



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 44621—2024

## 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

Inspection of grain and oils—Determination of fatty-acid-bound  
3-chloropropane-1,2-diols(MCPDs)and glycidol by GC/MS

[ISO 18363-1:2015 Animal and vegetable fats and oils—Determination of fatty-acid-bound chloropropanediols(MCPDs)and glycidol by GC/MS—Part 1:Method using fast alkaline transesterification and measurement for 3-MCPD and differential measurement for glycidol,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,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,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,MOD]

2024-09-29 发布

2025-04-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 快速碱法酯交换用于测定 3-MCPD 和差分法测定缩水甘油(简称差分法) .....	1
5 慢速碱法酯交换用于测定 2-氯丙醇、3-氯丙醇和缩水甘油(简称慢速碱法酯交换法) .....	5
6 酸法酯交换用于测定 2-氯丙醇、3-氯丙醇和缩水甘油(简称酸法酯交换法) .....	10
7 快速碱法酯交换用于测定 2-MCPD、3-MCPD 和缩水甘油(简称快速碱法酯交换法) .....	15
附录 A(资料性) 结构编号对照一览表和技术差异及其原因一览表 .....	22
附录 B(资料性) 差分法的实验室间比对验证试验结果 .....	29
附录 C(资料性) 慢速碱法酯交换法低 MCPD 含量棕榈油的相关色谱图及数据分析示例 .....	30
附录 D(资料性) 慢速碱法酯交换法的实验室间比对验证试验结果 .....	33
附录 E(资料性) 酸法酯交换法中标准品的校准曲线、色谱图及标准溶液配制方案 .....	35
附录 F(资料性) 酸法酯交换法的实验室间比对验证试验结果 .....	38
附录 G(规范性) 快速碱法酯交换法的校准曲线构建方案和样品酯裂解时间设计 .....	40
附录 H(资料性) 快速碱法酯交换法的实验室间比对验证试验结果 .....	42
附录 I(资料性) 快速碱法酯交换法中校准样品的色谱图 .....	44
参考文献 .....	46

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件修改采用 ISO 18363-1:2015《动植物油脂 GC/MS 法测定单氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯 第 1 部分：快速碱法酯交换用于测定 3-MCPD 和差分法测定缩水甘油》、ISO 18363-2:2018《动植物油脂 GC/MS 法测定单氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯 第 2 部分：慢速碱法酯交换用于测定 2-氯丙醇、3-氯丙醇和缩水甘油》、ISO 18363-3:2017《动植物油脂 GC/MS 法测定单氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯 第 3 部分：酸法酯交换用于测定 2-氯丙醇、3-氯丙醇和缩水甘油》、ISO 18363-4:2021《动植物油脂 GC/MS 法测定单氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯 第 4 部分：快速碱法酯交换用于测定 2-氯丙醇、3-氯丙醇和缩水甘油》。

本文件与 ISO 18363-1:2015、ISO 18363-2:2018、ISO 18363-3:2017 和 ISO 18363-4:2021 相比，在结构上有较多调整。每两个文件之间的结构编号变化对照一览表见附录 A 中表 A.1～表 A.4。

本文件与 ISO 18363-1:2015、ISO 18363-2:2018、ISO 18363-3:2017 和 ISO 18363-4:2021 相比，存在较多技术差异，在所涉及的条款的外侧页面空白位置用垂直单线(|)进行了标示。这些技术差异及其原因一览表见附录 A 中表 A.5～表 A.8。

本文件做了下列编辑性修改：

——更改了标准名称；

——删除了国际标准的注。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本文件起草单位：国家粮食和物资储备局科学研究院、国家粮食和物资储备局标准质量中心、华南理工大学、南京海关动植物与食品检测中心、河南工业大学、中储粮镇江质检中心有限公司、陕西科仪阳光检测技术服务有限公司、丰益(上海)生物技术研发中心有限公司、山东兴泉油脂有限公司、青岛天祥喜燕食品股份有限公司、云南滇雪粮油有限公司、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、山东金胜粮油食品有限公司、山东龙大粮油有限公司、费县中粮油脂工业有限公司、郑州谱尼测试技术有限公司、衢州刘家香食品有限公司。

本文件主要起草人：段章群、杨凯舟、魏征、张艳、沈伟健、薛雅琳、刘国琴、陈小威、毕艳兰、张榴萍、罗世龙、王萌、王佳雅、李燕艳、李子松、于强、曾祥菊、王翔宇、张小勇、祁潇哲、孙钦彩、高洪良、刘配莲、李迎芳、刘京伟。

# 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

## 1 范围

本文件描述了测定 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的方法,包括测试原理、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 4 章适用于油脂中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯的测定,第 5 章、第 6 章和第 7 章适用于油脂中 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 5 章不适用于乳和乳制品及其脂肪,第 7 章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。

本文件的检出限(LOD)为 30  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,定量限(LOQ)为 100  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)<sup>1)</sup>

GB/T 15687 动植物油脂 试样的制备(GB/T 15687—2008,ISO 661:2003,IDT)

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 快速碱法酯交换用于测定 3-MCPD 和差分法测定缩水甘油(简称差分法)

### 4.1 原理

本方法由两部分试验组成。样品在碱催化酯裂解后,3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯分别转化为 3-氯丙醇和缩水甘油;在试验(A)中添加氯化钠的酸性水溶液将缩水甘油转化为 3-氯丙醇,在试验(B)中添加溴化钠的酸性水溶液将缩水甘油转化为 3-溴丙醇;经苯基硼酸衍生化后进行气相色谱-质谱分析,内标法定量;试验(A)以 3-氯丙醇含量表示样品中 3-氯丙醇脂肪酸酯和缩水甘油脂肪酸酯含量之和,试验(B)以 3-氯丙醇表示样品中 3-氯丙醇脂肪酸酯的含量;样品中缩水甘油脂肪酸酯的含量与两部分试验的差值(A-B)成正比,由缩水甘油到 3-氯丙醇的转化率计算缩水甘油脂肪酸酯的含量。

### 4.2 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯试剂;试验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

#### 4.2.1 甲苯:色谱纯。

1) ISO 3696:1987 已被 ISO 3696:2021 代替。