

《食品安全国家标准 食品中香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素的测定》（征求意见稿）编制说明

一、标准起草的基本情况

本标准制定任务来源于国家卫生健康委员会（原国家卫生和计划生育委员会）委托制定的食品安全国家标准项目，由厦门海关技术中心（原厦门出入境检验检疫局检验检疫技术中心）和上海市质量监督检验检疫技术研究院负责起草制定 SPAQ-2017-073《食品安全国家标准食品中香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素的测定》。2017年11月8日收到正式通知，2017年11月16日在北京召开2017年食品安全国家标准项目启动会，启动会后项目组正式协调成立，在广泛调查研究和讨论的基础上，起草了本标准。标准分为液相、液质、气质三种检测方法，并邀请了四家专业技术机构进行标准方法验证工作。2018年12月在方法验证的基础上，形成讨论稿，并通过信函的方式向有关机构和专家广泛征求意见，期间未收到重大分歧意见，经整理归纳后，形成送审稿。

二、标准的主要技术内容及修改情况

本标准适用于婴幼儿配方奶粉、婴幼儿谷类辅助食品、糕点、糖果、牛奶、面粉、饮料中香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素的测定。相较于SN/T 4318-2015，增加香兰素等三种目标物质，增加了婴幼儿食品、奶粉、牛奶、面粉等样品基质。

本标准从提取溶剂、提取体积、超声时间、氮吹、加酸体积、固相萃取小柱的选择、色谱条件等方面对于四种香兰素类化合物的提取进行分析。最终选取乙腈为提取溶剂，提取体积为20mL，超声时间为30min，不同基质的加酸体积为0-40 μ L，选取HLB为净化小柱，选择氮吹至近干方式，选择C18柱为色谱分离柱。第一法为液相色谱法，当称样量为1 g时，香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素检出限为0.09 mg/kg，定量限为0.2 mg/kg。当香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素、香豆素的浓度在0.2 mg/L-2 mg/L范围内时，线性关系良好。实验平均加标回收率为80.5%-98.9%，相对标准偏差为0.49%-12.1%。第二法为液相色谱-质谱/质谱法，当取样量为1.0 g时，香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素检出限均为0.015 mg/kg，定量限均为0.05 mg/kg。当香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素、香豆素的浓度在0.05 mg/L-5 mg/L范围内时，线性关系良好。平均加标回收率为81.7%-102%，相对标准偏差为1.06%-13.9%。第三法为气相色谱-质谱法，当取样量为1.0 g时，香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素检出限均为0.015 mg/kg，定量限均为0.05 mg/kg。结果显示，香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素和香豆素在0.05-2.00 mg/L范围内线性关系良好。平均回收率范围为78.8%-106.9%，相对标准偏差RSD为1.18%-8.50%。四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

我国标准 GB 2760-2016《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》中严格规定了较大婴儿和幼儿配方食品中可以使用香兰素、乙基香兰素和香荚兰豆浸膏(提取物)，最大使用量分别为 5 mg/100mL、5 mg/100mL 和按照生产需要适量使用，其中 100 mL 以即食食品计，生产企业应按照冲调比例折算成配方食品中的使用量；婴幼儿谷类辅助食品中可以使用香兰素，最大使用量为 7 mg/100g,其中 100 g 以即食食品计，生产企业应按照冲调比例折算成谷类食品中的使用量。凡使用范围涵盖 0 至 6 个月婴幼儿配方食品不得添加任何食品用香料，并明确指出在巴氏杀菌乳等 14 类新鲜原味食品中不得添加任何食品用香料。

美国 FDA、英国食品标准化委员会、德国烟草法、印度、中国台湾食品管理机构等规定食品中禁用香豆素。欧洲食品安全局规定甜点、早餐麦片、面包中香豆素限量为 5~50 mg/kg。澳大利亚规定酒精饮料中，香豆素限量为 10 mg/kg。未查到 AOAC、ISO 等其他相关国际法规标准的规定。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	与修订标准的关系
1	中国	GB 1886.16-2014	《食品安全国家标准 食品添加剂 香兰素》	气相色谱法	香兰素添加剂	非等效
2	中国	GB 1886.283-2014	食品安全国家标准 食品添加剂 乙基香兰素	气相色谱法	乙基香兰素添加剂	非等效
3	中国	SNT 4318-2015	出口食品中香豆素、6-甲基香豆素、二氢香豆素、7-甲氧基香豆素、醋硝香豆素、7-乙氧基-4-甲基香豆素含量的测定 液相色谱-质谱质谱法	液相色谱-质谱-质谱法	饼干、饮料(包含酒精饮料)、冰淇淋和口香糖	非等效

四、其他需要说明的事项

无。