

# BJS

## 食品补充检验方法

BJS 202004

---

### 凉拌菜中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇的测定

2020-11-19 发布

---

国家市场监督管理总局 发布

# 凉拌菜中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇的测定

## 1 范围

本方法规定了凉拌菜中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇的气相色谱测定方法。

本方法适用于以肉类、蔬菜类、豆类为原料的凉拌菜中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇含量的测定。

## 2 原理

试样中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇用无水乙醇提取,提取液过滤后,采用气相色谱法测定,保留时间定性,外标法定量。

## 3 试剂与材料

除非另有说明,本方法中所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

### 3.1 试剂

3.1.1 无水乙醇( $C_2H_5OH$ )。

3.1.2 无水硫酸钠( $Na_2SO_4$ )。

### 3.2 标准品

1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准品的名称、CAS 号、分子式、相对分子质量、结构式参见附录 A 表 A.1,纯度 $\geq 99.9\%$ 。

### 3.3 标准溶液配制

3.3.1 1,2-丙二醇标准储备溶液(10.0 mg/mL):准确称取 1,2-丙二醇标准品 1 g(精确至 0.000 1 g),用无水乙醇溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,定容至刻度,配制成质量浓度为 10.0 mg/mL 的标准储备溶液。贮存于 4 °C 冰箱中,有效期 3 个月。

3.3.2 1,3-丙二醇标准储备溶液(10.0 mg/mL):准确称取 1,3-丙二醇标准品 1 g(精确至 0.000 1 g),用无水乙醇溶解并转移至 100 mL 容量瓶中,定容至刻度,配制成质量浓度为 10.0 mg/mL 的标准储备溶液。贮存于 4 °C 冰箱中,有效期 3 个月。

3.3.3 混合标准中间溶液(1.0 mg/mL):分别准确吸取 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准储备溶液(10.0 mg/mL)1.0 mL,置于同一 10 mL 容量瓶中,用无水乙醇定容至刻度,摇匀,配制成质量浓度均为 1.0 mg/mL 的混合标准中间溶液。贮存于 4 °C 冰箱中,有效期 3 个月。

3.3.4 混合标准系列工作溶液:准确吸取混合标准中间溶液(3.3.3),用无水乙醇逐级稀释,配制成质量浓度为 10  $\mu$ g/mL、20  $\mu$ g/mL、50  $\mu$ g/mL、100  $\mu$ g/mL、200  $\mu$ g/mL、500  $\mu$ g/mL 的 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇的混合标准系列工作溶液。临用时配制。

## 4 仪器与设备

4.1 气相色谱仪(GC):配有氢火焰离子化检测器(FID)。

- 4.2 分析天平:感量 0.01 g 和 0.000 1 g。
- 4.3 粉碎机。
- 4.4 漩涡混合器。
- 4.5 旋转蒸发器。
- 4.6 超声波清洗器。
- 4.7 离心机:转速 $\geq 8\ 000$  r/min。
- 4.8 氮吹仪。

## 5 分析步骤

### 5.1 试样制备

试样用粉碎机粉碎,混合均匀,装入洁净容器,密封并标明标记,于 $-18\ ^\circ\text{C}$ 以下保存备用。

### 5.2 试样提取

准确称取混匀试样 5 g(精确到 0.01 g)于 100 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 无水乙醇,漩涡混匀 2 min后超声提取 10 min,以 10 000 r/min 离心 5 min,转移上清液至烧瓶中,渣再分别加入 10 mL 无水乙醇重复提取 2 次,合并上清液。置于水浴温度  $40\ ^\circ\text{C}$  的旋转蒸仪内,负压旋转蒸发至近干,无水乙醇溶解并定容至 5 mL。转移至离心管中,加入适量无水硫酸钠,漩涡混匀 2 min,以 10 000 r/min 离心 5 min,上清液用  $0.45\ \mu\text{m}$  滤膜过滤,所得滤液进气相色谱仪分析。

### 5.3 空白试验

除不加试样外,均按试样同法操作。

### 5.4 仪器参考条件

仪器参考条件如下:

- a) 色谱柱:键合/交联聚乙二醇固定相石英毛细管色谱柱,  $30\ \text{m} \times 0.25\ \text{mm}$ ,  $0.25\ \mu\text{m}$ ,或相当色谱柱。
- b) 载气:高纯氮;恒流模式,柱流速  $1.0\ \text{mL}/\text{min}$ 。
- c) 采用程序升温:柱初始温度  $80\ ^\circ\text{C}$ ,保持 3 min,以  $2\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  速率升温至  $110\ ^\circ\text{C}$ ,保持 10 min,再以  $2\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  速率升温至  $130\ ^\circ\text{C}$ ,再以  $10\ ^\circ\text{C}/\text{min}$  速率升温至  $220\ ^\circ\text{C}$ ,保持 5 min。
- d) 进样口温度: $230\ ^\circ\text{C}$ 。
- e) 检测器温度: $240\ ^\circ\text{C}$ 。
- f) 氢气流量: $30\ \text{mL}/\text{min}$ 。
- g) 空气流量: $300\ \text{mL}/\text{min}$ 。
- h) 进样量: $1\ \mu\text{L}$ 。
- i) 进样方式:分流进样,分流比 2 : 1。

### 5.5 标准曲线的制作

将混合标准系列工作溶液分别注入气相色谱仪中,测定相应的 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇的色谱峰面积,以标准工作溶液的质量浓度为横坐标,以色谱峰的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

## 6 结果计算

试样中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(\rho - \rho_0) \times V}{m \times 1\,000} \times \frac{1\,000}{1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样中 1,2-丙二醇或 1,3-丙二醇的含量,单位为克每千克(g/kg);
- $\rho$  —— 从标准工作曲线上查出的试样溶液中 1,2-丙二醇或 1,3-丙二醇的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$  —— 从标准工作曲线上查出的空白溶液中 1,2-丙二醇或 1,3-丙二醇的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- V —— 试样定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样的质量,单位为克(g);
- 1 000—— 换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示,结果保留三位有效数字。

## 7 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 10%。

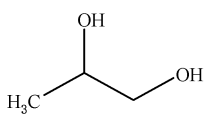
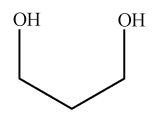
## 8 检出限和定量限

当取样量为 5 g 时,定容体积为 5 mL 时,本方法中 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇检出限均为 1 mg/kg,定量限均为 3 mg/kg。

附 录 A  
(资料性)  
化合物相关信息

1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准品的名称、CAS 号、分子式、相对分子质量、结构式见表 A.1。

表 A.1 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准品的名称、CAS 号、分子式、相对分子质量、结构式

名称	CAS 号	分子式	相对分子质量	结构式
1,2-丙二醇 1,2-propanediol	57-55-6	$C_3H_8O_2$	76.09	
1,3-丙二醇 1,3-propanediol	504-63-2	$C_3H_8O_2$	76.09	

## 附录 B

(资料性)

## 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准溶液气相色谱图

1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准溶液气相色谱图见图 B.1。

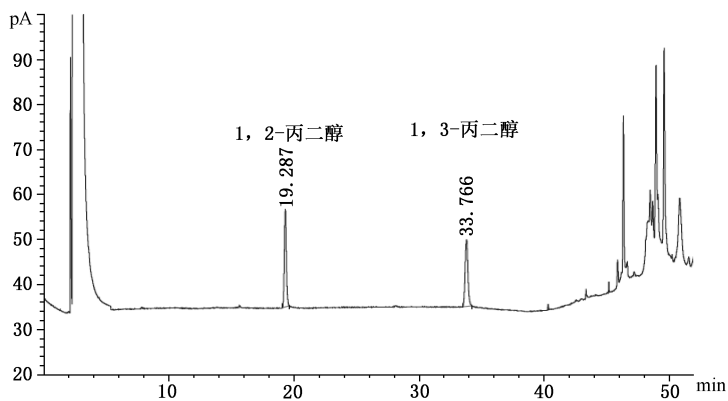


图 B.1 1,2-丙二醇和 1,3-丙二醇标准溶液气相色谱图

本方法负责起草单位：中国食品药品检定研究院。

本方法验证单位：山东省食品药品检验研究院、湖北省食品质量安全监督检验研究院、重庆市食品药品检验检测研究院、厦门市食品药品质量检验研究院、武汉食品化妆品检验所。

本方法主要起草人：高家敏、吴晓云、林津、韩燕、陈海滨、江小明。