

配方注册婴幼儿配方乳粉中蛋白质及三聚氰胺含量测定分析

李 硕, 李 莉*, 王海燕, 丁 宏

(中国食品药品检定研究院, 北京 100050)

摘要: **目的** 通过测定婴幼儿配方乳粉中蛋白质及三聚氰胺含量, 对我国现阶段配方注册的婴幼儿配方乳粉安全状况进行监测。**方法** 婴幼儿配方乳粉中蛋白质的含量依照 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》中“第一法 凯氏定氮法”进行检测; 三聚氰胺的含量依照 GB/T 22388-2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》中“第一法 高效液相色谱法”进行检测。**结果** 样品中蛋白质含量均符合食品安全国家标准规定, 且满足测定值不小于标签标示值 80%的规定; 三聚氰胺的含量均为未检出或低于检出限, 符合原卫生部公告的限量值规定。**结论** 根据食品安全国家标准或推荐标准的检测方法和评价指标, 所检测的样品中蛋白质项目满足配方注册要求。

关键词: 婴幼儿配方乳粉; 配方注册; 蛋白质; 三聚氰胺

Determination and evaluation of total protein and melamine contents in infant formula for formula registration purpose

LI Shuo, LI Li*, WANG Hai-Yan, DING Hong

(National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Objective To monitor the safety of infant formula milk powder registered in China by measuring the content of protein and melamine in infant formula milk powder. **Methods** Protein content in infant formula milk powder was determined according to the first method-Kjeldahl method in GB 5009.5-2016 *National food safety standards-Determination of protein*. The content of melamine was detected according to the first method-high performance liquid chromatography (HPLC) in GB/T 22388-2008 *Testing methods for melamine in raw milk and dairy products*. **Results** The protein content in the samples all met the national food safety standards, and the measured value was not less than 80% of the labeled value. Melamine content was not detected or less than the detection limit, in line with the limit value in the announcement of former ministry of health. **Conclusion** According to the testing methods and evaluation indexes of national food safety or recommended standards, the protein content in tested samples meet the requirements of formula registration.

KEY WORDS: Infant formula milk powder; formula registration; protein; melamine

*通讯作者: 李莉, 副研究员, 主要研究方向为食品、化妆品检测。E-mail: lili_nicbpb@126.com

*Corresponding author: LI Li, Associate Professor, National Institutes for Food and Drug Control, Beijing 100050, China. E-mail: lili_nicbpb@126.com

1 引言

我国《食品安全法》^[1]第七十四条规定对婴幼儿配方食品实行严格监督管理。第八十一条规定婴幼儿配方乳粉的产品配方应当经国务院食品药品监督管理部门注册。我国《“十三五”国家食品安全规划》^[2]明确要求严格婴幼儿配方乳粉产品配方注册管理。为确保婴幼儿配方乳粉能够满足正常婴幼儿生长发育的营养需要^[3], 针对我国市场存在的婴幼儿配方乳粉产品配方过多、过滥, 配方制定缺乏充分的研究论证, 配方之间的区分缺少科学证实, 品牌与配方的混乱以及夸大宣传造成消费者选择困难, 生产过程中频繁更换配方造成产品质量安全隐患等问题, 原国家食品药品监督管理总局制定并发布了《婴幼儿配方乳粉产品配方注册管理办法》(国家食品药品监督管理总局令第 26 号)^[4](以下简称“《办法》”)。《办法》第九条规定“每个企业原则上不得超过 3 个配方系列 9 种产品配方, 每个配方系列包括婴儿配方乳粉(0~6 月龄, 1 段)、较大婴儿配方乳粉(6~12 月龄, 2 段)、幼儿配方乳粉(12~36 月龄, 3 段)”。蛋白质是人体重要的营养物质, 也是食品中的重要营养指标。婴幼儿配方乳粉质量安全关系到婴幼儿身体健康和生命安全, 关系中华民族未来, 而乳粉中的蛋白质含量是乳粉的标志性质量指标之一, 也是监管的重点^[5]。我国现行食品安全国家标准中蛋白质含量的测定方法为凯氏定氮法, 该方法具有准确性好、稳定性高、受环境影响小等特点^[6], 但该方法不适用于无机含氮物质、有机含氮非蛋白质物质的食品测定, 因此无法应对三聚氰胺掺杂等非法物质添加导致的食物安全事件。在本工作开展过程中, 按照《婴幼儿配方乳粉生产许可审查细则(2013 版)》^[7]的规定, 对注册的婴幼儿配方乳粉样品中的三聚氰胺进行检测, 有效避免对蛋白质测定过程中无机含氮物质潜在的干扰。本研究通过测定婴幼儿配方乳粉中蛋白质含量, 分析蛋白质含量测定值与标示值偏差, 对比、分析现阶段注册的国内外婴幼儿配方乳粉中蛋白质含量差异, 为在我国进行配方注册的婴幼儿配方乳粉安全状况提供监测数据。

2 材料与方 法

2.1 样品来源

本次监测的样品均由生产企业提供。55 个配方(55 批次, 每个配方 1 批次)样品涉及 8 家国内生产企业、3 家国外生产企业, 共涉及 30 个系列, 其中婴儿配方奶粉(0~6 月龄, 1 段)20 批次、较大婴儿配方奶粉(6~12 月龄, 2 段)17 批次、幼儿配方奶粉(12~36 月龄, 3 段)18 批次, 样品来源分布详见图 1。

2.2 仪器与试剂

FOSS Kjeltac 8200 型凯氏定氮仪(美国福斯公司);

Infinity 1260 型高效液相色谱仪(美国安捷伦公司)。

甲醇、乙腈(色谱纯, 美国 Fisher 公司); 氨水(分析纯, 北京化工厂公司); 三氯乙酸(分析纯, 比利时 ACROS 公司); 柠檬酸(分析纯)、辛烷磺酸钠(离子对试剂)(国药集团试剂有限公司); 三聚氰胺标准品(纯度 98.5%, 北京振翔公司)。

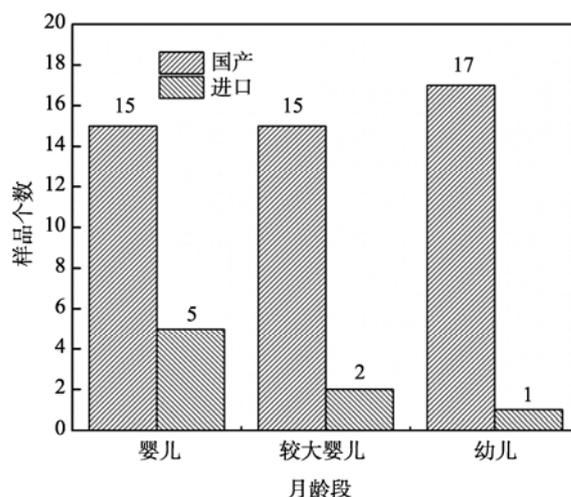


图 1 样品来源分布情况

Fig.1 Distribution of sample sources

2.3 检测方法

婴幼儿配方乳粉中的蛋白质含量依据 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准食品中蛋白质的测定》^[8]中“第一法凯氏定氮法”进行检测。婴幼儿配方乳粉中三聚氰胺的含量依据 GB/T 22388-2008《原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法》^[9]中“第一法高效液相色谱法”进行检测。色谱条件: 色谱柱: 资生堂 MG C₁₈(4.6 mm×250 mm, 5 μm), 流动相: 离子对试剂缓冲液-乙腈(90:10, V:V), 流速: 1.0 mL/min, 柱温: 40 °C, 波长: 240 nm, 进样量: 20 μL。

2.4 判定标准

婴幼儿配方乳粉中蛋白质含量依据 GB 10765-2010《食品安全国家标准婴儿配方食品》^[10]以及 GB 10767-2010《食品安全国家标准较大婴儿和幼儿配方食品》^[11]进行判定。按照标准规定, 婴儿配方乳粉中蛋白质含量范围为 0.45~0.70 g/100 kJ; 较大婴儿配方乳粉和幼儿配方乳粉中蛋白质含量范围为 0.7~1.2 g/100 kJ。此外, 蛋白质含量的测定值允许误差范围应符合 GB 28050-2011《食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则》^[12]中规定的“≥ 80%标示值”。婴幼儿配方乳粉中三聚氰胺含量依据卫生部等 5 部门关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告(2011 年第 10 号)^[13](以下简称“2011 年第 10 号公告”)进行判定。按照公告要求, 婴儿配方食品中三聚氰胺的限量值为

1 mg/kg, 其他食品中三聚氰胺的限量值为 2.5 mg/kg。”

3 结果与分析

3.1 不同婴幼儿配方乳粉中蛋白质含量分析

检测结果表明, 婴幼儿配方乳粉样品中的蛋白质含量指标及三聚氰胺含量指标均符合食品安全国家标准和有关部门规定。其中, 婴儿配方乳粉样品(详见图 2 左)、较大婴儿配方乳粉样品(详见图 3 左)、幼儿配方乳粉样品(详见图 4 左)中的蛋白质平均含量(在相应图中以水平线表示)分别为 0.58、0.81、0.84 g/100 kJ。所有样品中蛋白质含量均满足 GB 10765-2010、GB 10767-2010 中规定的含量范围要求。婴儿配方乳粉样品、较大婴儿配方乳粉样品、幼儿配方乳粉样品中的蛋白质含量范围分别为 0.50~0.64、0.75~0.91、0.77~0.93 g/100 kJ。从样品中蛋白质含量分布整体来看, 全部样品中仅 1 批进口婴儿配方乳粉样品中蛋白质含量高于所在样品种类下的平均值, 其余进口婴幼儿配方乳粉样品

中的蛋白质含量均低于所在样品种类下的平均值, 这种分布情况可能受到进口样品批次较少的影响, 也可能由于进口样品中蛋白质含量普遍低于国产样品中蛋白质含量所导致。在 2018 年 8 月 31 日发布的《关于征求婴儿配方食品等 9 项食品安全国家标准及 1 项标准修改单(征求意见稿)意见的函》(国卫办食品函〔2018〕752 号)^[4]中, 将现有 GB 10767-2010《食品安全国家标准较大婴儿和幼儿配方食品》分为 2 个独立标准 GB 10766《食品安全国家标准较大婴儿配方食品》和 GB 10767《食品安全国家标准幼儿配方食品》, 并明确标准适用范围分别为 7~12 月龄较大婴儿、13~36 月龄幼儿, 使年龄划分更加清晰, 避免了现行标准间的交叉重复。与此同时, 征求意见稿提出更加科学的适宜值, 对婴儿配方乳粉、较大婴儿配方乳粉、幼儿配方乳粉中蛋白质含量范围进行了部分限缩, 调整后其限值分别为 0.43~0.72、0.43~0.84、0.43~0.96 g/100 kJ。但由于上述征求意见稿尚未正式生效实施, 现有配方注册仍需按照原标准执行。

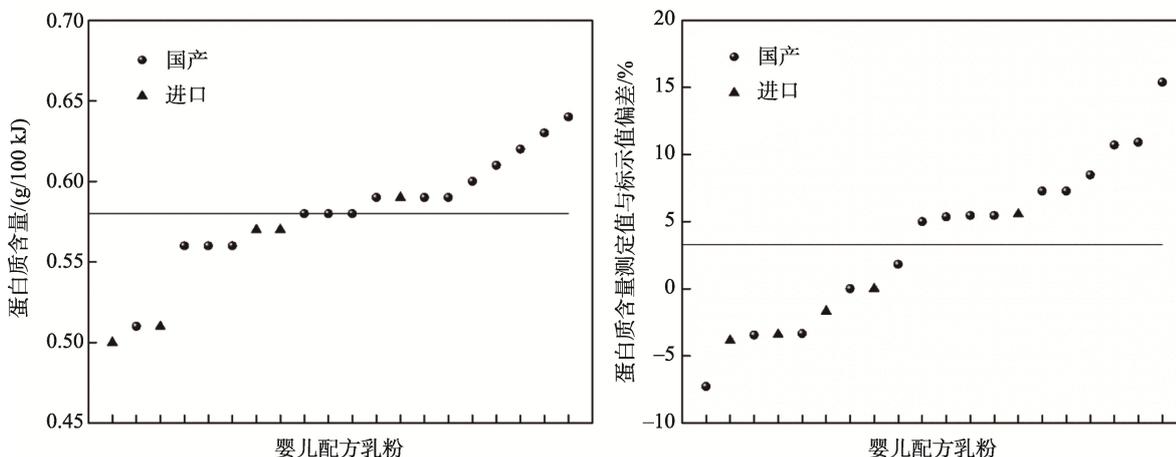


图 2 不同婴儿配方乳粉样品中蛋白质含量(左)及其测定值与标示值偏差(右)

Fig.2 Protein content in different infant formula milk powder samples (left) and the difference between measured value and labeled value (right)

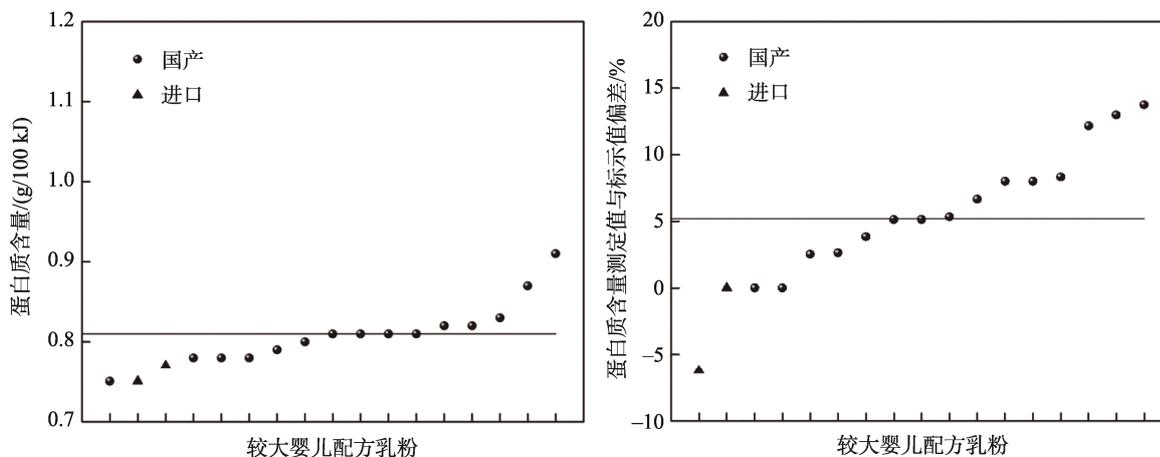


图 3 不同较大婴儿配方乳粉样品中蛋白质含量(左)及其测定值与标示值偏差(右)

Fig.3 Protein content in different older infant formula milk powder samples (left) and the difference between measured value and labeled value

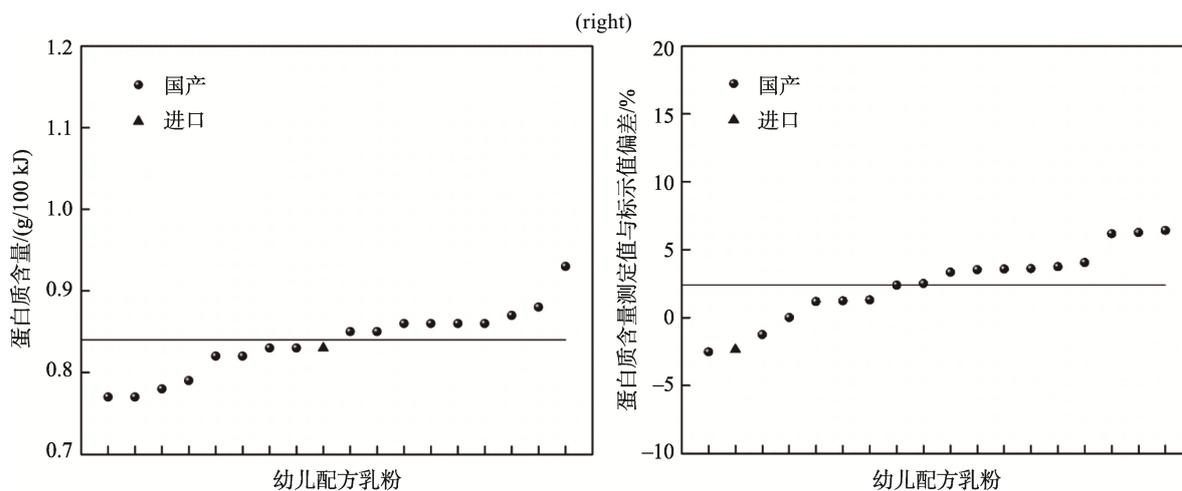


图 4 不同婴幼儿配方乳粉样品中蛋白质含量(左)及其测定值与标示值偏差(右)

Fig.4 Protein content in different young children formula milk powder samples (left) and the difference between measured value and labeled value (right)

3.2 不同婴幼儿配方乳粉中蛋白质含量测定值与标示值偏差分析

GB 28050-2011 中仅规定蛋白质含量“ $\geq 80\%$ 标示值”，对于上限并未进行规定，部分样品测定值高于标示值 15%。检测结果显示，婴幼儿配方乳粉样品中的蛋白质含量测定值与标示值差异均符合该食品安全国家标准。从样品中蛋白质含量测定值与标示值差异分布整体来看，婴儿配方乳粉样品(详见图 2 右)、较大婴儿配方乳粉样品(详见图 3 右)、幼儿配方乳粉样品(详见图 4 右)中的蛋白质含量(测定值)与标示值偏差的平均值(在相应图中以水平线表示)分别为 3.3%、5.2%和 2.4%，皆为正偏差。全部样品中仅 1 批进口婴儿配方乳粉样品中蛋白质含量测定值与标示值偏差高于所在样品种类下的平均偏差，其余进口婴幼儿配方乳粉样品中的蛋白质含量测定值与标示值偏差均低于所在样品种类下的平均偏差，这种分布情况同样可能由于进口样品批次较少所导致。具体而言，婴儿配方乳粉样品、较大婴儿配方乳粉样品、幼儿配方乳粉样品中的蛋白质含量测定值与标示值偏差范围分别为 $-7.3\% \sim 15\%$ 、 $-6.3\% \sim 14\%$ 和 $-2.5\% \sim 6.4\%$ 。

4 结 论

由于三聚氰胺事件，使得消费者对国产乳粉的信赖度大大降低。即使在洋奶粉价格攀升、限购措施存在的情形下，也无法阻止消费者对洋奶粉的追求。国务院办公厅下发《关于推进奶业振兴保障乳品质量安全的意见》^[15](国办发〔2018〕43 号)明确指出“加大婴幼儿配方乳粉监管力度。严格执行婴幼儿配方乳粉相关法律法规和标准，强化婴幼儿配方乳粉产品配方注册管理”。本次调查研究的注册样品涵盖了国产及进口的 11 个企业共 55 个批次的婴幼儿乳粉，研

究结果表明目前国内配方注册的婴幼儿配方乳粉蛋白质含量符合食品安全国家标准的规定，监管工作行之有效。

参考文献

- [1] 全国人民代表大会常务委员会. 中华人民共和国食品安全法[EB/OL]. [2015-04-24]. http://www.gov.cn/zhengce/2015-04/25/content_2853643.htm.
Standing Committee of the National People's Congress. Food safety law of the People's Republic of China [EB/OL]. [2015-04-24]. http://www.gov.cn/zhengce/2015-04/25/content_2853643.htm.
- [2] 国务院. 国务院关于印发“十三五”国家食品安全规划和“十三五”国家药品安全规划的通知[EB/OL]. [2017-02-21]. http://www.gov.cn/zhengce/content/2017-02/21/content_5169755.htm.
State Council. Notice of the State Council on Issuing the 13th five-year national food safety plan and the 13th five-year national drug safety plan [EB/OL]. [2017-02-21]. http://www.gov.cn/zhengce/content/2017-02/21/content_5169755.htm.
- [3] 国家食品药品监督管理总局. 《婴幼儿配方乳粉产品配方注册管理办法》解读[EB/OL]. [2016-06-13]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1786/155761.html>.
China Food and Drug Administration. Interpretation on administrative measures for product formula registration of infants and young children formula milk powder [EB/OL]. [2016-06-13]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1786/155761.html>.
- [4] 国家食品药品监督管理总局. 婴幼儿配方乳粉产品配方注册管理办法[EB/OL]. [2016-06-06]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1975/223418.html>.
China Food and Drug Administration. Administrative measures for product formula registration of infants and young children formula milk powder [EB/OL]. [2016-06-06]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL1975/223418.html>.
- [5] 宋玲玲, 朱双良, 田憬若, 等. 扬州市售婴幼儿乳粉中蛋白质及三聚氰胺的分析与评价[J]. 食品安全质量检测学报, 2011, 2(6): 290-293.
Song LL, Zhu SL, Tian JR, et al. Detection and evaluation of total protein

- and melamine contents in infant formula [J]. *J Food Saf Qual*, 2011, 2(6): 290–293.
- [6] 陈婧, 王旭, 孙建平, 等. 几种问题乳粉蛋白质的分析[C]. 第三届中国乳业科技大会, 2007: 245–247.
Cheng J, Wang X, Sun JP, *et al.* Analysis of protein content in some nonqualified milk powder [C]. The 3rd China dairy science and technology conference, 2007: 245–247.
- [7] 国家食品药品监督管理总局. 国家食品药品监督管理总局关于发布婴幼儿配方乳粉生产许可审查细则(2013 版)的公告(2013 年第 49 号)[EB/OL]. [2013-12-16]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL0053/95414.html>.
China Food and Drug Administration. Notice of the China Food and Drug Administration on the issuance of detailed rules for the review of production license for infant formula milk powder (2013 version) (No. 49 of 2013) [EB/OL]. [2013-12-16]. <http://samr.cfda.gov.cn/WS01/CL0053/95414.html>.
- [8] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定[S].
GB 5009.5-2016 National food safety standard-Determination of protein in foods [S].
- [9] GB/T 22388-2008 原料乳与乳制品中三聚氰胺检测方法[S].
GB/T 22388-2008 Testing method for melamine in raw milk and dairy products [S].
- [10] GB 10765-2010 食品安全国家标准 婴儿配方食品[S].
GB 10765-2010 National food safety standard-Infant formula [S].
- [11] GB 10767-2010 食品安全国家标准 较大婴儿和幼儿配方食品[S].
GB 10767-2010 National food safety standard-Older infants and young children formula [S].
- [12] GB 28050-2011 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则[S].
GB 28050-2011 National food safety standard-General principles for nutrition labelling of prepackaged foods [S].
- [13] 中华人民共和国卫生部中华人民共和国工业和信息化部中华人民共和国农业部国家工商行政管理总局国家质量监督检验检疫总局. 卫生部等 5 部门关于三聚氰胺在食品中的限量值的公告(2011 年第 10 号)[EB/OL]. [2011-04-06]. <http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s7891/201104/9f1311e1e97649f3a26a6b7f7b3d7ae3.shtml>.
Ministry of Health of the People's Republic of China, Ministry of Industry and Information Technology of the People's Republic of China, Ministry of Agriculture of the People's Republic of China, State Administration for Industry and Commerce, State Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine. Announcement on the limited value of melamine in food by the Ministry of Health and other 5 departments (No.10 of 2011) [EB/OL]. [2011-04-06]. <http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s7891/201104/9f1311e1e97649f3a26a6b7f7b3d7ae3.shtml>.
- [14] 国家卫生健康委员会. 关于征求婴幼儿配方食品等 9 项食品安全国家标准及 1 项标准修改单(征求意见稿)意见的函[EB/OL]. [2018-08-31]. <http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s3593/201809/4f48037eba474f419b30e7f3368d0f46.shtml>.
National Health Commission of the People's Republic of China. Letter of solicitation for comments on 9 national standards of food safety, including infant formula food, and 1 revised list of standards (draft for comments) [EB/OL]. [2018-08-31]. <http://www.nhfpc.gov.cn/sps/s3593/201809/4f48037eba474f419b30e7f3368d0f46.shtml>.
- [15] 国务院办公厅. 国务院办公厅关于推进奶业振兴保障乳品质量安全的意见[EB/OL]. [2018-06-11]. http://www.gov.cn/zhengce/content/2018-06/11/content_5297839.htm.
General Office of the State Council. Guiding Opinions of the General Office of the State Council on promoting the revitalization of dairy industry to ensure the quality and safety of dairy products [EB/OL]. [2018-06-11]. http://www.gov.cn/zhengce/content/2018-06/11/content_5297839.htm.

(责任编辑: 苏笑芳)

作者简介

李 硕, 工程师, 主要研究方向为食品、化妆品检测。
E-mail: pahayokolide@sina.com

李 莉, 副研究员, 主要研究方向为食品、化妆品检测。
E-mail: lili_nicpbp@126.com