

# 气相色谱-负化学离子源-质谱测定食用植物油中 3-氯丙醇酯的含量

沈伟健\*, 魏雪缘, 蔡理胜, 张睿, 吴斌, 沈崇钰, 赵增运, 柳菡  
(江苏出入境检验检疫局动植物与食品检测中心, 南京 210001)

**摘要:** **目的** 建立气相色谱-负化学离子源-质谱法(gas chromatography-negative chemical ionization-mass spectrometry, GC-NCI-MS)测定植物油中 3-氯丙醇酯(3-MCPDE)含量的方法。**方法** 植物油样品经甲醇钠-甲醇水解, 硅藻土固相萃取小柱净化, 七氟丁酰咪唑衍生化后采用 GC-NCI-MS 在离子监测模式下对植物油中 3-MCPDE 的含量进行测定和分析, 测定结果均以游离态的 3-MCPD 计, 内标法定量。**结果** 3-MCPD 在 0.5~50  $\mu\text{g/L}$  质量浓度范围内线性良好( $r=0.9999$ ), 定量限为 0.01 mg/kg, 在 0.10、0.50 和 1.0 mg/kg 3 个加标水平下的平均回收率为 79.5%~81.7%, 相对标准偏差为 6.0%~9.2%。**结论** 该方法准确度和精密度良好, 灵敏度高, 可用于食用植物油中 3-MCPDE 的含量测定。

**关键词:** 气相色谱-质谱法; 负化学离子源; 食用植物油; 3-氯丙醇酯

## Determination of 3-chloro-1,2-propylene glycol ester in edible vegetable oils by gas chromatography-negative chemical ionization-mass spectrometry

SHEN Wei-Jian\*, WEI Xue-Yuan, CAI Li-Sheng, ZHANG Rui, WU Bin, SHEN Chong-Yu, ZHAO Zeng-Yun, LIU Han

(Animal, Plant and Food Inspection Center, Jiangsu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Nanjing 210001, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the content determination of 3-chloro-1,2-propylene glycol ester (3-MCPDE) in vegetable oils by gas chromatography-negative chemical ionization-mass spectrometry (GC-NCI-MS). **Methods** The vegetable oils samples were hydrolyzed by sodium methoxide-methanol, purified by solid phase extraction (SPE) using diatomaceous earth as the sorbent, and derivatized with heptafluorobutyrylimidazole (HFBI). The content of 3-MCPDE in vegetable oils was determined and analyzed by GC-NCI-MS in selected ion monitoring (SIM) mode. The results were calculated with internal standard method according to the content of free state 3-MCPD. **Results** There was a good linearity when the mass concentration of 3-MCPD ranged from 0.5  $\mu\text{g/L}$  to 50  $\mu\text{g/L}$  ( $r=0.9999$ ) and the limit of quantitation (LOQ) of method was 0.01 mg/kg. The average recoveries of 3-MCPD were 79.5%~81.7% at 3 spiked levels of 0.10, 0.50 and 1.0 mg/kg, with RSDs between 6.0% and 9.2%. **Conclusion** The established method is accurate, precise and sensitive, which can be used for the content determination of 3-MCPDE

基金项目: 国家质检总局科技计划项目(2015IK141); 江苏省“333工程”项目(BRA2014330); 上海长三角科技合作项目(15395810100)

**Fund:** Supported by Science and Technology Project of AQSIQ (No. 2015IK141), “333 Project” of Jiangsu Province (BRA2014330), Science and Technology Project of Shanghai Yangtze River Delta (15395810100).

\*通讯作者: 沈伟健, 高级工程师, 主要研究方向为气质联用技术在食品安全中的应用。E-mail: swj9722418@yahoo.com.cn

\*Corresponding author: SHEN Wei-Jian, Senior Engineer, Jiangsu Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau of People's Republic of China, Nanjing 210001, China. E-mail: swj9722418@yahoo.com.cn

in vegetable oils.

**KEY WORDS:** gas chromatography-mass spectrometry; negative chemical ionization; edible vegetable oils; 3-chloro-1,2-propylene glycol ester

## 1 引言

脂肪酸氯丙醇酯是脂肪酸和氯丙醇类化合物的酯化产物, 按照氯丙醇种类的不同主要分为 3-氯-1,2-丙二醇酯(3-MCPDE)、2-氯-1,3-丙二醇酯(2-MCPDE)、1,3-二氯-2-丙醇酯(1,3-DCP 酯)和 2,3-二氯-1-丙醇酯(2,3-DCP 酯)<sup>[1]</sup>。食用植物油中的氯丙醇酯主要是在精炼的脱臭工序中形成的, 精炼植物油中普遍存在氯丙醇酯污染, 其中最典型、污染水平最高的是 3-MCPDE<sup>[2-4]</sup>。精炼植物油中 3-MCPDE 的含量水平为 0.2~20 mg/kg<sup>[5]</sup>, 而未精炼的植物油中 3-MCPDE 的含量则相对较低(普遍低于 0.2 mg/kg)<sup>[6]</sup>, 因此 3-MCPDE 可作为特征性指标用于区分精炼植物油和非精炼植物油。初榨橄榄油未经精炼处理, 因此 3-MCPDE 的污染水平相对较低, 而精炼植物油如大豆油、菜籽油和棕榈油中均能检出含量较高的 3-MCPDE<sup>[7,8]</sup>, 因此通过测定初榨橄榄油中 3-MCPDE 的含量可判断其是否掺杂了精炼油脂。

目前, 植物油中 3-MCPDE 的检测方法主要分为直接法和间接法 2 大类<sup>[9-12]</sup>, 直接法是采用高效液相色谱-质谱法(high performance liquid chromatography-mass spectrometry, HPLC-MS)测定经净化处理的植物油样品中 3-MCPDE 的含量<sup>[2,11]</sup>, 测定过程中不破坏 3-MCPDE 的结构, 但植物油中脂肪酸种类的多样性使得 3-MCPDE 化合物的种类繁多, 给分析测定带来了很大的困难, 因此目前植物油中 3-MCPDE 测定的直接法的应用范围有限。间接法是将 3-MCPDE 水解为 3-MCPD, 通过测定水解产物中 3-MCPD 的含量来计算植物油样品中 3-MCPDE 的含量<sup>[13]</sup>, 这是目前测定植物油中 3-MCPDE 最常用的方法<sup>[6]</sup>。间接法测定植物油中的 3-MCPDE 一般需经过水解、中和与盐析、固相萃取及衍生化等前处理, 最终采用气相色谱-质谱联用(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)法测定 3-MCPD 衍生物的含量<sup>[13]</sup>。间接法按水解方式的不同分为酸水解、碱水解和酶水解 3 类, 酸、碱水解法的原理是酯交换反应, 在酸或碱的催化下, 3-MCPDE 与甲醇反应生成游离的 3-MCPD 和脂肪酸甲酯。3-MCPDE 的结构与甘油三酯相似, 可在脂肪酶催化下水解生成 3-MCPD<sup>[4]</sup>。酸水解法和酶水解法的反应条件温和, 因此 3-MCPDE 完全转化为 3-MCPD 的耗时较长, 而碱水解法的作用时间较短(通常只需几分钟), 适用于日常分析<sup>[4,13]</sup>。目前已报道的采用 GC-MS 测定 3-MCPD 衍生物的相关研究均采用电子轰击(electron impact, EI)离子源<sup>[7,8,10,12,14]</sup>, 尚未有化学离子

(chemical ionization, CI)源应用的研究。CI 源是软电离离子源, 根据极性不同可分为负化学离子源(negative chemical ionization, NCI)和正化学离子源(positive chemical ionization, PCI), 其中 NCI 一方面对于柱流失和绝大多数基质成分没有响应, 另一方面对含电负性元素或基团的化合物有很好的响应, 且电负性越强响应值越高, 而 3-MCPD 衍生物含有氯原子和多个氟原子, 具有极强的电负性, 所以选用 NCI 分析 3-MCPD 衍生物会得到很好的灵敏度和选择性。

本研究采用甲醇钠-甲醇水解样品, 采用固相萃取进行净化, 结合同位素稀释-气相色谱-负化学离子源-质谱技术(GC-NCI-MS)建立了植物油中 3-MCPDE 含量的测定方法, 并对初榨橄榄油、精炼大豆油、精炼菜籽油、精炼葵花籽油、精炼花生油、精炼玉米油及精炼棕榈油中 3-MCPDE 的含量进行了测定和比较。

## 2 材料与方法

### 2.1 仪器、材料与试剂

7890A/5975C inert XL EI/CI 气相色谱-质谱联用仪(配备 NCI 源, 美国 Agilent 公司); XW-80A 旋涡混合仪(上海沪西分析仪器厂有限公司); Xcelvap 全自动氮吹浓缩仪(美国 Horizon Technology 公司); FD115 电热鼓风干燥箱(德国 Binder 公司); ELF 11/14 马弗炉(英国 Carbolite 公司); Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司); Cleanert MCPD 氯丙醇专用固相萃取柱(4 g/30 mL, 天津 Agela Technologies 有限公司)。

N-七氟丁酰基咪唑(1-(heptafluorobutyl)imidazole, HFBI, 纯度: 98%, 英国 Alfa-Aesar 公司); 甲醇钠(化学纯)、无水硫酸钠(分析纯)和冰醋酸(分析纯)均购自南京化学试剂有限公司, 无水硫酸钠使用前于 650 °C 灼烧 4 h 以上; 甲基叔丁基醚(色谱纯, 美国 Tedia 公司); 乙酸乙酯(色谱纯)和甲醇(色谱纯)均购自德国 Merck 公司; 正己烷(色谱纯)购自美国 Burdick&Jackson 公司; 实验用水均为去离子水。

3-MCPD 棕榈酸二酯(rac 1,2-bis-palmitoyl-3-chloropropanediol, 纯度: 98%), d<sub>5</sub>-3-MCPD 棕榈酸二酯(rac 1,2-bis-palmitoyl-3-chloropropanediol-d<sub>5</sub>, 化学纯度: 97%, 异构体纯度: 98.2%), 3-MCPD(3-chloro-1,2-propanediol, 纯度: 98%), d<sub>5</sub>-3-MCPD(3-chloro-1,2-propanediol-d<sub>5</sub>, 化学纯度: 97.5%, 异构体纯度: 98.7%)均购自加拿大 Toronto Research Chemicals。

样品: 初榨橄榄油(30个)、精炼大豆油(20个)、精炼菜籽油(20个)、精炼葵花籽油(20个)、精炼花生油(20个)、精炼玉米油(20个)和精炼棕榈油(20个), 均由江苏出入境检验检疫局提供。所有的植物油样品在实验前均密封避光贮藏, 防止氧化变质。

## 2.2 溶液配制

### 2.2.1 标准溶液的配制

分别准确称取 3-MCPD 棕榈酸二酯、 $d_5$ -3-MCPD 棕榈酸二酯、3-MCPD 和  $d_5$ -3-MCPD 各 10.0 mg (精确至 0.1 mg) 于 10 mL 棕色容量瓶中, 加乙酸乙酯溶解并定容, 配制成质量浓度为 1000 mg/L 的单标准储备液, 于 -20 °C 贮存。分别将上述单标准储备液用乙酸乙酯稀释至 100 mg/L, 作为标准中间液, 使用时用正己烷逐级稀释至所需浓度, 于 -4 °C 冰箱中保存。

### 2.2.2 其他溶液的配制

甲基叔丁基醚-乙酸乙酯溶液(8:2, V:V), 0.5 mol/L 甲醇钠溶液, 20%硫酸钠溶液, 冰醋酸-20%硫酸钠溶液(1:30, V:V), 均需现配现用。

## 2.3 样品前处理

### 2.3.1 水解与净化

准确称取 0.10 g 植物油样品(精确至 0.001 g)至具盖玻璃试管中, 加入 51  $\mu$ L 10 mg/L 的  $d_5$ -3-MCPD 棕榈酸二酯内标溶液(相当于 100 ng 游离态的  $d_5$ -3-MCPD), 加入 0.5 mL 甲基叔丁基醚-乙酸乙酯溶液(8:2, V:V), 涡旋混匀, 再加入 1 mL 浓度为 0.5 mol/L 的甲醇钠溶液, 涡旋振荡, 于室温下静置反应 4 min 后, 迅速加入 3 mL 冰醋酸-20%硫酸钠溶液(1:30, V:V)和 3 mL 正己烷(中和过量的甲醇钠和脱脂), 涡旋混匀, 静置分层后弃去上层有机相, 再加 3 mL 正己烷重复脱脂一次。将下层水相溶液上样于 Cleanert MCPD 氯丙醇专用固相萃取柱中, 待液体完全进入硅藻土填料后, 静置平衡 10 min。再用 15 mL 乙酸乙酯在重力作用下洗脱目标组分, 将洗脱液接收于装有 5 g 无水硫酸钠的玻璃离心管中, 然后将洗脱液转移至具盖试管中, 于 40 °C 水浴下氮吹浓缩至近干, 用 2 mL 正己烷溶解残渣。

### 2.3.2 衍生化

向“2.3.1”所得溶液中加入 50  $\mu$ L HFBI, 旋紧盖子并涡旋混匀, 置于 70 °C 恒温干燥箱中反应 25 min。衍生化完成后, 取出冷却至室温, 加 3 mL 水并涡旋振荡 30 s 后静置分层, 弃去下层水相, 重复水洗 3 次后取上层有机相, 经无

水硫酸钠除水后装入进样瓶中, 待 GC-NCI-MS 分析, 测定结果均以游离态的 3-MCPD 计。

## 2.4 仪器条件

### 2.4.1 气相色谱条件

色谱柱: HP-5MS UI 石英毛细管色谱柱(30 m $\times$ 250  $\mu$ m, 0.25  $\mu$ m); 进样口温度: 300 °C; 程序升温条件: 初始温度为 40 °C, 以 5 °C/min 的速率升温至 90 °C, 再以 40 °C/min 的速率升温至 270 °C, 保持 1.5 min; 载气: 高纯氮气(纯度 99.999%); 柱流速: 1.0 mL/min; 进样量: 1  $\mu$ L; 进样方式: 不分流进样, 1.5 min 后打开分流阀。

### 2.4.2 质谱条件

离子源: NCI; 反应气: 甲烷(纯度 $\geq$ 99.99%); 离子源温度: 150 °C; 四级杆温度: 150 °C; 溶剂延迟: 8 min; 数据采集方式: 选择离子监测模式(selected ion monitoring, SIM)。具体分析参数见表 1。

## 3 结果与讨论

### 3.1 衍生化原理

3-氯丙醇酯按照结构中酯键数目和位置的不同分为 3-氯丙醇双酯、1,3-氯丙醇单酯和 2,3-氯丙醇单酯 3 种, 在甲醇钠的作用下, 酯键断裂生成游离的 3-MCPD, 由于 3-MCPD 的极性大且沸点高, 选择 HFBI 对 -OH 进行衍生化, 采用 GC-NCI-MS 分析 3-MCPD 衍生物, 详见图 1。

### 3.2 质谱裂解机理

以 3-MCPD 衍生物为例, 其主要产物离子的产生机制为: 在 NCI 中真空度不高, 经多次碰撞可产生大量低能电子, 低能电子使含电负性基团的 3-MCPD 衍生物分子负离子化, 其中,  $m/z=502$  的监测离子对应的是 3-MCPD 衍生物分子离子峰,  $m/z=482$  的监测离子是由  $m/z=502$  的分子离子失去氟化氢(HF)分子得到的。

### 3.3 方法学评价

#### 3.3.1 线性范围、检出限和定量限

准确移取适量的 3-MCPD 和  $d_5$ -3-MCPD 标准溶液于具盖试管中, 加正己烷定容至 2 mL, 配制成 3-MCPD 质量浓度分别为 0.5、5、10、20 和 50  $\mu$ g/L 的系列标准溶液, 其中内标  $d_5$ -3-MCPD 的浓度均为 50  $\mu$ g/L。经 HFBI 衍生化后采用 GC-NCI-MS 进行分析测定, 图 2 为 3-MCPD 及其内标衍生物的选择离子监测图。以 3-MCPD 与其内标衍生物

表 1  $d_5$ -3-MCPD 和 3-MCPD 衍生物的保留时间、监测离子和定量离子

Table 1 Retention time, monitoring ions and quantitative ions of  $d_5$ -3-MCPD and 3-MCPD derivatives

化合物名称	保留时间(min)	监测离子( $m/z$ )	定量离子( $m/z$ )
$d_5$ -3-MCPD 衍生物	10.303	486,507	486
3-MCPD 衍生物	10.370	446, 482,502	482

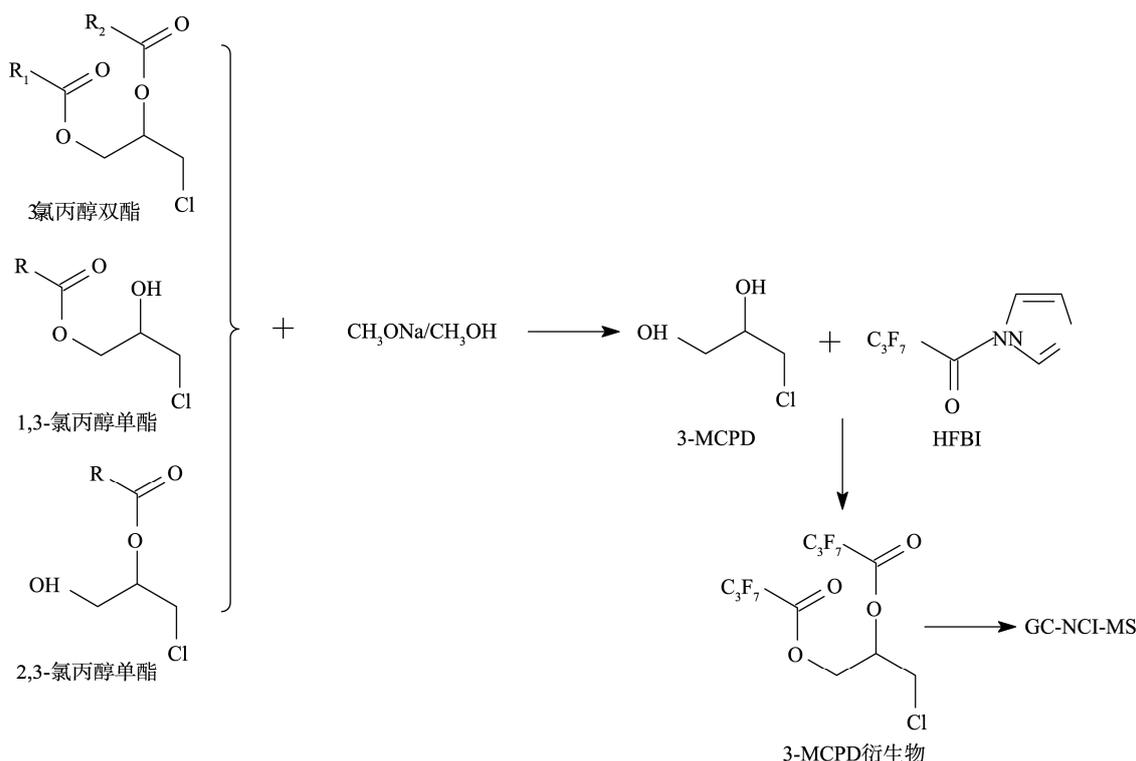
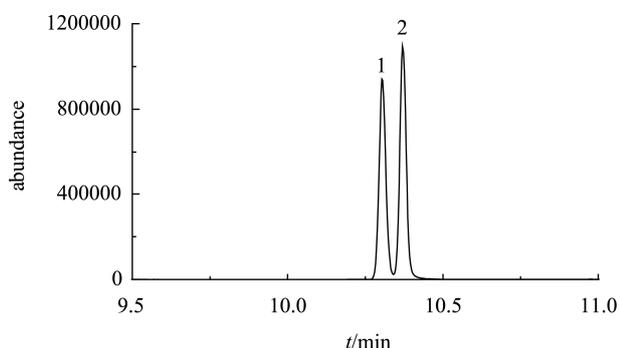


图 1 间接法测定植物油中 3-氯丙醇酯含量的原理图

Fig. 1 The principle diagram of determination of 3-MCPDE in vegetable oils by indirect method

图 2 3-MCPD 衍生物及  $\text{d}_5$ -3-MCPD 衍生物的选择离子监测图Fig. 2 SIM maps of derivatives of 3-MCPD and  $\text{d}_5$ -3-MCPD(色谱峰 1:  $\text{d}_5$ -3-MCPD 衍生物; 色谱峰 2: 3-MCPD 衍生物)(Peak 1: derivative of  $\text{d}_5$ -3-MCPD, Peak 2: derivative of 3-MCPD)

的定量离子峰面积之比( $Y$ )为纵坐标, 3-MCPD 的质量浓度( $X$ )为横坐标进行线性回归, 并计算相关系数( $r$ )。结果表明, 线性方程为  $Y=0.0169X+0.0174$ ,  $r=0.9999$ , 3-MCPD 在  $0.5\sim 50\ \mu\text{g}/\text{L}$  范围内的线性关系良好。

在已知空白的初榨橄榄油样品基质中分别添加多个低水平的 3-MCPD 棕榈酸二酯(均以游离态的 3-MCPD 计), 按已建立的方法进行前处理和测定, 以信噪比( $S/N$ )为 3 和 10 时对应的加标水平分别作为方法的检出限(limit of

detection, LOD)和定量限(limit of quantification, LOQ), 确定出方法的检出限为  $3\ \mu\text{g}/\text{kg}$ , 定量限为  $10\ \mu\text{g}/\text{kg}$ , 与文献报道的采用 EI 源的检出限( $30\ \mu\text{g}/\text{kg}$ )相比降低了一个数量级<sup>[14]</sup>。3-MCPD 衍生物中含有多个卤素元素, 在 NCI 中极易捕获甲烷释放出的热电子, 使其具有很高的检测灵敏度, 此外, 由于 NCI 对不含电负性基团的化合物无响应, 基本不受柱流失和基质组分的影响, 因此, 应用于 3-MCPD 测定时 NCI 的灵敏度比 EI 高。

### 3.3.2 加标回收率和方法精密度

3-MCPDE 种类繁多, 而且有单酯和双酯之分, 但研究表明植物油中的 3-MCPDE 主要为 3-MCPD 双酯<sup>[12]</sup>, 因此本研究选取较常见的 3-MCPD 棕榈酸二酯作为代表性物质来进行加标回收率实验。

分别在已知空白的初榨橄榄油样品中添加  $0.1$ 、 $0.5$  和  $1.0\ \text{mg}/\text{kg}$  (均以游离态的 3-MCPD 计) 3 个水平的 3-MCPD 棕榈酸二酯, 按照已建立的方法进行水解、净化、衍生化和测定, 每个添加水平的样品重复测定 6 次, 计算回收率和相对标准偏差(relative standard deviation, RSD), 结果见表 2。

从表中可以看出, 初榨橄榄油中 3-氯丙醇酯在  $0.1$ 、 $0.5$  和  $1.0\ \text{mg}/\text{kg}$  3 个添加水平下的平均回收率在  $79.5\%\sim 81.7\%$  范围内, RSD 为  $6.0\%\sim 9.2\%$ , 表明本研究所建立的方法的准确度和精密度较高, 可用于植物油中 3-MCPDE 含量的测定。

表 2 3-MCPDE 的加标回收率和相对标准偏差( $n=6$ )  
Table 2 Recoveries and RSDs of 3-MCPDE ( $n=6$ )

	0.1 mg/kg		0.5 mg/kg		1.0 mg/kg	
	测定值(mg/kg)	回收率(%)	测定值(mg/kg)	回收率(%)	测定值(mg/kg)	回收率(%)
1	0.089	89.2	0.412	82.3	0.871	87.1
2	0.079	79.2	0.421	84.2	0.786	78.6
3	0.081	81.4	0.352	70.4	0.727	72.7
4	0.091	90.6	0.417	83.3	0.822	82.2
5	0.079	79.4	0.382	76.3	0.780	78.0
6	0.070	70.2	0.410	82.0	0.785	78.5
平均回收率(%)	81.7		79.7		79.5	
RSD(%)	9.2		6.7		6.0	

表 3 植物油中 3-MCPDE 的含量( $n=3$ )  
Table 3 Content of 3-MCPDE in vegetable oils ( $n=3$ )

植物油种类	样品数(个)	平均值±标准偏差	最小值(mg/kg)	最大值(mg/kg)
初榨橄榄油	30	<LOQ	0.00	<LOQ
精炼大豆油	20	0.23±0.08	0.14	0.40
精炼菜籽油	20	0.30±0.14	0.18	0.62
精炼葵花籽油	20	0.57±0.33	0.21	1.06
精炼花生油	20	0.83±0.43	0.27	1.29
精炼玉米油	20	0.71±0.23	0.38	0.98
精炼棕榈油	20	2.66±0.51	2.02	3.32

### 3.4 样品测定

采用 GC-NCI-MS 对本实验室的食用植物油样本库中的标准食用植物油样品进行测定, 其中包括初榨橄榄油样品 30 个、精炼大豆油样品 20 个、精炼菜籽油样品 20 个、精炼葵花籽油样品 20 个、精炼花生油样品 20 个、精炼玉米油样品 20 个及精炼棕榈油样品 20 个, 共计 7 大类、150 个植物油样品。每个样品平行测定 3 次, 结果以平均值±标准偏差表示, 并计算样品中 3-MCPDE 含量的最小值和最大值, 结果详见表 3。

由表 3 可知, 初榨橄榄油与精炼植物油中 3-MCPDE 的含量间存在明显差异。初榨橄榄油中仅有部分检出 3-MCPDE 且含量均低于 LOQ(10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ), 而精炼植物油中含有不同含量的 3-MCPDE(0.14~3.32  $\text{mg}/\text{kg}$ ), 其中, 精炼大豆油、菜籽油、葵花籽油、花生油和玉米油中 3-MCPDE 的平均含量均低于 1.0  $\text{mg}/\text{kg}$ , 而精炼棕榈油中的 3-MCPDE 含量是 6 种精炼植物油种最高的, 其平均值为 2.66  $\text{mg}/\text{kg}$ 。不同种类植物油中 3-MCPDE 的含量存在差异主要与油脂原料和精炼过程等因素有关。

## 4 结 论

本研究采用稳定同位素稀释技术、固相萃取法结合 GC-NCI-MS, 建立了植物油中 3-MCPDE 含量的测定方法。植物油样品经甲醇钠-甲醇水解, 固相萃取净化, 七氟丁基咪唑衍生化后采用 GC-NCI-MS 进行测定, 以稳定性同位素内标法对 3-MCPDE 进行定量。在 0.5~50  $\mu\text{g}/\text{L}$  浓度范围内, 3-MCPD 衍生物与  $\text{d}_5$ -3-MCPD 衍生物的定量离子峰面积的比值和 3-MCPD 的浓度呈良好的线性相关( $r=0.9999$ )。植物油基质中 3-MCPDE 的检出限和定量限分别为 3  $\mu\text{g}/\text{kg}$  和 10  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。在空白的初榨橄榄油中添加 0.1、0.5 和 1.0  $\text{mg}/\text{kg}$  的 3-MCPDE 进行加标回收试验( $n=6$ )的平均回收率在 79.5%~81.7% 之间, 相对标准偏差为 6.0%~9.2%。本方法灵敏度高, 定量结果准确可靠, 准确度和精密度良好, 适合用于植物油中 3-MCPDE 含量的测定。

### 参考文献

- [1] 吴少明, 傅武胜, 杨贵芝. 食用植物油中脂肪酸氯丙醇酯形成机制的

- 研究进展[J]. 食品科学, 2014, 35(1): 266-270.
- Wu SM, Fu WS, Yang GZ. Formation mechanism of 3-chloropropane-1,2-diol esters in edible vegetable oil [J]. Food Sci, 2014, 35(1): 266-270.
- [2] 刘京, 王瑛瑶, 段章群, 等. 食用植物油中氯丙醇酯的形成途径与检测方法[J]. 食品科学, 2013, 34(21): 375-378.
- Liu J, Wang YY, Duan ZQ, *et al.* Formation ways and analysis methods of chloropropanol esters in edible vegetable oil [J]. Food Sci, 2013, 34(21): 375-378.
- [3] 杨娇, 金青哲. 食用植物油中 3-氯丙醇酯的研究进展[J]. 中国油脂, 2011, 36(9): 1-4.
- Yang J, Jin QZ. Research progress on 3-monochloropropane-1,2-diol esters in edible oils [J]. Chin Oils Fat, 2011, 36(9): 1-4.
- [4] 严小波, 吴少明, 里南, 等. 油脂性食品中脂肪酸氯丙醇酯检测方法的研究进展[J]. 色谱, 2013, 31(2): 95-101.
- Yan XB, Wu SM, Li N, *et al.* Development of the determination methods of fatty acid esters of chloropropanediols in fat-rich foods [J]. Chin J Chromatogr, 2013, 31(2): 95-101.
- [5] Weibhaar R. 3-MCPD-esters in edible fats and oils-a new and worldwide problem [J]. Eur J Lipid Sci Technol, 2008, 110(8): 671-672.
- [6] 张蕊, 谢刚, 张艳, 等. 食用油中 3-氯-1,2-丙二醇酯检测方法的研究进展[J]. 中国粮油学报, 2012, 27(12): 122-128.
- Zhang R, Xie G, Zhang Y, *et al.* Research progress on the determination of 3-monochloropropane-1,2-diol esters in edible oil [J]. J Chin Cereal Oil Ass, 2012, 27(12): 22-128.
- [7] 里南, 方勤美, 严小波, 等. 我国市售食用植物油中脂肪酸氯丙醇酯的污染调查[J]. 中国粮油学报, 2013, 28(8): 28-32.
- Li N, Fang QM, Yan XB, *et al.* Survey of pollution of fatty acid esters of chloropropanols in edible vegetable oils in the retailer in China [J]. J Chin Cereal Oil Ass, 2013, 28(8): 28-32.
- [8] Razak RA, Kuntom A, Siew WL. Detection and monitoring of 3-monochloropropane-1,2 diol (3-MCPD) esters in cooking oils [J]. Food Control, 2012, 25(1): 355-360.
- [9] Crews C, Chiodini A, Granvogl M, *et al.* Analytical approaches for MCPD esters and glycidyl esters in food and biological samples: a review and future perspectives [J]. Food Addit Contam: Part A, 2013, 30(1): 11-45.
- [10] Dubois M, Tarres A, Goldmann T, *et al.* Comparison of indirect and direct quantification of esters of monochloropropanediol in vegetable oil [J]. J Chromatogr A, 2012, 1236(9): 189-201.
- [11] Hori K, Koriyama N, Omori H, *et al.* Simultaneous determination of 3-MCPD fatty acid esters and glycidol fatty acid esters in edible oils using liquid chromatography time-of-flight mass spectrometry [J]. LWT-Food Sci Technol, 2012, 48(2): 204-208.
- [12] 傅武胜, 严小波, 吕华东, 等. 气相色谱/质谱法测定植物油中脂肪酸氯丙醇酯[J]. 分析化学, 2012, 40(9): 1329-1335.
- Fu WS, Yan XB, Lv HD, *et al.* Determination of 3-chloropropane esters and 2-chloropropane-1,3-diol esters in vegetable oils by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2012, 40(9): 1329-1335.
- [13] 张蕊, 王松雪, 张艳, 等. 间接法测定食用油中 3-氯丙醇酯总量影响因素的研究进展[J]. 中国油脂, 2012, 37(12): 51-56.
- Zhang R, Wang SX, Zhang Y, *et al.* Review on factors influencing the determination of 3-monochloropropane-1,2-diolesters in edible oil by indirect method [J]. Chin Oils Fat, 2012, 37(12): 51-56.
- [14] Liu Q, Han F, Xie K, *et al.* Simultaneous determination of total fatty acid esters of chloropropanols in edible oils by gas chromatography-mass spectrometry with solid-supported liquid-liquid extraction [J]. J Chromatogr A, 2013, 1314(11): 208-215.

(责任编辑: 刘 丹)

## 作者简介



沈伟健, 高级工程师, 主要研究方向为气质联用技术在食品安全中的应用。  
E-mail: swj9722418@yahoo.com.cn