贵州省食品安全地方标准

《茶籽油中苯并(a)芘的测定》（征求意见稿）

编制说明

1. **标准起草的背景**

苯并(a)芘[benzo(a)pyrene，简称B(a)P]是一种致癌性很强的物质。2010年8月，国内最大的山茶油生产商-金浩茶油被检出苯并(a)芘超标，严重危害消费者的身体健康。为了满足检验检疫部门中对污染物残留监控的需要，以及茶籽油出口企业对外贸易的需要，亟需建立和完善茶籽油中苯并(a)芘的检测方法。我院是国家质检总局批准设立的国家茶及茶制品质量监督检验中心，长期从事茶及茶制品质量安全指标的检验检测，具备较强的技术实力，通过制定《茶籽油中苯并(a)芘的测定》地方标准，能够有效的缩短茶籽油中苯并(a)芘检测的时间，并且提高数据准确度、可信度，是对国家标准的补充和完善。

1. **标准起草过程**

（一）根据贵州省卫生厅《关于2014年贵州省食品安全地方标准立项通知》（黔卫计办函〔2015〕94号），2015年5月我院立即成立标准起草工作小组，对《茶籽油中苯并(a)芘的测定》标准制定工作进行了认真研究，在原有实验工作的基础上，多次召开由行业专家、项目负责人参加的座谈会，同时多方征求各检测机构对制定标准的意见和建议。

（二）标准起草工作小组在广泛调研国内食品中苯并(a)芘分析方法和实验室反复验证的基础上，确定了本标准的基本框架，包括：标准名称、使用范围、前处理要求、色谱条件、计算方法等内容，形成标准草案的基本框架。

（三）本标准在参考目前国内先进和普遍采用的样品前处理及检测技术的基础上，对前处理技术中的不同的提取时间、提取温度进行了反复的探索和研究，同时对高效液相色谱法的仪器条件进行充分优化，通过反复的方法学实验研究，建立了茶籽油中苯并(a)芘的高效液相色谱测定方法。

（四）参与本标准起草的单位：遵义市产品质量检验检测院、国家茶及茶制品质量监督检验中心(贵州)。

（五）本标准主要起草人及其所承担的工作：

本标准主要起草人为：骆书娜、张季、李霞、向丽萍、马昌洪、王兰兰、王奥、杜玲玲、蔡璐、黎亮亮。

起草人员负责标准制定工作的组织、协调，相关资料的查阅、收集，实验室验证，标准文本及编制说明的起草、撰写，组织召开座谈会，通过电子邮件、传真等方式，征集、整理和归纳相关的意见和建议。

**三、标准的重要内容**

本标准研究确立了茶籽油中苯并(a)芘的高效液相色谱检测方法。用皂化法前处理净化，不需要如国标法一样使用中性氧化铝层析柱净化，处理简单快捷、适用性强，用液相法荧光检测器检测，灵敏度高、检出限低、抗干扰能力强。

样品经溶剂溶解后，通过皂化法除去油脂，环己烷或正己烷提取苯并(a)芘，用反相高效液相色谱分离，荧光检测器检测，根据色谱峰的保留时间定性，外标法定量。该色谱条件灵敏度高，没有干扰峰，能够保证检测结果的准确可靠，该方法可作为大多数检测机构的常规检验方法。

**四、目前国内相关标准情况**

目前，动植物油脂产品中苯并(a)芘的检测依据有《动植物油脂苯并(a)芘的测定反相高效液相色谱法》（GB/T 22509-2008）、《食品中苯并(a)芘的测定》（GB/T 5009.27-2003），其中均规定：油中苯并(a)芘用中性氧化铝柱吸附法进行前处理除油脂净化，GB/T 22509-2008法用液相法荧光检测器进行检测，GB/T 5009.27-2003法用荧光分光光度法或目测比色法进行检测。为了提高检测限和检测结果的准确性，实验室多采用GB/T 22509-2008法。但在实际检测工作中，发现该标准方法存在如下缺点：

（一）工作量大、检测周期长

该方法需要至少提前两天准备层析柱填料--活性氧化铝，在实际检测工作中严重影响检测周期，更不适用于相关食品安全突发事件处理。

（二）中性氧化铝活性较难控制

该方法前处理过程对检测结果的关键控制点是中性氧化铝活性的调节，调节后的活性必须是Ⅳ度，活性小于Ⅳ度，检测结果偏低，活性大于Ⅳ度，检测结果偏高，由于我省春夏秋三季湿度较高，对中性氧化铝活性影响较大，每次检测均需调节活性，严重影响工作效率。

（三）检测范围较小

该方法检测范围0.1~50 μg/kg，在某些严重超标（如工作中检测出的检测结果100μg/kg以上）的茶叶籽油的检测中适用性较差。

**五、标准方法验证**

（一）实验室内验证

将标准储备溶液用色谱甲醇逐级稀释成浓度为0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、50.0 ng/mL的标准工作溶液。置于0 ℃~4 ℃避光保存，供液相色谱检测；将固定浓度的标准系列工作液按照浓度由低到高进样，测定相应的信号响应值，以标准工作液浓度为横坐标，以峰面积为纵坐标，绘制标准曲线，计算出回归方程和相应系数。检出限（LOD）采用向空白样品中逐级降低加标浓度的方法来确定。以3倍信噪比（S/N=3）对应的目标物浓度作为检出限（LOD），最终确定本标准方法的检测限（LOD）为0.2284 μg/kg。

在茶籽油样品中进行加标回收试验，在优化后的仪器条件下分析。本方法在3.0μg/kg～60.0μg/kg添加浓度水平的回收率是79.53%～99.93%，满足GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》检测方法确认的技术要求。加标水平在3.0 ug/kg时，六次重复性实验的相对标准偏差RSD=0.11%；加标水平在8.0 ug/kg时，六次重复性实验的相对标准偏差RSD =1.11%；加标水平在20.0 ug/kg时，六次重复性实验的相对标准偏差RSD=0.64%；加标水平在30.0 ug/kg时，六次重复性实验的相对标准偏差RSD=0.24%；加标水平在60.0 ug/kg时，六次重复性实验的相对标准偏差RSD=0.28%。

（二）实验室间验证

为验证本方法的科学性、准确性、适用性，分别联系上海市质量监督检验技术研究院、[贵州省粮油产品质量监督检验站](https://www.baidu.com/link?url=_NjxVY4wfv7OGf5Py7f6HuM2s6v0rdxoIYoSJxQRDaK&wd=&eqid=e841cd8e0007a8130000000657149b0e)、安顺市质量技术监督检测所三家检验机构进行方法学验证。分别按照本方法，在样品中进行苯并(a)芘的添加回收实验。

其中，上海市质量监督检验技术研究院在茶籽油中添加浓度分别为5.0 ug/kg和10.0 ug/kg的苯并(a)芘标准溶液，用高效液相色谱法进行测定，结果表明，方法回收率分别为86.4%和94.9%，RSD（n=3）分别为1.06%和0.96%；[贵州省粮油产品质量监督检验站](https://www.baidu.com/link?url=_NjxVY4wfv7OGf5Py7f6HuM2s6v0rdxoIYoSJxQRDaK&wd=&eqid=e841cd8e0007a8130000000657149b0e" \t "_blank)在茶籽油中添加级别分别为6.8ug/kg和50.0 ug/kg的苯并(a)芘标准溶液，用高效液相色谱法进行测定，结果表明，方法回收率分别为89.39%和89.33%，RSD(n=3)分别为2.39%和4.47%；安顺市质量技术监督检测所在茶籽油中加入苯并(a)芘标准物质分别为0.003114ug和0.008304ug，用高效液相色谱法进行测定，结果表明，方法回收率分别为101.284%和101.101%；三家检测机构的方法回收率和精密度均符合GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范食品理化检测》中不同添加水平时对回收率的要求以及不同被测组分含量时对精密度的技术要求。

综上，通过实验室内及实验室间的方法验证，本标准方法具有技术标准所要求的稳定性和可靠性。

**五、 其他需要在网上公开说明的事项**

无。

《茶籽油中苯并(a)芘的测定》（征求意见稿）起草小组

 2016年4月20日