

《食品安全国家标准 食品中米酵菌酸的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草基本情况

本标准于2019年立项（项目编号spaq-2019-029），项目承担单位为广东省食品检验所、浙江省疾病预防控制中心、广州质量监督检测研究院和长春海关技术中心。2019年8月5日收到正式通知，2019年9月30日正式启动，2019年12月19-20日召开食品安全国家标准项目启动会，2019年12月21日至2020年7月31日在广泛调查研究和讨论的基础上，起草了本标准，并邀请5家以上专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作，2020年8月27日形成草案，2020年8月28日至9月27日进行行业内征求意见，期间未收到重大分歧意见，2020年10月20日形成《食品安全国家标准食品中米酵菌酸的测定》草稿。2021年3月30日经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六次会议审查通过。

二、标准主要技术内容

本标准规定了银耳及其制品、木耳及其制品、谷物及其制品中米酵菌酸的测定。相较于GB 5009.189-2016：增加了液相色谱-质谱/质谱法；新增的液相色谱-质谱/质谱法在现行标准液相法的基础上修改了适用范围并调整了食品分类；调整了液相色谱法标准系列工作液的浓度范围；增加了样品制备要求；修改了液相色谱法结果计算公式、含量单位和有效数字位数。

本标准主要从以下几方面进行研究：第一法液相色谱法关键技术参数基本沿用现行标准；第二法液相色谱-质谱/质谱法为新增方法，主要从样品适用范围筛选、前处理条件（取样量、鲜木耳样品净化用无机盐种类以及用量、离心转速）、仪器测定条件（质谱条件、色谱条件、色谱柱）等方面进行选择和优化，最终形成标准文本。

第一法高效液相色谱法的检出限为5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ；米酵菌酸的浓度在0.1 $\mu\text{g}/\text{mL}$ -20 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 范围内时，线性关系良好。样品基质按照GB 5009.189-2016适用食品类别（银耳、吊浆粿）进行3水平6平行加标试验，各样品基质在浓度15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标范围内回收率为81.4%-99.9%，相对标准偏差为2.1%-4.5%，两个前处理方法（固相萃取法和液液萃取法）的测定结果无显著性差异。

第二法液相色谱-质谱/质谱法的检出限为1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。当米酵菌酸的浓度在1-50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内时，线性关系良好。根据标准拟覆盖的基质范围，选择7种典型基质（湿银耳、湿木耳、米粉、糯玉米汤圆粉、大米、湿河粉、吊浆粿）分别进行1倍、2倍、10倍定量限水平的加标试验（其中湿银耳基质为1倍定量限、5倍定量限、1倍限量水平和2倍限量水平），并针对另外13种基质（干银耳、银耳羹、干木耳、饵块、年糕、干河粉、干米粉、红薯粉、米凉粉、豆凉粉、糍粑、醇米酒、小麦粉）分别进行1倍、2倍、

10倍检出限水平的加标试验，各样品基质在浓度3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标范围内回收率为81.4%-106.8%，相对标准偏差为0.7%-7.0 %。

实验室间比对方面，选用比较有代表性的四种基质：银耳、木耳、吊浆粩和米粉。第一法高效液相色谱法进行了五家实验室间的方法验证，验证银耳和吊浆粩两种基质，各样品基质在浓度15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标范围内回收率为80.0%-109.0%，相对标准偏差为0.5%-3.9%；第二法进行了五家实验室间的方法验证，验证银耳、木耳、吊浆粩和米粉四种基质，各样品基质在浓度3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ -500 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 加标范围内回收率为67.3%-109.2%，相对标准偏差为1.0%-8.9%，结果指标均符合 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。方法间比对，银耳和吊浆粩基质的第一法（高效液相色谱法）和第二法（液相色谱-质谱/质谱法）的回收率经F检验和T检验，结果均无显著性差异，说明方法间结果一致性较好，两个方法有可比性。

三、国内外相关法规标准情况

2014年，国家卫生计生委发布了《食品安全国家标准 食用菌及其制品》（GB 7096-2014），其中规定了米酵菌酸在银耳及其制品中的限量标准为0.25 mg/kg。

未检索到国外有关米酵菌酸的法律法规和检验标准。

四、其他需要说明的事项

无。