

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.191—2006
代替 GB/T 5009.191—2003

食品中氯丙醇含量的测定

Determination of chloropropanols in foods

2006-09-14 发布

2007-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
食 品 中 氯 丙 醇 含 量 的 测 定
GB/T 5009.191—2006

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>
电话:(010)51299090、68522006
2007年2月第一版

*

书号:155066·1-28913

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

前 言

本标准代替 GB/T 5009.191—2003《食品中 3-氯-1,2-丙二醇含量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.191—2003 相比主要变化如下：

- 修改了标准的名称,改为《食品中氯丙醇含量的测定》;
- 将 GB/T 5009.191—2003 作为本标准的第一法;并增加第二法和第三法为氯丙醇多组分的测定,包括 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)、2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)、1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和 2,3-二氯-2-丙醇(2,3-DCP)

本标准第二法修改采用国际分析家学会(AOAC)的 AOAC 2000.01《采用稳定性同位素稀释的 GC-MS 方法测定食品及其配方成分中的 3-氯-1,2-丙二醇》(Determination of 3-monochloro-1,2-propane-diol in foods and food ingredients by GC-MS using stable isotope dilution technology)。与 AOAC 2000.01 方法的不同之处如下：

- 除 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)外,增加了 2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)、1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和 2,3-二氯-2-丙醇(2,3-DCP)的测定;
- 除采用五氘代-3-氯-1,2-丙二醇(d_5 -3-MCPD)外,增加了五氘代-1,3-二氯-2-丙醇(d_5 -1,3-DCP)为内标,即双同位素内标的稳定性同位素稀释技术;
- 修改了基质固相分散萃取中洗脱溶剂正己烷与乙醚的比例;
- 增加了离子阱质谱方法的测定条件。

本标准第三法为氯丙醇多组分含量测定的顶空固相微萃取的稳定性同位素稀释气相色谱-质谱方法。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位:中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位:福建省疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心、沈阳市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、中国科学院生态环境研究中心。

本标准第一法主要起草人:吴永宁、赵云峰、赵京玲、涂晓明、马永建、赵舰、李敬光。

本标准第二法主要起草人:吴永宁、赵云峰、付武胜、邵兵、栾燕、马永建、江桂斌。

本标准第三法主要起草人:付武胜、吴永宁、苗虹、赵云峰、栾燕、马永建、邵兵。

本标准于 2003 年首次发布,本次为第一次修订。

引 言

氯丙醇(chloropropanols)是国际公认的食品污染物,包括单氯取代的 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)和 2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)以及双氯取代的 1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和 2,3-氯-1-丙醇(2,3-DCP),其主要污染来源于酸水解植物蛋白液(HVP)。氯丙醇不仅具有致癌作用,还有抑制精子活性的作用,国际食品法典食品添加剂与污染物委员会(CCFAC)将其列入制标议程。2001年6月,WHO/FAO 食品添加剂联合专家委员会(JECFA)第 57 次会议对 3-MCPD 的危险性进行评估,根据最敏感的肾脏毒性,提出 3-MCPD 的暂定每日最大耐受摄入量(PMTDI)为 $2 \mu\text{g}$ (以每千克体重计),并认为摄入目前污染水平的酱油可能造成健康危害,且 JECFA 认为 1,3-DCP 为遗传毒性致癌物,目前不宜制定每日耐受量(TDI)。

鉴于氯丙醇的危害性,许多国家制定了限量标准来控制食品中氯丙醇的污染。欧盟 EC466/2001 指令规定酱油、HVP 中 3-MCPD 不得超过 $20 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。有些国家除了规定 3-MCPD 限量外,还制定了其他氯丙醇组分的控制要求。德国和澳大利亚规定 1,3-DCP 应低于 $50 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。我国 SB 10338—2000《酸水解植物蛋白调味液》规定 HVP 中 3-MCPD 的最大允许限量为 $1\ 000 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。

英国中央科学实验室(CSL)建立食品中 3-氯-1,2-丙二醇含量测定的氘代同位素稀释的气相色谱-质谱方法,经过 6 个国家 12 个实验室的国际协同性试验,被国际分析家学会(AOAC)收载,方法编号 AOAC 2000.01。我国经过验证后,修改采用 AOAC 2000.01 方法,提出食品中 3-MCPD 含量测定方法,已颁布为国家标准方法,编号为 GB/T 5009.191—2003。

由于食品中可能同时存在多组分氯丙醇,为有效控制其含量,需要能够同时测定各组分氯丙醇的分析方法,而目前被广泛采用的 AOAC 2000.01 方法仅能检测 3-MCPD,新发展的顶空 GC-MS 方法也仅能够测定 1,3-DCP 和 2,3-DCP。本标准在 AOAC 2000.01 方法的基础上进行研制,采用五氘代-3-氯-1,2-丙二醇(d_5 -3-MCPD)和五氘代-1,3-二氯-2-丙醇(d_5 -1,3-DCP)双同位素内标,通过对提取、净化、仪器分析条件优化,建立了对氯丙醇进行多组分同时测定的分析技术,并根据试样制备过程,提出本标准的第二法和第三法。

食品中氯丙醇含量的测定

1 范围

本标准规定了食品中氯丙醇含量的测定方法。

本标准第一法适用于水解植物蛋白液、调味品、香肠、奶酪、鱼、面粉、淀粉、谷物和面包中 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)含量的测定。第二法适用于酱油、食醋、鸡精、蚝油等调味品、水解植物蛋白液、香肠、方便面调味包等食品中单氯取代的 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)和 2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)以及双氯取代的 1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和 2,3-氯-1-丙醇(2,3-DCP)含量的测定。第三法适用于酱油、食醋、鸡精、水解植物蛋白液等食品、调味品中 3-MCPD、1,3-DCP 和 2,3-DCP 含量的测定。

本标准第一法的测定限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,线性范围为 0.005 ng~0.600 ng。第二法中氯丙醇各组分的检测限和定量限分别为 2.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,线性范围为 0.020 ng~0.500 ng。第三法中 3-MCPD、1,3-DCP 和 2,3-DCP 的定量限分别为 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,3-MCPD 的线性范围为 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~1 375 $\mu\text{g}/\text{kg}$,1,3-DCP 与 2,3-DCP 的线性范围均为 2.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ~90 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

第一法 食品中 3-氯-1,2 丙二醇含量的测定

2 原理

本标准采用同位素稀释技术,以 d_5 -3-氯-1,2-丙二醇(d_5 -3-MCPD)为内标定量。试样中加入内标溶液,以硅藻土(Extrelut™20)为吸附剂,采用柱层析分离,用正己烷-乙醚(9+1)洗脱样品中非极性的脂质组分,用乙醚洗脱样品中的 3-MCPD,用七氟丁酰基咪唑(HFBI)溶液为衍生化试剂。采用选择离子监测(SIM)的质谱扫描模式进行定量分析,内标法定量。

3 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确定为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。

- 3.1 2,2,4-三甲基戊烷。
- 3.2 乙醚。
- 3.3 正己烷。
- 3.4 氯化钠。
- 3.5 无水硫酸钠。
- 3.6 Extrelut™20¹⁾,或相当的硅藻土。
- 3.7 七氟丁酰基咪唑。
- 3.8 3-氯-1,2-丙二醇标准品(3-MCPD),纯度>98%。
- 3.9 d_5 -3-氯-1,2-丙二醇标准品(d_5 -3-MCPD),纯度>98%。
- 3.10 饱和氯化钠溶液(5 mol/L):称取氯化钠 290 g,加水溶解并稀释至 1 000 mL。
- 3.11 正己烷-乙醚(9+1):量取乙醚 100 mL,加正己烷 900 mL,混匀。
- 3.12 3-MCPD 标准储备液(1 000 mg/L):称取 3-MCPD 25 mg(精确至 0.01 mg),置 25 mL 量瓶中,加正己烷溶解,并稀释至刻度。

1) 给出这一信息是为了方便本标准的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效的产品。