

## 中国总膳食研究中铅、镉、汞的测定方法

中国预防医学科学院营养与食品卫生研究所 苏 雁 高俊全 王淮洲

本文选择石墨炉原子吸收分光光度法测定铅、镉,用冷原子吸收分光光度法测定汞。

为了测定烹调和制备后的总膳食样品中铅、镉、汞含量,我们采用压力溶弹消化样品,此方法消化效果好,快速简便,所需试剂少,污染小。由于密闭装置,不会因挥发造成损失,也不受外界环境污染,而且用一个消化液可以同时测定铅、镉、汞含量,大大简化操作步骤。用这种方法测定 NBS 菠菜粉和牡蛎粉,以及烹调和制备后的 12 类总膳食样品中铅、镉、汞含量,得到满意结果。具体样品处理和测定步骤如下:准确称取样品 0.3000~0.5000 克,液体样品为 2.00ml 于压力溶弹的聚四氟乙烯罐内,加硝酸 3~4ml,放置过夜,再加 2~3ml 过氧化氢,盖好内盖,旋紧外盖,放入恒温干燥箱内,130℃ 保持 2~4 小时。自然冷却,将消化液移入 10ml 容量瓶中,用水少量多次洗罐并稀释至刻度,混匀。同样做试剂空白。分别按铅、镉、汞的方法测

定。测定菠菜粉铅、镉、汞的含量平均值分别为  $1.05 \pm 0.06$ ,  $1.2 \pm 0.1$ ,  $0.033 \pm 0.001 \mu\text{g/g}$ , 测定五次,变异系数为 5.7%, 6.8%, 12.1%, 铅、汞的给定保证值分别为  $1.2 \pm 0.2$ ,  $0.030 \pm 0.005 \mu\text{g/g}$ , 镉的参考值为  $1.5 \mu\text{g/g}$ , 牡蛎粉中铅、汞的含量平均值分别为  $0.45 \pm 0.03$ ,  $0.055 \pm 0.002 \mu\text{g/g}$ , 测定五次,变异系数分别为 6.7%, 3.6%, 给定的保证值分别为  $0.48 \pm 0.04$ ,  $0.057 \pm 0.015 \mu\text{g/g}$ 。回收实验是在菠菜粉和牡蛎粉中加入铅、镉、汞的标准溶液,加入量均为  $1.00 \mu\text{g/g}$ , 测得铅、镉、汞的平均回收率分别为 105% (85—112%), 97% (92—103%), 96% (85—121%), 变异系数分别为 11.5%, 4.3%, 14%。测定铅、镉、汞时 10 次空白值结果分别为  $3.6 \pm 0.52 \mu\text{g/g}$ ,  $0.045 \pm 0.010 \mu\text{g/g}$ ,  $0.153 \pm 0.036 \mu\text{g/g}$ , 铅、镉、汞的最低检出限分别为  $5.16 \mu\text{g/kg}$ ,  $0.10 \mu\text{g/kg}$ ,  $0.36 \mu\text{g/kg}$ 。

## 食物中有机磷农药多组分残留分析方法研究(II) 毛细管柱气相色谱分析方法

江西省食品卫生监督检验所 李洪波  
中国预防医学科学院营卫所 王绪卿

本文提出一个采用凝胶净化技术的食物中有机磷农药多组分残留毛细管柱气相色谱分析方法。国产凝胶(NGX-01)30g 湿法装

柱,食物样品(蔬菜、水果和粮食取样 10g,植物油 0.5g)的乙酸乙酯提取液脱水后经浓缩过凝胶柱净化,用氯仿—乙酸乙酯—环己烷

(0.20 : 0.35 : 0.45)作洗脱剂,收集 45—70ml 之间的流出液浓缩后采用带有 OV—101 毛细管柱的气相色谱仪进行分离, FPD—p 检测,内标法定量,不分流进样方式。结果表明,各类食物(蔬菜、粮食、水果和植物油等四类)经聚苯乙烯凝胶(NGX—01)柱净化后,98%以上的杂质被除去,净化液中杂质质量低于 1mg。净化后的色谱图无杂质干扰峰。13 种有机磷农药和内标物(O,O—二乙基—O—苯基硫代磷酸酯简称 DEPT)分

离良好,出峰顺序:敌百虫、敌敌畏、甲胺磷、乙酰甲胺磷、内标物、甲拌磷、乐果、乙拌磷、甲基 1605 杀螟松、马拉松、倍硫磷、乙基 1605、亚胺硫磷,最后一个农药(亚胺硫磷)的出峰时间约 34 分钟。农药在四类 14 种食物样品(大米、面粉、馒头、大白菜、油菜、菠菜、黄瓜、土豆、萝卜、西红柿、苹果、梨、柑桔和豆油)中的平均回收率在 80%以上,方法的最低检出浓度为 0.2—10bbp。

色谱条件:色谱柱:25m × 0.2mm i.d. OV—101 石英毛细管柱;FPD—p 和进样口温度:270C 柱温:60C 保持 1min,40C/min 至 110C,5C/min 升至 230C,40C/min 升至 265C,保持 7min; 气体流量:毛细管柱前压(N<sub>2</sub>)1.0Kg/cm,尾吹 50ml/min,空气 0.6Kg/cm,氦气 0.6Kg/cm; 不分流时间:1min;纸速 2.5mm/min;进样量:1ul。

## 一阶导数分光光度法测定糖果中食用色素

吉林省通化市卫生防疫站 潘晓菲 王俊霞

目前,人工合成色素广泛应用于食品加工业。常用的食用色素有亮兰、胭脂红、苋菜红、日落黄、柠檬黄等。国家卫生部对食品中使用色素的标准做了严格的规定,并规定婴幼儿食品中不得使用色素。为了保证这一规定的实施,我们采用一阶导数分光光度法测定糖果中的食用色素,收到了很好的效果。

食用色素均溶于水而不易溶于有机溶

剂。用一阶导数对糖果中的亮兰、日落黄、苋菜红等食用色素进行分析,发现在醋酸盐缓冲溶液中,食用色素有独特的峰、各极值,可明显区别,同时能用于含量测定。这种方法简便、快速,很适用混合色素的同时测定和不得加入色素食品的检验,优于吸附安法。在食品工业空前发展的今天,尤为适用。

## 高效液相色谱法测定蜜饯食品中的三种添加剂

卫生部食品卫生监督检验所 张莹 杨大进 方从容  
北京市卫生防疫站 孙淳 王心宇

蜜饯食品因含高糖、高果胶和淀粉,使测

定添加剂时提取有困难。本文介绍用丙酮、乙