

《食品安全国家标准 食品中 *N*-亚硝胺类化合物的测定》（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-2019-040），项目承担单位为厦门海关技术中心、天津海关动植物与食品检测中心、福建省疾病预防控制中心和厦门大学。2019年10月16日正式启动，2019年11月18日召开食品安全国家标准项目启动会，2019年12月1日至8月12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家专业技术机构进行方法标准实验室间验证工作，2020年9月28日形成草案，2020年9月28日至10月30日进行行业内征求意见，期间未收到重大分歧意见。2021年05月06日形成《食品安全国家标准 食品中 *N*-亚硝胺类化合物的测定》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

本标准适用于食品中*N*-二甲基亚硝胺的测定。相较于GB 5009.26-2016，增加了第一法水蒸气蒸馏-气相色谱-质谱/质谱法；增加了第二法QuEChERS-气相色谱-质谱/质谱法；增加了第三法水蒸气蒸馏-液相色谱-质谱/质谱法；删除了第一法气相色谱-质谱法；修改了原第二法气相色谱-热能分析仪法为第四法；修改了前处理蒸馏法条件、气相色谱-热能分析仪法的检出限和定量限。

本标准从蒸馏温度、是否冰浴、浓缩条件、提取溶剂、提取体积、净化填料、氮吹、酸化流动相、色谱条件等方面对于*N*-二甲基亚硝胺的提取净化进行分析。最终确定QuEChERS前处理过程为乙腈作为提取溶剂，提取体积为10 mL，提取后冷冻处理，使用PLS-A作为净化剂，硫酸镁和氯化钠作为反萃剂，最后过膜上机；蒸馏法为使用全自动蒸馏仪将基质中*N*-亚硝胺蒸出，使用二氯甲烷进行吸收，并对水相使用120 mL二氯甲烷分三次进行萃取，萃取液经旋转蒸发浓缩后进行氮吹，用二氯甲烷溶解残渣，定容至1 mL，最后过膜上机。

第一法为水蒸气-气相色谱-质谱/质谱法，当取样量为20.0 g，浓缩体积为1.0 mL时，本方法中*N*-二甲基亚硝胺的检出限为0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。*N*-二甲基亚硝胺的浓度在10.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ ~200.0 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为75.8%~86.49%，相对标准偏差为4.72%~9.55%。

第二法为QuEChERS-气相色谱-质谱/质谱法，称样量为5.00 g，定容体积为10 mL时，检出限为0.30 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限为1.00 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。称样量为10.00 g，定容体积为10 mL时，检出限为0.15 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量

限为0.50 µg/kg。N-二甲基亚硝胺的浓度在0.5 µg/L~20.0 µg/L范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为72.8%~98.5%，相对标准偏差为2.14%~13.8%。

第三法为水蒸气蒸馏-液相色谱-质谱/质谱法，当取样量为 20.0 g，浓缩体积为 1.0 mL 时，本方法中 N-二甲基亚硝胺的检出限为 0.3 µg/kg，定量限为 1.0 µg/kg。N-二甲基亚硝胺的浓度在 10.0 µg/L~200.0 µg/L 范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为 85.1%~104.2%，相对标准偏差为 3.79%~9.13%。

第四法为气相色谱-热能分析法，当取样量为20.0 g，浓缩体积为1.0 mL时，本方法中N-二甲基亚硝胺的最低检出限为0.8 µg/kg，定量限为2.0 µg/kg。N-二甲基亚硝胺的浓度在10.0 µg/L~200 µg/L 范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为62.3%~79.7%，相对标准偏差为3.79%~11.32%。

五家实验室间的方法验证结果指标均符合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。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

我国涉及 N-亚硝胺限量和检测方法的国家、行业标准主要与食品、烟草、化妆品有关。对于限量标准，GB 2762-2017 规定了 N-二甲基亚硝胺(NDMA)的限量，肉制品与熟肉干制品为 3.0 µg/kg，水产制品与干制水产品为 4.0 µg/kg。采用的检测方法有气相色谱-热能分析法 (GC-TEA 法)、GC/MS 法、气相色谱-高分辨质谱法。除了化妆品外，其他产品检测方法还是以 GC-TEA 法为主。

美国材料协会标准 (ASTM F1313) 规定了橡胶类安慰奶嘴中挥发性 N-亚硝胺的含量要求，即总 N-亚硝胺不得超过 20 µg/kg，AOAC 方法或者 ISO (国际标准化组织) 方法中样品前处理方法有水蒸汽蒸馏、矿物油水蒸汽蒸馏，可以用常压或减压(真空)进行蒸馏，美国公职化学家学会(AOAC) 使用气相色谱-热能分析法 (GC-TEA)，美国材料实验协会方法 ASTM F1313-90 婴儿奶瓶橡胶奶嘴中 N-亚硝胺标准中采用的方法可测定 8 种 N-亚硝胺。涉及到的国内相关标准情况如表 1 所示。

表 1 国内相关检测标准

| 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 | DB53/T 402-2012 | 烟草及烟草制品烟草特有亚硝胺的测定 | 液相色谱-串联质谱仪法 | 烟草 | 非等效 |
| 2 | 中国 | GB 5009.26-2016 | 食品中 N-亚硝胺类化合物的测定 | 气相色谱法 | 食品 | 非等效 |
| 3 | 中国 | HJ 809-2016 | 水质亚硝胺类化合物的测定 | 气相色谱法 | 水 | 非等效 |
| 4 | 中国 | SN/T 3607-2013 | 化妆品中挥发性亚硝胺的测定 | 气相色谱/质谱法 | 化妆品 | 非等效 |
| 5 | 中国 | SN/T 4451-2016 | 婴儿奶嘴中迁移的 N-亚硝胺含量测定方法 | 气相色谱-质谱法 | 接触材料 | 非等效 |

四、其他需要说明的事项

无。