

食用植物油中苯残留量的测定

BJS 201906

1 范围

本方法规定了食用植物油中苯残留量的测定方法。

本方法适用于食用植物油中苯残留量的测定。

2 原理

试样置于密封的顶空进样瓶中，在一定的温度下经一定时间，试样中的苯在气液两相中的浓度达到动态平衡，用顶空气相色谱法检测上层气相中苯的含量，外标法定量。

3 试剂和材料

3.1 试剂

N,N-二甲基乙酰胺[CH₃C(O)N(CH₃)₂]：纯度≥99.0%。

3.2 标准品

苯标准品（C₆H₆，CAS 号：71-43-2）：纯度≥99.0%，或经国家认证并授予标准物质证书的标准物质。

警告：苯是一种已知的致癌物质，测定时应特别注意安全防护！测定应在通风柜中进行并戴手套，尽量减少暴露。

3.3 标准溶液配制

3.3.1 标准储备液（10mg/mL）：迅速地称取苯标准品（3.2）0.5g（精确到0.0001g）于50mL的容量瓶中，用N,N-二甲基乙酰胺（3.1）迅速定容至刻度，溶液转移至试剂瓶中，4℃保存，有效期为3个月。

3.3.2 标准中间液（0.5mg/mL）：准确吸取0.50mL标准储备液（3.3.1）于10mL的容量瓶中，用N,N-二甲基乙酰胺（3.1）迅速定容至刻度。临用现配。

3.3.3 标准系列工作溶液：称取5.0g（精确到0.01g）经检测不含苯的植物油6份于20mL顶空进样瓶中，用微量注射器迅速加入标准中间液（3.3.2）0μL、2.5μL、10μL和标准储备液（3.3.1）5μL、10μL、20μL，密封后用手轻微摇匀，得到苯浓度分别为0mg/kg、0.25mg/kg、1mg/kg、10mg/kg、20mg/kg、40mg/kg的植物油标准溶液。

4 仪器和设备

4.1 气相色谱仪：氢火焰离子化检测器。

4.2 顶空瓶：20mL，配备铝盖和不含苯残留的丁基橡胶或硅树脂胶隔垫。

4.3 分析天平：感量为0.0001g和0.01g。

4.4 微量注射器：容积分别为 5 μ L、10 μ L、50 μ L。

5 分析步骤

5.1 样品处理

取植物油样品 5.0g（精确至 0.01g）于 20mL 顶空进样瓶中，压盖密封后保持顶空进样瓶直立，待分析。

5.2 仪器参考条件

5.2.1 顶空进样条件

顶空进样器条件如下：

- a) 平衡时间：30min；
- b) 平衡温度：70℃；
- c) 进样体积：1mL。

5.2.2 气相色谱仪条件

气相色谱条件列出如下：

- a) 色谱柱：含 6%氰丙基苯基-94%二甲基聚硅氧烷的毛细管柱，柱长 30m，内径 0.25mm，膜厚 1.4 μ m，或相当者；
- b) 柱温度程序：40℃保持 1min，10℃/min 升温至 100℃保持 1min，40℃/min 升温至 250℃保持 1min；
- c) 进样口温度：220℃；
- d) 检测器温度：260℃；
- e) 进样模式：分流模式，分流比 25:1；
- f) 载气氮气流速：1mL/min；
- g) 氢气流速：40mL/min；
- h) 空气流速：300mL/min。

5.3 测定

5.3.1 标准曲线的制作

将标准系列工作液（3.3.3）按仪器参考条件（5.2）进行测定，得到相应的标准溶液的色谱峰面积。以标准溶液的浓度为横坐标，标准溶液峰面积为纵坐标绘制标准曲线。

标准品气相色谱图参见附录 A 的图 A.1。

5.3.2 样品的测定

将制备好的植物油试样上机分析，保留时间定性，测得其峰面积，根据相应标准曲线，

计算出试样中苯残留的含量。

6 分析结果的表述

试样中苯残留的含量按式(1)计算：

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

式中：

X —试样中苯的残留含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；

ρ —由标准曲线得到的试样中苯的残留含量，单位为毫克每千克(mg/kg)。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，结果保留三位有效数字。

7 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%。

8 检出限和定量限

本方法检出限为 0.080mg/kg，定量限为 0.250mg/kg。

附录 A

苯标准品气相色谱图

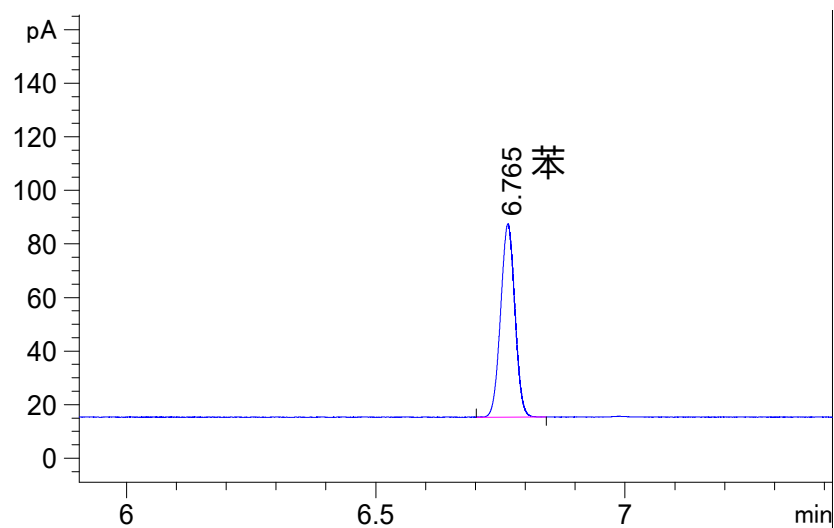


图 A.1 苯标准品气相色谱图

本方法负责起草单位：湖北省食品质量安全监督检验研究院。

验证单位：重庆市食品药品检验检测研究院、湖南省食品质量监督检验研究院、吉林食品检验研究所、辽宁省食品检验检测院、深圳市计量质量检测研究院。

主要起草人：范志勇、江丰、王利影、邓曦、王会霞、黄茜