

## 食品中氯丙醇的测定 GB 5009.191-2016

### 1、适用范围

适用食品氯丙醇残留量的测定（本实验采用酱油为样品）

参考标准：《GB5009.191-2016 食品安全国家标准食品中氯丙醇残留量的测定 气相色谱-质谱法》

### 2、溶液的配制

- 1)标准使用液：准确称取适量的 3-氯-1, 2-丙二醇（3-MCPD）标准物，用乙酸乙酯配成浓度为 1000ug/mL 的标准储备液。标准储备液在-20℃冰箱中保存。用正己烷稀释至 1mg/L 的标准工作液。
- 2)氯化钠溶液（20%）：称取氯化钠 20g，加入 80mL 水，搅拌充分溶解。
- 3)正己烷-无水乙醚（9+1）：将 450mL 正己烷与 50mL 无水乙醚混合均匀。

### 3、提取步骤

精确称取超声后样品 4g（本实验采用酱油为样品）置于 50mL 的螺口尖底离心管，加入 4g 硅藻土混合均匀，静置 10min，待净化。

### 4、SPE 净化步骤

SPE 柱：月旭 Welchrom® Celite AZO/无水硫酸钠, 规格：4g/1cm 柱高/60mL。

上样：待净化混合物全部上样

淋洗：40mL 正己烷-无水乙醚（9+1），弃去流出液。

洗脱：精确移取 35mL 乙酸乙酯洗脱，抽干并收集于旋转蒸发瓶中；

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

浓缩：将收集液体于 35℃ 水浴旋蒸至近干。

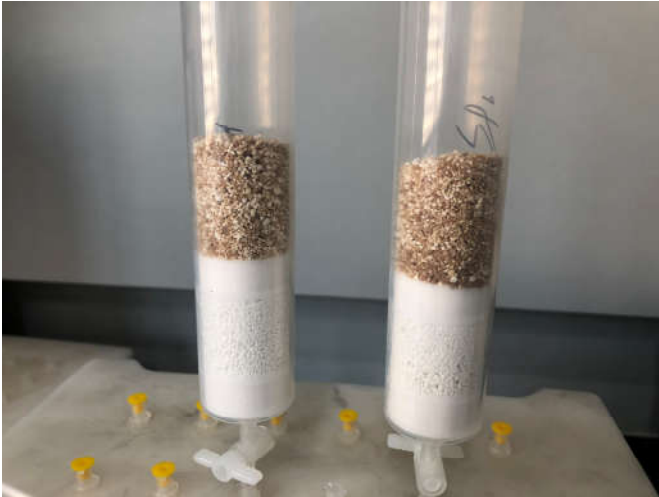


图 A 上样后



图 B 净化后

## 5、衍生化

用正己烷将浓缩液定容至 2mL 至 20mL 玻璃离心管，摇匀，快速加入 50 $\mu$ L 七氟丁酰基咪唑，涡旋 20s，将离心管置于 70℃ 恒温箱中反应 30min，取出冷却至室温，加入 2mL 20% NaCl 溶液，涡旋 1min，静置至分层，取上层有机相至另一样品瓶中，加入 2mL 20% NaCl 溶液洗涤除去杂质，经 0.3g 无水硫酸钠除水后转移至另一样品瓶中，供 GC-MS 检测。

## 6、注意事项

- 1) 净化液在浓缩时不可全干，保留液体在 0.5mL 左右。
- 2) 加标水平：在 4g 样（酱油）中加入 100 $\mu$ L 3-MCPD 1mg/L 的标准工作液，定容至 2mL，加标水平 0.025mg/kg，机读数 0.05mg/L；

3) 与 GB 的区别，酱油样处理时，没有加氯化钠溶液；洗脱剂更换成乙酸乙酯（无水乙醚洗脱强度不够）

## 7、色谱条件

### 7.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-5MS 30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m
进样口温度	250 $^{\circ}$ C
升温程序	初始温度为 50 $^{\circ}$ C，保持 1min；以 2 $^{\circ}$ C/min 升温至 90 $^{\circ}$ C；再以 40 $^{\circ}$ C/min 升温至 270 $^{\circ}$ C，保持 5min
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	1 $\mu$ L

### 7.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	280 $^{\circ}$ C
离子源温度	250 $^{\circ}$ C
四极杆温度	150 $^{\circ}$ C
监测方式	选择离子扫描（SIM）
选择监测离子 (m/z)	定量 253 定性 275、289、291
溶剂延迟	5.0min

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 8、色谱图或者加标回收率结果

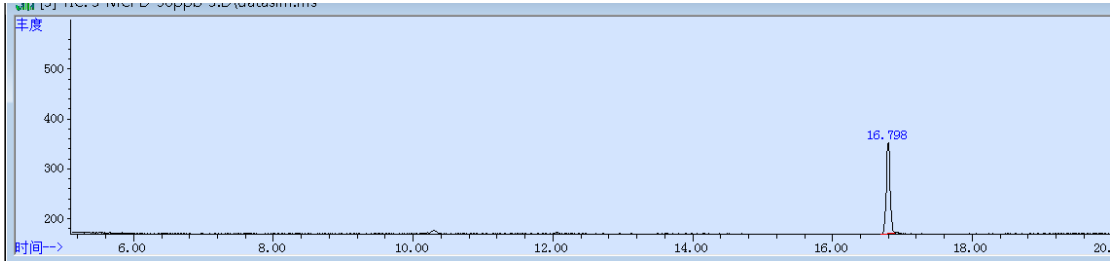


图 1. 3-氯-1, 2-丙二醇 0.05mg/L 标准图谱

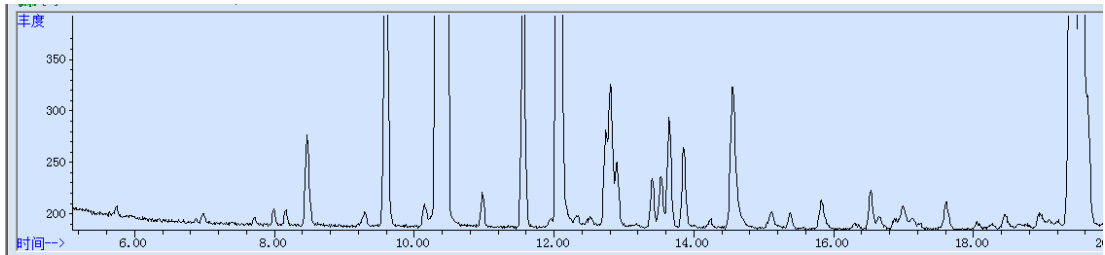


图 2. 酱油空白图谱

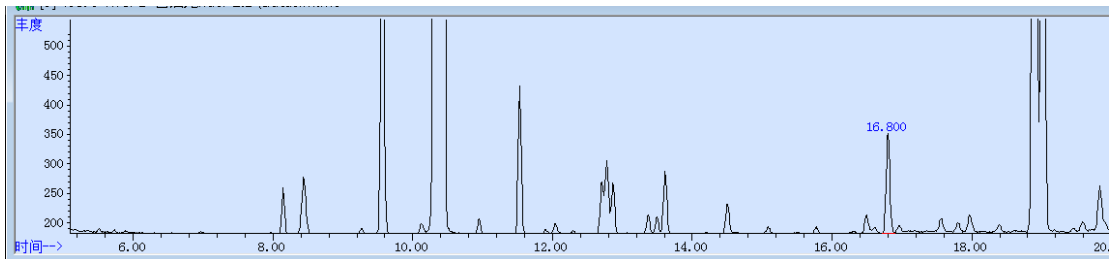


图 3. 酱油样加标 0.025mg/kg 图谱

表 1. 加标回收表

基质	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD% n=2
酱油	0.025	84	3.99

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编:321000 E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 9、相关产品信息

货号	名称	规格
005PM-071-10	SPE 小柱	Welchrom® Celite AZO/无水硫酸钠, 4g/1cm 柱高 /60ml, 10pk
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50ml, 50/包
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺 纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2ml 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
03904-22001	气相色谱柱	WM-5MS, 30m*0.25mm, 0.25 $\mu$ m
00826-C145P25 0	3-氯-1, 2-丙二醇标准品	CAS No.:96-24-2, 100 $\mu$ g/ml 于 乙腈, 1.1ml

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000 E-mail: [lingyuyu@welchmat.com](mailto:lingyuyu@welchmat.com)