



中华人民共和国国家标准

GB 5009.262—2016

食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定

2016-12-23 发布

2017-06-23 实施

中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会
国家食品药品监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB/T 5009.37—2003《食用植物油卫生标准的分析方法》中“4.8 溶剂残留测定”，
GB/T 5009.117—2003《食用豆粕卫生标准的分析方法》中“6 溶剂残留的测定”；

本标准与 GB/T 5009.37—2003 和 GB/T 5009.117—2003 相比，主要变化如下：

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中溶剂残留量的测定”；
- 修改了溶剂残留的分析方法；
- 修改了标准曲线的绘制方法；
- 修改了结果的计算公式。

食品安全国家标准

食品中溶剂残留量的测定

1 范围

本标准规定了食用植物油、食品加工用粕类中溶剂残留量的测定方法。
本标准适用于食用植物油、食品加工用粕类中溶剂残留量的测定。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

2.1 基体植物油

和被检测样品同一种属,经过脱臭脱色等精炼工序得到的精制植物油或在室温下经超声波脱气的植物油,基体植物油溶剂残留量应低于检出限。

2.2 基体粕

和被检测样品同一种属,经深加工或实验室加热后完全除去溶剂残留的食品加工用粕。基体粕溶剂残留量应低于检出限。

3 原理

样品中存在的溶剂残留在密闭容器中会扩散到气相中,经过一定的时间后可达到气相/液相间浓度的动态平衡,用顶空气相色谱法检测上层气相中溶剂残留的含量,即可计算出待测样品中溶剂残留的实际含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 试剂

4.1.1 N,N -二甲基乙酰胺[$\text{CH}_3\text{C}(\text{O})\text{N}(\text{CH}_3)_2$]:纯度 $\geq 99\%$ 。

4.1.2 正庚烷(C_7H_{16}):纯度 $\geq 99\%$ 。

4.2 试剂配制

正庚烷标准工作液:在 10 mL 容量瓶中准确加入 1 mL 正庚烷后,再迅速加入 N,N -二甲基乙酰胺,并定容至刻度。

4.3 标准品

溶剂残留标准品:“六号溶剂”溶液,浓度为 10 mg/mL,溶剂为 N,N -二甲基乙酰胺。或经国家认

证并授予标准物质证书的其他溶剂残留检测用标准物质。

4.4 标准溶液配制

4.4.1 对于植物油,称量 5.0 g(精确到 0.01 g)基体植物油 6 份于 20 mL 顶空进样瓶中。向每份基体植物油中迅速加入 5 μL 正庚烷标准工作液作为内标(即内标含量 68 mg/kg),用手轻微摇匀后,再用微量注射器迅速加入 0 μL 、5 μL 、10 μL 、25 μL 、50 μL 、100 μL 的六号溶剂标准品,密封后,得到浓度分别为 0 mg/kg、10 mg/kg、20 mg/kg、50 mg/kg、100 mg/kg、200 mg/kg 的基体植物油标准溶液。保持顶空进样瓶直立,并在水平桌面上做快速的圆周转动,使物质充分混合。转动过程中基体植物油不能接触到密封垫,如果有接触,需重新配制。

4.4.2 对于粕类,称量 3.0 g(精确到 0.01 g)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 μL 水,最后用微量注射器迅速加入 0 μL 、3 μL 、9 μL 、15 μL 、30 μL 、150 μL 的六号溶剂标准品,密封后,得到浓度分别为 0 mg/kg、10 mg/kg、30 mg/kg、50 mg/kg、100 mg/kg、500 mg/kg 的基体粕标准溶液。保持顶空进样瓶直立,并在水平桌面上做快速的圆周转动,使物质充分混合。转动过程中基体粕不能接触到密封垫,如果有接触,需重新配制。

5 仪器和设备

5.1 气相色谱仪:带氢火焰离子化检测器。

5.2 顶空瓶:20 mL,配备铝盖和不含烃类溶剂残留的丁基橡胶或硅树脂胶隔垫。

5.3 分析天平:感量为 0.01 g。

5.4 微量注射器:容积分别为 10 μL 、25 μL 、50 μL 、100 μL 、250 μL 、500 μL 。

5.5 超声波振荡器。

5.6 鼓风烘箱。

5.7 恒温振荡器。

6 分析步骤

6.1 试样制备

6.1.1 植物油样品制备:称取植物油样品 5 g(精确至 0.01 g)于 20 mL 顶空进样瓶中,向植物油样品中迅速加入 5 μL 正庚烷标准工作液作为内标,用手轻微摇匀后密封。保持顶空进样瓶直立,待分析。制备过程中植物油样品不能接触到密封垫,如果有接触,需重新制备。

6.1.2 粕类样品制备:称量 3 g(精确到 0.01 g)粕类样品于 20 mL 顶空进样瓶中,再向其中加入 400 μL 去离子水后密封。保持顶空进样瓶直立,待分析。制备过程中基体粕不能接触到密封垫,如果有接触,需重新制备。

6.2 仪器参考条件

6.2.1 顶空进样参考条件

顶空进样器条件列出如下:

a) 平衡时间:30 min;

- b) 平衡温度:60 ℃;
- c) 平衡时振荡器转速:250 r/min;
- d) 进样体积:500 μL。

6.2.2 气相色谱参考条件

气相色谱条件列出如下:

- a) 色谱柱:含5%苯基的甲基聚硅氧烷的毛细管柱,柱长30 m,内径0.25 mm,膜厚0.25 μm,或相当者;
- b) 柱温度程序:50 ℃保持3 min,1 ℃/min升温至55 ℃保持3 min,30 ℃/min升温至200 ℃保持3 min;
- c) 进样口温度:250 ℃;
- d) 检测器温度:300 ℃;
- e) 进样模式:分流模式,分流比100:1;
- f) 载气氮气流速:1 mL/min;
- g) 氢气流速:25 mL/min;
- h) 空气流速:300 mL/min。

6.3 标准曲线的制作

6.3.1 对于植物油,本法采用内标法定量。将配制好的标准溶液上机分析后,以标准溶液与内标物浓度比为横坐标,标准溶液总峰面积与内标物峰面积比为纵坐标绘制标准曲线。

6.3.2 对于粕类,本法采用外标法定量。将配制好的标准溶液上机分析后,以标准溶液浓度为横坐标,标准溶液总峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

6.4 样品测定

将制备好的植物油或粕类试样上机分析后,测得其峰面积,根据相应标准曲线,计算出试样中溶剂残留的含量。

7 分析结果的表述

试样中溶剂残留的含量按式(1)计算:

$$X = \rho \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 试样中溶剂残留的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

ρ —— 由标准曲线得到的试样中溶剂残留的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)。

计算结果保留三位有效数字。

8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

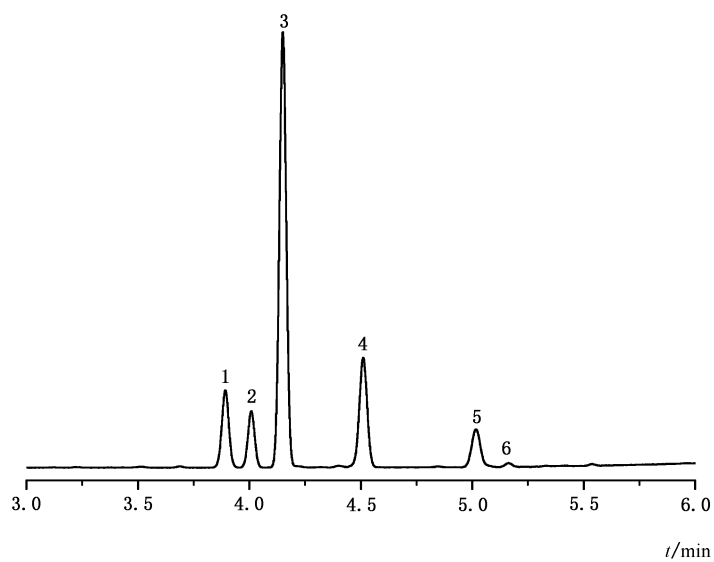
9 其他

本方法检出限和定量限：

- a) 植物油检出限为 2 mg/kg, 定量限为 10 mg/kg;
- b) 粕类检出限为 2 mg/kg, 定量限为 10 mg/kg。

附录 A
六号溶剂标准的气相色谱图

六号溶剂标准的气相色谱图见图 A.1。



说明：

- 1——2-甲基戊烷；
- 2——3-甲基戊烷；
- 3——正己烷；
- 4——甲基环戊烷；
- 5——环己烷；
- 6——2,3-二甲基戊烷。

图 A.1 六号溶剂标准的气相色谱图