

顶空气相色谱法测定浸出植物油中六号溶剂残留量

摘要：我国浸出油的生产通常使用六号溶剂作为提取溶剂，其对产品的流变学、色泽、气味、氧化稳定等理化性质都会产生重要影响，同时其毒性也会对油脂的食用安全性构成威胁。本研究利用灵敏、高效、环境友好的顶空气相色谱法对浸出植物油中六号溶剂进行了分析，实验结果表明该方法可以使六号溶剂的 5 个主要成分完全分离，且检出各组分峰面积 RSD 值均在 2% 以内，保留时间 RSD 值均在 0.06% 以内，线性相关系数均在 0.997 以上，能够达到良好的重现性和准确度，适用于浸出植物油中六号溶剂残留量的分析测定。

关键词：顶空气相色谱法；六号溶剂

1. 引言

食用植物油是日常饮食常用的烹饪辅料，其质量品质与人们的健康息息相关。目前食用植物油的加工工艺分为压榨法和浸出法^[1-2]。压榨法是传统生产工艺，提取效率低；浸出法是现今国际公认的最先进高效的工艺，具有出油率高、加工成本低、经济效益高等优点，是目前大型油厂使用最普遍的方法^[1-4]。

我国浸出油生产使用的溶剂是一种以六碳烷烃为主要成分的烷烃、环烷烃、芳香烃的混合物，统称六号溶剂，其对产品的流变学、色泽、气味、氧化稳定等理化性质产生重大影响，同时其毒性也对油脂的食用安全性构成潜在威胁^[1-4]。因此对浸出植物油中残留溶剂进行准确检测并对溶剂的最高残留量进行合理限定，有利于促进食用植物油的生产工艺控制，切实提高产品的卫生和安全品质。

顶空气相色谱法采用气体直接进样，可无差别地收集样品中的易挥发性成分，具有更高的灵敏度和分析速度，是环境友好型的样品前处理方法，广泛应用与大气、水、土壤、食品、药品、生物材料中挥发性和半挥发性有机物的分析。

本研究通过优化顶空气相色谱分析条件，建立了浸出植物油中六号溶剂残留量的快速检测方法，对食用植物油的质量控制具有十分重要的意义。

2. 材料与方法

2.1 试剂与标准品

试剂：N,N-二甲基乙酰胺（DMA），气相顶空专用溶剂（99.9%，北京百灵威科技有限公司）。

标准溶液：六号溶剂标准溶液（10 mg/mL），由 N,N-二甲基乙酰胺配制，购自国家粮食局科学研究院。

2.2 仪器

SCION 456-GC 气相色谱仪，配氢火焰离子化检测器（FID）；Combit 4A 顶空自动进样器，20 mL 顶空进样瓶。

天美(中国)科学仪器有限公司

上海市闵行区顶空自动进样器(07)

t 010-64010651

f 010-64060202

e techcomp@techcomp.cn

w www.techcomp.cn

2.3 顶空条件

顶空进样器加热箱温度为 80℃，顶空瓶平衡时间为 20min，气密性进样针温度为 85℃，GC 分析循环时间为 11min，顶空取样体积为 5 mL。

2.4 色谱条件

色谱柱 Rxi-5ms (30m×0.25mm×0.25μm)；进样口温度为 200℃；程序升温 50℃保持 5min，然后以 20℃/min 的速率升至 150℃；检测器温度为 200℃；分流比 50:1；柱流量 1.0mL/min；H2 流量 30 mL/min，Air 流量 300mL/min，尾吹流量 28 mL/min；进样量 1 mL。

2.5 重复性的测试

用 DMA 稀释六号溶剂标准溶液配制浓度为 100 μg/mL 标准溶液工作溶液，按 2.3 和 2.4 条件进样，重复进样 7 次，以六号溶剂组分峰面积及保留时间的相对标准偏差（RSD 值）表示重复性结果。

2.6 标准曲线的绘制

用 DMA 稀释六号溶剂标准溶液配制浓度分别为 10、20、40、100、200 μg/mL 的系列标准溶液工作溶液。按 2.3 和 2.4 条件进样，以气相色谱峰面积对浓度绘制标准曲线。

3. 结果与讨论

3.1 标准品色谱图

按照 2.3 和 2.4 的方法对浓度为 100 μg/mL 六号溶剂标准工作溶液进样分析，得到其分离色谱图（见图 1），从色谱图上可以看出六号溶剂共检出 5 个组分，分别是 2-甲基戊烷、3-甲基戊烷、正己烷、甲基环戊烷、环己烷、2,3-二甲基戊烷，各个组分均得到良好的分离，完全满足定性及定量分析的要求。

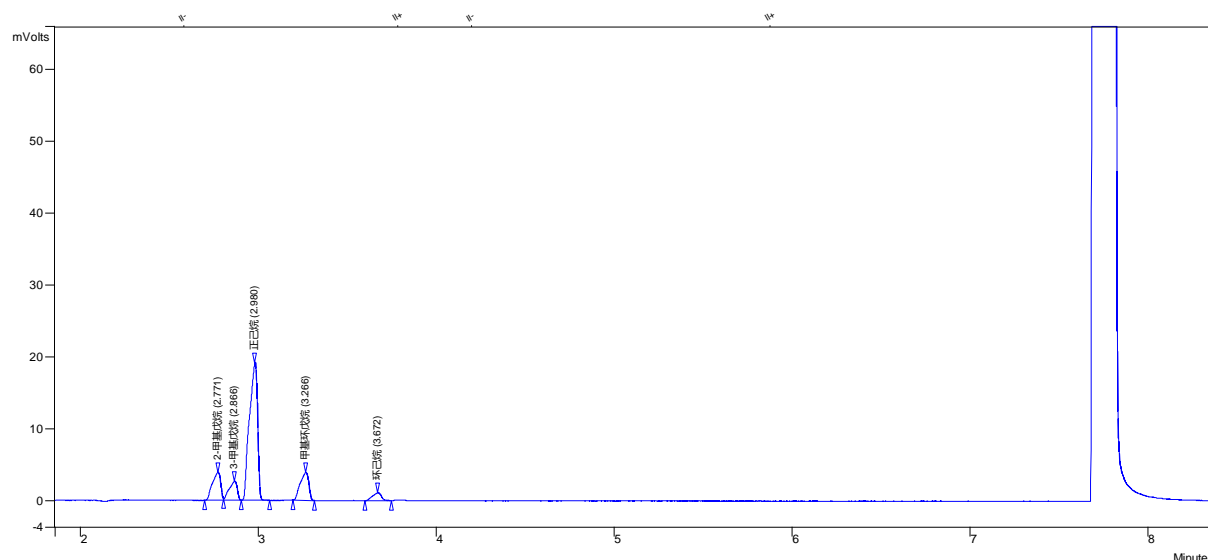


图 1 六号溶剂标准溶液色谱图

3.2 重复性测试结果

按照 2.5 的方法进样，得到 7 针重复进样结果，见下图 2 及表 1。实验结果表明，六号溶剂各组分在此分析条件下的峰面积 RSD 值均在 2%以内，保留时间 RSD 值均在 0.06%以内，重现性良好。

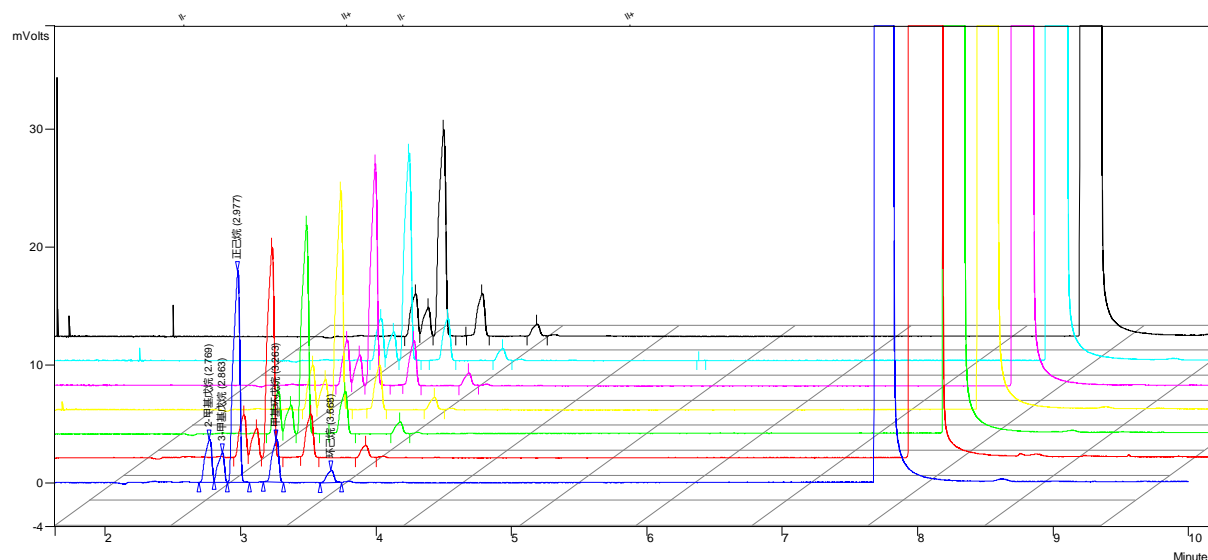


图 2 六号溶剂 7 针叠加色谱图

表 1 六号溶剂重复性测定结果

样品	六号溶剂组分 1 2-甲基戊烷		六号溶剂组分 2 3-甲基戊烷		六号溶剂组分 3 正己烷		六号溶剂组分 4 甲基环戊烷		六号溶剂组分 5 环己烷	
	AREA	RT	AREA	RT	AREA	RT	AREA	RT	AREA	RT
sample 1	12317	2.769	8130	2.863	59148	2.977	12408	3.263	3653	3.668
sample 2	12357	2.768	8173	2.862	59762	2.976	12456	3.262	3757	3.667
sample 3	12436	2.769	8239	2.863	59387	2.977	12884	3.262	3588	3.668
sample 4	12600	2.769	8331	2.863	60586	2.977	12779	3.262	3728	3.668
sample 5	12650	2.769	8314	2.863	60582	2.977	12589	3.263	3632	3.669
sample 6	12387	2.765	8166	2.86	59636	2.973	12881	3.259	3624	3.664
sample 7	12432	2.767	8224	2.861	59679	2.975	12942	3.26	3673	3.666
average	12454.143	2.768	8225.286	2.862	59825.714	2.976	12705.571	3.262	3665.000	3.667
std	124.637	0.002	75.898	0.001	557.277	0.002	219.213	0.002	59.638	0.002
RSD	1.001%	0.055%	0.923%	0.042%	0.932%	0.051%	1.725%	0.046%	1.627%	0.046%

3.3 标准曲线绘制结果

按照 2.5 的方法进样，采用外标法校正，以六号溶剂 5 种组分的色谱峰面积总和对标液浓度作图，得到六号溶剂的标准工作曲线，相关系数 R^2 达 0.9988，如下图 3。同时为进一步确定每种组分的出峰情况，分别计算六号溶剂各组分的校正曲线，如下图 4。由图 4 可知六号溶剂各组分线性

关系良好，其线性相关系数均在 0.997 以上。实验结果充分表明此方法六号溶剂总的定量校准曲线和所有组分各自的线性都达到了良好的线性关系，完全满足样品定性定量的要求。

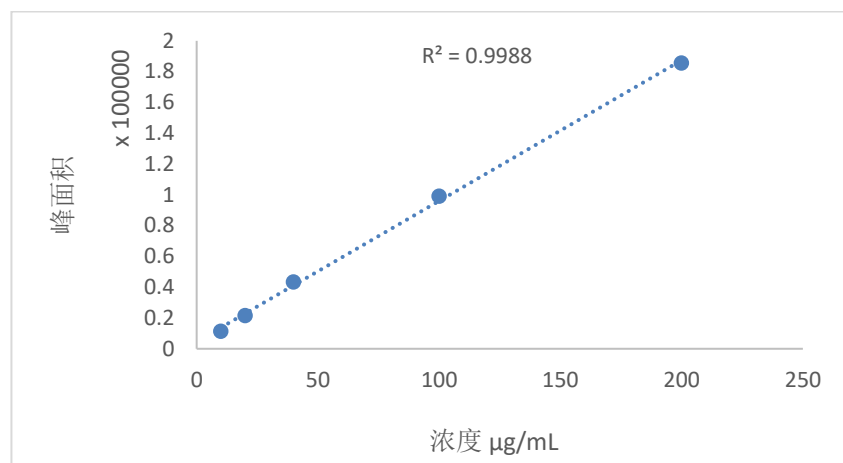


图 3 六号溶剂校准曲线

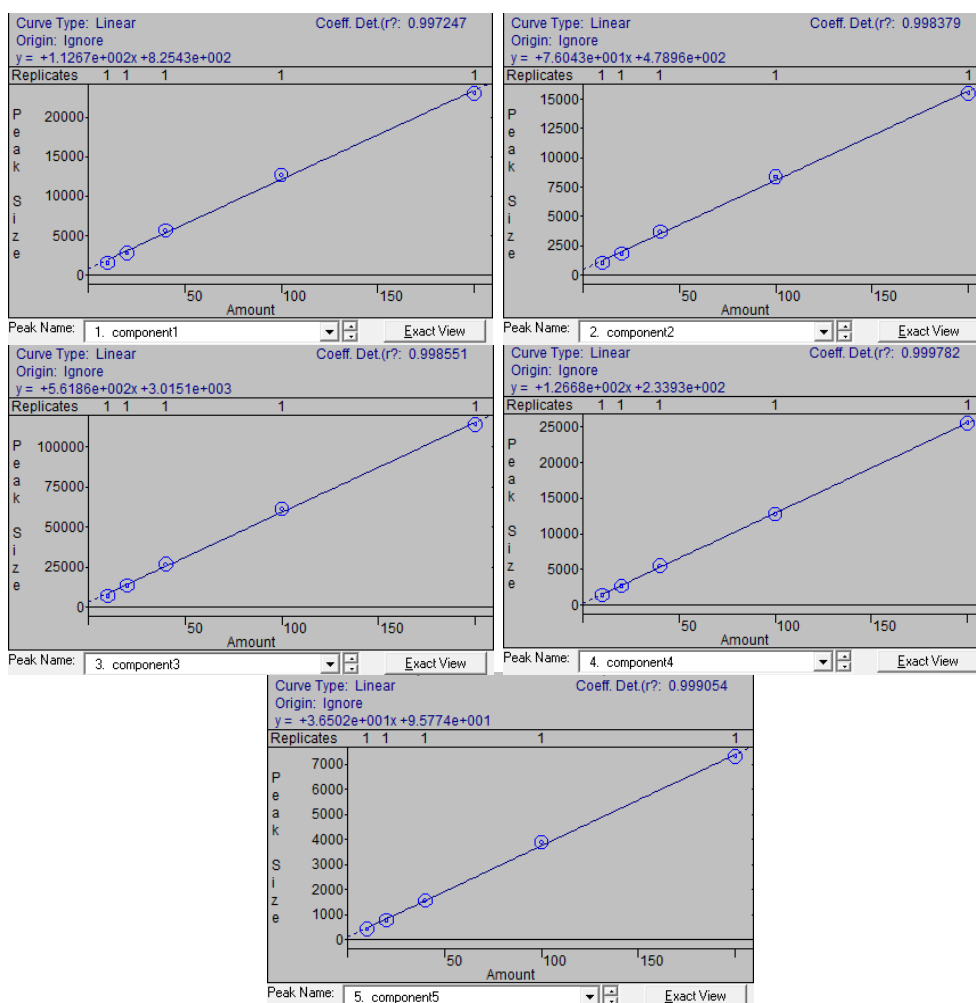


图 4 六号溶剂 5 种组分各自的校准曲线

4. 结论

本研究采用顶空气相色谱建立了浸出植物油中六号溶剂残留量的快速检测方法, 实验过程中无需对样品进行复杂的前处理过程, 操作简单, 并具有良好的分离度、准确度和重现性, 对食用油的质量控制提供了便捷可靠的参考方法。

参考文献:

- [1] 马军刚, 丁春瑞, 菅丽君. 顶空气相色谱法测定植物油中的溶剂残留量[J].食品工程, 2013, (4):50-52.
- [2] 赵金利, 宋安华, 陈惠琴, 等. 顶空气相色谱法测定香型食用油中六号溶剂的残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2017,8(4):1274-1279.
- [3] 付忠华, 任红波. 空-气相色谱法检测植物油中六号溶剂残留量[J]. 食品工业, 2010,04:34-35.
- [4] 马灵飞, 周围, 张雅珩, 等. 顶空-气相色谱法测定葵花籽粕中六号溶剂残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2015,6(11):4422-4427.