

的测定方法规定第一法为薄层层析法,第二法为紫外分光光度法,第三法为酚磺酞比色法。另外,附两个参考方法:高效液相色谱法及离子选择电极测定法。我们为了解该分析在各实验室之间及各种测定方法之间的可比性,于1987年11月组织全省20个市、县卫生防疫站实验室进行“食物中糖精钠测定比对试验”。比对结果,我们认为6种测定方法之间有一定可比性,但就单独一种方法而言,测得数据均较分散。现将此项试验简要介绍如下。

1 糖精钠标样的制备和分发

取面粉1500 g,加菜油250 g,取糖精钠,(干燥品)0.21 g,加适量水溶解后,加入面粉中,容器用水洗数次,洗液全部加入面粉中,然后充分搅拌,将面粉反复搓揉,使与菜油成均匀的油面团,然后分成小块,置105℃烤箱中烘至干脆,称得重量为1594g。用粉碎机粉碎,再过40目筛数次,以充分混匀,然后用小塑料袋分装,每袋50 g,封口。为防止吸水,塑料袋外面再包一层塑料膜,

一个月内报测定结果。测定方法任选,报结果时予以注明。

0.21 g 糖精钠干燥品相当于0.2468 g 含水糖精钠,所以本标样的糖精钠理论含量为0.154 g/kg。经笔者用第一法测定5次,测得结果为0.15g/kg, 0.15g/kg, 0.125g/kg, 0.15g/kg, 0.14g/kg, 平均值为0.14g/kg。

2 比对结果统计

20个参加实验室共报出24个测定数据,所用方法除国标中的5种测定方法外,有三个实验室还采用了纳氏比色法;并有一个实验室采用二种测定方法,报二种测定结果的(见图),方法使用次数及其测定结果见附表。

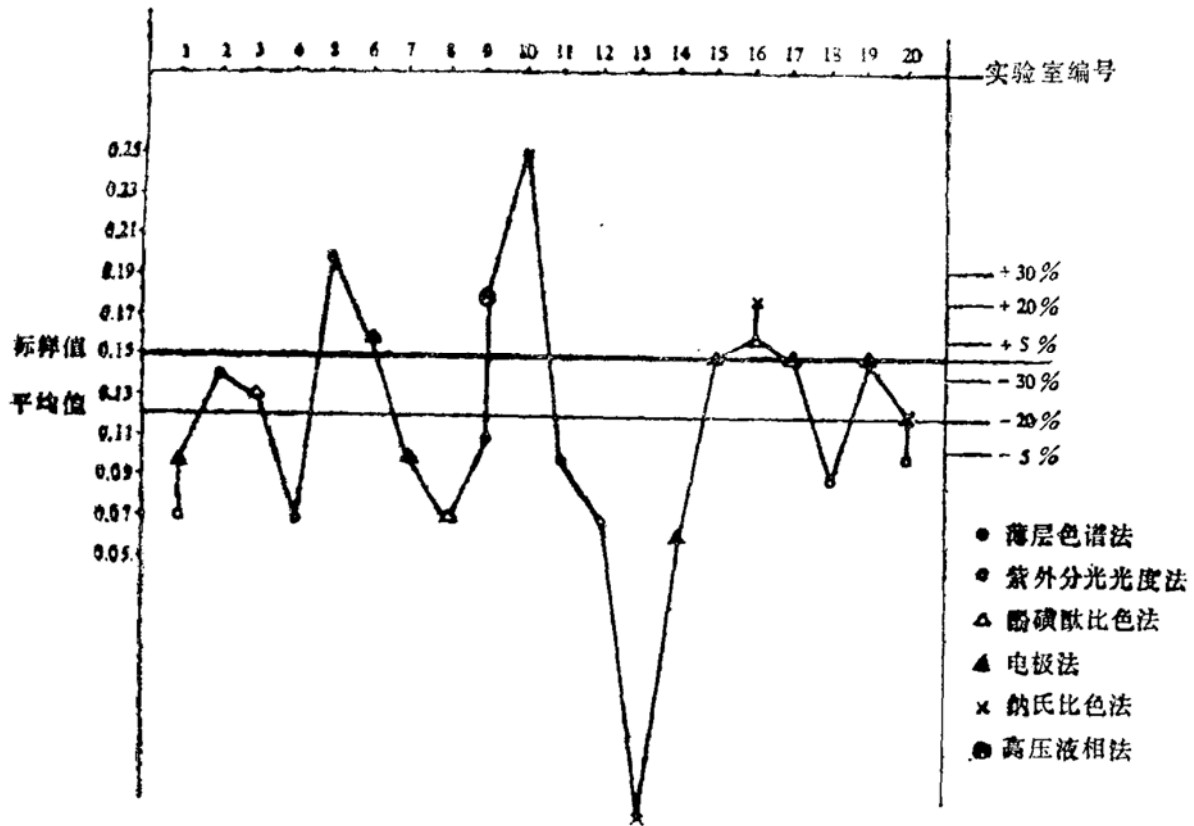
因测定方法分散,若按通常分析质量控制评价方法来评价结果,颇为困难。故我们提出以配制标样的计算值0.15g/kg作对比值。经统计处理,除去二个“离群值”外,平均值为0.12g/kg,标准差为0.041,变异系数为36.8%,误差范围在0.15±5%之内占30%,0.15±20%之内占45%,0.15±

附表

6种分析方法使用次数及其测定结果

测定方法	参加实验室数	测定结果(g/kg)	平均值	极差
薄层层析法	4	0.07~0.11	0.09	0.04
紫外分光光度法	6	0.07~0.20	0.11	0.13
酚磺酞比色法	4	0.07~0.16	0.13	0.09
电极法	6	0.06~0.16	0.12	0.10
纳氏比色法	3	0.12~0.18	0.15	0.06
高压液相法	1	0.18	/	/

注:薄层法和纳氏法分别除去一个“离群值”。



30%之内占50%。

3. 讨论

3.1 从20个实验室测定结果来看,国标方法的测定数据60%在0.10~0.16g/kg之内,所以各方法之间有一定可比性。其中酚磺酞比色法和离子选择电极法的结果较佳,数据比较集中,平均值与标样值最为接近。

3.2 薄层层析法测定结果普遍偏低,我们认为主要原因一是方法本身比较粗糙,二是与操作者的技艺有很大关系。该方法一般易偏低,现作国标仲裁方法值得磋商,但作为定性和概略定量手段还是可靠的。

3.3 高压液相色谱在目前还不能普及,而离子选择电极方法比较易行,基层单位也能开展,建议扩大样品品种测试,验证后列为

国标正式方法。方法使用次数及其测定结果见附表。

3.4 影响糖精钠测定结果的主要因素是样品前处理,尤其是透析纸。所以每批透析纸应首先作回收试验,回收率达90%以上方可使用。

3.5 纳氏比色法现在国标方法中虽已被淘汰,但是此方法只要样品前处理得当,可避免假阳性,对一些条件较差的基层单位用作监督手段仍有帮助。

参 考 文 献

①中华人民共和国国家标准。食品卫生检验方法(理化部份),1985-05-16发布。

②陈守建等。水质分析质量控制。仪器分析通讯1983。(2)。