

食品中氯丙醇脂肪酸酯含量测定的方法研究

姚欢,余晓琴,杜钢,黄瑛,杨超林

(四川省食品药品检验检测院,成都610097)

摘要:基于GB 5009.191—2016《食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》,对3-氯-1,2-丙二醇脂肪酸酯和2-氯-1,3-丙二醇脂肪酸酯及其内标绝对响应值较低、多个实验室内数据差异较大等问题进行了研究,重点对正己烷、不同酯键断裂试剂和反应时间进行了验证和优化。结果表明:正己烷对测试结果无影响,最佳的酯键断裂试剂为0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液,最佳酯键断裂反应时间为2 min。通过国际比对和多品牌标准品比较,确定了多个实验室内数据差异较大原因主要来自于内标物质的纯度差异以及标准曲线内标物质与样品中加入的内标物质不同。建议样品测试时,应尽可能使标准曲线使用的标准物质及内标物质与样品中添加的内标物质相同,并同法处理,从而提高数据准确性。

关键词:食品;氯丙醇脂肪酸酯;国家标准

中图分类号:TS207.3;O657.6 **文献标识码:**A **文章编号:**1003-7969(2021)03-0093-05

Method for determination of fatty acid esters of chloropropanol in food

YAO Huan, YU Xiaoqin, DU Gang, HUANG Ying, YANG Chaolin

(Sichuan Provincial Food and Drug Inspection Institute, Chengdu 610097, China)

Abstract: Based on national standard *Determination of chloropropanol and its fatty acid esters in food* (GB 5009.191—2016), the problems of low absolute response values for 3-monochloropropane-1,2-diol esters and 2-monochloropropane-1,3-diol esters and their internal standard and large data differences between multiple laboratory were discussed. The *n*-hexane, different ester bond rupture reagent and reaction time were verified and optimized. The results showed that the *n*-hexane had no effect on the determination result, the optimal ester bond rupture reagent was 0.5 mol/L sodium methoxide-methanol solution, and the reaction time of ester bond rupture was 2 min. Through the international comparison and comparison of multi-brand standards, it was determined that the reasons of the problem were due to the difference in the purity of internal standard materials, and difference between the internal standard substances used in the standard curve and those used in the samples determination. It was recommended that when samples were tested, the standard and internal standard substances used in the standard curve should be used as far as possible and processed in the same way, so as to improve data accuracy.

Key words: food; fatty acid esters of chloropropanol; national standard

氯丙醇脂肪酸酯是氯丙醇与高级脂肪酸结合而形成的一类新的食品污染物,也是国际食品安全研

究的热点问题之一^[1-3]。基于氯丙醇的种类有3种,氯丙醇酯的种类也有多种存在,包括3-氯-1,2-丙二醇脂肪酸酯(3-MCPDE)和2-氯-1,3-丙二醇脂肪酸酯(2-MCPDE)等。氯丙醇脂肪酸酯的健康风险主要是基于其在体内水解为氯丙醇,3-氯-1,2-丙二醇(3-MCPD)具有遗传毒性和肾脏毒性,被国际癌症组织(IARC)划分为2B类致癌物。2-氯-1,3-丙二醇(2-MCPD)结构与3-

收稿日期:2020-07-20;修回日期:2020-10-25

作者简介:姚欢(1988),男,工程师,硕士,主要从事食品卫生检验工作(E-mail)766045380@qq.com。

通信作者:余晓琴,高级工程师,博士(E-mail)yuxiaoqin@163.com。

MCPD 极其相似,有报道指出,摄入高剂量 2 - MCPD 时,可导致横纹肌、心脏、肝脏和肾脏出现严重损伤^[4-6]。因此,近年来国内外对 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 的安全性给予了高度关注。

食用植物油中 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 主要来源于精炼过程^[7-8]。Franke 等^[9]发现,脱臭温度超过 200 °C 时,植物油精炼后会形成高含量的 3 - MCPDE。虽然目前油脂中 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 的主要形成机理与原因尚未完全明确,但国内外普遍认为脱臭过程是其最主要来源^[10-12]。

目前,国内外检测食品中 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 的方法主要有液相色谱 - 质谱法^[9]和气相色谱 - 质谱法^[13],其中我国 GB 5009.191—2016《食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》第三法采用的是气相色谱 - 质谱法,该方法能同时测定不同基质(植物油、动物油、乳粉、咖啡等)中 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 含量,该方法干扰小,灵敏度高(检出限 0.025 mg/kg),操作简便。

本文基于 GB 5009.191—2016 中第三法,通过实验室内数据比较以及多个实验室间的协作验证,发现该方法存在样品试样 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 及其内标绝对响应值较低,多个实验室间数据差异较大等问题。本文探讨了导致上述问题的原因,并提出了相应的解决办法和建议,以期食品检测体系内该标准方法的实际应用提供参考。

1 材料与方法

1.1 实验材料

酱油(Fapas 国际比对发放),植物油(包括菜籽油、芝麻油、米糠油,市售),婴儿配方食品(市售)。

3 - MCPD (Dr. Ehrenstorfer), D5 - 3 - MCPD (Anpel), 3 - MCPDE (Anpel), D5 - 3 - MCPDE (Anpel), 2 - MCPD (Bepure), D5 - 2 - MCPD (Bepure), 2 - MCPDE (Bepure), D5 - 2 - MCPDE (Anpel), 氯化钠(成都科龙试剂厂), 溴化钠(Macklin), 甲醇钠(Macklin), 七氟丁酰基咪唑(Sigma), 甲醇(Fishier), 正己烷(Fishier)。

气相色谱 - 质谱联用仪(美国 Agilent 公司), 超声波清洗器(德国 IRM 公司), 涡旋振荡器(德国 IKA 公司), CPA225D 电子天平(美国 Sartorius 公司), 移液枪(德国 Eppendorf 公司), Milli-Q 纯水机。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液配制

分别准确称取 25 mg 3 - MCPD 和 2 - MCPD 于 25 mL 容量瓶中,用正己烷定容,得到 1 mg/mL 3 - MCPD 和 2 - MCPD 标准储备液。分别准确称取 10

mg 3 - MCPDE、2 - MCPDE、D5 - 3 - MCPD、D5 - 3 - MCPDE、D5 - 2 - MCPD、D5 - 2 - MCPDE 于 10 mL 容量瓶中,用正己烷定容,得到 1 mg/mL 3 - MCPDE、2 - MCPDE、D5 - 3 - MCPD、D5 - 3 - MCPDE、D5 - 2 - MCPD、D5 - 2 - MCPD 标准储备液,于 -18 °C 保存。取适量 3 - MCPD、2 - MCPD、3 - MCPDE、2 - MCPDE 标准储备液用正己烷稀释为 1 μg/mL 工作液,取适量 D5 - 3 - MCPD、D5 - 3 - MCPDE、D5 - 2 - MCPD、D5 - 2 - MCPDE 标准储备液用正己烷稀释为 10 μg/mL 内标工作液。

1.2.2 样品前处理

基于 GB 5009.191—2016 中第二法和第三法分别测定 3 种基质(酱油、植物油、婴儿配方食品)中的氯丙醇脂肪酸酯含量。

酱油:称取 4 g 试样,分别加入 30 μL D5 - 3 - MCPD 和 D5 - 2 - MCPD 内标工作液,并全部转移至硅藻土小柱中,保留 10 min 后,用 10 mL 正己烷淋洗,弃去淋洗液。以 25 mL 乙酸乙酯洗脱,收集洗脱液,在 35 °C 下氮气吹至近干。以 2 mL 正己烷溶解残渣,转入顶空瓶中,加入 40 μL 七氟丁酰基咪唑,盖紧瓶盖,在 70 °C 反应 20 min,取出冷却至室温,加入 2 mL 20% 氯化钠溶液,涡旋混合 1 min 使水相和正己烷相分层,取上层正己烷层,过 0.22 μm 滤膜后供气相色谱 - 质谱联用仪(GC - MS)测定。

植物油:称取 0.2 g 试样,分别加入 180 μL D5 - 3 - MCPDE 和 D5 - 2 - MCPDE 内标工作液,加入 0.5 mL 甲基叔丁基醚 - 乙酸乙酯溶液(体积比 8:2)和 1 mL 0.5 mol/L 甲醇钠 - 甲醇溶液,混匀反应 4 min 后,加入 100 μL 冰乙酸终止反应,加入 3 mL 20% 溴化钠溶液和 3 mL 正己烷,振荡后弃去正己烷层。水相转移至硅藻土小柱中,保留 10 min 后,用 10 mL 正己烷淋洗,弃去淋洗液。以 25 mL 乙酸乙酯洗脱,收集洗脱液,在 35 °C 下氮气吹至近干。以 2 mL 正己烷溶解残渣,转入顶空瓶中,加入 40 μL 七氟丁酰基咪唑,盖紧瓶盖,在 70 °C 反应 20 min,取出冷却至室温,加入 2 mL 20% 氯化钠溶液,涡旋混合 1 min 使水相和正己烷相分层,取上层正己烷层,过 0.22 μm 滤膜后供 GC - MS 测定。

婴儿配方食品:称取 2 g 试样,用 3 mL 水溶解,分别加入 180 μL D5 - 3 - MCPDE 和 D5 - 2 - MCPDE 内标工作液,加入 4 mL 正己烷超声提取 20 min,重复 2 次,收集提取液在 35 °C 下氮气吹至 1 mL。其余前处理操作同植物油。

1.2.3 仪器条件

色谱条件:HP - 5MS 毛细管柱(30 m × 0.25

mm × 0.25 μm), 载气为氦气, 流速为 0.8 mL/min, 进样量 2 μL; 程序升温为 50 °C 保持 1 min, 以 4 °C/min 升至 70 °C, 再以 1 °C/min 升至 76 °C, 再以 40 °C/min 升至 270 °C, 并保持 5 min。

质谱条件: 电子轰击源(EI) 离子源; 电离能量 70 eV; 离子源温度 250 °C; 传输线温度 280 °C; 扫描方式, 选择离子监测模式(SIM)。监测离子: 3-MCPDE 衍生物定量离子 m/z 253, 定性离子 m/z 275、289、291; D5-3-MCPDE 衍生物定量离子 m/z 257, 定性离子 m/z 278、294、296; 2-MCPDE 衍生物定量离子 m/z 253, 定性离子 m/z 75、289、291; D5-2-MCPDE 衍生物定量离子 m/z 257, 定性离子 m/z 79、294、296。

2 结果与分析

2.1 酯键断裂反应考察

根据 GB 5009.191—2016 中第三法, 测定了植物油和婴儿配方食品中 3-MCPDE 和 2-MCPDE 的含量。结果表明, D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE 衍生物响应值较低, 相较于标准曲线中内标响应, 其峰面积绝对回收率仅为 0.5%~8%。为进一步确定试样中内标峰面积绝对回收率, 3个实验室进行了比对, 均确认存在内标峰面积绝对回收率低的问题。GB 5009.191—2016 中第三法相较于第二法增加了酯键断裂反应, 即植物油和婴儿配方食品需要加入 0.5 mL 甲基叔丁基醚-乙酸乙酯溶液(体积比 8:2) 和 1 mL 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液, 混匀反应 4 min 后, 加入 100 μL 冰乙酸终止反

应, 加入 3 mL 20% 溴化钠溶液和 3 mL 正己烷, 振荡后弃去正己烷层(即第三法增加了将氯丙醇脂肪酸酯的酯键断裂水解为氯丙醇的操作方法, 其余操作相同)。而采用第二法, D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE 衍生物峰面积绝对回收率为 60%~70%。可见, 酯键断裂反应是造成 3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标大量损失, 绝对回收率过低, 数据精密度差, 准确性难以保证的根本原因。因此, 考察了酯键断裂反应中正己烷、酯键断裂试剂和反应时间对检测结果的影响。

2.1.1 正己烷考察

考察了酯键断裂反应中加入的正己烷是否影响 D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE 衍生物峰面积绝对回收率, 即在加入冰乙酸终止反应, 加入溴化钠后不加入正己烷, 其余操作步骤相同。实验结果表明: 不加入正己烷, 对 D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE 衍生物峰面积绝对回收率没有影响, 内标峰面积绝对回收率仍然低, 仅为 0.5%~8%。

2.1.2 酯键断裂试剂考察

酯键断裂反应即通过强亲核水解试剂, 将 3-MCPDE 和 2-MCPDE 水解为 3-MCPD 和 2-MCPD, 因此酯键断裂试剂的选择对本方法尤为重要。本文采用 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液和 1.8% 硫酸-甲醇溶液^[14] 分别测定了植物油和婴儿配方食品中 3-MCPDE 和 2-MCPDE 含量, 结果见表 1。

表 1 不同酯键断裂试剂对 3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物的影响

化合物	植物油 (甲醇钠-甲醇)		婴儿配方食品 (甲醇钠-甲醇)		植物油 (硫酸-甲醇)		婴儿配方食品 (硫酸-甲醇)	
	峰面积	含量/(μg/mL)	峰面积	含量/(μg/mL)	峰面积	含量/(μg/mL)	峰面积	含量/(μg/mL)
3-MCPDE	1 580	1.517 8	132	0.134 7	53 031	2.430 5	6 994	0.217 7
2-MCPDE	56 000	0.555 3	4 713	0.094 5	122 400	1.345 1	6 588	0.112 6
D5-3-MCPDE	132	-	106	-	2 784	-	3 702	-
D5-2-MCPDE	22 689	-	9 533	-	20 917	-	11 519	-

由表 1 可知, 采用 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液和 1.8% 硫酸-甲醇溶液作为酯键断裂试剂, D5-2-MCPDE 峰面积差异不大, 而 D5-3-MCPDE 峰面积差异明显。1.8% 硫酸-甲醇溶液作酯键断裂试剂, D5-3-MCPDE 峰面积比 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇的高 20~34 倍。同时发现, 3-MCPDE 和 2-MCPDE 测定含量均差异明显, 采用 1.8% 硫酸-甲醇溶液作酯键断裂试剂, 3-MCPDE 和 2-MCPDE 含量远高于采用 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液作为酯键断裂试剂时的, 造成了数据的明

显误差。严小波等^[15] 在实验中也发现相同实验结果。猜测可能是在氯离子和酸性条件下, 额外生成了 3-MCPD, 从而造成结果偏高。因此, 本文选择 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液为酯键断裂反应试剂。

2.1.3 酯键断裂反应时间考察

查阅相关文献^[15], 发现甲醇钠-甲醇溶液作为强亲核水解试剂, 与 3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标反应时间过长会造成酯键断裂产物 3-MCPD 和 2-MCPD 及其内标产物降解。因此, 本文采用

GB 5009.191—2016 中第三法,分别测定植物油和婴儿配方食品中氯丙醇脂肪酸酯含量,考察了酯键断裂反应时间对测定结果的影响。以植物油为例,加入 0.5 mL 甲基叔丁基醚-乙酸乙酯溶液(体积比 8:2)和 1 mL 0.5 mol/L 甲醇钠-甲醇溶液后,改变反应时间以考察反应时间对峰面积的影响,结果见表 2。

表 2 反应时间对 3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物峰面积的影响

化合物	不同反应时间下的峰面积				
	1 min	2 min	4 min	8 min	12 min
3-MCPDE	1 256	2 139	1 007	153	40
2-MCPDE	16 567	21 089	12 084	5 763	2 797
D5-3-MCPDE	1 097	1 978	836	242	15
D5-2-MCPDE	5 367	7 743	4 861	2 257	859

由表 2 可知,当反应时间为 2 min 时,3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物峰面积最大,随着反应时间的继续延长,3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物峰面积逐渐降低,当反应时间为 12 min 时,3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物峰面积降到最低。由此可见,酯键断裂反应时间对 3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物响应极为重要,对本方法数据灵敏度、精密度和准确性影响较大。因此,最佳反应时间为 2 min。

综上所述,本文认为 GB 5009.191—2016 中第三法内标绝对回收率低的原因是因为加入甲醇钠-甲醇溶液后反应时间过长,导致酯键断裂产物 3-MCPD 和 2-MCPD 及其内标产物降解,造成了实验室 3-MCPDE 和 2-MCPDE 及其内标衍生物响应值普遍极低。因此,本文认为食品检测系统实验室在采用该方法时应将酯键断裂反应时间严格控制在 2 min,同时前处理样品数量不应超过 10 个,并在加入 100 μ L 冰乙酸终止酯键断裂反应时,应考虑操作过程中避免时间过长。同时本文认为在测定植物油和婴儿配方食品中 3-MCPDE 和 2-MCPDE 含量时,应避免采用酸作为酯键断裂试剂,以防止测定结果偏高。

2.2 标准曲线内标物质选择

依据 GB 5009.191—2016 中第三法,分别测定了植物油中 3-MCPDE 和 2-MCPDE 含量,并同时与 2 个实验室进行数据比对,结果见表 3。

表 3 同一植物油样品 3 个实验室测定结果 mg/kg

化合物	实验室 A	实验室 B	实验室 C
3-MCPDE	48.2	49.4	78.5
2-MCPDE	34.7	17.8	35.1

由表 3 可知,不同实验室数据间存在较大差异。实验室 A 与实验室 B 测定的样品中 3-MCPDE 含量基本吻合,但与实验室 C 差距较大,实验室 A、实验室 B 3-MCPDE 含量分别为实验室 C 的 61.4% 和 62.9%。实验室 A 与实验室 C 测定的样品中 2-MCPDE 含量基本吻合,但与实验室 B 差距较大,实验室 A、实验室 C 2-MCPDE 含量分别为实验室 B 的 194.9% 和 197.2%。

本文对该标准进行了进一步解读,发现标准曲线采用 3-MCPD、2-MCPD、D5-3-MCPD 和 D5-2-MCPD 与七氟丁酰基咪唑衍生生化反应,并建立系列标准工作液。而植物油、婴儿配方食品等样品中氯丙醇是以 3-MCPDE 和 2-MCPDE 形式存在,并且加入的内标为 D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE,均与标准工作液不同。为确定实验室间数据差异原因,本文对标准品进行了考察。

为确定本实验室 3-MCPD、2-MCPD、D5-3-MCPD 和 D5-2-MCPD 标准品是否满足要求,本文采用 GB 5009.191—2016 中第二法,参加了 Fapas 国际比对,测定酱油中的 3-MCPD 和 2-MCPD 含量,以验证实验室中 3-MCPD、2-MCPD、D5-3-MCPD 和 D5-2-MCPD 标准品,结果见表 4。

表 4 Fapas 比对结果

化合物	参考值/ (μ g/kg)	数据来源 总数	测定结果/ (μ g/kg)	Z 值
3-MPCD	23.8	55	25.7	0.4
2-MPCD	30.2	19	32.4	0.3

由表 4 可知,Z 值((测定结果-参考值)/总体偏差)均小于 2,表明本实验室中 3-MCPD、2-MCPD、D5-3-MCPD 和 D5-2-MCPD 标准品均满足要求,标准曲线定量准确。

为进一步确定实验室间数据差异原因,本文分别新开启市售 3 个不同品牌的 3-MCPDE、2-MCPDE、D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE 标准品,并配制相同质量浓度测试,实验重复 3 次,结果取平均值。实验结果表明,3 个品牌的 D5-2-MCPDE 标准品响应值差距较大,偏差范围为 7.8%~40.3%。

可见由于各品牌间 D5-2-MCPDE 标准品纯度差异较大,且 GB 5009.191—2016 中第三法规定标准曲线使用的标准物质与加入样品中内标物质不同(标准曲线标准物质为 3-MCPD、2-MCPD、D5-3-MCPD 和 D5-2-MCPD,样品中加入内标物质为 D5-3-MCPDE 和 D5-2-MCPDE),造成

了实验结果较大的偏差。因此,本文认为造成多个实验室间 2 - MCPDE 含量差异较大的原因为标准品纯度的差异及标准曲线内标物质与样品中加入内标物质不同,共同造成了实验室间数据差异,同时推测该问题也是造成 3 - MCPDE 含量差异的原因。

为解决该问题,本文采用 3 - MCPDE、2 - MCPDE、D5 - 3 - MCPDE 和 D5 - 2 - MCPDE 建立系列标准工作液,与样品同法操作,分别测定了植物油和婴幼儿配方食品中 3 - MCPDE、2 - MCPDE 含量,并通过加标回收方式验证。实验结果表明,采用本方法,加标回收率为 94% ~ 105%,可以满足定量要求,并很好地解决了内标差异问题。

综上所述,为消除实验室间数据差异较大问题,提高食品检测数据质量,在测定食品中 3 - MCPDE、2 - MCPDE 含量时,应尽可能使标准工作曲线使用的标准物质及内标物质与样品中添加的内标物质相同,并同法处理。

3 结论

本文基于 GB 5009.191—2016《食品安全国家标准 食品中氯丙醇及其脂肪酸酯含量的测定》,对方法中存在的样品中 3 - MCPDE 和 2 - MCPDE 及其内标绝对响应值较低、试样中加入的内标与标准曲线内标不同而导致多个实验室间数据差异较大等问题进行了探讨研究。对正己烷、酯键断裂试剂、酯键断裂反应时间进行了验证和优化,样品中 3 - MCPDE 及内标衍生物响应明显提高,并建议在测定样品中 3 - MCPDE、2 - MCPDE 含量时,应尽可能使标准工作曲线使用的标准物质及内标物质与样品中添加的内标物质相同,并同法处理,以提高数据准确性。

参考文献:

[1] 金青哲,王兴国. 氯丙醇酯——油脂食品中新的潜在危害因子[J]. 中国粮油学报, 2011, 26(11):119-123.

[2] 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.

[3] 里南. 食品中脂肪酸氯丙醇酯的污染调查与暴露评估[D]. 福州:福建农林大学,2012.

[4] 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.

[5] SIM B I, MUHAMAD H, LAI O M, et al. New insights on degumming and bleaching process parameters on the formation of 3 - monochloropropane - 1,2 - diol esters and glycidyl esters in refined, bleached, deodorized palm Oil [J]. J Oleo Sci, 2018, 67(4):397-406.

[6] ZHANG J L, ZHANG L, JIA X Y, et al. Determination of bound monochloropropanediol(MCPDE) in fried foods[J]. Agric Food Sci Finland, 2019, 45(14):209-213.

[7] 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, 2013, 30(1):11-45.

[8] JEDRKIEWICZ R, GLOWACZ - RÓZYNSKA A, GROMADZKA J, et al. Novel fast analytical method for indirect determination of MCPD fatty acid esters in edible oils and fats based on simultaneous extraction and derivatization [J]. Anal Bioanal Chem, 2017, 409(17):4267-4278.

[10] FRANKE K, STRJOWSKI U, FLECK G, et al. Influence of chemical refining process and oil type on bound 3 - chloro - 1, 2 - propanediol contents in palm oil and rapeseed oil [J]. LWT - Food Sci Technol, 2009, 42(10):1751-1754.

[10] 黄明泉,刘廷竹,范方辉,等. 食品中氯丙醇酯的研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2014(12):3962-3970.

[11] CRAFT B D, CHIODINI A, GARST J, et al. Fatty acid esters of monochloropropanediol (MCPD) and glycidol in refined edible oils [J]. Food Addit Contam, 2013, 30(1):46-51.

[12] GAO B Y, LI Y F, HUANG G R, et al. Fatty acid esters of 3 - monochloropropanediol: a review [J]. Annu Rev Food Sci Technol, 2019, 10(1):259-284.

[13] SAMARAS V G, GIRI A, ZELINKOVA Z, et al. Analytical method for the trace determination of esterified 3 - and 2 - monochloropropanediol and glycidyl fatty acid esters in various food matrices [J]. J Chromatogr A, 2016, 1466:136-147.

[14] 蒋定国,杨大进. 2020 年国家食品污染及有害因素风险监测工作手册[M]. 北京:中国质检出版社, 2020.

[15] 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.