

表 2 实际样品测定结果

样品编号	测定结果(g/100 g)							RSD(%)
	1	2	3	4	5	6	均值	
样品 1	2.84	2.76	2.87	2.81	2.91	2.79	2.83	2.03
样品 2	2.73	2.90	2.86	2.98	2.77	2.82	2.84	3.21
样品 3	2.69	2.73	2.79	2.75	2.82	2.77	2.76	1.68
样品 4	3.02	2.96	2.84	2.92	2.88	2.90	2.92	2.16
样品 5	2.58	2.81	2.67	2.73	2.76	2.70	2.71	3.01
样品 6	2.78	2.66	2.74	2.82	2.71	2.85	2.76	2.64

根据国标方法^[1,3]中常用的蛋白沉淀剂与不引入阳离子的前提下,考虑到乙腈含氨基,而甲醇与硫酸生成硫酸酯类,因此它们不适用于该方法沉淀蛋白。试验证明使用 15 %三氯乙酸沉淀乳中蛋白效果较好^[3],能快速有效沉淀蛋白。

3.3 消化条件选择

凯氏定氮法的消化方法使样液中含大量的 K⁺及 Cu²⁺^[1,2],用离子色谱测定时铵、钾分离度变差,色谱柱压增大,亦造成柱效降低及抑制器管道堵塞;本法采用少量硫酸 - 双氧水消化样品^[5],不引入其他阳离子,消化快速、环保,有利于离子色谱分析。

3.4 色谱柱及淋洗液的选择

文献^[5,6]报道了 Inpac CS12A 色谱柱分离钠、铵、钾、镁、钙及其淋洗液的条件,该柱淋洗液为流速 1.0 ml/min的20 mmol/L 甲烷磺酸溶液,遵照该条件进行 5 种组分的分离试验,得到了满意效果,其相邻两组分分离度均大于 2。

3.5 抑制器电流

分别设定抑制器电流为 50、55、60、65 mA进行比较,结果表明 50~60 mA时虽能抑制背景电导,但测定NH₄⁺-N灵敏度较低,而选用65 mA则可有效抑制背景电导,测定NH₄⁺-N灵敏度较高。因此本方法抑制器电流设定为65 mA。

3.6 样液 pH 值

NH₄⁺在酸性条件下稳定,结合 Inpac CS12A 色谱柱的 pH 值稳定范围^[6],分别试验了样液 pH 值为 0.5~7 几种情况下 5 种阳离子的分离情况,结果表

明,pH 值为 0.5~1.5 时,离子洗脱时间快于标准系列,钠与铵、铵与钾的分离度较差;而 pH 值为 1.5~7 时,离子洗脱时间与标准系列无明显差别,相邻组分的分离度较理想。因此本方法样品溶液 pH 值控制在 1.5~7 之间。

3.7 干扰试验

在样品溶液中加入含量为20 mg/L的铁、铜、锰、锌,2 mg/L的砷、铅、镉阳离子,不干扰NH₄⁺-N测定,但长期使用将引发柱效降低及柱压升高、抑制器污染的问题^[6];磷、碘、氯等非金属元素在样品溶液中通常以酸根阴离子形式存在,在阳离子分离柱上无保留^[6],不干扰NH₄⁺-N测定。

参考文献

[1] 卫生部,中国国家标准化管理委员会. GB/T 5009.5—2003 食品卫生理化检验部分[S]. 北京:中国标准出版社,2003.

[2] 国家质检总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 5413.1—1997 婴幼儿配方食品和乳粉蛋白质的测定[S]. 北京:中国标准出版社,1997.

[3] 国家质检总局,中国国家标准化管理委员会. GB/T 21704—2008 乳与乳制品中非蛋白氮含量的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2008.

[4] 吴坤,孙秀发,张立实,等. 营养与食品卫生学[M]. 北京:人民卫生出版社,2006:55-84,110-113.

[5] 夏玉宇,张完白,郭荣芬,等. 化验员实用手册[M]. 北京:化学工业出版社,2005:423-425,1055-1070.

[6] 牟世芬,刘克纳,丁晓静,等. 离子色谱方法及应用[M]. 北京:化学工业出版社,2005:25-105.

[收稿日期:2009 - 03 - 31]

中图分类号:R155.57;O657.75;O629.73 文献标识码:B 文章编号:1004 - 8456(2009)06 - 0505 - 03

卫生部关于普通食品中有关原料问题的批复
卫监督函〔2009〕326号

上海市食品药品监督管理局:
你局《关于普通食品中有关原料问题的请示》(沪食药监食安〔2009〕303号)收悉。经研究,《卫生部关于进一步规范保健食品原料管理的通知》(卫法监发〔2002〕51号)规定的可用于保健食品的物品名单中所列物品及冬虫夏草目前均不得作为普通食品原料使用。
此复。

二〇〇九年七月二十二日