《食品安全国家标准 食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定》(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-2017-079),项目承担单位为国家食品安全风险评估中心和湖北省疾病预防控制中心。2018 年 6 月 1 日正式启动,2018 年 12 月 1 日召开食品安全国家标准项目启动会,2019 年 6 月 6 日至 12 月 5 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,2019 年 12 月 25 日形成草案,2020 年 11 月 1 日至 12 月 30 日进行行业内征求意见,期间未收到重大分歧意见,2020 年 5 月 1 日形成《食品安全国家标准 食品中二噁英及其类似物毒性当量的测定》草稿。2021 年 7 月 13 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

本标准第一法同位素稀释一气相色谱一磁式高分辨质谱法适用于食品中17种PCDD/Fs和12种DL-PCBs含量及其TEQ的测定;第二法同位素稀释一气相色谱一三重四极杆质谱法适用于肉及肉制品、水产动物及其制品、乳及乳制品、蛋及蛋制品和油脂中17种PCDD/Fs和12种DL-PCBs含量及其TEQ的测定。

根据现行食品安全国家标准标准文本规范要求,在维持原有技术内容、要求基本不变的前提下,对GB 5009.205-2013版本第一法的文本内容做了梳理调整。第二法沿用了第一法的前处理,建立同位素稀释一气相色谱一三重四极杆质谱法(GC-MS/MS)方法,对质谱条件(监测离子、离子强度比和分辨率)、气相色谱条件(升温程序、载气流量、进样量)、灵敏度、标准曲线进行了选择、优化和确认。

第一法为同位素稀释一气相色谱一磁式高分辨质谱法,当取样量为50 g时,2,3,7,8-四氯代二苯并二噁英(2,3,7,8-TCDD)和2,3,7,8-四氯代二苯并呋喃(2,3,7,8-TCDF)的检出限为0.04 ng/kg、八氯代二苯并二噁英(OCDD)和八氯代二苯并呋喃(OCDF)的检出限为0.40 ng/kg、其余PCDD/Fs的检出限为0.20 ng/kg、DL-PCB的检出限为1.00 ng/kg。在标准曲线的范围内(0.1 μ g/L~1 000 μ g/L),线性关系良好。

第二法为同位素稀释一气相色谱一三重四极杆质谱法, 当取样量为50 g时, 2,3,7,8-TCDD和2,3,7,8-TCDF的定量限为0.008 ng/kg; 1,2,3,7,8-PeCDD、1,2,3,7,8-PeCDF、 2,3,4,7,8-PeCDF 、 1,2,3,4,7,8-HxCDF 、 1,2,3,6,7,8-HxCDF 、 2,3,4,6,7,8-HxCDF 和 1,2,3,7,8,9-HxCDF 的 定量限为 0.02 ng/kg; 1,2,3,4,7,8-HxCDD 、1,2,3,6,7,8-HxCDD 、 1,2,3,7,8,9-HxCDD、1,2,3,4,6,7,8-HpCDD、1,2,3,4,6,7,8-HpCDF和1,2,3,4,7,8,9-HpCDF的定量 限为0.03 ng/kg; OCDD和OCDF的定量限为0.10 ng/kg; DL-PCBs的定量限为0.08 ng/kg。在 标准曲线的范围内($0.1 \, \mu g/L \sim 1 \, 000 \, \mu g/L$),线性关系良好。选择6种不同基质的国际比对 考核样品,对4大类的样品均进行了检测,包括畜禽肉及内脏(选择牛肉)、鱼肉和水产品 及相关制品(选择褐蟹肉、鲱鱼)、奶及奶制品(选择奶酪),蛋及其制品(选择鸡蛋), 使用本方法进行分析检测,以Z评分方式评价测定值与参考值的差异,6个样品的 TEQ-PCDD/Fs,TEQ-PCBs及总TEQ的含量及与参考值的Z评分均<±2。

5 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

2001 年欧洲委员会规定了食品中 PCDD/Fs 和 DL-PCBs 的最大限量值, 2006 年 12 月进 行重大修订后颁发 COMMISSION REGULATION (EC) No 1881/2006,至今已修订多次,仍 为现行有效 (EU No 1881/2006 和 EU No1259/2011)。该标准规定了 6 类食品中二噁英及二 噁英类似物的 TEOs 值。我国仅有台湾地区照搬欧盟的标准制定了食品中二噁英及二噁英类 似物的限量标准。其他国家、地区没有制定食品中二噁英及二噁英类似物的限量标准。涉及 到国内外的相关检测标准情况如表 1 所示。

表1 国内外二噁英类似物相关检测标准

与本标

来源国

序 号	家或组 织	标准号	标准名称	方法名称	检测范围/ 适用基质	目标物	准的关 系
1	欧盟	EU 2017/644	laying down methods of sampling and analysis for the control of levels of dioxins, dioxin-like PCBs and non-dioxin-like PCBs in certain foodstuffs and repealing Regulation (EU)	HRGC/H RMS; GC-MS/ MS	食品	二噁英、多	非等效

			N- 590/2014				
			No 589/2014				
2	欧盟		Determination of dioxins	HRGC/H RMS	动物饲料	二噁英、	
		EN	and dioxin-like PCBs by			二噁英样多	
		16215-20	GC/HRMS and of			氯联苯、	非等效
		12	indicator PCBs by			指示性多氯	
			GC/HRMS			联苯	
3	美国		Tetra- through	HRGC/H RMS	水、土壤、	二噁英	非等效
		EPA	Octa-Chlorinated Dioxins		底泥、污		
		1613B	and Furans by Dilution		泥、组织		
			HRGC/HRMS		等		
4	美国		Chlorinated Biphenyl				
		EPA	Congeners in Water, Soil,	HRGC/H RMS	水、土壤、	多氯联苯	非等效
		1668A	Sediment, and Tissue by		底泥、组 织等		
			HRGC/HRMS		公 守		
5	中国	GB		HRGC/H RMS		二噁英、	
		5009.205	食品中二噁英及其类似		食品	二噁英样多	替代
		-2013	物毒性当量的测定			氯联苯、	

注: HRGC/HRMS: 气相色谱—磁式高分辨质谱法;

GC-MS/MS: 气相色谱—三重四极杆质谱法。

四、其他需要说明的事项

无。