

# 顶空 - 气相色谱法测定保健品中 11 种残留溶剂

GC-158

**摘要：**本文建立了顶空 - 气相色谱仪检测保健品中 11 种残留溶剂的方法，分析结果表明：在校准曲线浓度范围内，各化合物线性相关系数均在 0.998 以上，线性良好。校准曲线浓度级别 1 标准溶液重复分析 6 次，峰面积相对标准偏差均小于 5%，重复性良好。对实际样品进行测试，11 种溶剂均未检出，加标实验回收率为 80%~110%，3 次加标实验相对标准偏差小于 7%。此方法参考《保健食品卫生学理化检验规范》中 11 种溶剂残留检测方法，实际测试结果满足规范中要求。

**关键词：**气相色谱仪 溶剂残留 保健品

随着人们生活水平的提高，大家对保健品的需求量与日俱增，在各种各样保健品应运而生的同时，保健品的安全问题也引起了广泛的关注。在保健品原料、辅料提取制备及产品的生产过程中会用到有机溶剂，而在后期工艺中很难完全去除，导致最终产品中残留溶剂的可能性较大。有机溶剂对人体有着严重的危害，大多数有机溶剂对中枢神经系统有抑制或麻醉作用，

因此需要对保健品中的有机溶剂残留量进行测定，以保证产品质量过关。

在《保健食品卫生学理化检验规范》中提供了 11 种残留溶剂的检测方法，如常用溶剂正己烷、甲醇、正丁醇等，采用顶空 +GC-FID 进行检测，本文参照此规范进行实验，前处理方法简单，仪器成本低。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2030 (FID)

顶空进样器：HS-20 (岛津公司)

### 1.2 分析条件

顶空条件：

恒温炉温度：90°C

恒温时间：30 min

GC 条件：

色谱柱：Stabilwax, (30 m×0.32 mm×0.5 μm)

柱温程序：40°C (5 min)\_10°C /min\_150°C (1 min) \_20°C /min\_200°C (2 min)

载气控制模式：恒流

色谱柱流量：1.5 mL/min

进样方式：分流进样 (分流比为 15:1)

加压压力：100 kPa

GC 循环时间：30 min

进样量：1 mL

检测器温度：250°C

氢气流量：32 mL/min

空气流量：200 mL/min

尾吹流量：24 mL/min

### 1.3 样品前处理

准确称取样品 0.5 g 至 20 mL 顶空瓶中，加入 5 mL 50% DMF 水溶液，密封后超声 10 min，上机分析。

## ■ 结果讨论

### 2.1 标准溶液色谱图

采用 50% 的 N,N- 亚甲基甲酰胺 (DMF) 水溶液配制 11 种化合物的标准溶液, 其色谱图见图 1, 相关化合物信息见表 1。

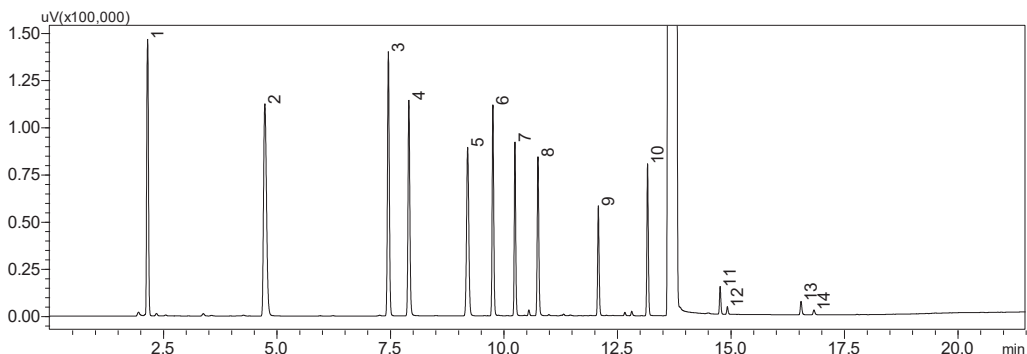


图 1 11 种化合物色谱图

表 1 11 种化合物信息

No.	化合物	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)
1	正己烷	n-Hexane	110-54-3	2.162
2	甲醇	Methanol	67-56-1	4.744
3	氯仿	Trichloromethane	67-66-3	7.464
4	甲苯	Toluene	108-88-3	7.915
5	异丁醇	Isobutanol	78-83-1	9.211
6	对二甲苯	p-Xylene	106-42-3	9.766
7	正丁醇	1-Butanol	71-36-1	10.252
8	邻二甲苯	o-Xylene	95-47-6	10.759
9	苯乙烯	Styrene	100-42-5	12.089
10	1,2- 二乙基苯	o-Diethylbenzene	135-01-3	13.173
11	对 - 乙基乙烯苯	p-Ethylstyrene	3454-07-7	14.771
12	间 - 乙基乙烯苯	m-Ethylstyrene	7525-62-4	14.931
13	对 - 二乙烯苯	p-Divinylbenzene	105-06-6	16.553
14	间 - 二乙烯苯	m-Divinylbenzene	108-57-6	16.838

备注: 根据《保健食品卫生理化检验规范》, 间 - 乙基乙烯苯、对 - 乙基乙烯苯, 间 - 二乙烯苯, 对 - 二乙烯苯为同一标准品中的四个组分, 以组校准方式定量, 最终定量结果以二乙烯苯表示。

### 2.2 校准曲线和检出限

参照《保健食品卫生理化检验规范》, 采用 50% 的 DMF 水溶液配制校准曲线, 现配现用。不同化合物浓度范围不同, 浓度信息如下表 2 所示。移取上述溶液 5 mL 至顶空瓶中, 密封后上机分析, 得到校准曲线如图 2 所示, 线性相关系数均大于 0.998, 具体线性相关系数及计算得到的仪器检出限如表 2 所示。

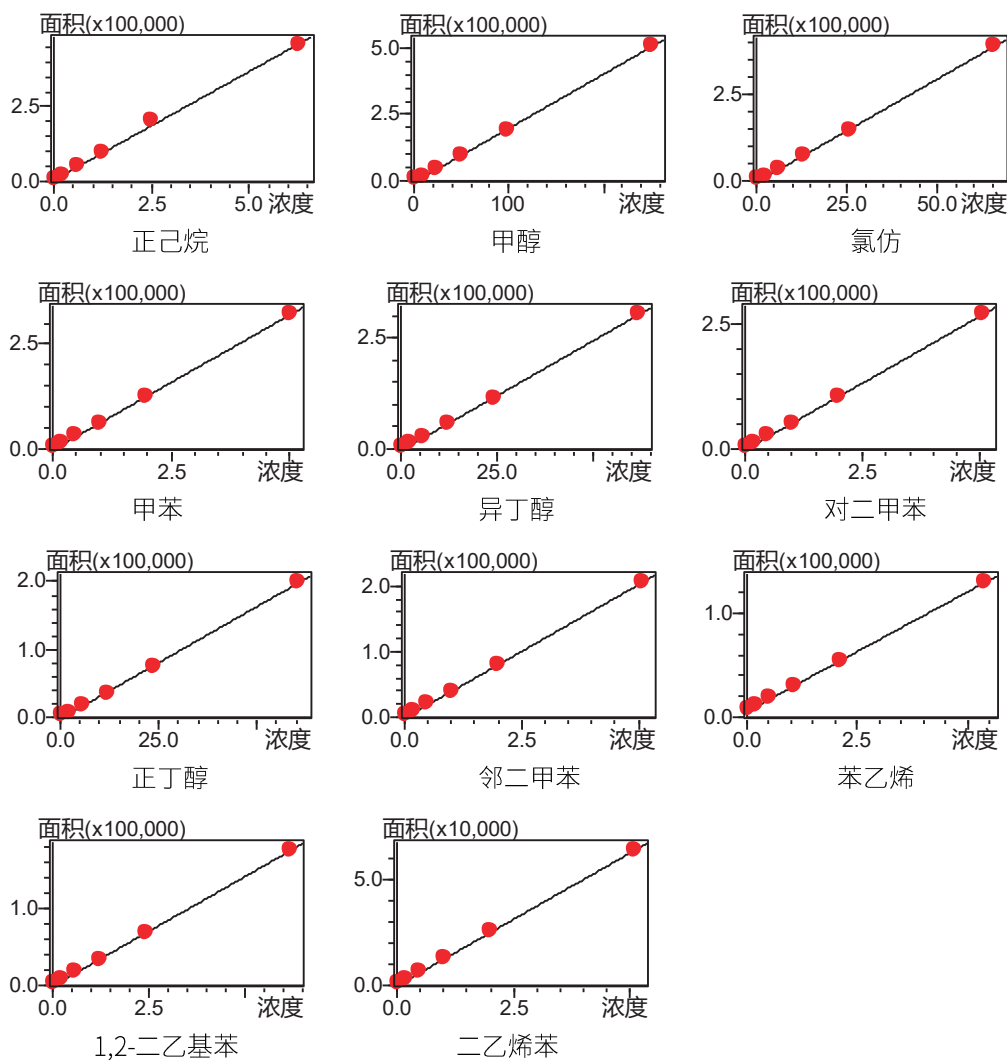


图 2 11 种化合物校准曲线

表 2 线性相关系数和检出限

No.	化合物	浓度范围 (μg/mL)	相关系数	S/N (浓度级别 1)	检出限 (μg/mL)
1	正己烷	0.06 ~ 6.00	0.9983	94.72	0.0020
2	甲醇	2.50 ~ 250	0.9995	59.58	0.1262
3	氯仿	0.60 ~ 60.0	0.9995	68.06	0.0289
4	甲苯	0.05 ~ 5.00	0.9997	57.6	0.0026
5	异丁醇	0.60 ~ 60.0	0.9995	48.1	0.0386
6	对二甲苯	0.05 ~ 5.00	0.9997	55.06	0.0028
7	正丁醇	0.60 ~ 60.0	0.9994	47.25	0.0384
8	邻二甲苯	0.05 ~ 5.00	0.9998	44.01	0.0035
9	苯乙烯	0.05 ~ 5.00	0.9998	193.04	0.0008
10	1,2-二乙基苯	0.05 ~ 5.00	0.9998	44.38	0.0042
11	二乙烯苯	0.06 ~ 6.00	0.9999	7.54	0.0203

### 2.3 重复性结果

配制浓度级别 1 的标准溶液 6 份，上机分析，考察仪器重复性，11 种化合物峰面积的相对标准偏差小于 5%，具体结果见表 3。

表 3 重复性实验结果 (n=6)

No.	化合物	峰面积						RSD%
		1	2	3	4	5	6	
1	正己烷	14,916	14,918	15,025	15,299	14,869	15,161	1.12
2	甲醇	4,378	4,410	4,411	4,386	4,309	4,396	0.86
3	氯仿	3,286	3,271	3,263	3,219	3,262	3,294	0.81
4	甲苯	3,007	3,003	3,029	3,003	3,025	2,999	0.42
5	异丁醇	2,625	2,662	2,656	2,640	2,610	2,609	0.85
6	对二甲苯	2,556	2,558	2,586	2,543	2,566	2,547	0.60
7	正丁醇	1,695	1,693	1,689	1,692	1,695	1,695	0.14
8	邻二甲苯	1,987	1,981	1,982	1,964	1,980	1,948	0.75
9	苯乙烯	1,227	1,247	1,193	1,193	1,195	1,183	2.08
10	1,2- 二乙基苯	1,530	1,552	1,509	1,663	1,537	1,537	3.53
11	二乙烯苯	519	548	569	571	524	533	4.13

### 2.4 实际样品测试及加标回收率结果

按照 1.3 的前处理方法，分析某市售固体维生素保健品，得到色谱图如图 3 所示。对实际样品加标，加标浓度为校准曲线浓度级别 3，重复 3 次，实际样品中 11 种溶剂残留溶剂浓度及加标回收率见表 4。

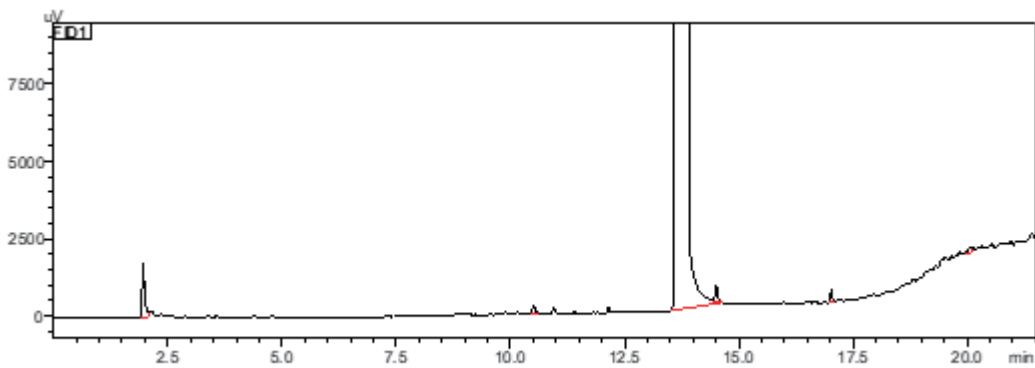


图 3 实际样品色谱图

表 4 实际样品中残留溶剂浓度和加标回收率 (n=3)

No.	化合物	浓度	加标浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	检测平均浓度 ( $\mu\text{g}/\text{mL}$ )	平均回收率	RSD%
1	正己烷	N.D	0.6301	0.506	80.3	2.83
2	甲醇	N.D	25.07	25.914	103.4	1.97
3	氯仿	N.D	6.552	6.574	100.3	0.80
4	甲苯	N.D	0.50125	0.502	100.1	0.94
5	异丁醇	N.D	6.194	6.412	103.5	3.20
6	对二甲苯	N.D	0.5049	0.507	100.4	0.79
7	正丁醇	N.D	6.0405	6.517	107.9	6.42
8	邻二甲苯	N.D	0.5081	0.515	101.3	1.65
9	苯乙烯	N.D	0.539	0.533	98.9	2.91
10	1,2- 二乙基苯	N.D	0.6176	0.631	102.2	1.68
11	二乙烯苯	N.D	0.50925	0.415	81.6	6.82

备注：N.D 表示未检出。

## ■ 结论

本文参考《保健食品卫生学理化检验规范》建立了顶空 - 气相色谱仪检测保健品中 11 种残留溶剂的方法，分析结果表明：在校准曲线浓度范围内，各化合物线性相关系数均在 0.998 以上，线性良好。校准曲线浓度级别 1 标准溶液重复分析 6 次，峰面积相对标准偏差均小于 5%，重复性良好。对实际样品进行测试，11 种溶剂均未检出，加标实验回收率为 80%~110%，3 次加标实验相对标准偏差小于 7%。此方法可用于保健品中 11 种溶剂残留的检测。

岛津应用云

