

ICS 67.220.10
X 66



中华人民共和国国家标准

GB/T 18782—2002

调味品中 3-氯-1,2-丙二醇的测定

Determination of 3-chloro-1,2-propandiol in condiments

2002-07-21 发布

2003-02-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准的气相色谱/质谱检测法(GC/MS)为仲裁法。

本标准由全国食品工业标准化技术委员会提出并归口。

本标准的起草单位：

气相色谱/质谱检测法(GC/MS)由上海出入境检验检疫局起草,广州出入境检验检疫局、佛山市海天调味食品有限公司、联合利华食品(中国)有限公司、李锦记食品有限公司参加起草;气相色谱-电子俘获检测法(GC-ECD)由广州出入境检验检疫局起草,佛山市海天调味食品有限公司、国家副食品质量监督检验中心、石家庄珍极酿造集团、上海出入境检验检疫局参加起草;气相色谱-火焰离子化检测法(GC-FID)由国家食品质量监督检验中心起草,佛山市海天调味食品有限公司、联合利华食品(中国)有限公司、上海出入境检验检疫局参加起草。

本标准主要起草人:朱坚、盛永刚[气相色谱/质谱检测法(GC/MS)];王志元、陈捷、张思群[气相色谱-电子俘获检测法(GC-ECD)];尹建军、蔡心尧[气相色谱-火焰离子化检测法(GC-FID)]。

调味品中 3-氯-1,2-丙二醇的测定

1 范围

本标准规定了用气相色谱/质谱检测法、气相色谱-电子俘获检测法和气相色谱-火焰离子化检测法测定调味品中 3-氯-1,2-丙二醇的条件和详细分析步骤。

本标准适用于酱油、酱油粉、酸水解植物蛋白调味液(粉)和其他调味液(粉)中 3-氯-1,2-丙二醇含量的测定。

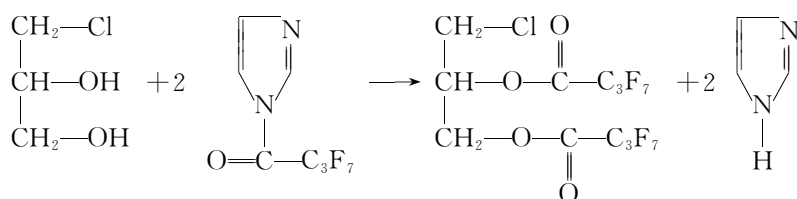
样品中 3-氯-1,2-丙二醇的检出限:气相色谱/质谱检测法和气相色谱-电子俘获检测法为 0.01 mg/kg;气相色谱-火焰离子化检测法为 0.2 mg/kg。

2 气相色谱/质谱检测法

2.1 方法提要

样品中的 3-氯-1,2-丙二醇经层析柱分离、净化,与七氟丁酰咪唑生成 1,2-二(七氟丁酰氧基)-3-氯丙烷。衍生物用气相色谱-质谱联用仪定性,外标法定量。

2.2 反应式



2.3 试剂和溶液

除非另有规定,仅使用分析纯试剂、蒸馏水或去离子水。

- 2.3.1 正己烷:重蒸馏。
- 2.3.2 无水乙醚:重蒸馏。
- 2.3.3 乙酸乙酯:重蒸馏。
- 2.3.4 淋洗溶液:9 体积正己烷加 1 体积无水乙醚。
- 2.3.5 七氟丁酰咪唑[N-(Heptafluoro-n-butyl)imidazole;缩写 HFBI]:分子式 $\text{C}_7\text{H}_3\text{F}_7\text{N}_2\text{O}$ 。
- 2.3.6 提取填充料:Extrelut[®] NT(含游离晶体硅胶);或与 Extrelut[®] NT 相当的提取填充料。
- 2.3.7 无水硫酸钠:650 C 灼烧 4 h,冷却后贮于密闭容器中。
- 2.3.8 3-氯-1,2-丙二醇标准品:纯度不低于 99%。
- 2.3.9 标准贮备溶液:称取约 0.1 g(精确至 0.1 mg)3-氯-1,2-丙二醇(2.3.8),用乙酸乙酯溶解并定容至 100 mL。此标准贮备溶液的浓度约 1 mg/mL。
- 2.3.10 标准系列溶液:用正己烷(2.3.1)将标准贮备溶液(2.3.9)稀释至约 0.00 $\mu\text{g/mL}$ 、0.01 $\mu\text{g/mL}$ 、0.05 $\mu\text{g/mL}$ 、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 、0.5 $\mu\text{g/mL}$ 、1.0 $\mu\text{g/mL}$ 和 2.0 $\mu\text{g/mL}$ 。

2.4 仪器和设备

实验室常规仪器、设备及下列各项。

- 2.4.1 离心机:转速不低于 4 000 r/min。
- 2.4.2 旋转蒸发器或吹氮浓缩器。
- 2.4.3 玻璃层析柱:长 200 mm,内径 25 mm;带活塞。
- 2.4.4 涡旋混合器。