

《食品安全国家标准 食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定》(征求意见稿)

编制说明

一、标准起草基本情况

本标准于2018年立项(项目编号spaq-2018-037),项目承担单位为北京市疾病预防控制中心、北京市食品安全监控和风险评估中心(北京市食品检验所)和江西省食品检验检测研究院。2018年11月6日正式启动,2018年11月19日召开食品安全国家标准项目启动会,2019年1月1日至2020年12月31日在广泛调查研究和讨论的基础上,起草了本标准,并邀请五家专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作,2021年1月15日形成草案,2021年3月15日至4月29日进行行业内征求意见,期间未收到重大分歧意见,2021年4月30日形成《食品安全国家标准 食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定》草稿。2021年7月14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七次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于蔬菜及其制品、水果及其制品、谷物及其制品、肉及肉制品、水产品、蛋及蛋制品、乳及乳制品、调味品、饮料类、婴幼儿配方食品和婴幼儿辅助食品、茶叶中氯酸盐和高氯酸盐的测定。试样中的氯酸盐和高氯酸盐用酸化的乙腈水混合溶液提取,固相萃取柱净化,采用高效液相色谱分离,串联质谱检测,同位素内标法定量。

本标准从提取溶剂、提取时间、固相萃取小柱的选择、色谱条件等方面对于氯酸盐和高氯酸盐的提取进行分析。最终选取乙腈水溶液为提取溶剂,选取石墨化炭黑柱为净化小柱,高盐样品经Ag/H小柱进一步净化,选择氟苯基柱为色谱分离柱。

称样量为1.00 g时,试样中氯酸盐的检出限为20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、定量限为50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$;高氯酸盐的检出限为2.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、定量限为5.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。称样量为2.0 g时,试样中氯酸盐的检出限为10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、定量限为25.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$;高氯酸盐的检出限为1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、定量限为2.50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。氯酸盐在2.00 $\mu\text{g}/\text{L}$ ~500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内线性关系良好,高氯酸盐在0.20 $\mu\text{g}/\text{L}$ ~50 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内线性关系良好。平均回收率范围为83.4%-118.2%,相对标准偏差RSD为<15%。

五家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

欧洲食品安全局(European Food Safety Authority, EFSA)食物链污染物专家组发布了关于食物中高

氯酸盐公共健康风险的科学意见案，制定了食品中高氯酸盐的残留限量：婴幼儿食品为 0.02 mg/kg；蔬菜和水果为 0.05 mg/kg；茶、腌制水果和蔬菜干为 0.75 mg/kg；美国科学院（NAS）建议包括婴幼儿及孕妇等敏感人群在内的高氯酸盐摄入的参考量为 0.7 $\mu\text{g}/\text{kg bw}/\text{day}$ 。

EFSA 检测发现冷冻食品中氯酸盐的含量较高，果蔬污染最严重。EFSA 还对食品中高氯酸盐的健康危害进行了再评估，根据收集的水果、蔬菜及其制品中高氯酸盐的污染资料及文献中果汁、酒精饮料、牛奶、婴儿配方食品及母乳中的量评估了高氯酸盐的毒性和暴露量，并根据对健康成年人甲状腺碘的抑制作用，设定高氯酸盐耐受摄入量为 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg bw}/\text{day}$ ，氯酸盐耐受摄入量为 3 $\mu\text{g}/\text{kg bw}/\text{day}$ 。涉及到的国内外相关标准情况如表 1 所示。

表 1、国内外相关检测标准

序号	来源国家或组织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/适用基质	与制修订标准的关系
1	中国	GB/T 5750.11-2006	生活饮用水标准检验方法 消毒剂指标	碘量法、离子色谱法	生活饮用水	非等效
2	中国	SN/T 4049-2014	出口食品中氯酸盐的测定 离子色谱法	离子色谱法	鲜龙眼、龙眼罐头、龙眼干、芒果、芒果汁、苹果汁、混合果蔬汁、土豆、葡萄酒、啤酒、小麦粉、大米、牛奶、猪肉和鱼	非等效
3	中国	SN/T 4089-2015	进出口食品中高氯酸盐的测定 高效液相色谱-串联质谱法	液相色谱-串联质谱法	瓶装水、水果、牛奶、奶粉、谷物、水产品 and 动物组织	非等效
4	中国	BJS 201706	食品中氯酸盐和高氯酸盐的测定	液相色谱-串联质谱法	包装饮用水、液体乳、大米、胡萝卜、哈密瓜、猪肉、鱼肉、茶叶、婴幼儿配方乳粉（不包括特殊医学用途的婴幼儿配方乳粉）	非等效
5	欧盟	(EURL-SRM) Version 11.1	Quick Method for the Analysis of Numerous Highly Polar Pesticides in Food Involving Extraction with Acidified Methanol and LC-MS/MS Measurement	液相色谱质谱法	植物性食品	非等效
6	美国	Revision 2	Rapid Determination of Perchlorate Anion in Foods by Ion Chromatography-Tandem Mass Spectrometry	离子色谱质谱法	水果、蔬菜、牛奶、低水分食品、婴儿食品和水	非等效

四、其他需要说明的事项

无。