

气相色谱法测定水果中联苯醚的残留量

GC-235

摘要：本文利用岛津 GC-2010 Pro 气相色谱仪，建立了水果保鲜剂联苯醚残留量的检测方法。在 1.0~30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 浓度范围内，联苯醚标准曲线线性关系良好，相关系数 R 为 0.9993。取不同浓度的联苯醚标准溶液，连续 6 次进样，联苯醚保留时间相对标准偏差均小于 0.20%，峰面积相对标准偏差均小于 1.0%。对实际样品进行 1.0、5.0 和 10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 的加标测试，联苯醚回收率在 92~98% 之间，满足日常检测的要求，可为水果保鲜剂联苯醚残留量的检测提供参考。

关键词：气相色谱法 水果 联苯醚

水果作为人们日常生活中经常食用的食物，不仅味道酸甜可口，而且营养价值也很丰富，为人们供给维生素及水分，但是水果的保质期不长，放置时间过长不仅味道不佳，而且易腐烂，这个时候我们就需要用到水果保鲜剂来发挥它本身的作用了。

联苯醚（又名二苯醚），广泛应用于水果的保鲜、防腐。GB 2760-2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》明确规定了，联苯醚在柑橘类水果中最大使用量为 3.0 g/kg 和允许残留量为 ≤ 12.0 mg/kg。

目前水果保鲜防腐剂常见的检测方法有气相色谱法、液相色谱法、气质联用法等。联苯醚的沸点为 259 $^{\circ}\text{C}$ ，是一种气化而不分解的物质，非常适合使用气相色谱法进行检测。

本文利用岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了水果中保鲜剂联苯醚残留量的检测方法。该方法前处理操作简便，定量准确，可为水果保鲜剂联苯醚残留量的检测提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器配置

岛津气相色谱仪 GC-2010 Pro

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rtx-1701，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $_10^{\circ}\text{C}/\text{min}_260^{\circ}\text{C}$ (4 min)

载气：氮气

载气控制模式：恒线速度

进样方式：不分流进样

检测器：FID 检测器

尾吹气流量：30 mL/min

氢气流量：40 mL/min

线速度：27.4 cm/sec

进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$

进样量：1 μL

空气流量：400 mL/min

检测器温度：300 $^{\circ}\text{C}$

■ 样品前处理

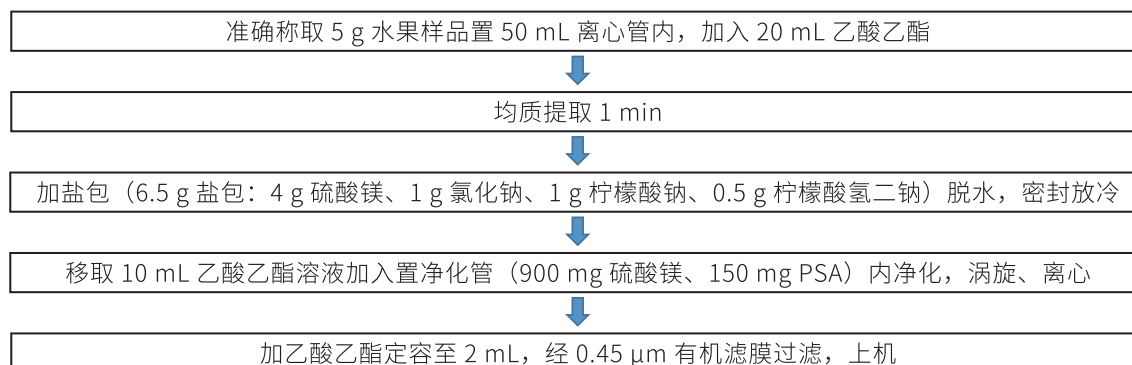


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与结论

3.1 标准品色谱图

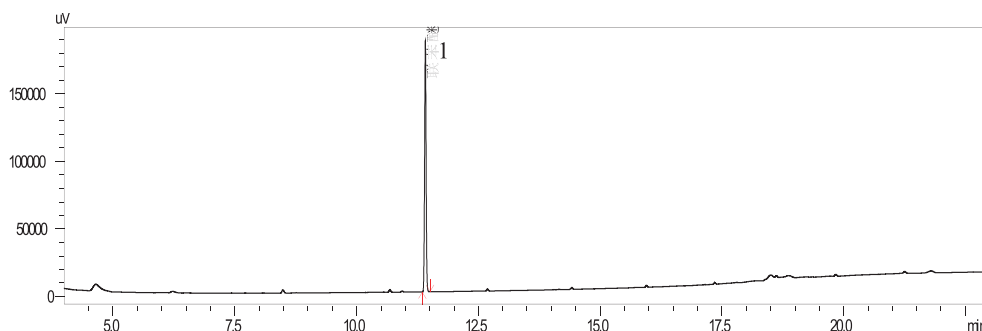


图 2 联苯醚标准溶液色谱图

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	联苯醚	Diphenyl oxide	101-84-8	11.412

3.2 标准曲线与检出限

用乙酸乙酯配制联苯醚系列标准溶液，浓度分别为 1.0、2.5、5.0、10、20 和 30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。经测定，得到联苯醚标准曲线如下图所示。以浓度为 1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液，3 倍信噪比计算检出限，标准曲线信息及仪器检出限结果见表 2。

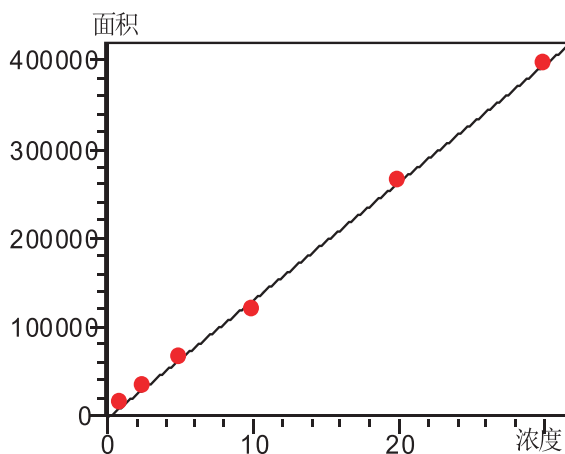


图 3 联苯醚标准曲线

表 2 联苯醚线性关系、检出限及精密度测试结果

No.	化合物名称	相关系数 R	检出限 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	RSD (%) (n=6)					
				10 $\mu\text{g}/\text{mL}$		30 $\mu\text{g}/\text{mL}$			
				RT	A	RT	A	RT	A
1	联苯醚	0.9993	0.03	0.13	0.72	0.12	0.91	0.11	0.84

3.3 仪器精密度测试

分别取 2.5、10 和 30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准溶液，连续 6 次进样，考察仪器精密度，结果见表 2，联苯醚保留时间相对标准偏差均小于 0.20%，峰面积相对标准偏差均小于 1.0%。精密度结果良好。

3.4 实际样品测试及加标回收率考察

取市售柑橘，采用前述前处理方式处理后，经测定，该样品检出联苯醚，样品色谱图见图 4。并利用该样品进行加标实验，加标量分别为 1.0、5.0 和 10 $\mu\text{g}/\text{g}$ ，样品及回收率具体测定结果详见表 3。

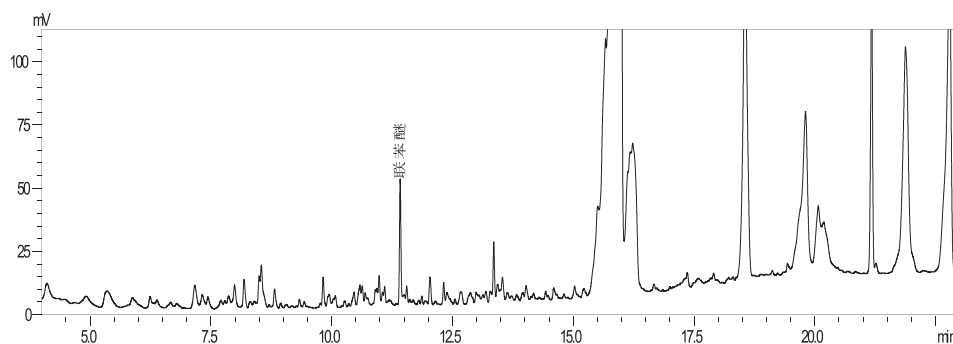


图 4 柑橘样品色谱图

表 3 样品及回收率测定结果

No.	化合物名称	样品含量 (%)	RSD (%) (n=6)		
			1.0 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	5.0 ($\mu\text{g}/\text{g}$)	10 ($\mu\text{g}/\text{g}$)
1	联苯醚	0.16	92.14	95.38	97.62

■ 结论

本文利用岛津公司气相色谱仪 GC-2010 Pro，建立了水果中保鲜剂联苯醚残留量的检测方法。实验结果表明，在 1.0~30 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内，联苯醚线性关系良好，相关系数 R 为 0.9993。精密度实验中，取不同浓度的联苯醚标准溶液，连续 6 次进样，联苯醚保留时间相对标准偏差均小于 0.20%，峰面积相对标准偏差均小于 1.0%。在样品中分别进行 1.0、5.0 和 10 $\mu\text{g}/\text{g}$ 的加标实验，联苯醚的回收率在 92~98% 之间，满足日常检测的要求。本方法可为水果中联苯醚残留量的测定提供参考。

岛津应用云

