

气相色谱法测定水果中二苯醚残留量

GC-308

摘要: 本文使用岛津气相色谱仪 GC-2014C, 建立了水果中二苯醚含量的测定方法。在 0.5~10.0 $\mu\text{g/mL}$ 浓度范围内, 二苯醚标准曲线线性关系良好, 相关系数 R 为 0.9992。取浓度 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的二苯醚标准溶液, 连续 6 次进样, 二苯醚峰面积相对标准偏差小于 2%, 精密度高。对空白样品进行 0.8、3.0 和 6.0 $\mu\text{g/mL}$ 的加标测试, 二苯醚回收率在 95.2~98.9% 之间, 满足准确定量的要求。该方法可为水果中二苯醚含量的测定提供参考。

关键词: 气相色谱法 水果 二苯醚

技术特点:

- ❖ 样品前处理快速、简便, 可操作性强。
- ❖ 本方法灵敏度、重复性、回收率均满足标准要求。

水果是日常生活中常见的食物, 不仅味道酸甜可口, 还富含维生素和水分, 具有较高的营养价值。然而, 水果的保质期较短, 若存放时间过长, 不仅口感变差, 还容易腐烂变质。二苯醚 (又名联苯醚) 具有良好的防腐保鲜作用, 广泛用于鲜果的表面处理, 它能有效延长水果的保鲜时间, 保持其新鲜品质。

尽管二苯醚在食品保鲜中发挥着重要作用, 但其安全性也备受关注。研究表明, 长期过量摄入二苯醚可能引发皮炎、肝功能异常等健康问题, 因此, 在食品中使用二苯醚时, 必须严格控制使用量, 确保其在

安全范围内。国家标准 GB 2760-2024《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》明确规定, 联苯醚在柑橘类水果中最大使用量为 3.0 g/kg、允许残留量 $\leq 12.0 \text{ mg/kg}$ 。

本文参考国家标准 GB 5009.306-2025《食品安全国家标准 食品中二苯醚的测定》, 使用岛津气相色谱仪 GC-2014C, 建立了水果中二苯醚残留量的检测方法。该方法前处理操作简便, 定量准确, 可为食品行业的检测提供参考。

实验部分

1.1 仪器

岛津气相色谱仪 GC-2014 C

1.2 分析条件

色谱柱 : SH-Rtx-5, 30 m \times 0.32 mm \times 0.25 μm

柱温程序 : 80 $^{\circ}\text{C}$ (1 min) $_{10^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 150 $^{\circ}\text{C}$ (10 min) $_{30^{\circ}\text{C}/\text{min}}$ 280 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)

载气 : 氮气

载气控制模式 : 恒线速度

线速度 : 25.8 cm/sec

进样口温度 : 285 $^{\circ}\text{C}$

进样方式 : 不分流进样

进样量 : 1 μL

检测器 : FID 检测器

检测器温度 : 300 $^{\circ}\text{C}$

空气流量 : 400 mL/min

氢气流量 : 40 mL/min

尾吹气流量 : 30 mL/min

■ 样品前处理

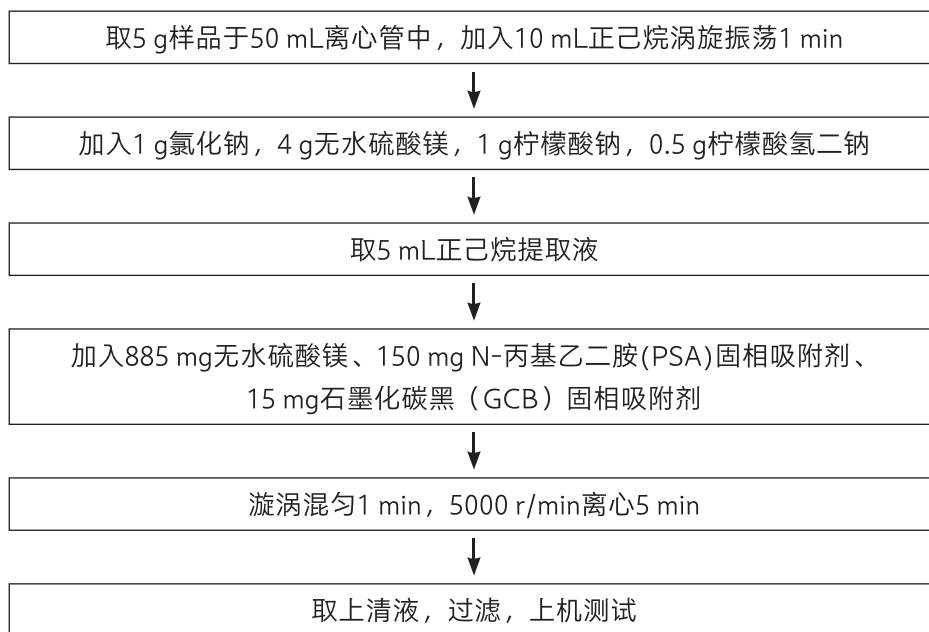


图1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

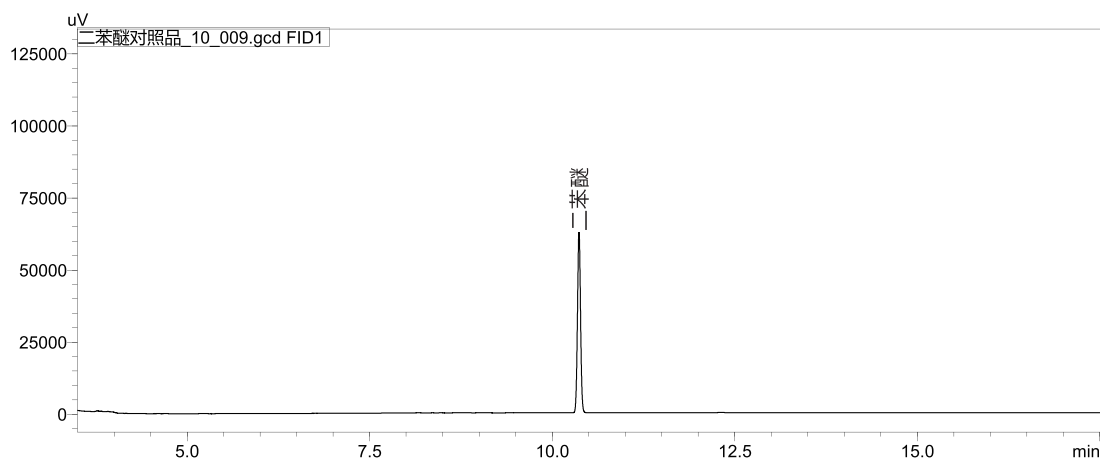


图2 二苯醚标准溶液色谱图 (10.0 µg/mL)

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	二苯醚	Diphenyl ether	101-84-8	10.367

3.2 标准曲线与检出限

用正己烷配制二苯醚标准系列溶液，浓度分别为 0.5、1.0、2.0、5.0 和 10.0 $\mu\text{g/mL}$ 。经测定，得到二苯醚标准曲线。以浓度 0.5 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液，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。

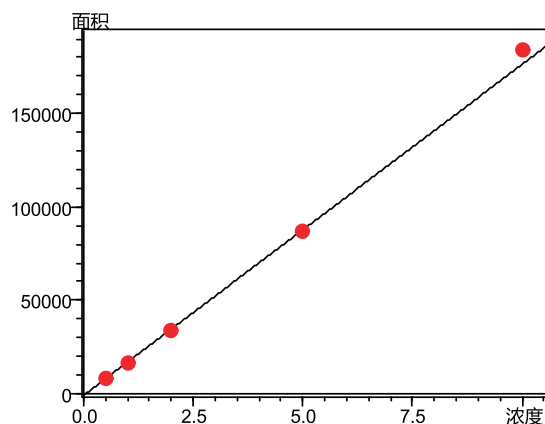


图 3 二苯醚的标准曲线图

表 2 二苯醚的线性关系及精密度考察结果 (n=6)

No	化合物名称	相关系数 R	检出限 ($\mu\text{g/mL}$)	2.0 $\mu\text{g/mL}$ RSD (%)
1	二苯醚	0.9992	0.014	1.4

3.3 仪器精密度测试

取 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 的标准溶液，连续 6 次进样，考察仪器精密度，结果见表 2，二苯醚峰面积相对标准偏差小于 2%，精密度结果良好。

3.4 实际样品测试及加标回收率考察

采用前述前处理方式测定市售苹果，未检出二苯醚，样品色谱图见图 4。在该样品中加入二苯醚标准溶液，加标量分别为 0.8、3.0 和 6.0 $\mu\text{g/mL}$ ，回收率结果详见表 3。

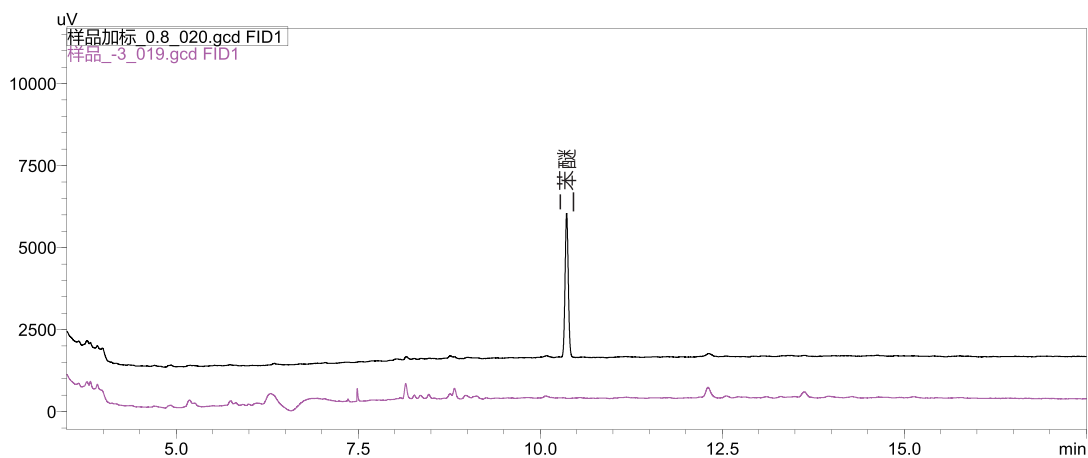


图 4 苹果样品和苹果加标样品色谱图

表 3 回收率测定结果

No	化合物名称	样品含量 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	加标回收率 (%)		
			0.8 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	3.0 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)	6.0 ($\mu\text{g}/\text{mL}$)
1	二苯醚	N.D.	98.9	95.2	98.1

注：N.D. 表示未检出。

■ 结论

本文采用岛津公司气相色谱仪 GC-2014C，建立了水果中二苯醚含量的测定方法。实验结果表明，二苯醚在 0.5~10.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的浓度范围内，建立标准曲线，相关系数 R 为 0.9992，线性关系良好。精密度实验中，取 2.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的二苯醚标准溶液，连续 6 次进样，二苯醚峰面积相对标准偏差小于 2%。在样品中分别进行 0.8、3.0 和 6.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的加标实验，二苯醚的回收率在 95.2~98.9% 之间，完全满足日常检测的要求。该方法可为水果中二苯醚的测定提供参考。

岛津应用云

