

ICS 67.040
C 53



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.191—2003

食品中 3-氯-1,2-丙二醇含量的测定

Determination of 3-monochloro-1,2-propane-diol in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准修改采用了国际分析化学家协会(AOAC Int)方法 AOAC2000.01《食品中 3-氯-1,2-丙二醇的质谱检测方法》(Determination of 3-monochloropropane-1,2-diol in food ingredient using mass spectrometric detection)(2000 年英文版)。

本标准与 AOAC 2000.01 主要区别是:本标准方法的测定限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,AOAC 2000.01 的测定限为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

本标准由中华人民共和国卫生部提出。

本标准由卫生部食品卫生监督检验所归口。

本标准起草单位:中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所、北京市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、重庆市疾病预防控制中心。

本标准主要起草人:吴永宁、赵云峰、赵京玲、涂晓明、马永建、赵舰、李敬光。

引 言

3-氯-1,2-丙二醇(3-monochloro-1,2-propane-diol,3-MCPD)为国际公认的食品污染物。氯丙醇的主要污染来源于酸水解植物蛋白(HVP),由残留的甘油三酯或甘油氯化产生。包括单氯取代的3-氯-1,2-丙二醇(3-MCDP)和2-氯-1,3-丙二醇(2-MCDP)以及双氯取代的1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和2,3-氯-1-丙二醇(2,3-DCP)。它们不仅具有致癌作用,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)也将其列入制标议程。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的危险性进行了评估,最终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 $2\ \mu\text{g}/\text{kg}$ 体重,并认为摄入目前污染水平的酱油可能造成健康危害。为此,许多国家制定了最大允许限量标准来控制食品中3-MCDP的污染水平。我国也制定了水解蛋白调味液的最大允许限量标准,其他食品(特别是酱油和食醋)的最大允许限量标准也在制定中。然而,我国到目前为止还没有与其相适应的国家标准测定方法。

国际上对3-MCPD的检测方法,要求采用最灵敏的检测手段来达到技术上尽可能低的水平,并推荐采用稳定性同位素为定量内标以提高分析结果的准确性。英国农业、渔业、食品部(MAFF)的科学中心实验室(CSL)采用3-MCPD氘代同位素($d\text{-}3\text{-MCPD}$)的同位素稀释技术,以七氟丁酰基咪唑为衍生化试剂,以气相色谱-质谱联用技术检测3-MCPD。经过6个国家12个实验室的国际协同性试验后,该方法被国际分析化学家协会(AOAC Int)采纳,作为检验3-MCPD正式方法(方法编号AOAC 2000.01)。为了保证该方法对我国的适用性,通过对比验证,提出了本标准。

本标准的测定方法修改采用AOAC 2000.01方法,方法的灵敏度达到了国际上对食品中3-MCPD痕量检测的要求,可以满足我国对食品中3-MCPD监控需要。

食品中 3-氯-1,2-丙二醇含量的测定

1 范围

本标准规定了食品中 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)残留量的测定方法。

本标准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-丙二醇含量的测定。

本标准的测定限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。本标准线性范围在 0.005 ng~0.600 ng。

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™20,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 d5-3-氯-1,2-丙二醇标准品(d5-3-MCPD),纯度>98%。
- 3.9 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。
- 3.10 正己烷-乙醚(9+1):量取乙醚 100 mL,加正己烷 900 mL,混匀。
- 3.11 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。
- 3.12 3-MCPD 中间溶液(100 mg/L):准确移取 3-MCPD 储备液 10 mL,置 100 mL 量瓶中,加正己烷稀释至刻度。
- 3.13 3-MCPD 系列溶液:准确移取 3-MCPD 中间溶液适量,置 25 mL 量瓶中,加正己烷稀释至刻度(浓度为 0.00、0.05、0.10、0.50、1.00、2.00、6.00 mg/L)。
- 3.14 d5-3-MCPD 储备液(1 000 mg/L):称取 d5-3-MCPD 25 mg(精确至 0.01 mg),置 25 mL 量瓶中,加乙酸乙酯溶解,并稀释至刻度。
- 3.15 d5-3-MCPD 内标溶液(10 mg/L):准确移取 d5-3-MCPD 储备液 1 mL,置 100 mL 量瓶中,加乙酸乙酯稀释至刻度。