



中华人民共和国国家标准

GB 5009.26—2023

食品安全国家标准

食品中 *N*-亚硝胺类化合物的测定

2023-09-06 发布

2024-03-06 实施

中华人民共和国国家卫生健康委员会
国家市场监督管理总局 发布

前 言

本标准代替 GB 5009.26—2016《食品安全国家标准 食品中 *N*-亚硝胺类化合物的测定》。

本标准与 GB 5009.26—2016 相比,主要变化如下:

- 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。

食品安全国家标准

食品中 *N*-亚硝胺类化合物的测定

1 范围

本标准规定了食品中 *N*-二甲基亚硝胺(NDMA)的测定方法。
本标准适用于肉及肉制品、水产动物及其制品中 *N*-二甲基亚硝胺的测定。

第一法 水蒸气蒸馏-气相色谱-质谱/质谱法

2 原理

本法以 *N*-二甲基亚硝胺- D_6 为内标,试样中加入内标,经水蒸气蒸馏,样品中的 *N*-二甲基亚硝胺通过二氯甲烷吸收,液液萃取分离,采用气相色谱-质谱/质谱仪(GC-MS/MS)测定,内标法定量。

3 试剂与材料

除非另有说明,本方法所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的一级水。

3.1 试剂

- 3.1.1 二氯甲烷(CH_2Cl_2):色谱纯。
- 3.1.2 浓硫酸(H_2SO_4):18.4 mol/L。
- 3.1.3 异辛烷(C_8H_{18}):色谱纯。
- 3.1.4 无水硫酸钠(Na_2SO_4)。
- 3.1.5 氯化钠(NaCl):优级纯。

3.2 试剂配制

硫酸溶液(1+3):量取 30 mL 浓硫酸,缓缓倒入 90 mL 冷水中,一边搅拌使得充分散热,冷却后小心混匀。

3.3 标准品

- 3.3.1 *N*-二甲基亚硝胺标准溶液($C_2H_6N_2O$,CAS 号:62-75-9):质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的 *N*-二甲基亚硝胺甲醇溶液,或经国家认证并授予标准物质证书的标准品。
- 3.3.2 *N*-二甲基亚硝胺- D_6 内标标准溶液(NDMA- D_6 , $C_2D_6N_2O$,CAS 号:17829-05-9):质量浓度为 1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$,溶剂为甲醇。

3.4 标准溶液配制

- 3.4.1 *N*-二甲基亚硝胺标准储备液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):准确吸取 1.0 mL *N*-二甲基亚硝胺标准溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$),置于 10 mL 容量瓶中,用二氯甲烷定容至刻度,混匀。将溶液转移至棕色玻璃容器内,