

食品（豆粕）中溶剂残留量的测定

陈卿卿

（浙江福立分析仪器股份有限公司，浙江省温岭市 317500）

摘要：样品中存在的溶剂残留在密闭容器中会扩散到气相中，经过一定的时间后可达到气相/液相间浓度的动态平衡，用顶空气相色谱法检测上层气相中溶剂残留的含量，即可计算出待测样品中溶剂残留的实际含量。

关键词：食品；溶剂残留量；检测

1 检测方法

《食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定》（GB 5009.262-2016）

2 试剂和材料

2.1 试剂

2.1.1 N,N-二甲基乙酰胺[CH₃C(O)N(CH₃)₂]:纯度≥99%。

2.1.2 溶剂残留标准品：“六号溶剂”溶液，浓度为 10mg/mL,溶剂为 N,N-二甲基乙酰胺。或国家认证并授予标准物质证书的其他溶剂残留检测用的标准物资。

2.2 仪器设备

2.2.1 GC9720Plus 气相色谱仪，附宽量程氢火焰检测器（FID）

2.2.2 HS-930 全自动顶空

2.2.3 DM-5/30m*0.25mm*0.25um

2.2.4 顶空瓶：20mL，配备铝盖和不含烃类溶剂残留的丁基橡胶或硅树脂胶隔垫

2.2.5 分析天平：感量为 0.01g

2.2.6 鼓风烘箱

2.2.7 恒温振荡器

2.2.8 超声波振荡器

2.2.9 微量注射器：容积为 10uL、25uL、50uL、100uL、250uL、500uL。

3 溶液配制

3.1 标准溶液配制

称取 3.0g(精确到 0.01g)基体粕 6 份于 20mL 顶空进样瓶中。再向每个顶空瓶中加入 400

uL 水，最后用微量注射器迅速加入 0uL、3uL、9uL、15uL、30uL、150uL 的六号溶剂标准品，密封后，得到浓度分别为 0mg/kg、10mg/kg、30mg/kg、50mg/kg、100mg/kg、500mg/kg 的基质粕标准溶液。保持顶空进样瓶直立，并在水平桌面上做快速的圆周转动，使物质充分混合。转动过程中基体粕不能接触到密封垫，如果有接触，需重新配置。

3.2 样品溶液配制

称取 3.0g(精确到 0.01g)粕类样品于 20mL 顶空进样瓶中。再向其中加入 400 uL 水后密封，保持顶空进样瓶直立，待分析。制备过程中基体粕不能接触到密封垫，如果有接触，需重新配置。

3.3 加标样品配制

称取豆粕样品 3.0g(精确到 0.01g)6 份于 20mL 顶空进样瓶中。再向每个顶空瓶中加入 400 uL 水，最后用微量注射器迅速加入 3uL、3uL、3uL、75uL、75uL、75uL、120uL、120uL、120uL 的六号溶剂标准品，密封后，得到浓度分别为 10mg/kg、10mg/kg、10mg/kg、250mg/kg、250mg/kg、250mg/kg、400mg/kg、400mg/kg、400mg/kg 的豆粕加标溶液。保持顶空进样瓶直立，并在水平桌面上做快速的圆周转动，使物质充分混合。转动过程中基体粕不能接触到密封垫，如果有接触，需重新配置。

4 测定

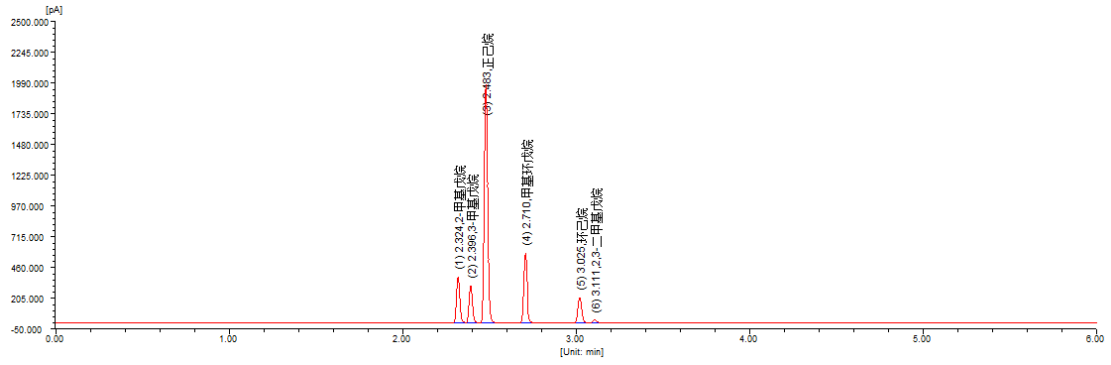
4.1 顶空条件

加热平衡温度 60°C，加热平衡时间 30min，取样针温度 100°C，阀箱温度：110°C，传输线温度 120°C，平衡时振荡器转速：10 档（200 r/min），进样体积：1mL。

4.2 色谱条件

- (1) 进样口 250°C
- (2) 柱温：50°C 保持 3min，以 1°C/min 升至 55°C，保持 3min，再以 30°C/min 升至 200°C，保持 3min。
- (3) 检测器 300°C
- (4) 恒流：1.0 ml/min
- (5) 分流比 100:1

4.3 典型谱图



1—2-甲基戊烷，2—3-甲基戊烷，3—正己烷，4—甲基环戊烷，5—环己烷，6—2,3-二甲基戊烷

图 1 500mg/kg 六号溶剂标样谱图

4.4 重复性实验

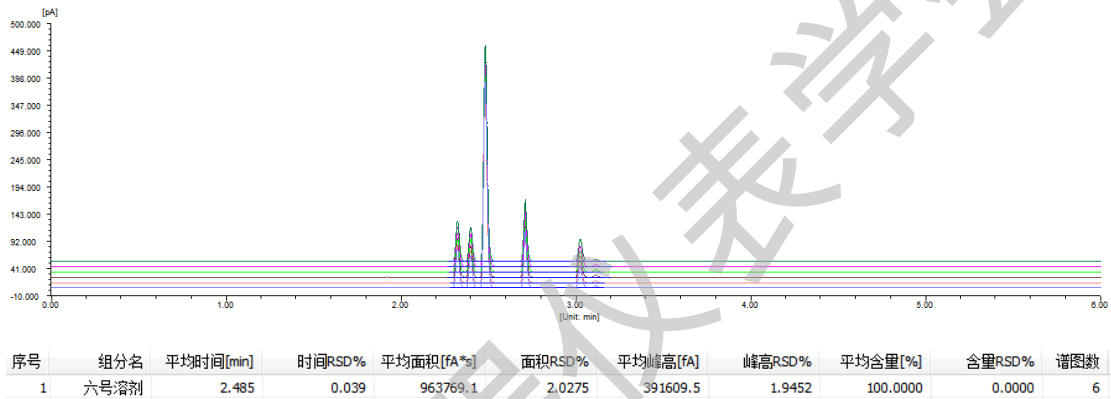
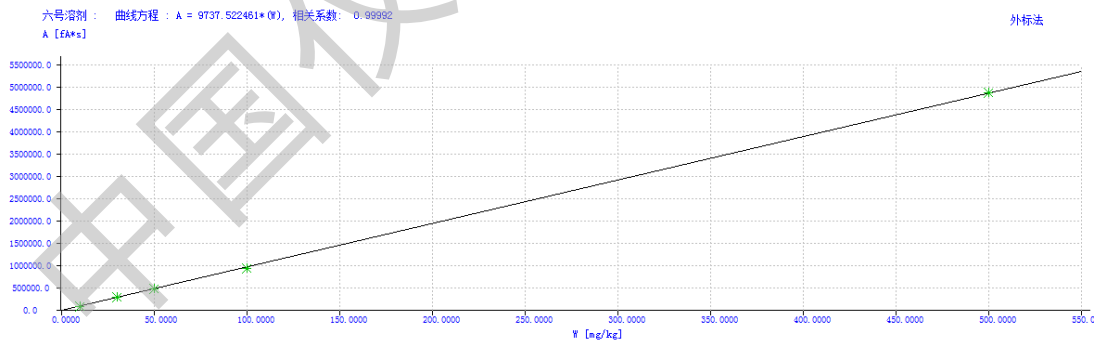


图 2 100mg/kg 六号溶剂标样重复性谱图

4.5 标准曲线

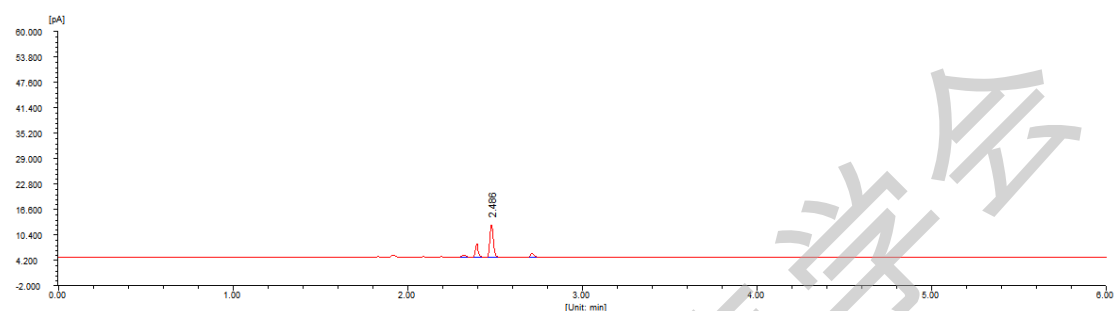


4.6 检出限

在取样量为 3g，本方法的检出限、定量限如下表所示：

组分名	含量	含量	含量	含量	含量	含量	含量	检出限	定量限
	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]	[mg/kg]		
六号溶剂	9.291	9.7329	9.6643	9.3154	9.3083	9.8032	9.7837	1.200	6.000

4.7 豆粕样品典型谱图及两针分析结果



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[mg/kg]
1	六号溶剂	2.486	0.022	7915.7	18176.1	100.0000	1.8666
				总计:	7915.7	18176.1	1.8666
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[mg/kg]
1	六号溶剂	2.487	0.021	7813.6	17880.6	100.0000	1.8363
				总计:	7813.6	17880.6	1.8363

图 3 豆粕样品谱图

得到豆粕中六号溶剂的平均含量为 1.851mg/kg，两针的绝对值差(0.030)小于算术平均值的 10%(0.185)

4.8 加标回收率

序号	豆粕[mg/kg]	加标量[mg/kg]	测定值[mg/kg]	加标回收率%	加标回收率范围%
1	1.851	10	11.4108	95.60	90.92-102.63
2		10	10.9434	90.92	
3		10	12.1143	102.63	
4		250	233.7266	92.75	91.47-92.91
5		250	230.5216	91.47	
6		250	234.1270	92.91	
7		400	365.4603	90.90	90.90-100.61
8		400	404.3090	100.61	
9		400	382.0256	95.04	

说明：标准曲线及样品中六号溶剂的量均以总峰面积计。