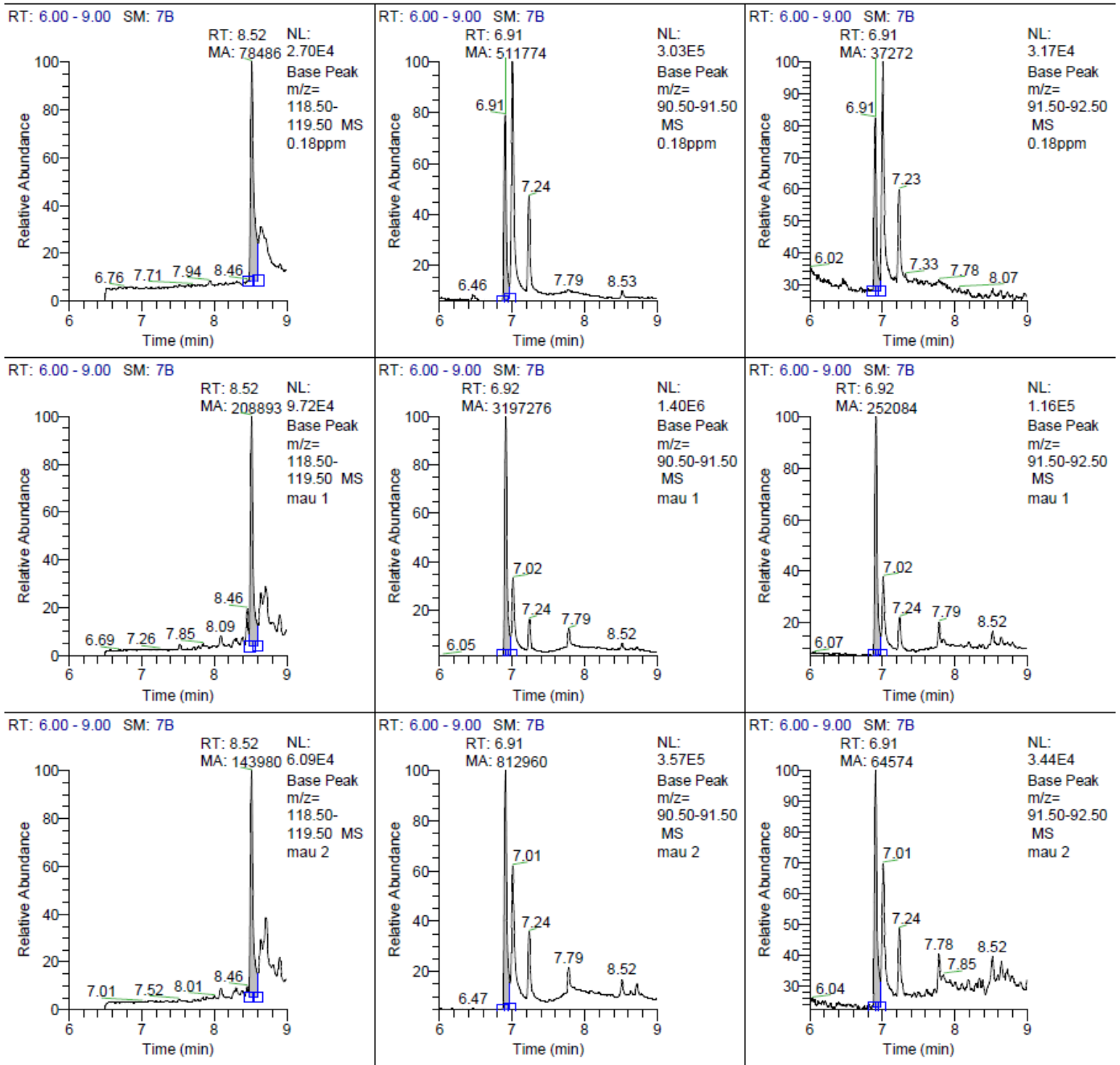
Hợp chất	(mg/Kg)
Toluene	0,01
Ethylbenzene	0,5
Xylene	0,5
Styrene	0,1

Bảng 14. Kết quả phân tích 1 số mẫu hộp xốp polystyren

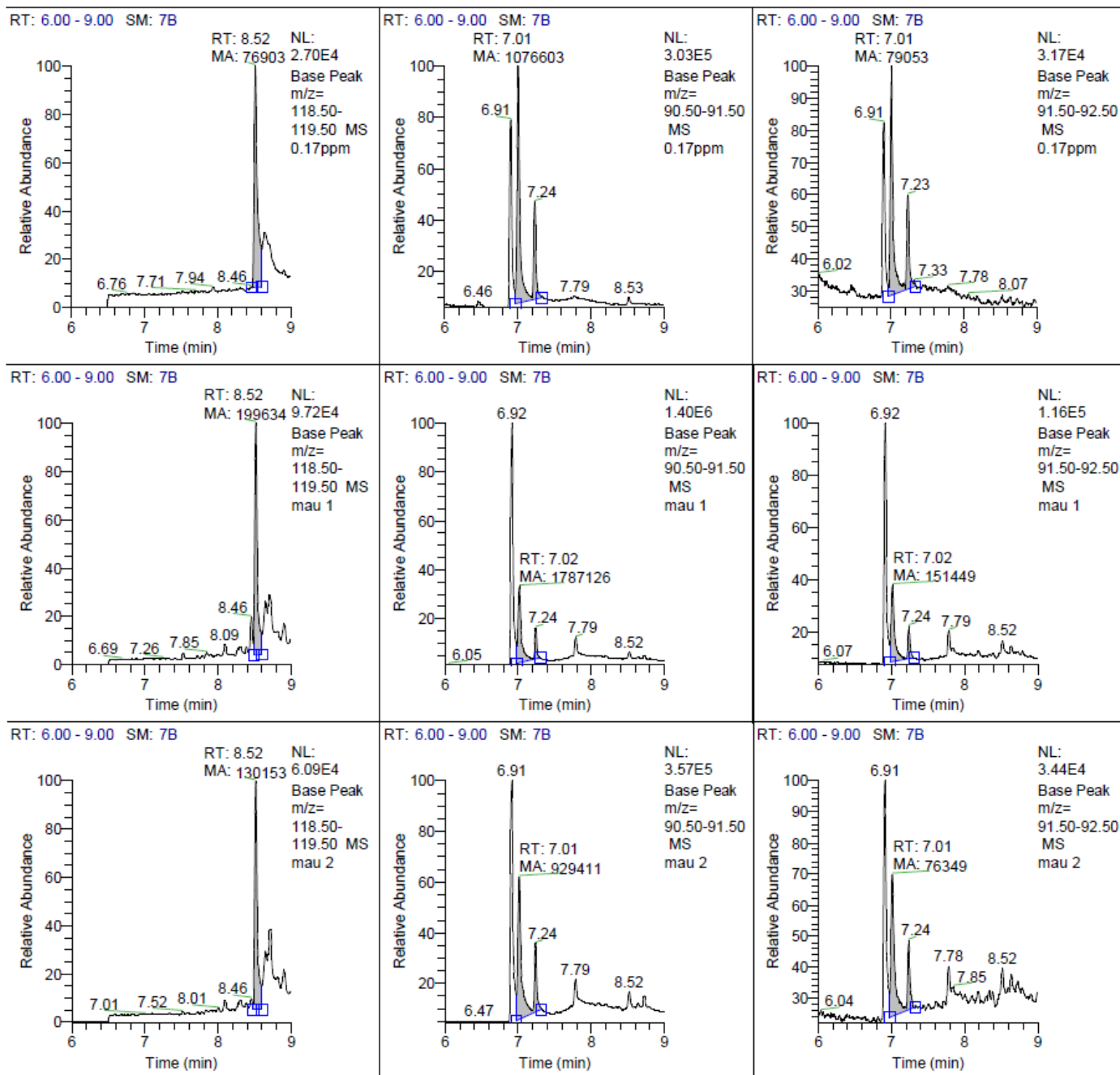
Hợp chất	Mẫu 1 mg/Kg	Mẫu 2 mg/Kg
Toluene	0,31	0,54
Ethylbenzene	21,7	6,4
Xylene	4,8	3,8
Styrene	188,1	72,6



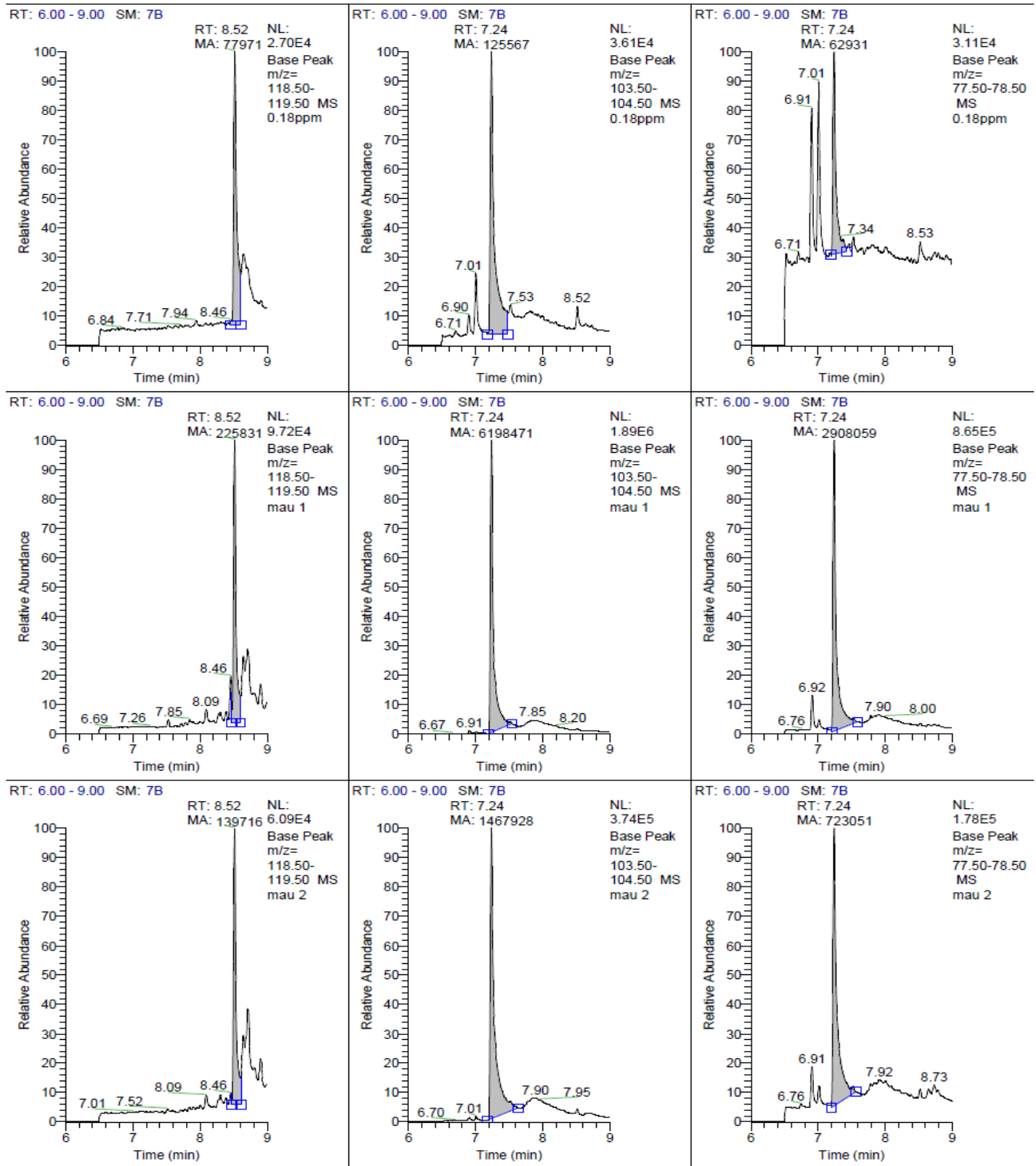
Hình 6. Kết quả phân tích toluene



Hình 7. Kết quả phân tích ethylbenzene



Hình 8. Kết quả phân tích xylene



Hình 9. Kết quả phân tích styrene

3. TÀI LIỆU THAM KHẢO

1. AOAC official method 2007.01 - Pesticide residues in food by acetonitrile extraction and partitioning magnesium sulfate, Gas chromatography/Mass spectrometry and Liquid chromatography/Tandem mass spectrometry.
2. Hajslova J., Cajka T. - Gas Chromatography-Mass Spectrometry (GC-MS) Chapter 12, in Food Toxicants Analysis, Editor Pico Y., Elsevier, 419-472 (2007).
3. Guo Z., Wang S., Wei D., Wang M., Zhang H., Gai P., Duan J. - Development and application of a method for analysis of phthalates in ham sausages by solid-phase extraction and gas chromatography – mass spectrometry, *Meat Science*, **84**, 484-490 (2010).
4. QCVN 12-1:2011/BYT – Về an toàn vệ sinh đối với bao bì, dụng cụ bằng nhựa tổng hợp tiếp xúc trực tiếp với thực phẩm, Quy chuẩn Việt Nam, (2011).
5. Fasano E., Bono-Blay F., Cirillo T., Montuori P., Lacorte S. – Migration of phthalates, alkylphenols, bisphenol A and di(2-ethylhexyl)adipate from food packaging, *Food control*, **27**, 132-138 (2012).
6. Council Directive 82/711/EEC, 18 October 1982, Laying down the basic rules necessary for testing migration of the constituents of plastic materials and articles intended to come into contact with foodstuff, *Official Journal of the European Communities*, (1982).
7. Council Directive 2011/8/EU, 28/1/2011, The restriction of use of Bisphenol A in plastic infant feeding bottles, *Official Journal of the European Communities*, (2011).
8. Kubwabo C., Kosarac I., Stewart B., Gauthier B.R., Lalonde K., Lalonde P.J. – Migration of bisphenol A from plastic baby bottles liners and reusable polycarbonate drinking bottles, *Food Additives and Contaminants* **26**, 928-937 (2009).
9. Paraskevopoulou D., Achilias D.S., Paraskevopoulou A. – Migration of styrene from plastic packaging based on polystyrene into food stimulants, *Polymer Int.*, **61**, 141-148 (2012).
10. Agilent Application Solution – Analysis of bisphenol A leaching from baby feeding bottles, Application Note.