

2 结果与讨论

2.1 TCA用量选择 在10.00 mg/L钾的标准中加入不同量的TCA溶液。实验表明:加入24% TCA溶液2.5 ml最为适合(溶液中含TCA 1.2%)。因此,选择在试样和标准系列中,其最后溶液中含TCA的量为1.2%。

2.2 吸收波长的选择 牛奶中钾的含量较高,属于常量分析,选择钾的次灵敏波长404.4 nm作测定波长,不但能满足试样测定的要求;且试样稀释倍数小,提高了测定的稳定性和重现性。

2.3 共存离子干扰 根据牛奶中有关物质的含量,按试验条件测定10.00 μg/ml钾,当相对误差不超过±2%时,允许下列离子共存(以μg计)Na⁺(100)、Ca²⁺(100)、Mg²⁺(100)、Fe³⁺(100)、Zn²⁺(100)。本法对钾离子有较好的选择性。这与文献报道相一致^[2]。

2.4 校正曲线 在试验条件下,钾在0.00~25.00 mg/L范围内线性良好,校正曲线为 $y = 412.65x + 0.0353$, $r = 0.9999$ 。

2.5 方法的准确度 按样品分析步骤对4份样品分别加入低、中、高含量的钾标准液,进行加标回收率实验,结果钾的回收率在95.7%~103.1%之间。样品中加入低、中、高含量的钾标准的平均回收率分别为:99.95%、99.73%、99.38%(表1)。

2.6 方法的精密度

应用该法对4种不同牛奶分别进行20次测定,结果RSD为1.35%~1.96%(表2)。

2.7 本法与国标方法比较 分别取不同牛奶5份,按本法与国标法同时测定,应用对子t检验对两种方法进行比较, $t = \bar{d}\sqrt{n}/s_d$ (\bar{d} 和 s_d 分别为配对结果的差值d的平均值和标准偏差),计算得到t值为0.196,而临

界值 $t_4 = 2.77$ ($\alpha = 0.05$),实验计算值t小于临界值,表明两种测定方法差异无统计学意义(表3)。

表1 回收率实验结果

样品编号	本底值(μg/ml)	标准加入量(μg/ml)	测定值(μg/ml)	回收率(%)
1	7.21	5.00	12.30	101.8
		10.00	17.15	99.4
		15.00	21.56	95.7
2	7.76	5.00	12.90	102.8
		10.00	17.92	101.6
		15.00	23.22	103.1
3	6.39	5.00	11.20	96.2
		10.00	16.23	98.4
		15.00	21.75	102.4
4	6.75	5.00	11.70	99.0
		10.00	16.70	99.5
		15.00	21.19	96.3

表2 精密度试验

样品编号	测定次数	范围(μg/ml)	平均值(μg/ml)	标准偏差(s)	相对标准差(%)
1	20	6.07~6.63	6.39	0.125	1.96
2	20	7.54~7.98	7.85	0.118	1.50
3	20	7.74~8.15	7.87	0.106	1.35
4	20	7.14~7.56	7.40	0.110	1.49

表3 牛奶中钾含量的测定结果比较

样品编号	本法(g/L)	国标法(g/L)	差值(d)
1	1.40	1.39	0.01
2	1.51	1.49	0.02
3	1.15	1.15	0.00
4	1.51	1.55	-0.04
5	1.42	1.42	0.00

参考文献

- [1] GB/T 5009.91—2003. 食品中钾的测定方法[S].
- [2] 宋吉利,陈旭伟,于春霞,等. 原子吸收光谱法测定浓缩果汁饮料的钾[J]. 中国卫生检验杂志, 2006, 16(3): 312.
- [3] 穆家鹏. 原子吸收分析方法手册[M]. 北京:原子能出版社, 1989:141.

[收稿日期:2008-11-20]

中图分类号:R15;O657.3;O614.113 文献标识码:B 文章编号:1004-8456(2009)02-0131-02

中华人民共和国卫生部

卫办监督函[2008]780号

卫生部办公厅关于硫酸亚铁使用问题的复函

质检总局办公厅:

你厅《关于请对食品臭干子中使用食品级硫酸亚铁做安全性评价的函》(质检办食监函[2008]633号)收悉。经研究,现回复如下:

《食品添加剂使用卫生标准》未将硫酸亚铁纳入着色剂范围,不能作为着色剂用于食品臭干子的生产。

关于申请将硫酸亚铁作为食品添加剂着色剂使用问题,应按《食品卫生法》和《食品添加剂卫生管理办法》执行。

专此函复。

卫生部办公厅
二 八年十一月二十六日