



中华人民共和国国家标准

GB 5009.191—2016

食品安全国家标准

食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定

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 5009.191—2006《食品中氯丙醇含量的测定》、GB/T 18782—2002《调味品中 3-氯-1,2-丙二醇的测定》、SN/T 0548.1—2002《出口酱油中 1,3-二氯-2-丙醇和 2,3-二氯-1-丙醇的检验方法》。

本标准与 GB/T 5009.191—2006 相比,主要变化如下:

- 标准名称修改为“食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定”;
- 第二法增加 D₅-2-MCPD、D₅-2,3-DCP 作为内标物质,将净化步骤由手填硅藻土层析柱净化改为硅藻土小柱净化;
- 删除第三法;
- 增加气相色谱-质谱法测定食品中氯丙醇脂肪酸酯含量的检测方法。

食品安全国家标准

食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定

1 范围

本标准规定了食品中氯丙醇和氯丙醇脂肪酸酯的测定方法。

本标准适用于食品中氯丙醇和氯丙醇脂肪酸酯含量的测定。

本标准包括食品中 3-氯-1, 2-丙二醇含量的测定、食品中氯丙醇多组分含量的测定、食品中氯丙醇脂肪酸酯含量的测定共 3 个检测方法。

第一法 食品中 3-氯-1, 2-丙二醇含量的测定 同位素稀释-气相色谱-质谱法

2 原理

本标准采用同位素稀释技术,以 D₅-3-氯-1,2-丙二醇(D₅-3-MCPD)为内标。试样中加入内标,以硅藻土为吸附剂,进行固相支持液-液萃取,用正己烷-无水乙醚溶液(9+1)淋洗去除非极性脂质成分,用无水乙醚洗脱 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)。以七氟丁酰基咪唑衍生,采用气相色谱-质谱仪测定,内标法定量。

3 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。

3.1 试剂

3.1.1 乙酸乙酯(C₄H₈O₂):色谱纯。

3.1.2 正己烷(C₆H₁₄):色谱纯。

3.1.3 无水乙醚(C₄H₁₀O):使用前需重蒸,重蒸时加少量还原铁粉。

3.1.4 氯化钠(NaCl)。

3.1.5 无水硫酸钠(Na₂SO₄):使用前于 120 °C 烘烤 4 h。

3.1.6 七氟丁酰基咪唑(C₇H₃F₇N₂O,CAS 号 32477-35-3):纯度≥98%。

3.2 试剂配制

3.2.1 氯化钠溶液(20%):称取氯化钠 20 g,加入 80 mL 水,搅拌使氯化钠充分溶解。

3.2.2 正己烷-无水乙醚溶液(9+1):将 450 mL 正己烷与 50 mL 无水乙醚混合均匀。

3.3 标准品

3.3.1 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)标准品(C₃H₇ClO₂,CAS 号 96-24-2):纯度≥98%。

3.3.2 D₅-3-氯-1,2-丙二醇(D₅-3-MCPD)标准品(C₃D₅H₂ClO₂):纯度≥98%。