

ICS 67.040  
C 53



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 5009.26—2003  
代替 GB/T 5009.26—1996

---

## 食品中 N-亚硝胺类的测定

Determination of N-nitrosamines in foods

2003-08-11 发布

2004-01-01 实施

中华人民共和国卫生部 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 前 言

本标准代替 GB/T 5009.26—1996《食品中 N-亚硝胺类的测定方法》。

本标准与 GB/T 5009.26—1996 相比主要修改如下：

- 修改了标准的中文名称,标准中文名称改为《食品中 N-亚硝胺类的测定》;
- 按照 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分:化学分析方法》对原标准的结构进行了修改。

本标准由中华人民共和国卫生部提出并归口。

本标准第一法由北京医科大学公共卫生学院、中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所负责起草。

本标准第二法由吉林省卫生防疫站负责起草。

本标准于 1985 年首次发布,1996 年第一次修订,本次为第二次修订。

# 食品中 N-亚硝胺类的测定

## 第一法 气相色谱-热能分析法

### 1 范围

本标准规定了用气相色谱-热能分析仪(GC-TEA)测定啤酒中挥发性 N-亚硝胺的测定方法。

本标准适用于啤酒中 N-亚硝基二甲胺含量的测定。

仪器的最低检出量为 0.1 ng,在试样取样量为 50 g,浓缩体积为 0.5 mL,进样体积为 10  $\mu$ L 时,本方法的最低检出浓度为 0.1  $\mu$ g/kg;在取样量为 20 g,浓缩体积为 1.0 mL,进样体积为 5  $\mu$ L 时,本方法的最低检出浓度为 1.0  $\mu$ g/kg。

### 2 原理

试样中 N-亚硝胺经硅藻土吸附或真空低温蒸馏,用二氯甲烷提取、分离,气相色谱-热能分析仪(GC-TEA)测定。其原理如下:

自气相色谱仪分离后的亚硝胺在热解室中经特异性催化裂解产生 NO 基团,后者与臭氧反应生成激发态 NO\*。当激发态 NO\* 返回基态时发射出近红外区光线(600 nm~2 800nm)。产生的近红外区光线被光电倍增管检测(600 nm~800 nm)。由于特异性催化裂解与冷阱或 CTR 过滤器除去杂质,使热能分析仪仅仅能检测 NO 基团,而成为亚硝胺特异性检测器。

### 3 试剂

3.1 二氯甲烷:每批取 100 mL 在水浴上用 K-D 浓缩器浓缩至 1 mL,在热能分析仪上无阳性响应。如有阳性响应,则需经全玻璃装置重蒸后再试,直至阴性。

3.2 氢氧化钠溶液(1 mol/L):称取 40 g 氢氧化钠(NaOH),用水溶解后定容至 1 L。

3.3 硅藻土:Extrelut(Merck)。

3.4 氮气。

3.5 盐酸(0.1 mol/L)。

3.6 无水硫酸钠。

3.7 N-亚硝胺标准储备液(200 mg/L):吸取 N-亚硝胺标准溶液 10  $\mu$ L(约相当于 10 mg),置于已加入 5 mL 无水乙醇并称重的 50 mL 棕色容量瓶中,称量(准确到 0.000 1 g)。用无水乙醇稀释定容,混匀。分别得到 N-亚硝基二甲胺、N-亚硝基二丙胺、N-亚硝基吗啉的储备液。此溶液用安瓿密封分装后避光冷藏(-30℃)保存,两年有效。

3.8 N-亚硝胺标准工作液(200  $\mu$ g/L):吸取上述 N-亚硝胺标准储备液 100  $\mu$ L,置于 10 mL 棕色容量瓶中,用无水乙醇稀释定容,混匀。此溶液用安瓿密封分装后避光冷藏(4℃)保存,三个月有效。

### 4 仪器

4.1 气相色谱仪。

4.2 热能分析仪。

4.3 玻璃层析柱:带活塞,8 mm 内径,400 mm 长。

4.4 减压蒸馏装置。

4.5 K-D 浓缩器。