

附录 B
(资料性附录)
准确度和精密度

表 B.1 的精密度数据是按照 GB/T 6379《测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)》的规定获得的实验室间重复性和再现性的数值。

表 B.1 酱油试样精密度试验结果

指 标	FAPAS 酱油		CDC 质控酱油			
	1,3-DCP/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	3-MCPD/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	1,3-DCP/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	2,3-DCP/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	3-MCPD/ (mg/kg)	2-MCPD/ (mg/kg)
估计均值(m)	23.3	22.97	101.3	109.3	22.36	2.36
重复性标准差(S_r)	2.08	0.91	4.76	12.62	0.96	0.19
再现性标准差(S_R)	2.08	1.09	10.32	15.46	1.39	0.28
重复性限(r)	5.82	2.55	13.3	35.3	2.69	0.532
再现性限(R)	5.83	3.05	28.9	43.3	3.88	0.784

表 B.2 的精密度数据是按照 GB/T 6379 的规定获得的实验室间重复性和再现性的数值。

表 B.2 实验室间协同性验证结果的重复性和再现性比较

统计项目	英国 FAPAS 酱油		CDC 质控酱油		
	3-MCPD	1,3-DCP	3-MCPD ^a	1,3-DCP	2,3-DCP
FAPAS 全球统计值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	44.0	25.6	— ^c	— ^c	— ^c
MSPD-GC-MS 结果/($\mu\text{g}/\text{kg}$) ^b	— ^c	— ^c	22.4 ^a	101	109
均值(m)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	48.8	28.5	19.2 ^a	103	105
重复性限(r)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	9.46	5.06	3.00 ^a	30.2	33.1
再现性限(R)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	10.1	11.1	4.94 ^a	43.0	33.5
重复性标准差(S_r)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	3.38	1.81	1.07 ^a	10.80	11.81
再现性标准差(S_R)/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	3.60	3.95	1.76 ^a	15.34	11.97
重复性(RSD_r)	6.9%	6.3%	5.6%	10.5%	11.2%
再现性(RSD_R)	7.4%	13.9%	9.2%	15.0%	11.4%
RSD_r (Horwitz) 理论值	8.3%	9.0%	3.4%	8.4%	8.4%
RSD_R (Horwitz) 理论值	12.6%	13.7%	5.1%	12.8%	12.8%
重复性(H_{or}) ^d	0.83	0.70	1.65	1.25	1.33
再现性(H_{oR}) ^d	0.59	1.01	1.79	1.17	0.89

a 浓度单位:mg/kg。
b 为国内实验室采用基质固相分散萃取法测得的结果。
c 表示没有该值。
d HORRAT 值(H_{or} , H_{oR})低于 2.0 表示协同性结果符合要求,低于 1.0 表示结果理想。



GB/T 5009.191—2006

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-28913

定价: 13.00 元



中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.191—2006
代替 GB/T 5009.191—2003

GB/T 5009.191—2006

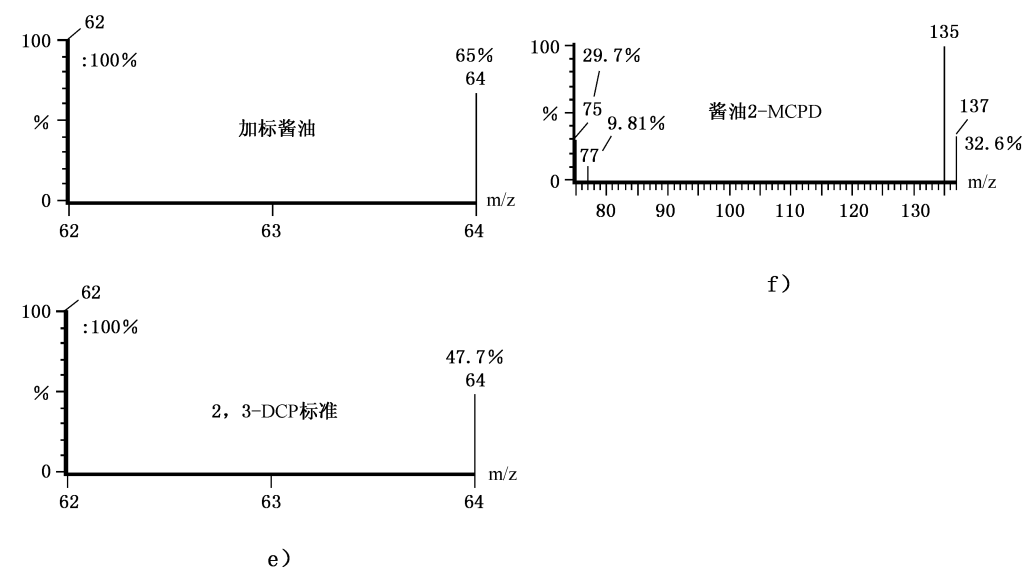
食品中氯丙醇含量的测定

Determination of chloropropanols in foods

2006-09-14 发布

2007-01-01 实施

中华人民共和国卫生部
中国国家标准化管理委员会 发布



- a) — 3-MCPD;
- b) — d₅-MCPD;
- c) — d₅-1,3-DCP;
- d) — 1,3-DCP;
- e) — 2,3-DCP;
- f) — 2-MCPD。

图 A.5(续)

中华人民共和国
国家标准
食品中氯丙醇含量的测定
GB/T 5009.191—2006

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 1.25 字数 36 千字
2007年2月第一版 2007年2月第一次印刷

*
书号: 155066·1-28913 定价 13.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

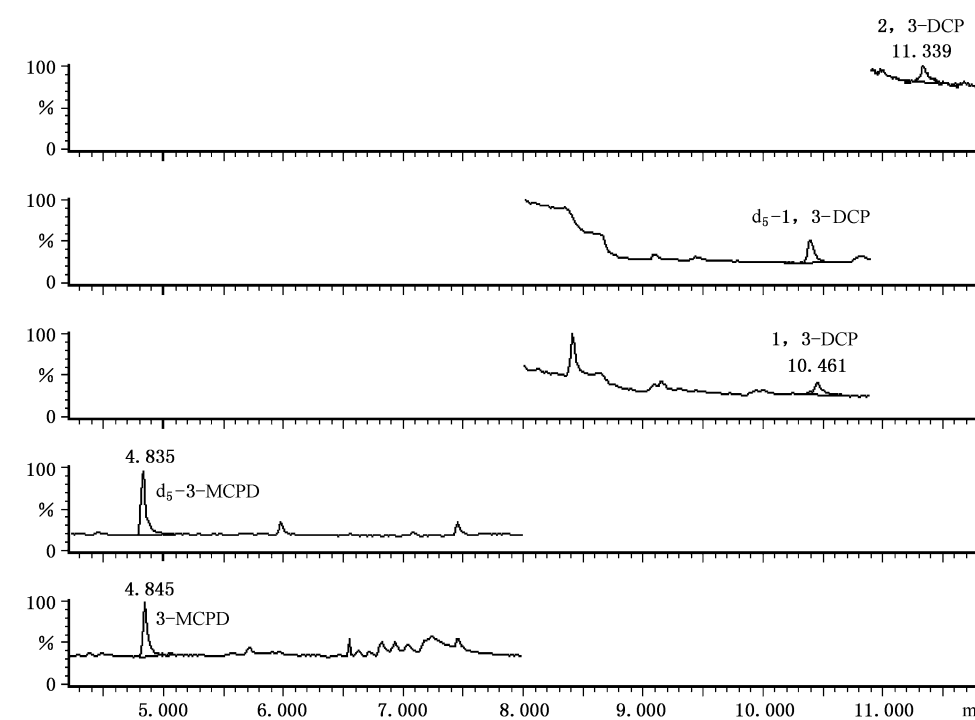


图 A.6 试样加标后氯丙醇的 SIM 色谱图(HS-SPME-GC/MS)

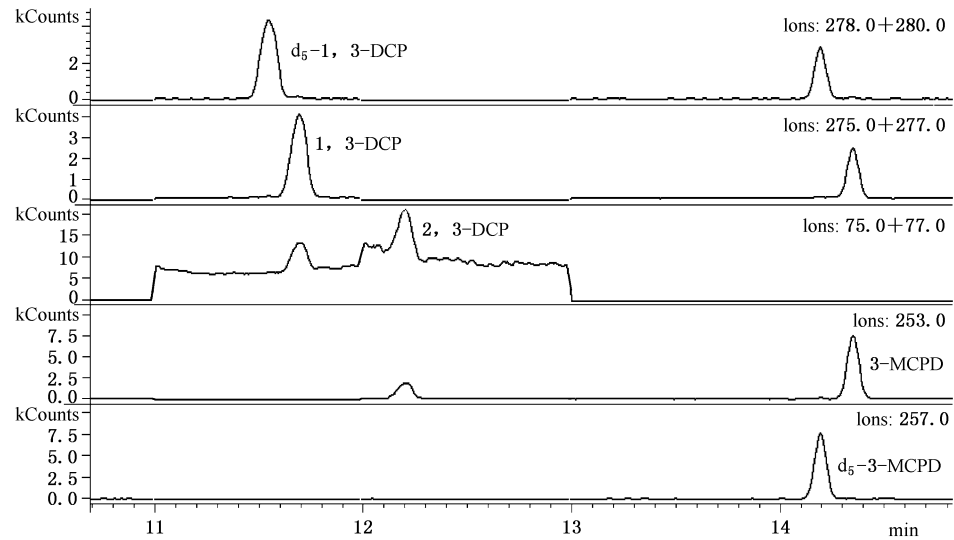
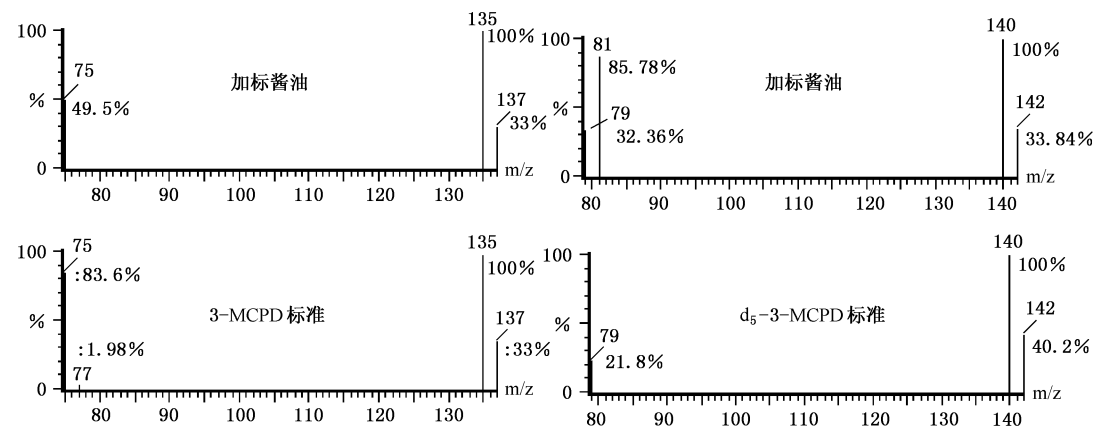
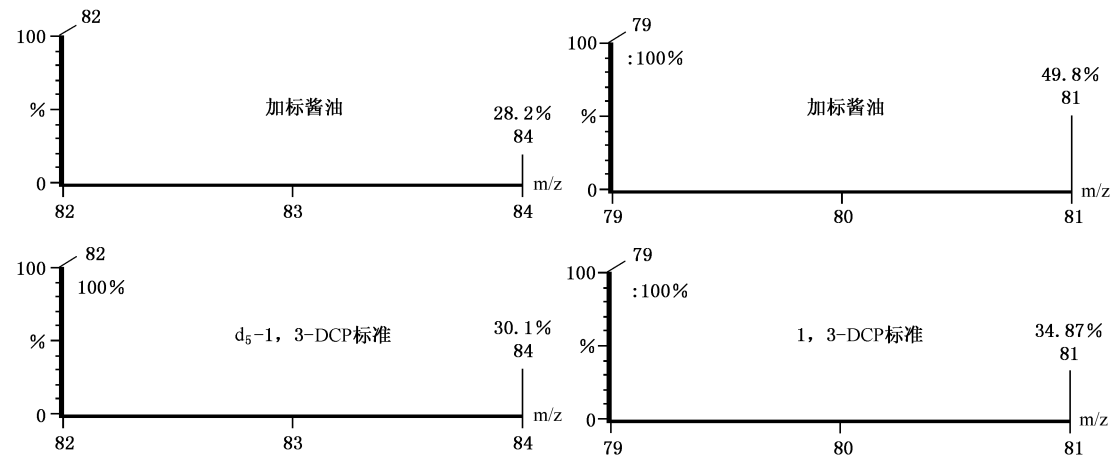


图 A.4 氯丙醇标准 HFBI 衍生物选择离子储存(SIS)色谱图(离子阱质谱仪)



a)

b)



c)

d)

图 A.5 标准和加标酱油中氯丙醇及其内标的 SIM 质谱图(HS-SPME-GC/MS)

前 言

本标准代替 GB/T 5009.191—2003《食品中 3-氯-1,2-丙二醇含量的测定》。

本标准与 GB/T 5009.191—2003 相比主要变化如下：

——修改了标准的名称,改为《食品中氯丙醇含量的测定》；

——将 GB/T 5009.191—2003 作为本标准的第一法；并增加第二法和第三法为氯丙醇多组分的测定,包括 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)、2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)、1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和 2,3-二氯-2-丙醇(2,3-DCP)

本标准第二法修改采用国际分析家学会(AOAC)的 AOAC 2000.01《采用稳定性同位素稀释的 GC-MS 方法测定食品及其配方成分中的 3-氯-1,2-丙二醇》(Determination of 3-monochloro-1,2-propane-diol in foods and food ingredients by GC-MS using stable isotope dilution technology)。与 AOAC 2000.01 方法的不同之处如下：

——除 3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)外,增加了 2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)、1,3-二氯-2-丙醇(1,3-DCP)和 2,3-二氯-2-丙醇(2,3-DCP)的测定；

——除采用五氘代-3-氯-1,2-丙二醇(d₅-3-MCPD)外,增加了五氘代-1,3-二氯-2-丙醇(d₅-1,3-DCP)为内标,即双同位素内标的稳定性同位素稀释技术；

——修改了基质固相分散萃取中洗脱溶剂正己烷与乙醚的比例；

——增加了离子阱质谱方法的测定条件。

本标准第三法为氯丙醇多组分含量测定的顶空固相微萃取的稳定性同位素稀释气相色谱-质谱方法。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准负责起草单位:中国疾病预防控制中心营养与食品安全所。

本标准参加起草单位:福建省疾病预防控制中心、北京市疾病预防控制中心、沈阳市疾病预防控制中心、江苏省疾病预防控制中心、中国科学院生态环境研究中心。

本标准第一法主要起草人:吴永宁、赵云峰、赵京玲、涂晓明、马永建、赵舰、李敬光。

本标准第二法主要起草人:吴永宁、赵云峰、付武胜、邵兵、栾燕、马永建、江桂斌。

本标准第三法主要起草人:付武胜、吴永宁、苗虹、赵云峰、栾燕、马永建、邵兵。

本标准于 2003 年首次发布,本次为第一次修订。