《食品安全国家标准食品中镍的测定》（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-2019-028），项目承担单位为天津海关动植物与食品检测中心、广东省疾病预防控制中心和广东省食品检验所（广东省酒类检测中心）。2019 年 8 月正式启动，2019 年 11 月 1 日召开食品安全国家标准项目启动会，2019 年 12 月 9 日至 2021 年 3 月 30 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，2021 年 4 月 30 日形成草案，2021 年 5 月 1 日至 6 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 7 月 15 日形成《食品安全国家标准食品中镍的测定》草稿。2021 年 12 月 2 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九次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于食品中镍的测定。本标准与我国现行法律法规相一致，是对现行的 GB5009.138-2017《食品安全国家标准食品中镍的测定》有效补充及完善。本标准与 GB 5009.138-2017 相比，增加了第二法电感耦合等离子体质谱法。修订了原方法中不合理的内容，提升了原方法的的适用性。

本标准修订参考了国内外相关法律、法规和标准，收集了国内外相关参考文献。通过进行综合分析比较，提出了主要修订内容：调整湿法消解和微波消解的称样量，对线性范围进行调整并对检出限和定量限进行确认，对修订后的石墨炉原子吸收光谱法进行回收率和稳定性试验，增加了电感耦合等离子体质谱法（GB 5009.268 第一法），考察标准对多种样品的适用性。

采用石墨原子吸收光谱法测定植脂末、起酥油、植脂奶油、奶茶伴侣、装饰饼干、大米、大虾、牛肉、小青菜、婴幼儿配方乳粉等基质，测定样品中镍的含量，在上述样品基质中加入低、中、高三个梯度浓度的标准溶液，分别制备多个平行试样，测定样品的加标回收率和相对标准偏差（RSD），样品的平均回收率为 86.3%~107%，相对标准偏差为 0.984%~8.01%。线性范围为 0μg/L~25μg/L，方法的检出限为 0.02 mg/kg（或 0.02 mg/L），定量限为 0.05 mg/kg（或 0.05 mg/L）。

采用新增的电感耦合等离子体质谱法测定与石墨炉原子吸收光谱法相同的基质（植脂末、起酥油、植脂奶油、奶茶伴侣、装饰饼干、大米、大虾、牛肉、小青菜、婴幼儿配方乳粉）以及回收率、精密度试验，样品的平均回收率为 89.3%~105%，相对标准偏差为 0.896%~7.64%。线性范围为 0μg/L~50μg/L，方法的检出限为 0.2 mg/kg（或 0.05 mg/L），定量限为 0.5 mg/kg（或 0.2 mg/L）。

对石墨炉原子吸收光谱法和新增的 ICP-MS 法测定食品样品中的镍含量进行了比对，两种检测方法结果数据均值没有显著差异。

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。实验表明方法适用于食品中镍的测定。

三、国内外相关法规标准情况

GB 2762-2017《食品安全国家标准食品中污染物限量标准》规定氢化植物油及氢化植物油为主的产品中镍的限量标准为 1.0 mg/kg，在最新修订的 GB 2762-xxxx《食品安全国家标准食品中污染物限量》征求意见稿中

规定氢化植物油中镍的限量标准没有改变，也为 1.0 mg/kg。目前 CAC、欧盟、澳新、日本、美国等国家和地区均未制定普通食品中镍的限量标准。查阅欧洲、北美洲、拉丁美洲、亚洲、大洋洲、非洲等共 50 多个国家的相关标准或法规，目前只有墨西哥、约旦、瑞士、土耳其、奥地利、克罗地亚、俄罗斯、委内瑞拉等 8 国制定了油脂中镍的限量标准，CAC、欧盟都未制订油脂中镍的限量指标。大多数国家对油脂中镍的限量值规定在 0.1mg/kg~0.7mg/kg 之间，比我国油脂中镍的限量指标 1mg/kg 相对较低，只有委内瑞拉制定的镍指标为 1.5mg/kg~2.0 mg/kg。

美国食品药品管理局提供的《Elemental Analysis Manual:Section4.4 Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometric Determination of Elements in Food Using Microwave Assisted Digestion(Version1.1,August 2010)》采用微波消解，电感耦合等离子发射光谱法（ICP—OES）测定食品中 Al、As、Ba、B、Cd、Ca、Cr、Co、Cu、Fe、Pb、Mg、Mn、Mo、Ni、P、K、Na、Sn、Tl、V、Zn。AOAC 官方分析方法 990.05《 Copper, Iron, and Nickel in Edible Oils and Fats Direct Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometric Method》采用石墨炉原子吸收光谱法（GFAAS）测定食用油脂中 Cu、Fe 和 Ni。英国及欧盟标准 BS EN ISO 8394：2000《Animal and Vegetable fats and oils—Determination of Copper, iron and nickel contents—Graphitefarnace atomic absorption methocl》和 BS EN ISO 661：2005《Animal and vegetable fats and oils-preparation of test sample》，样品处理后稀释，采用石墨炉原子吸收光谱测定。灰化温度为 1200℃，原子化温度为 2700℃。我国 GB 5009.138-2017《食品安全国家标准食品中镍的测定》采用湿消解、微波消解、压力罐消解和干法灰化进行样品前处理，石墨炉原子吸收光谱法测定，但缺少电感耦合等离子体质谱法。本修订加入电感耦合等离子体质谱法作为第二法，直接引用 GB5009.268-2016《食品安全国家标准食品中多元素的测定》第一法。

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	美国		《Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometric Determination of Elements in Food Using MicrowaveAssisted Digestion》	电感耦合等离子发射光谱法	食品	非等效
2	AOAC	990.05	《 Copper, Iron, and Nickel in Edible Oils and Fats Direct Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrophotometric Method》	石墨炉原子吸收光谱法	食用油脂	非等效
3	英国及欧盟	BS EN ISO 8394：2000	《 Animal and Vegetable fats and oils—Determination of Copper, iron and nickel contents—Graphitefarnace atomic absorption methocl》	石墨炉原子吸收光谱法	动植物油	非等效
4	英国及欧盟	BS EN ISO 661：2005	《 Animal and vegetable fats and oils-preparation of test sample》	石墨炉原子吸收光谱法	动植物油	非等效
5	中国	GB 5009.138-2017	《食品安全国家标准食品中镍的测定》	石墨炉原子吸收光谱法	食品	等效

四、其他需要说明的事项

无。