

《食品安全国家标准 食品中壬基酚的测定》（征求意见稿）

编制说明

一、标准起草基本情况

本标准于 2017 年立项（项目编号 spaq-2017-080），项目承担单位为北京市食品安全监控和风险评估中心（北京市食品检验所）。2017 年 11 月 8 日正式启动，2017 年 11 月 10 日至 2018 年 9 月 15 日开展了方法开发、方法学验证及样品检测，2018 年 9 月 22 日至 10 月 22 日组织了 5 家单位对方法进行了验证，2018 年 11 月 15 日形成草案，2018 年 11 月 27 日至 12 月 20 日进行行业内征求意见，2018 年 12 月 31 日形成《食品安全国家标准 食品中壬基酚的测定》草稿。2020 年 4 月 21 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次会议审查通过。

二、标准的主要技术内容

本标准适用于饮料类食品、乳及乳制品、谷物及其制品、焙烤食品、水果、蔬菜、食用植物油、肉及其肉制品及特殊膳食用食品中 4-壬基酚的测定。

本标准根据国家食品安全风险监测情况和壬基酚在食品接触材料中的迁移及文献调研数据确定了方法适用范围，并从目标化合物的选择、前处理条件的优化、仪器条件的选择等方面进行试验，建立了食品中 4-壬基酚的测定方法。本标准最终选取试样用乙腈提取，反相 C18 色谱柱分离，液相色谱-串联质谱仪检测，同位素内标法进行定量测定。并开展了方法的检出限、定量限、线性范围、精密度、准确度、稳定性等方法学研究。

按照建立的检测方法对包装饮用水、苹果汁、植物油、婴幼儿营养饼干、猪肉、面条、苹果、液体乳、面包、胡萝卜、核桃乳、发酵乳、婴幼儿配方乳粉、婴幼儿营养米粉、果汁泥等样品进行添加回收实验，称取基质样品 1.0 g，包装饮用水在 0.1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 分别添加标准品溶液（ $n=6$ ）；其他基质在 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ （特殊膳食用食品增加 600 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ）分别添加标准品溶液（ $n=6$ ），按照拟定的样品处理方法进行处理，进行添加回收试验与精密度试验，计算平均回收率，考察方法的准确度和精密度。壬基酚的平均回收率分别为 89.1%-104.4%，相对标准偏差（RSD）分别为 2.44%-9.35%。当试样量为 1.0 mL 时，包装饮用水的检出限为 0.05 $\mu\text{g}/\text{L}$ ，定量限为 0.1 $\mu\text{g}/\text{L}$ ；当试样量为 1 g（精确至 0.01 g）时，其它类食品的检出限均为 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，定量限均为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。各基质样品在拟定添加水平上方法的准确度和精密度满足分析的要求。

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

目前，国家卫生健康委已将婴幼儿配方乳粉中的壬基酚作为风险因子进行监测，并规定婴幼儿配方乳粉中壬基酚残留临时限量值为 $\leq 600 \mu\text{g}/\text{kg}$ 。我国现有壬基酚相关标准方法 7 个，主要涉及纺织品和包装材料，其中，涉及食品的两个标准方法：（1）GB 31660.2-2019《食品安全国家标准 水产品中辛基酚、壬基酚、双酚 A、己烯雌酚、雌酮、17 α -乙炔雌二醇、17 β -雌二醇、雌三醇残留量的测定 气相色谱-质谱法》，该法规定了鱼、虾、蟹、贝类、海参、鳖等水产品可食组织中壬基酚的测定方法，其方法原理为经乙酸乙酯提取后，七氟丁酸酐衍生，气相色谱-质谱法测定，外标法定量，该标准仅适用于水产品的检测，不能覆盖所

有食品类型；(2) 我国原食药局指定的检验方法《食品中双酚 A 和壬基酚测定方法 高效液相色谱-串联质谱法》(食药监食药三便函[2014]73 号)，该法仅适用于婴幼儿奶粉及食用植物油中壬基酚含量的测定，直接采用乙酸乙酯-环己烷提取乳粉样品，会造成样品基质内部的壬基酚未能释放出来，只能测定乳粉表面的壬基酚。

与壬基酚检测相关的国际标准 (ISO、ASTMD、JISK 标准) 均为液相色谱-质谱联用法或气相色谱-质谱联用法，适用范围为水和土壤，ISO、AOAC 标准或法规均无适用于食品的检测标准方法。目前美国国家环保局 (EPA) 推荐，在淡水中壬基酚的含量不应高于 6.6 $\mu\text{g/L}$ ，在咸水中不应高于 1.7 $\mu\text{g/L}$ 。丹麦规定饮用水中壬基酚不得超过 0.5 $\mu\text{g/L}$ (以苯酚计)。欧盟和美国对食品中壬基酚暴露量并没有提出最低限量，也没有对食品包装材料中壬基酚具体迁移限量做出规定。

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