《食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯、缩水甘油酯的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草的基本情况

本标准于 2019 年立项（项目编号 spaq-2019-049），项目承担单位为福建省疾病预防控制中心、武汉食品化妆品检验所、福建省产品质量检验研究院、南京市产品质量监督检验院。2019 年 10 月 8 日召开食品安全国家标准项目启动会，2019 年 10 月 9 日至 10 月 30 日在广泛调查研究和讨论的基础上，起草了本标准，随后邀请 5 家以上专业技术机构进行方法标准的实验室间验证工作，2021 年 10 月 24 日形成标准草案，2021 年 10 月 24 日至 11 月 5 日通过信函等方式进行较大范围的行业内征求意见，期间未收到重大分歧意见，2021 年 11 月 9 日形成《食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯、缩水甘油酯含量的测定》送审稿。2021 年 12 月 1 日至 12 月 2 日第二届食品安全国家标准审评委员会理化检验方法与规程专业委员会第 9 次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准第一篇方法适用于含酸水解植物蛋白的调味品、肉制品、婴幼儿配方食品中4种氯丙醇（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-1-丙醇（2, 3-DCP））含量的测定，第二篇适用于油脂及其制品、乳粉、油炸食品、膨化食品、焙烤食品、水产制品和肉制品中中3-氯-1,2-丙二醇酯（3-MCPDE）、2-氯-1,3-丙二醇酯（2-MCPDE）和缩水甘油酯(GE)含量的测定，第三法中GC-MS法不适用于婴幼儿配方食品。相较于GB 5009.191-2016，将第一法和第二法合并为第一篇，删除了原标准第三法，不再检测1,3-DCP酯和1,3-DCP酯，增加了第二篇（共3个方法），修改了方法的适用范围和技术参数；相较于SN/T 5220-2019，GE的定量不再以3-MCPD增加量计，实现GE含量的准确测定。

第一篇整合了原标准第一、二法，根据国家标准跟踪评价意见，改为溶剂使用量更少的商品化硅藻土柱，并优化前处理条件，适用于含酸水解植物蛋白的调味品、肉制品中 4 种氯丙醇的测定，氯丙醇的检出限为 2.0 μg/kg~5.0 μg/kg，定量限为 5.0 μg/kg~10 μg/kg；将适用范围扩大到婴幼儿配方食品，优化了提取体积、萃取柱选择、洗脱体积、氮吹、衍生等条件，当试样称取量为 4 g 时，氯丙醇的检出限、定量限分别为 10 μg/kg、25 μg/kg；氯丙醇质量为 10.0 ng~1 600 ng 范围内，线性关系良好。加标回收率为 81.1%~114.5%，相对标准偏差（RSD）为 0.78%~13.5%。

第二篇由3个方法组成，删去国内外关注度较低且无测定标准品的双氯取代氯丙醇酯，增加国内外关注度较高且欧盟有限量指标的GE，方法适用于食品中3类物质（3-MCPDE、2-MCPDE和GE）的测定。第一、三法均采用碱水解、液-液萃取净化和苯基硼酸衍生，分别与ISO 18363-4：2021和 ISO 18363-1：2015（AOCS Cd 29C-13）等效；第二法源自2019版国家食品安全风险监测手册方法，采用酸水解法，净化与

衍生原理与GB 5009.191-2016第3法类似，采用多反应离子监测模式（MRM）代替选择离子监测模式（SIM）监测。

氯丙醇酯（以 3-MCPD 计，下同）和缩水甘油酯（以缩水甘油计）在质量为 10.0 ng~200 ng 范围内线性关系良好；油脂及其制品称取量为 0.1 g 时，氯丙醇酯和 GE 的检出限、定量限分别为 30 μg/kg、100 μg/kg；婴幼儿配方食品（粉状）称取量为 0.5 g 时，检出限、定量限分别为 6 μg/kg、10 μg/kg，当试样为液体时，其检出限、定量限分别为 1.0 μg/kg、3.0 μg/kg；对于其他食品，按照脂肪含量和油脂及其制品基质中检出限、定量限进行折算。第三法中 GC-MS 不适用于婴幼儿配方食品，用于油脂及其制品时，其检出限、定量限分别为 60 μg/kg、200 μg/kg，。第一、二、三法在重复性条件测定的相对相差分别为 15%、20%、20%，测定同一基质时三个方法结果具有可比性。采用加标试验和 FAPAS 质控样品检测，评价准确度和精密度均满足要求，具体如下。

第一法（^{13}C 同位素稀释-气相色谱-串联质谱法）对于婴幼儿配方乳粉，氯丙醇酯和 GE 的加标回收率为 76.8%~109%，RSD 为 1.4%~18.8%；用于油脂及其制品，其加标回收率为 82.1%~119%，RSD 为 0.5%~11.3%。

第二法（酸水解-气相色谱-串联质谱法），对于婴幼儿配方食品（乳粉），氯丙醇酯和 GE 的加标回收率为 82.6%~106.4%，RSD 为 1.0%~19.1%。用于油脂及其制品，加标回收率为 82.1%~108%，RSD 为 1.4%~14.4%。

第三法（碱水解-气相色谱-质谱法）中 GC-MS/MS 法，对于婴幼儿配方食品（乳粉），加标回收率为 74.4%~105.8%，RSD 为 1.7%~17.2%；用于植物油和动物脂基质，加标回收率为 81.7%~1114%，RSD 为 0.4%~12.9%；以 GC-MS 测定时，其加标回收率为 82.2%~105.4%，RSD 为 0.6%~8.9%。

五家以上实验室间的方法验证结果指标也均符合 GB/T 27404-2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》中附录 F 规定的检测方法确认的技术要求。因此，本方法灵敏度高、准确性好、精密度高，可满足日常检测的要求。

三、国内外相关法规标准情况

3-氯-1,2-丙二醇（3-MCPD）具有肾脏毒性，2016年JECFA制定了3-MCPD及其酯（3-MCPDE）的健康指导值（TDI），缩水甘油酯（GE）的水解物缩水甘油为2A类遗传毒性致癌物。GB 2762规定添加酸水解植物蛋白的液态调味品、固态调味品中3-MCPD限量分别为0.4 mg/kg、1.0 mg/kg，尚无氯丙醇酯、GE的限量。GB 5009.191-2016中第一法修改采用AOAC 2000.01，第二法测定4种氯丙醇，第三法测定4类氯丙醇酯；SN/T 5220-2019类似于AOCS Cd 29c-13法，但仅用3-MCPDE增加量表示GE含量。国家卫生健康委监测工作手册方法采用碱水解（2015版）和酸水解（2017版和2019版），净化和衍生方法与GB 5009.191基本类似，2017版增加了GE的测定，2019版法可直接测定GE，避免折算系数带来的误差。

欧盟 EC 1881/2006 规定水解植物蛋白、酱油中 3-MCPD 限量为 0.02 mg/kg，美国制定了 Guidance Levels，设定酸水解蛋白（干基）、未添加酸水解植物蛋白（acid-HVP）蛋白的亚洲风味酱汁（液基）中 3-MCPD 限量为 1 mg/kg，CODEX STAN 193-1995 规定含 acid-HVP 的液体调味品 3-MCPD 限量为 0.4 mg/kg。欧盟规定食品添加剂甘油中 3-MCPD 的限量（0.1 mg/kg）。国际上仅欧盟设置了食品中 GE 的限量指标（EC 1881/2006），2021 年增加 3-MCPDE 指标，见表 1。

表 1 欧盟 EC 1881/2006 食品中 3-MCPDE 和 GE 的限量规定

标准（公告）	食品大类	食品小类	限量值 μg/kg	污染物指标
（EU）2018/290	食用植物油脂	供消费者或食品成分使用的植物油脂(用于生产婴儿食品和婴幼儿谷类加工食品的植物油脂除外)	1 000	GE
		用于生产婴儿食品和婴幼儿谷类加工食品的植物油脂	500	
	特殊膳食食品	婴幼儿配方乳粉、婴幼儿特医食品(粉状) （2019.7.1 执行）	50	
		婴幼儿配方乳粉、婴幼儿特医食品(液态) （2019.7.1 执行）	6.0	
（EU）2020/1322	食用植物油脂	椰子、玉米、菜籽、橄榄(橄榄渣油除外)、葵花、大豆和棕榈仁的未精炼油、精炼油和脂肪，以及这类油脂的混合物	1 250	3-MCPD 及 3-MCPDE 之和
		其他精炼植物油(包括橄榄渣油)、鱼油和其他海洋生物的油，以及仅属于这一类别的油和脂肪混合物	2 500	
		用于生产婴儿食品和婴幼儿谷类加工食品和幼儿配方奶粉的植物油和脂肪	750	
	特殊膳食食品	婴儿配方奶粉、儿童配方奶粉和婴幼儿食用的特医食品和幼儿配方奶粉(粉状)	125	
		婴幼儿配方奶粉、儿童奶粉和婴幼儿特医食品和幼儿配方奶粉(液态)	15	

美国 AOAC 2000.01 法适用于水解植物蛋白液（HVP）、汤、固体汤料、酱油、麦芽提取物、香肠、鱼、奶酪、面粉、淀粉、谷物、面包中 3-MCPD 的测定，AOCS Cd28-10 规定了食用油中 5 种 GE 的直接测定。其他技术规范均采用间接法测定，将氯丙醇酯水解为氯丙醇，将 GE 水解为缩水甘油，再氯代（或溴代）后测定，采用液-液萃取和苯基硼酸（PBA）衍生，分为碱水解、酸水解(ISO 18363-3、AOCS Cd29 a-13）和酶水解（JOCS/AOCS Cd 29d-19）。ISO 18363-1（AOCS Cd29c-13、德国 DGF C-VI 18(10)法）和 ISO 18363-2（AOCS Cd29b-13）均采用碱水解法，取双份样品测定，前者采用差减法获得 GE 含量，征求意见稿第三法与之等效，后者直接获得 GE 含量。ISO 18363-4 采用 $^{13}C_3$-3-MCPDE、氘代内标同位素稀释和 10℃碱水解，校正了 GE 结果可能偏高的问题，征求意见稿第一法与其等效。美国 AOCS Cd30-15 法适用于油基乳液的食品，如乳油、人造黄油、调味品和蛋黄酱，测定方法为 AOCS 的 3 个方法，美国 AOAC 2018.03、2018.12 方法适用于婴幼儿配方乳粉、婴幼儿特殊医学膳食食品的测定。

四、其他需要说明的事项

无。