

《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》(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-2018-038),项目承担单位为上海市质量监督检验技术研究院、深圳职业技术大学、黑龙江省绿色食品科学研究所和浙江省检验检疫科学技术研究院。2018年12月2日正式启动,2019年1月18日召开食品安全国家标准项目启动会,2019年1月1日至12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,2020年11月1日形成草案,2020年11月1日至12月15日进行行业内征求意见,期间未收到重大分歧意见,2021年1月7日形成《食品安全国家标准 食品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定》草稿。2024年7月31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二十次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准规定了食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定方法。本标准第一法适用于食品(特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品除外)中亚硝酸盐和硝酸盐的测定,第二法和第三法适用于食品中亚硝酸盐和硝酸盐的测定,第四法适用于新鲜蔬菜、水果中硝酸盐的测定。本标准与GB 5009.33-2016相比,增加了连续流动分析-分光光度法为第三法,调整原第三法蔬菜、水果中硝酸盐的测定为第四法;增加了第一法婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、干燕窝、燕窝及其制品的提取方法;增加了第二法婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、特殊医学用途配方食品、特殊医学用途婴儿配方食品、干燕窝、燕窝及其制品的提取方法和脱色步骤;修改了第二法标准溶液的配制方法和还原效率的计算方法;修改了方法的检出限和定量限。

第一法为离子色谱法,离子色谱法测定亚硝酸盐在0.010 mg/L~0.20 mg/L范围内具有良好线性,线性相关系数 ≥ 0.99 ,加标回收率在90.9%~97.3%之间,相对标准偏差 $\leq 10\%$ 。硝酸盐在0.10 mg/L~2.0 mg/L范围内具有良好线性,线性相关系数 ≥ 0.99 ,加标回收率在90.2%~98.7%之间,相对标准偏差 $\leq 10\%$ 。亚硝酸盐检出限:腌鱼类、腌肉类及其他腌制品、燕窝制品0.25 mg/kg,乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品0.2 mg/kg,液体乳0.05 mg/kg,干燕窝0.5 mg/kg,新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品0.1 mg/kg;亚硝酸盐定量限:腌鱼类、腌肉类及其他腌制品、燕窝制品0.5 mg/kg,乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品0.4 mg/kg,液体乳0.1 mg/kg,干燕窝1 mg/kg,新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品0.2 mg/kg。硝酸盐检出限:腌鱼类、腌肉类及其他腌制品、燕窝制品0.5 mg/kg,乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品0.4 mg/kg,新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品0.2 mg/kg,液体乳0.1 mg/kg,干燕窝1 mg/kg;硝酸盐定量限:腌鱼类、腌肉

类及其他腌制品、燕窝制品 1 mg/kg, 乳粉、干酪及婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品 0.8 mg/kg, 液体乳 0.2 mg/kg, 干燕窝 2 mg/kg, 新鲜蔬菜、水果等植物性试样和肉类、蛋、水产及其制品、其他样品 0.4 mg/kg。

第二法为分光光度法, 亚硝酸盐在 0.02 mg/L~0.25 mg/L 内具有良好线性, 线性相关系数 ≥ 0.999 。亚硝酸盐的实验平均加标回收率为 92.0%~95.3%, 相对标准偏差为 $\leq 10\%$, 硝酸盐的实验平均加标回收率为 93.4%~95.3%, 相对标准偏差为 $\leq 10\%$ 。亚硝酸盐检出限: 液体乳 0.020 mg/kg, 乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 0.15 mg/kg, 干燕窝 0.60 mg/kg, 干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他样品 0.30 mg/kg; 亚硝酸盐定量限: 液体乳 0.060 mg/kg, 乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 0.50 mg/kg, 干燕窝 2.0 mg/kg, 干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品、燕窝制品及其他样品 1.0 mg/kg。硝酸盐检出限: 液体乳 0.20 mg/kg, 乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 1.5 mg/kg, 干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他样品 3.0 mg/kg, 干燕窝 6.0 mg/kg; 硝酸盐定量限: 液体乳 0.60 mg/kg, 乳粉、特殊医学用途婴儿配方食品以及特殊医学用途配方食品 5.0 mg/kg, 干燕窝 20 mg/kg, 干酪、婴幼儿谷类辅助食品等含淀粉样品含量样品、燕窝制品及其他 10 mg/kg。

第三法为新增方法连续流动分析-分光光度法。其前处理参考第二法, 检出限和定量限也同第二法。当亚硝酸盐的浓度在 0 mg/L~1.0 mg/L 范围内, 标准曲线关系良好, 实验平均加标回收率为 80.0%~108.0%, 相对标准偏差 $\leq 10\%$; 当硝酸盐的浓度在 0 mg/L~5.0 mg/L 的范围内时, 线性关系良好, 实验平均加标回收率为 81.7%~109.3%之间, 相对标准偏差 $\leq 10\%$ 。

第四法为原标准第三法蔬菜、水果中硝酸盐的测定 紫外分光光度法, 此次将原有的标题简化为蔬菜、水果中硝酸盐的测定, 增加定量限为 4.0 mg/kg。

5家实验室间的方法验证, 结果均符合GB 5009.295-2023《食品安全国家标准 化学分析方法验证通则》中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

我国标准 GB 2760-2024《食品添加剂使用标准》中规定肉类食品中亚硝酸盐和硝酸盐的最大使用量和残留量限值, 我国标准 GB 2762-2022《食品中污染物限量》、GB 25596-2010《食品安全国家标准 特殊医学用途婴儿配方食品通则》、GB 29922-2013《食品安全国家标准 特殊医学用途配方食品通则》中规定了食品中亚硝酸盐和硝酸盐限量要求。

国内检测标准主要涉及了水、饲料、化妆品、盐、糖、植物食品等, 使用的方法主要由分光光度、离子色谱、比色法等。国外标准主要由 AOAC 和 ISO 系列的, 目前 AOAC 收录的亚硝酸盐和硝酸盐测定方法主要为分光光度法, 涉及肉、面粉、动物饲料及婴幼儿食品等, 即采用重氮偶合比色法和镉柱还原法进行亚硝酸

盐和硝酸盐的测定。ISO 14673 系列标准对于牛奶及其制品中亚硝酸盐和硝酸盐的检测分别采用了镉柱还原法、流动分析法。

表 1 国内外相关标准情况

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	AOAC	Official Method 935.48	Nitrates and Nitrites in Meat	分光光度法	肉	非等效
2	AOAC	Official Method 951.03	Nitrogen (Nitrite) in Flour	目视比色法	面粉	非等效
3	AOAC	Official Method 964.13	Nitrites in Curing Preparations	滴定法	婴儿配方奶粉	非等效
4	AOAC	Official Method 968.07	Nitrogen (Nitrate and Nitrite) in Animal Feed	分光光度法	饲料	非等效
5	AOAC	Official Method 973.31	Nitrites in Cured Meat	分光光度法	肉	非等效
6	AOAC	Official Method 976.14	Nitrate and Nitrite in Cheese	分光光度法	干酪	非等效
7	AOAC	Official Method 993.03	Nitrate in Baby Foods	分光光度法	婴幼儿食品	非等效
8	AOAC	Official Method 998.11	Screening Test for Nitrate in Forages with a Test Strip	试纸条法	饲料	非等效
9	ISO	14673-1-2004	Milk and milk products — Determination of nitrate and nitrite contents-Part 1: Method using cadmium reduction and spectrometry	分光光度法	乳	非等效
10	ISO	14673-2-2004	Milk and milk products — Determination of nitrate and nitrite contents —Part 2: Method using segmented flow analysis (Routine	流动分析	乳	非等效

			method)			
11	ISO	14673-3-2004	Milk and milk products — Determination of nitrate and nitrite contents —Part 3: Method using cadmium reduction and flow injection analysis with in-line dialysis (Routine method)	流动分析	乳	非等效
12	GB	8538-2022	食品安全国家标准 饮用天然矿泉水检验方法	分光光度法	水	非等效
13	GB/T	5750.5-2023	生活饮用水标准检验方法 无机非金属指标	重氮偶合 分光光度法	水	非等效
14	GB/T	6912-2008	锅炉用水和冷却水分析方法 亚硝酸盐的测定	分子吸收 光度法、 紫外分光 光度法	原水、锅炉水、冷 却水	非等效
15	GB/T	7493-1987	水质 亚硝酸盐氮的测定 分光光度法	分光光度 法	饮用水、地下水、 地面水及废水	非等效
16	GB/T	13085-2018	饲料中亚硝酸盐的测定 比色法	比色法	饲料原料、配合 饲料、浓缩饲料 及精料补充剂	非等效
17	GB/T	24800.13-2009	化妆品中亚硝酸盐的测定 离子色谱法	离子色谱 法	皮肤护理类化妆 品	非等效
18	QB/T	4446-2012	制盐工业通用检测方法 亚硝酸盐的测定	分光光度 法	盐产品	非等效
19	QB/T	5013-2016	食糖中亚硝酸盐的测定	离子色谱 法	食糖	非等效
				分光光度 法	白砂糖、绵白糖、 单晶体冰糖等颜 色较浅的食糖	非等效
20	NY/T	1375-2007	植物产品中亚硝酸盐与硝酸盐的测定 离子	离子色谱	粮食、蔬菜、水果	非等效

			色谱法	法	等植物产品	
--	--	--	-----	---	-------	--

四、其他需要说明的事项

无。

食品安全国家标准公开征求意见