

# Nexis GC-2030 结合 HS-10 测定食用油中 6 号溶剂残留

## GC-131

**摘要：**本文利用岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，参考 GB 5009.262-2016 建立了食用油中 6 号溶剂的气相色谱检测方法。采用内标法定量，在 4~100 mg/kg 浓度范围内建立内标标准曲线，线性关系良好，6 号溶剂的相关系数  $r$  大于 0.999，检出限为 0.5 mg/kg。加标浓度为 6 mg/kg、10 mg/kg 下测定样品回收率，6 号溶剂的加标平均回收率为 102.5~106.2% 之间。该方法简单、方便，可用于食用油中 6 号溶剂准确定量分析。

**关键词：**Nexis GC-2030 气相色谱仪 HS-10 顶空自动进样器 食用油 6 号溶剂

食用植物油（简称食用油）是人们日常生活中制作食物时常用的油脂之一。食用油的基本制作工艺分为“压榨法”和“浸出法”，其中浸出法使用的溶剂是一种以六碳烷烃为主要成分的石油低沸点馏分提取物，统称为“6 号溶剂”。

虽然在生产过程中浸出油经过脱溶剂处理，但有可能少量溶剂残留在食用油当中，残留溶剂会对人体神经系统、脏器有一定的伤害。因此我国对 6 号溶剂的残留做了相应的要求，GB 2716-2005《食用植物油卫生

标准》中规定食用植物油中浸出油溶剂残留量不得大于 50 mg/kg。

顶空 - 气相色谱检测方法是检测食用油中 6 号溶剂最常用的方法，本文参考 GB 5009.262-2016，利用岛津公司最新型号的 Nexis GC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器，对食用油中 6 号溶剂含量进行了分析。实验结果表明：线性，检出限，精密度等结果符合国家标准要求，本方法适用于测定食用油中 6 号溶剂准确定量分析。

## 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 Nexis GC-2030 气相色谱仪，  
HS-10 顶空自动进样器

### 1.2 分析条件

GC 条件：

色谱柱：SH-Rtx-5，30 m×0.32 mm×0.25 μm

进样口压力：48.3 kPa

进样方式：分流进样，分流比 50:1

色谱柱流量：0.56 mL/min

柱温程序：50°C (3 min)\_1°C /min\_55°C  
(5 min)\_30°C /min\_220°C (3 min)

FID 检测器温度：300°C

HS-10 条件：

恒温炉温度：60°C

样品流路温度：80°C

传输线温度：100°C

恒温时间：30 min

样品瓶加压时间：0.5 min

导入平衡时间：0.1 min

进样时间：1 min

### 1.3 正庚烷标准工作液配置

准确移取 1 mL 正庚烷于 10 mL 容量瓶中，迅速加入 N,N- 二甲基乙酰胺，并定容至刻度。

### 1.4 标准溶液及样品制备

称取 5.0 g 基体植物油 6 份于 20 mL 顶空瓶中，向每份基体植物油中迅速加入 5 μL 正庚烷标准工作液作为内标，轻轻摇匀后，加入不同体积的 6 号溶剂储备液，配制成浓度为 4、10、20、32、40、100 mg/kg 的基体植物油标准溶液，拧紧瓶盖，摇匀，待测。

取待测食用油 5 mL，置于顶空小瓶内，拧紧瓶盖，摇匀，待测。

## 结果与讨论

### 2.1 标准样品色谱图

6号溶剂混标溶液及正庚烷内标色谱图如图1所示，标液组分相关信息见表1。

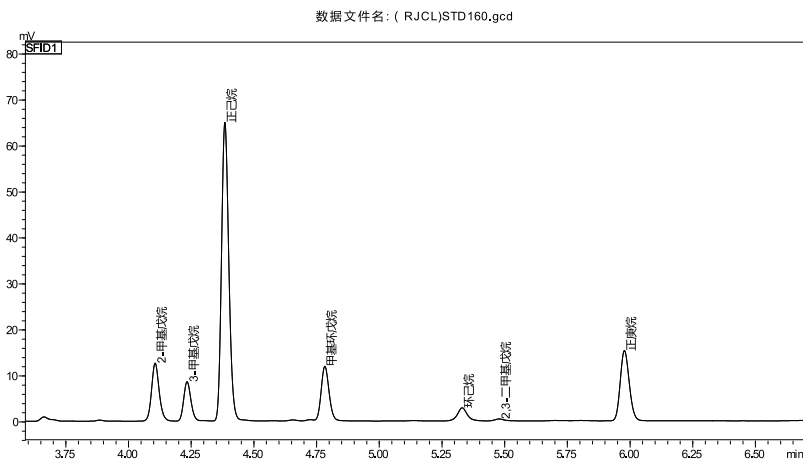


图1 标准样品色谱图(50 μg/mL)

表1 标液组分信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	2-甲基戊烷	2-methyl-Pentane	107-83-5	4.106
2	3-甲基戊烷	3-methyl-Pentane	96-14-0	4.233
3	正己烷	n-Hexane	110-54-3	4.384
4	甲基环戊烷	methyl-Cyclopentane	96-37-7	4.783
5	环己烷	Cyclohexane	110-82-7	5.331
6	2,3-二甲基戊烷	2,3-dimethylpentane	565-59-3	5.478
7	正庚烷	n-Heptane	142-82-5	5.978

### 2.2 标准曲线及检出限

对于6号溶剂采用组校准的方式建立内标校准曲线，组校准的标准曲线如图2所示，其线性  $r$  大于 0.999，标曲的准确度在 91.1~101.4% 之间。6号溶剂的检出限按照 3 倍的信噪比计算，其结果为 0.5 mg/kg。

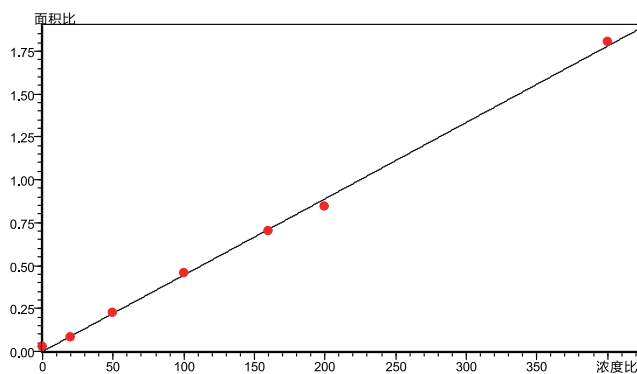


图2 6号溶剂组内标标准曲线

### 2.3 重复性

用浓度为 10 mg/kg 的标准溶液，重复进样 5 次，面积重复性良好，详细结果见表 3。

表3 6号溶剂峰面积比重复性结果 (n=5)

No.	组分名称	1	2	3	4	5	平均值	RSD%
1	6号溶剂	1.71	1.73	1.71	1.63	1.75	1.71	2.67

### 2.4 回收率测试

将高浓度混标溶液添加到空白植物油基质中，加标浓度为 6、10 mg/kg 的浓度，按照样品前处理方法制备，平行制样 3 次，回收率结果见表 4。

表4 加标回收率测试结果 (n=3)

No.	组分名称	加标浓度 6 mg/kg		加标浓度 10 mg/kg	
		平均回收率%	RSD%	平均回收率	RSD%
1	6号溶剂	106.2	3.25	102.5%	2.85

## 结论

采用岛津公司 NexisGC-2030 气相色谱仪结合 HS-10 顶空自动进样器分析食用油中 6 号溶剂，方法操作简单，在 4~100 mg/kg 浓度范围围内，6 号溶剂的线性良好，相关系数大于 0.999，检出限为 0.5 mg/kg。用浓度为 10 mg/kg 的标准溶液验证重复性，峰面积比 RSD 均小于 3%。在不同的加标浓度下，6 号溶剂的加标回收率在 102.5~106.2% 之间。该方法操作方便、重复性好、回收率高，适合食用油中 6 号溶剂的准备定量分析。