

食用油中氯丙醇脂肪酸酯的测定 (GC-MS/MS 同位素内标法) (Copure® 氯丙醇专用柱)

《GB 5009.191-2019 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》

一、实验导读

氯丙醇脂肪酸酯是食用植物油加工过程中形成的一类潜在污染物，进入人体肠胃后在胰酶作用下可水解释放出具有致癌性的氯丙醇，其已成为近年来新出现的食品安全热点。自 2016 年以来，氯丙醇与氯丙醇脂肪酸酯已连续成为国家“食品中化学污染物及有害因素风险监测”的重点监测项目。返点生物使用 biocomma® Copure® 氯丙醇专用柱，参考 GB 5009.191-2019《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》第三法进行样本前处理，对食用油中的氯丙醇脂肪酸酯进行测试验证，采用 GC-MS/MS 同位素内标法定量。经验证，采用 Copure® 氯丙醇专用柱，回收率 > 90%，CV 值 < 5%、可满足日常样本检测要求。

二、适用范围

适用于食用油或油脂中氯丙醇脂肪酸酯 3- 氯 -1,2- 丙二醇脂肪酸酯 (3-MCPDE) 和 2- 氯 -1,3- 丙二醇脂肪酸酯 (2-MCPDE) 的测定，检测结果以对应的 3- 氯 -1,2- 丙二醇 (3-MCPD) 和 2- 氯 -1,3- 丙二醇 (2-MCPD) 计算。

三、样品前处理

准确称取食用油样品 0.1-0.2 g (精确至 0.001g)，置于 15 mL 离心管中，加入 100 μ L 氯丙醇酯同位素混合内标 (浓度 1.00 mg/L)，混匀。

加入 0.5 mL 甲基叔丁基醚-乙酸乙酯 (8+2) 混合液，加入 1.0 mL 甲醇钠-甲醇溶液，旋紧盖子，涡旋混匀，室温反应 4.0 min，加入 100 μ L 冰乙酸终止反应。

加入 3.0 mL 20% 的 NaBr 溶液，混匀，加入 3.0 mL 正己烷，涡旋震荡 30 s，静置，弃去正己烷层，重复进行一次正己烷净化，水相层待净化。

将水相溶液全部倒入 Copure® 氯丙醇专用柱 (货号: SLEB255000-GL) 中，溶液被全部吸收后，平衡 10 min，用乙酸乙酯-正己烷 (6+4) 进行洗脱，使用透明具塞 (盖) 玻璃管收集洗脱液 12 mL，氮吹至近干 (约 0.2 mL)，加入异辛烷 1.00 mL，涡旋混匀，待衍生。

向净化液中加入 50 μ L 七氟丁酰基咪唑衍生剂，密塞。混匀后置于 70°C 下衍生 20 min，冷却至室温，加入 3.0 mL 饱和食盐水，涡旋，使两相分层，且水相澄清，取上层有机相过 0.22 μ m 有机滤膜，滤液转移至进样小瓶中供 GC-MS/MS 测定。

四、仪器条件

仪器设备: 气相色谱 - 串联质谱仪 Agilent 8890-7000D
气相条件:

4.1 色谱柱: Agilent HP-5MS (30.0 m*0.25 mm*0.25 μ m);
4.2 程序柱温: 初始温度 50 °C，保持 1.0 min，以 2 °C / min 的速率升温到 90 °C，再以 40 °C / min 的速率升温到 270 °C，保持 5 min;

4.3 载气: 氮气 ($\geq 99.999\%$)，速率 1.0 mL/min;

4.4 进样口温度: 250 °C;

4.5 进样方式: 不分流进样，0.5 min 后开阀;

4.6 进样量: 1.0 μ L;

质谱条件:

4.7 电离方式: EI，电压 70 eV;

4.8 离子源温度: 250 °C，四级杆温度: 150 °C;

4.9 传输线温度: 280 °C;

4.10 测定方式: 反应监测模式 (SIM);

4.11 碰撞气: 氮气 ($\geq 99.999\%$);

4.12 溶剂延迟: 5.0 min;

对应监测参数如下表:

表 1 氯丙醇衍生物监测离子表

化合物名称	内标	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
3-MCPD 衍生物	D5-3-MCPD	253	275
D5-3-MCPD 衍生物	—	257	278
2-MCPD 衍生物	D5-2-MCPD	253	75
D5-2-MCPD 衍生物	—	257	79

四、数据处理结果

表 2 食用油加标回收实验结果

样品	项目	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
食用油	3-MCPDE	107	105	1.98
		103		
		106		
食用油	2-MCPDE	94.8	94.3	2.01
		92.2		
		95.9		

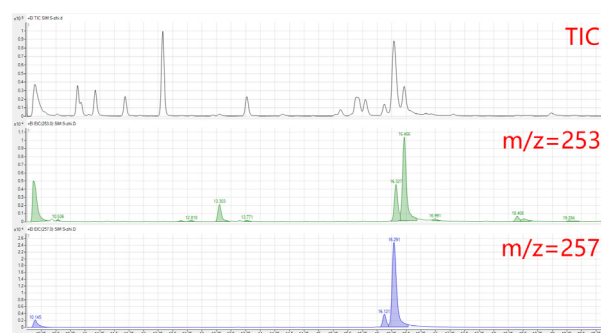


图 1 氯丙醇衍生物 (浓度 100 μ g/L) TIC 及定量离子提取色谱图

订购信息

货号	描述	包装
SLEB255000-GL	氯丙醇专用柱, 5g/25 mL	20 支 / 盒
SDC-3000-D	涡旋混匀仪	1 台 / 箱
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μ m, 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE / 红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒