

# 顶空 - 气相色谱法测定食品加工用粕类产品中 6 号溶剂残留

GC-289

**摘要：** 本文利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了食品加工用粕类产品中 6 号溶剂含量的检测方法。在 0~500 mg/kg 浓度范围内，6 号溶剂的线性相关系数为 0.9999。取浓度为 30 mg/kg 的 6 号溶剂标准溶液连续 5 次进样，峰面积 RSD 值小于 2%。加标回收率实验，加标浓度分别为 15 mg/kg 和 50 mg/kg，平均回收率分别为 95.4% 和 98.1%，完全满足检测的要求。

**关键词：** 气相色谱法 食品加工用粕类 6 号溶剂

## 技术特点：

- ❖ 前处理采用顶空进样法，快速简便，重复性好。
- ❖ 各项指标满足 GB 5009.262-2016《食品中溶剂残留量的测定》对食品加工用粕类产品溶剂残留检测的要求。

6 号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，在食品工业上，主要用于天然香料、色素、油脂和其它脂溶性物质的浸出抽提工艺。粕类产品是指油料、棉籽、花生、大豆等制油废弃物或者副产品经过压榨、萃取油脂之后，去除了大部分油脂的产物。

食品加工粕类是一种高蛋白原料，无需脱毒即可

用作饲料，其中残留的溶剂可对动物健康产生一定的伤害。

本文参考 GB 5009.262-2016《食品中溶剂残留量的测定》，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了粕类中 6 号溶剂的检测方法，该方法线性、重复性、检出限等均满足标准中检测的要求，可为粕类中 6 号溶剂测定提供参考。

## 实验部分

### 1.1 仪器

气相色谱仪：GC-2010 Pro

HS-10 顶空自动进样器

### 1.2 分析条件

HS-10 条件：

恒温炉温度：60℃

样品流路温度：150℃

传输线温度：170℃

恒温时间：30 min

进样量：1 mL

样品加压时间：0.5 min

导入平衡时间：0.1 min

进样时间：1 min

GC 条件：

色谱柱：SK-5, 30 m×0.25 mm×0.25 μm

柱温程序：50℃ (3 min)\_1℃ /min\_55℃ (3 min)\_30℃ /min\_200℃ (3 min)

载气：氮气

载气控制模式：恒线速度

线速度：26.1 cm/sec

进样口温度：250℃

进样方式：分流进样

分流比：100:1

检测器：FID 检测器

检测器温度：300℃

氢气流量：40 mL/min

空气流量：400 mL/min

尾吹气流量：30 mL/min

## 2. 标准溶液及样品制备

称量 3.0 g (精确到 0.01g) 基体粕 6 份于 20 mL 顶空进样瓶中, 再向每个顶空进样瓶中加入 400  $\mu$ L 超纯水, 然后迅速加入 3、9、15、30 和 150  $\mu$ L 六号溶剂标准品, 压盖密封。得到浓度分别为 10、30、50、100 和 500 mg/kg 的基体粕标准溶液。充分混合。

称量 3.0 g (精确到 0.01g) 粕类样品于 20 mL 顶空进样瓶中, 再向其中加入 400  $\mu$ L 超纯水, 压盖密封。充分混合, 待上机。

## ■ 结果与讨论

### 3.1 标准品色谱图

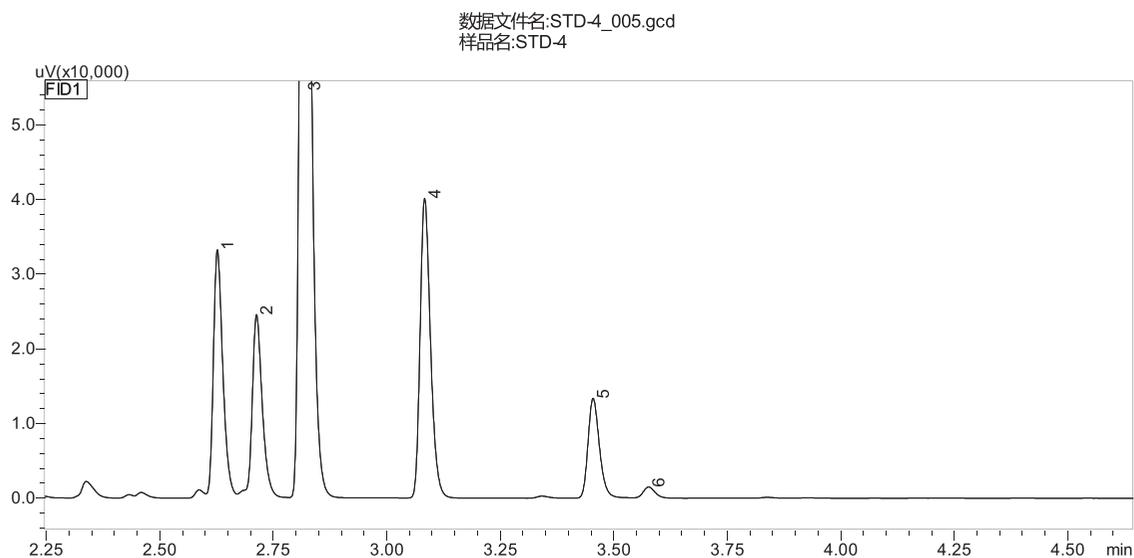


图 1 标准溶液色谱图 (浓度 50 mg/kg)

表 1 化合物信息

| No. | 化合物名称       | 英文名称                 | CAS 号    | 保留时间 (min) |
|-----|-------------|----------------------|----------|------------|
| 1   | 2- 甲基戊烷     | 2-methyl-Pentane     | 107-83-5 | 2.627      |
| 2   | 3- 甲基戊烷     | 3-methyl-Pentane     | 96-14-0  | 2.714      |
| 3   | 正己烷         | n-Hexane             | 110-54-3 | 2.819      |
| 4   | 甲基环戊烷       | methyl-cyclopentane  | 96-37-37 | 3.084      |
| 5   | 环己烷         | Cyclohexane          | 110-82-7 | 3.455      |
| 6   | 2, 3- 二甲基戊烷 | 2, 3-dimethylpentane | 565-59-3 | 3.577      |

### 3.2 标准曲线及检出限

对 6 号溶剂采用软件中组校准方式建立标准曲线, 标准曲线如图 2 所示。以浓度为 10 mg/kg 的标准溶液测定结果, 3 倍信噪比计算检出限, 结果见表 2。

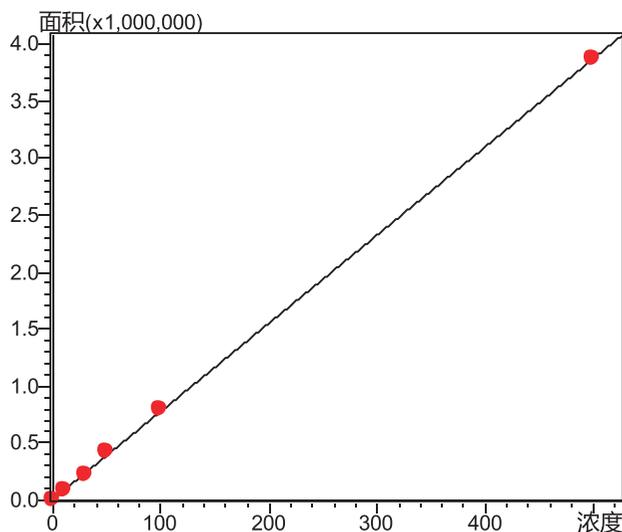


图 2 6号溶剂标准曲线

表 2 标准曲线信息及检出限

| No. | 化合物名称 | 相关系数 R | 检出限 (mg/kg) |
|-----|-------|--------|-------------|
| 1   | 6号溶剂  | 0.9999 | 1.18        |

### 3.3 重复性测试

取浓度为 30 mg/kg 标准样溶液连续 5 次进样，面积重复性良好。具体结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=5)

| No. | 名称   | 峰面积    |        |        |        |        | RSD (%) |
|-----|------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|
|     |      | 1      | 2      | 3      | 4      | 5      |         |
| 1   | 6号溶剂 | 215929 | 214658 | 219066 | 219181 | 223654 | 1.44    |

### 3.4 回收率测试

取空白样品进行加标实验，加标浓度分别为 15 和 50 mg/kg，平行 2 份，按前述前处理后，上机测定。回收率结果见表 4。

表 4 回收率结果

| 名称   | 加标浓度 (mg/kg) | 回收率 1 (%) | 回收率 2 (%) | 平均回收率 (%) |
|------|--------------|-----------|-----------|-----------|
| 6号溶剂 | 15           | 96.9      | 93.9      | 95.4      |
|      | 50           | 98.9      | 97.3      | 98.1      |

### 3.5. 样品检测

对市售某菜籽粕样品进行检测，按前述前处理后上机测定，该样品色谱图见图 4，该样品中 6 号溶剂含量为 22.1 mg/kg。

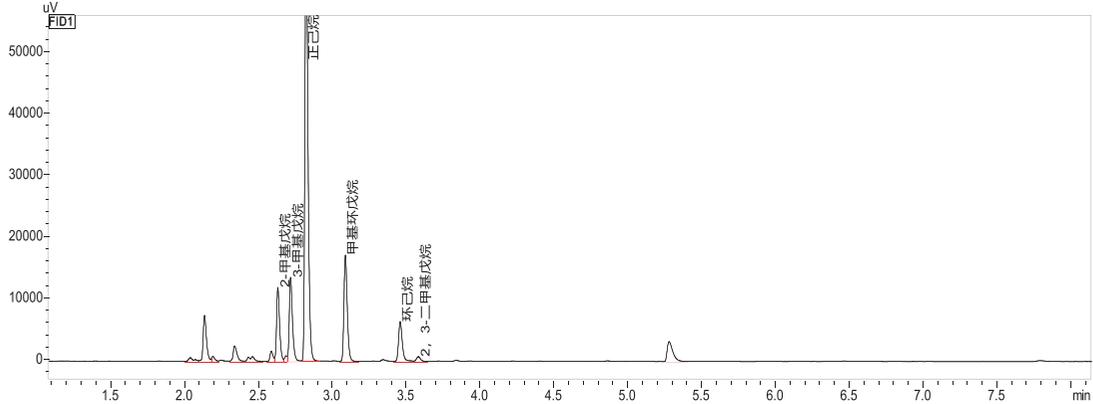


图4 某菜籽粕样品色谱图

## ■ 结论

本文参考国家标准 GB 5009.262-2016《食品中溶剂残留量的测定》，采用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro 结合 HS-10 顶空自动进样器，建立了食品加工用粕类中 6 号溶剂含量的检测方法。在 10~500 mg/kg 浓度范围内，6 号溶剂线性相关系数为 0.9999，线性良好。取浓度 30 mg/kg 标准溶液连续测定 5 针，峰面积 RSD 小于 2%，重复性良好。加标试验中，加标浓度分别为 15 和 50 mg/kg，平均回收率分别为 95.4% 和 98.1%。该方法可为食品加工用粕类产品中 6 号溶剂含量的测定提供参考。

岛津应用云

