

# 食品（食用油）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：**气相；溶剂残留；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[CH<sub>3</sub>C(O)N(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>]:纯度≥99%。

2.1.2 正庚烷（C<sub>7</sub>H<sub>16</sub>）:纯度≥99%

2.1.3 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 5.0g(精确到 0.01g)基体植物油 6 份于 20mL 顶空进样瓶中。向每份基体植物油中迅速加入 5uL 正庚烷标准工作液作为内标,用手轻微摇匀后,再用微量注射器迅速加入 0uL、5uL、10uL、25uL、50uL、100uL 的六号溶剂标准品,密封后,得到浓度分别为 0mg/kg、10mg/kg、20mg/kg、50mg/kg、100mg/kg、200mg/kg 的基质植物油标准溶液。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。转动过程中基体植物油不能接触到密封垫,如果有接触,需重新配置。

### 3.2 内标溶液配制

正庚烷标准工作液:在 10mL 容量瓶中准确加入 1mL 正庚烷后,再迅速加入 N,N-二甲基乙酰胺,并定容至刻度。

### 3.3 样品溶液配制

植物油样品配制:称取植物油样品 5g(精确至 0.01g)于 20mL 顶空进样瓶中,向植物油样品中迅速加入 5uL 正庚烷标准工作溶液作为内标,用手轻微摇匀后密封。保持顶空进样瓶直立,待分析。制备过程中植物油样品不能接触到密封垫,如有接触,需重新配置。

### 3.4 加标样品配制

称取植物油样品 5g(精确至 0.01g)6 份于 20mL 顶空进样瓶中,向植物油样品中迅速加入 5uL 正庚烷标准工作溶液作为内标,用手轻微摇匀后,再用微量注射器迅速加入 5uL、5uL、5uL、40uL、40uL、40uL、80uL、80uL、80uL 的六号溶剂标准品,密封后,得到浓度分别为 10mg/kg、10mg/kg、10mg/kg、80mg/kg、80mg/kg、80mg/kg、160mg/kg、160mg/kg、160mg/kg 的植物油加标溶液。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。转动过程中基体植物油不能接触到密封垫,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。

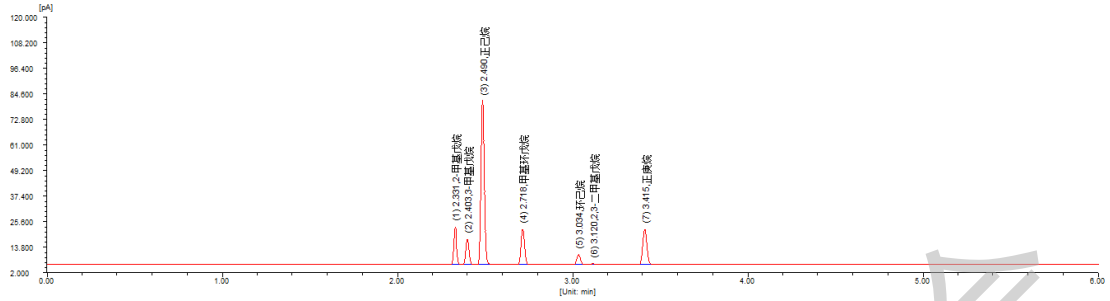
### 4.2 色谱条件

- (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

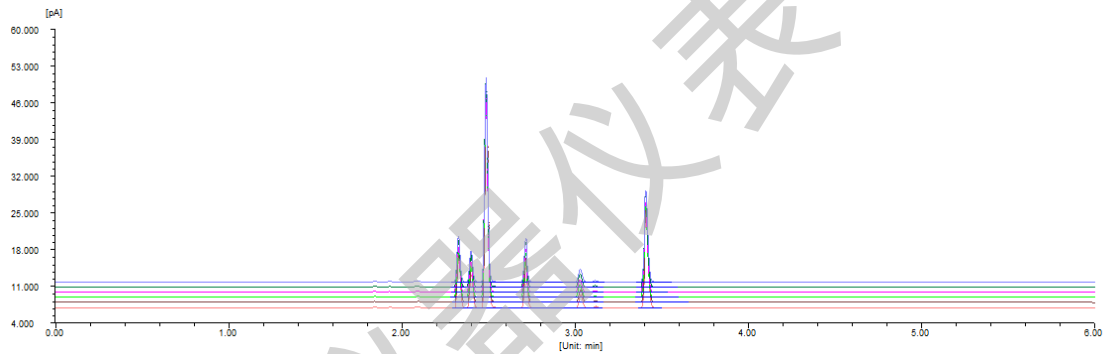
### 4.3 典型谱图



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, 7—正庚烷 (内标)

图 1 200mg/kg 六号溶剂标样谱图

### 4.4 重复性实验



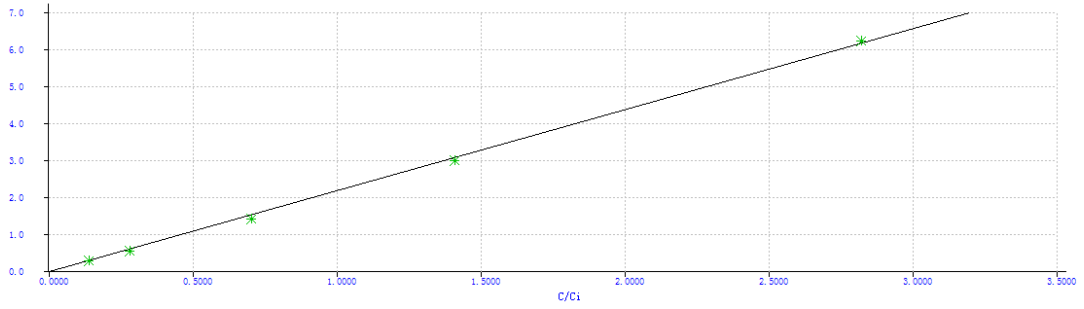
| 序号 | 组分名  | 平均时间[min] | 时间RSD% | 平均面积[fa*s] | 面积RSD% | 平均峰高[fa] | 峰高RSD% | 平均含量[%] | 含量RSD% | 谱图数 |
|----|------|-----------|--------|------------|--------|----------|--------|---------|--------|-----|
| 1  | 六号溶剂 | 2.490     | 0.061  | 90322.0    | 2.5827 | 39492.7  | 2.3598 | 75.1026 | 0.2777 | 6   |
| 2  | 正庚烷  | 3.415     | 0.057  | 29939.3    | 2.0851 | 17710.3  | 2.0410 | 24.8974 | 0.8378 | 6   |

图 2 100mg/kg 六号溶剂标样重复性谱图

## 4.5 标准曲线

六号溶剂： 曲线方程： $A/A_i=2.189273*(C/C_i)$ ， 相关系数： 0.99919

内标法



## 4.6 检出限

在取样量为 5g，本方法的检出限、定量限如下表所示：

| 组分名  | 含量<br>[mg/kg] | 含量<br>[mg/kg] | 含量<br>[mg/kg] | 含量<br>[mg/kg] | 含量<br>[mg/kg] | 含量<br>[mg/kg] | 含量<br>[mg/kg] | 检出限<br>[mg/kg] | 定量限<br>[mg/kg] |
|------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|---------------|----------------|----------------|
| 六号溶剂 | 9.4686        | 9.2403        | 9.4609        | 9.7972        | 9.5351        | 9.4181        | 9.4425        | 0.524          | 2.620          |

## 4.7 食用油样品典型谱图

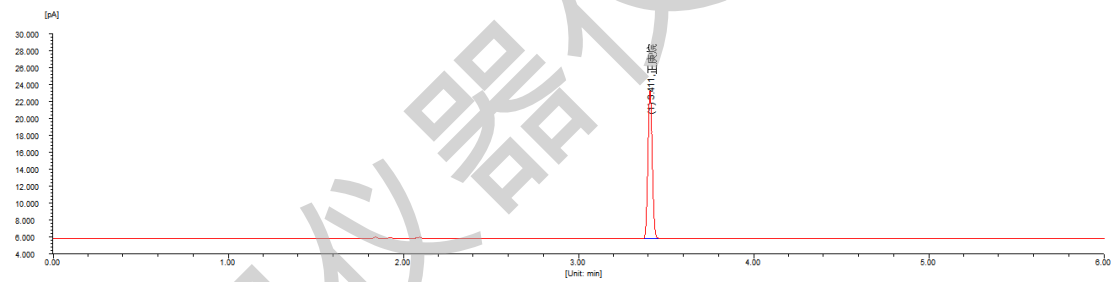


图3 食用油样品谱图

食用油中未检出六号溶剂。

#### 4.8 加标回收率

| 序号 | 食用油[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  | 未检出        | 10         | 9.198      | 91.98  | 91.58—93.28  |
| 2  |            | 10         | 9.158      | 91.58  |              |
| 3  |            | 10         | 9.328      | 93.28  |              |
| 4  |            | 80         | 78.047     | 97.56  | 96.39—98.73  |
| 5  |            | 80         | 77.114     | 96.39  |              |
| 6  |            | 80         | 78.984     | 98.73  |              |
| 7  |            | 160        | 162.960    | 101.85 | 98.58—101.85 |
| 8  |            | 160        | 158.374    | 98.98  |              |
| 9  |            | 160        | 157.734    | 98.58  |              |

说明：标准曲线及样品中六号溶剂的量均以总峰面积计。