

中华人民共和国国家标准

**粮油检验 GC/MS 法测定 3-氯丙醇
脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯**

(征求意见稿)

编制说明

标准起草组

2022 年 12 月

《粮油检验 GC/MS 法测定 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯》编制说明

1. 工作简况

1.1 任务来源及协作单位

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2021 年第二批推荐性国家标准及相关标准外文版计划的通知（国标委发[2021]23 号）》，由国家粮食和物资储备局科学研究院作为主要起草单位负责《粮油检验 GC/MS 法测定 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯》，项目计划号为 20212915-T-449。起草单位成立的标准起草组负责进行本标准的各项工作，同时联合国家粮食和物资储备局标准质量中心、中粮营养健康研究院、华南理工大学等单位参与本标准方法的研究制定。

1.2 主要工作过程

1.2.1 标准概述

氯丙醇和缩水甘油被国际癌症研究机构明确为 2A 级致癌物。在食用油中，它们分别以脂肪酸酯的形式存在。研究表明，氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯在体内代谢时分别转化为具有肾毒性和生殖毒性的氯丙醇和缩水甘油。因此，为了规范食用油脂的生产、严格监管食用油脂质量和保障消费者食品安全，有必要在我国建立食用油中氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的标准检测方法。

国际标准化组织（ISO）在德国油脂学会标准 DGF C-VI 18 (10)和美国油脂化学家学会（AOCS）标准 AOCS Official Method 29a-13、29b-13 和 29c-13 的基础上，先后制定了食用油中氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的系列测定方法标准 ISO 18363-1: 2015、ISO 18363-2:2018、ISO 18363-3:2017 和 ISO 18363-4:2021。本项目旨在等同采用 ISO 标准，实现先进国际标准的国内转化，为我国食用油的质量安全提供技术支持。

1.2.2 查阅资料

标准起草组全面查阅国内外有关食用油中氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯测定的方法文献，重点是相关国际标准，并进行充分讨论与研究，确定了本标准的工作计划。部分查阅到的文献资料如下：

- [1] DGF Standard Method C-VI 18 (10). Fatty-acid bound 3-chloropropane-1,2-diol (3-MCPD) and 2,3-epoxypropane-1-ol (glycidol). Determination in oils and fats by GC/MS (Differential measurement).
- [2] AOCS Official Method Cd 29a-13. 2- and 3-MCPD Fatty Acid Esters and Glycidol Fatty Acid Esters in Edible Oils and Fats by Acid Transesterification and GC/MS.
- [3] AOCS Official Method Cd 29b-13. 2- and 3-MCPD Fatty Acid Esters and Glycidol Fatty Acid Esters in Edible Oils and Fats by Alkaline Transesterification and GC/MS.
- [4] AOCS Official Method Cd 29c-13. 2- and 3-MCPD Fatty Acid Esters and Glycidol Fatty Acid Esters in Edible Oils and Fats by GC/MS (Difference Method).
- [5] Zwagerman R, Overman P. Optimized analysis of MCPD- and glycidyl esters in edible oils and fats using fast alkaline transesterification and ¹³C-correction for glycidol overestimation: Validation including interlaboratory comparison, *Eur J Lipid Sci Technol*, 2019, 121, 1800395.
- [6] Zwagerman R, Overman P. A novel method for the automatic sample preparation and analysis of 3-MCPD-, 2-MCPD-, and glycidylesters in edible oils and fats, *Eur J Lipid Sci Technol*, 2016, 118, 997-1006.
- [7] ISO 18363-1: 2015. Animal and vegetables fats and oils - Determination of fatty-acid-bound 3-chloropropane-1,2-diol (3-MCPD) and 2,3-epoxy-propane-1-ol (glycidol) - Differential method using GC/MS - Part 1: Method by GC/MS (Differential measurement)
- [8] ISO 18363-2: 2018. Animal and vegetable fats and oils - Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols (MCPDs) and glycidol by GC/MS - Part 2: Method using slow alkaline transesterification and measurement for 2-MCPD, 3-MCPD and glycidol.
- [9] ISO 18363-3: 2017. Animal and vegetable fats and oils - Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols (MCPDs) and glycidol by GC/MS - Part 3: Method using acid transesterification and measurement for 2-MCPD, 3-MCPD and glycidol.
- [10] ISO 18363-4: 2021. Animal and vegetable fats and oils - Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols (MCPDs) and glycidol by GC/MS - Part 4: Method using fast alkaline transesterification and measurement for 2-MCPD, 3-MCPD and glycidol by GC-MS/MS.

[11]王力清, 陈洪涛, 廖继承, 刘嘉亮, 酃明浩, 杨天奎.同位素稀释 GC-MS/MS 方法测定油脂中 3-MCPD 脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的总量. 农业机械, 2011, 23(8): 61-63.

[12]刘国琴, 尹诗琴, 汪学德. 气相色谱-质谱联用法测定食用油脂中的缩水甘油酯. 现代食品科技, 2016, 32(5): 289-294.

1.2.3 标准的起草准备

本标准等同采用 ISO 18363-1: 2015、ISO 18363-2: 2018、ISO 18363-3: 2017 和 ISO 18363-4: 2021, 以这四个国际标准作为制定本国家标准的蓝本, 对原文进行翻译, 翻译稿见附录 1。为便于使用, 本标准合并了四个 ISO 标准, 做了如下编辑性修改:

- a) 改变了标准名称 (以便于与现有标准系列一致);
- b) 删除国际标准的目录和前言;
- c) 将“本国际标准”改为“本文件”;
- d) 用小数点“.”代替原文中作为小数点的逗号“,”;
- e) 对有关公式进行了编号;
- f) 用百分号“%”代替原文中作为百分数的“g/100g”;
- g) 用我国标准 GB/T 5524 代替原国际标准中的 ISO 5555;
- h) 用我国标准 GB/T 6682 代替原国际标准中的 ISO 3696;
- i) 用我国标准 GB/T 15687 代替原国际标准中的 ISO 661。

1.2.4 本标准制定过程

起草组认真分析研究了所收集的相关标准及技术资料, 本实验室对油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯含量的测定方法系统优化了不同类型样品的前处理条件、试验操作步骤、色谱-质谱分析条件等, 并进行了方法学验证, 确定了测定方法的标准溶液配置方案、标准曲线线性范围、检出限、定量限以及加标回收率等, 并制备了方法验证样品, 正在组织实验室间协同验证。

2022 年 9 月 21 日起草组向武汉轻工大学、江南大学、河南工业大学、南京财经大学、中国农业科学院油料作物研究所、中粮营养健康研究院有限公司、中粮工科(西安)国际工程有限公司、丰益国际全球研发中心、中粮工科(无锡)国际工程有限公司、武汉食品化妆品检验所、中国农机院油脂所、丰益(上海)生物技术研发中心有限公司、国家粮油质量监督检验中心、北京市粮油食品检验

所、贵州省粮油质检站、湖北省粮油食品质量监督检测中心、湖南省粮油产品质量监测中心、中储粮镇江粮油质量检测中心有限公司、益海嘉里金龙鱼粮油股份有限公司、山东鲁花集团有限公司、九三股份有限公司、山东三星集团有限公司、山东香驰粮油有限公司、龙大食品集团有限公司等有关高等院校、科研院所、质检机构、生产经营企业等 24 家单位征询意见，并请相关单位组织油脂科研、检测、生产等相关部门进行讨论，提出修改意见和建议，截止至 2022 年 12 月，中国农业科学院油料作物研究所李培武院士等专家回复了意见和建议，其余未见回复，起草组汇总了反馈的意见和建议，重新修改了方法标准的相关内容，同时对编制说明也进行修改，形成《粮油检验 GC/MS 法测定 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯》（征求意见稿），报送全国粮油标准化技术委员会油料油脂分委会秘书处。

2. 标准编制原则和确定标准主要内容的论据

2.1 编制原则

本标准是根据 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则第 1 部分：标准的结构与编写规则》、GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第 2 部分：以 ISO/IEC 标准化文件为基础的标准化文件起草规则》、GB/T 20001.4-2015《标准编写规则第 4 部分：试验方法标准》的规定进行本标准的编制工作。

2.2 标准主要内容

本标准主要结构内容包括：

- 1) 封面
- 2) 前言
- 3) 标准的主体内容

本文件规定了 GC/MS 法测定 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的原理、试剂和材料、仪器和设备、试样制备、试验步骤、结果计算、精密度等。

本文件适用于固体和液体油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的测定，其中，第一法用于油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的测定，第二法、第三法和第四法用于油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯、2-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的测定，第二法不适用于乳和乳制品及其脂肪，第四法不适用于乳和乳制品及其脂肪、婴儿配方奶粉、乳化剂、游离脂肪酸等油脂衍生物。

本文件明确了试剂的纯度、溶液及标准品溶液的配制方法。

本文件的仪器需要使用气相色谱-质谱联用仪、分析天平、氮吹仪、超声水浴、涡旋振荡器、可控温摇床等，都是我国食品检测实验室具备的仪器。

本文件的试验步骤包括样品制备、色谱-质谱分析条件、标准曲线制作及样品测定等内容。

本文件结果表示中给出了油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯含量的详细计算公式等。

3. 主要试验情况的分析、综述报告，技术经济论证，预期的经济效果

起草组在分析文献报道和本实验室对油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯含量的测定方法条件优化、样品测定和汇总分析基础上，根据我国粮油检验的技术现状，起草了本标准的《征求意见稿》和编制说明。根据所收集的相关标准及技术资料，优化出测定方法的最佳分析条件、不同类型样品的前处理条件等，并进行了方法学验证，确定了测定方法的线性范围、方法检出限、定量限以及加标回收率等，并制备了验证样品，正在组织实验室间协同验证。

4. 与国际、国外对比情况

本标准等同采用 ISO 18363-1: 2015、ISO 18363-2: 2018、ISO 18363-3: 2017 和 ISO 18363-4: 2021。本标准发布实施后，将达到 ISO 国际标准等同水平。

5. 与有关的现行法律、法规和强制性国家标准的关系（简要说明标准与法律、法规、标准的协调性）

2016 年，食品安全国家标准 GB 5009.191《食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》发布，该标准中的方法三涉及到油脂样品中氯丙醇酯的测定，其原理是在甲醇钠-甲醇溶液中，植物油脂中 3-氯丙醇（3-MCPD）脂肪酸酯转化为游离 3-MCPD，3-MCPD 用七氟丁酰基咪唑衍生后进行气相色谱-质谱分析。在甲醇钠-甲醇溶液的碱性环境中，3-MCPD 容易转化为缩水甘油，此外，衍生试剂七氟丁酰基咪唑非常不稳定、选择性差，从而造成 3-氯丙醇的检测结果偏低。本标准方法的检测结果更加准确可靠，颁布实施后，将更有利于行业应用，与现行的法律、法规及其他国家标准没有矛盾。

6. 重大分歧意见的处理经过和依据

无。

7. 标准作为推荐性标准的建议

建议本标准作为推荐性标准使用。

8. 贯彻标准的要求和措施建议

在各有关的科研、生产、加工、销售等环节实施本标准，通过各种宣传途径对本标准的内容进行宣贯和技术培训，充分发挥质检机构技术优势和监督职能。

(1) 发布后、实施前应将信息在媒体上广为宣传。

(2) 要对标准的不同使用对象，消费者、生产厂家、流通行业监管部门等，有侧重点地进行培训、宣传。

(3) 实施的过渡期宜定为 6 个月。

9. 废止现行有关标准的建议

无。

10. 其他应予说明的事项

无。

11. 附录

附录 1：ISO 18363-1: 2015、ISO 18363-2: 2018、ISO 18363-3: 2017 和 ISO 18363-4: 2021 的翻译稿。

《粮油检验 GC/MS 法测定 3-氯丙醇脂肪酸酯
和缩水甘油脂肪酸酯》国家标准起草组

2022 年 12 月 09 日