

## 实验技术与方法

## 固相萃取结合气相色谱法测定蔬菜中33种有机磷农药的残留量

于鸿<sup>1</sup>, 陈安<sup>2</sup>, 李晓晶<sup>1</sup>, 甘平胜<sup>1</sup>, 黄聪<sup>1</sup>

(1. 广州市疾病预防控制中心, 广东 广州 510080;

2. 中山大学化学与化学工程学院, 广东 广州 510275)

**摘要:**目的 建立蔬菜中33种有机磷农药残留量的分析方法。方法 蔬菜捣碎后经乙腈提取, 盐析, 浓缩, SPE柱净化, 丙酮定容, 采用DB-5MS毛细管柱和FPD检测器测定。可检测33种有机磷农药。结果 33种有机磷农药在40~800 μg/L质量浓度范围内呈线性, 相关系数(*r*)为0.998 8~0.999 9。加标回收率为73.1%~108.6%。相对标准偏差(*RSD*)为1.69%~8.39%。定量检出限3.5 μg/kg。结论 实验结果表明, 在设定色谱条件下用全自动固相萃取仪净化后测定有机磷农药具有简便, 快速, 灵敏, 准确的特点, 能满足蔬菜中有机磷农药残留量的检测要求。

**关键词:** 蔬菜; 有机磷农药; 固相萃取; 食品安全; 农药残留

中图分类号: TS207.5 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2011)04-0330-06

## Determination of 33 organophosphorous pesticide residues in vegetables by GC-SPE

Yu Hong, Chen An, Li Xiaojing, Gan Pingsheng, Huang Cong

(Guangzhou Center for Disease Control and Prevention, Guangzhou 510080, China)

**Abstract: Objective** To establish a method of determining 33 organophosphorous pesticide residues in vegetables.

**Methods** Samples were detected by a FPD detector after extracted, salted-out, concentrated and purified with DB-5MS capillary column. **Results** There was a good linearity between the peak area and the concentration of residues within the mass concentration rang of 40-800 μg/L, the correlation coefficients were 0.998 8-0.999 9. The recoveries of standard addition were in the range of 73.1%-108.6% and the *RSDs* were in the range of 1.69%-8.39%. The detection limits were 3.5 μg/L. **Conclusion** The established method of determining 33 organophosphorous pesticide residues in vegetables was simple, fast, sensitive, high accuracy and precision. The method could meet the requirements for the determination of organophosphorous pesticide residues in vegetables.

**Key words:** Vegetable; organophosphorous pesticide; solid phase extraction (SPE); food safety; pesticide residues

有机磷农药作为蔬菜水果生长过程中病虫害防治常用农药之一<sup>[1]</sup>, 是我国目前用量最大, 种类最繁多的一类农药。由于其具有广谱、高效、价格便宜的特点, 其在蔬菜水果种植中被广泛应用<sup>[2]</sup>, 已成为蔬菜水果的主要农药污染<sup>[3]</sup>。有机磷能够抑制乙酰胆碱酯酶活性, 对人和动物可造成急性中毒, 具有肝、肾、心、肺、生殖、免疫系统等毒性, 给人体健康带来极大危害<sup>[4]</sup>。因此蔬菜中有机磷农药残留量的测定是食品安全中的重要项目。

由于蔬菜样品基质复杂, 含有大量的色素等干扰物质, 严重干扰提取液中农药残留的检测, 因此前处理技术对蔬菜中农药残留的检测具有重要意义。传统农产品中农药残留分析的前处理以振荡提取、均质提取、液液萃取为主, 但是这些方法分别

存在自动化程度低、提取净化效率低、溶剂消耗量大和处理时间长等缺点。近年来又发展了超声萃取、固相萃取(SPE)<sup>[5]</sup>、微波辅助萃取(MAE)<sup>[6]</sup>、固相微萃取(SPME)<sup>[7]</sup>、基质固相萃取(MSPD)<sup>[8]</sup>等新的提取和分离富集前处理技术, 其中SPE技术能很好地减少蔬菜基质干扰, 大大提高样品的处理量, 农药回收率高, 方法精密度较好, 检测限低, 且操作简单、省时、省力、易于自动化, 相比于其他新技术更广泛地用于蔬菜中农残分析<sup>[9]</sup>。本研究针对蔬菜样品基质复杂、色素多等特点, 采用丙酮超声提取, 选用石墨碳黑/氨基(Carbon/Amino)固相萃取柱富集净化, 利用GC-FPD法同时测定蔬菜中33种有机磷农药。该方法操作简单、净化效果好、干扰少、灵敏度高。有效地降低了蔬菜本底干扰, 提高了检测灵敏度, 可满足残留检测和目前国外检测限量的需要, 实现了蔬菜中多种农药残留的同时快速检测。

收稿日期: 2010-09-17

作者简介: 于鸿 女 硕士 研究方向为理化检验

## 1 材料与方 法

### 1.1 仪器

Agilent HP 6890 型气相色谱仪, FPD 检测器, 色谱柱 DB-5MS 毛细管柱 (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm, 美国 Agilent 公司)。石墨碳黑/氨基 (Carbon/Amino) 固相萃取柱 (6 ml, 1 g); Gilson ASPECXL 全自动固相萃取仪 (美国, 吉尔森); N-EVAP 112 氮吹仪 (美国 Organomation Associates); SHZ-B 水浴恒温振荡器。

### 1.2 试剂与材料

乙腈 (Merck 色谱纯), 丙酮, 二氯甲烷, 无水硫酸钠, 氯化钠。淋洗液: 丙酮和二氯甲烷的混合液 (1:1)。蔬菜来源于广州农贸市场。

### 1.3 有机磷类农药标准品

甲胺磷、敌敌畏、乙酰甲胺磷、氧化乐果、异吸硫磷、灭线磷、治螟磷、久效磷、甲拌磷、乐果、乙拌磷、氯唑磷、异稻瘟净, 甲基毒死蜱, 甲基立枯磷、甲基对硫磷、皮蝇硫磷、杀螟硫磷、马拉硫磷、毒死蜱、对硫磷、水胺硫磷、溴硫磷、甲基异硫磷, 稻丰散, 杀扑磷、丙溴磷、乙硫磷、三唑磷、三硫磷, 哒嗪硫磷、亚胺硫磷、伏杀硫磷, 均购自德国 Dr. Ehrenstorfer 公司, 纯度均 ≥99.8%。

### 1.4 色谱分析条件

气相色谱采用 DB-5MS (30 m × 0.32 mm × 0.25 μm) 弱极性毛细管柱, 不分流进样口。进样口温度 240 °C, FPD 检测器, 温度 250 °C, 柱温: 从 80 °C 开始以 20 °C/min 速度升到 170 °C, 再以 2 °C/min 速度升到 180 °C, 停留 2 min, 然后再以 16 °C/min 速度升到 250 °C, 停留 4 min, 共 20 min。载气为高纯氮气 (99.99%), 总流量 13.7 ml/min, 压力 16 Pa。柱流量 2.0 ml/min, 压力 9.96 Pa。氢气流量 150 ml/min, 空气流量 110 ml/min, 补充气为氮气 58 ml/min。

### 1.5 样品处理

#### 1.5.1 提取

称取 30 g 切碎混匀的蔬菜于 200 ml 具塞三角烧瓶中, 加入 60 ml 乙腈振荡 1 h, 用滤纸过滤, 滤液收集到装有 10 g 氯化钠的 100 ml 具塞量筒中, 剧烈震荡 2 min, 静止分层后吸取上层溶液 30 ml, 过无水硫酸钠于 50 ml 比色管中, 40 °C 以下水浴吹氮气浓缩近干。待净化。

#### 1.5.2 净化

使用全自动固相萃取仪净化。用体积为 1:1 的丙酮和二氯甲烷混合液作为淋洗液。先用 5 ml 淋洗液活化 SPE 柱, 3 × 2 ml 淋洗液洗涤比色管, 最后用 10 ml 洗脱 SPE 柱。完成后把收集液浓缩近干, 用 1 ml 丙酮定容。待测定。

### 1.6 样品测定

准确吸取 1 μl 标准溶液, 待测样品及样品加标溶液用 GC-SPD 按以上测定条件测定。以农药标准色谱图的保留时间定性, 以色谱峰面积定量。

## 2 结果

### 2.1 有机磷混合农药色谱图

按上述实验方法, 图 1 为 33 种农药标准品色谱图, 图 2 为以瓜类、蘑菇、蔬菜为例样品的色谱图。出峰顺序及保留时间依次为: 1) 甲胺磷 4.087 min; 2) 敌敌畏 4.119 min; 3) 乙酰甲胺磷 5.488 min; 4) 氧化乐果 7.027 min; 5) 异吸硫磷 7.335 min; 6) 灭线磷 7.518 min; 7) 治螟磷 7.955 min; 8) 久效磷 8.169 min; 9) 甲拌磷 8.305 min; 10) 乐果 8.849 min; 11) 乙拌磷 10.278 min; 12) 氯唑磷 10.333 min; 13) 异稻瘟净 10.881 min; 14) 甲基毒死蜱 11.806 min; 15) 甲基立枯磷 12.055 min; 16) 甲基对硫磷 12.079 min; 17) 皮蝇硫磷 12.448 min; 18) 杀螟硫磷 12.936 min; 19) 马拉硫磷 13.253 min; 20) 毒死蜱 13.391 min; 21) 对硫磷 13.603 min; 22) 水胺硫磷 13.743 min; 23) 溴硫磷 13.931 min; 24) 甲基异硫磷 14.089 min; 25) 稻丰散 14.537 min; 26) 杀扑磷 14.837 min; 27) 丙溴磷 15.494 min; 28) 乙硫磷 16.295 min; 29) 三唑磷 16.585 min; 30) 三硫磷 16.766 min; 31) 哒嗪硫磷 17.859 min; 32) 亚胺硫磷 18.017 min; 33) 伏杀硫磷 18.999 min。

### 2.2 标准曲线和检出限

以二氯甲烷作溶剂分别配制浓度在 0.04、0.10、0.20、0.40、0.80 mg/L 5 个水平的标准混合液。以农药标准浓度为横坐标, 峰面积为纵坐标绘制标准曲线, 回归方程、线性范围、相关系数及定量检出限见表 1。以三倍信噪比计算检出限, 方法的检出限在 1.0 ~ 4.2 μg/kg 之间, 方法的定量检出限在 3.5 ~ 14.2 μg/kg 之间。该方法灵敏度高, 线性良好, 可以满足农药残留量的分析要求。

### 2.3 回收率和精密度

按上述实验方法, 在蘑菇、蔬菜中各加农药混标, 重复测定 6 次, 结果见表 2。加入农药标准为低浓度水平 6.0 μg/kg 和高浓度水平 28.0 μg/kg, 回收率在 73.1% ~ 108.6%。相对标准偏差 1.69% ~ 8.39%。相对标准偏差变化范围较小, 重现性良好, 对 33 种有机磷农药的检测回收率较高。

## 3 讨论

### 3.1 溶剂的选择

本实验共选用 2 种提取溶剂: 乙腈和二氯甲烷-

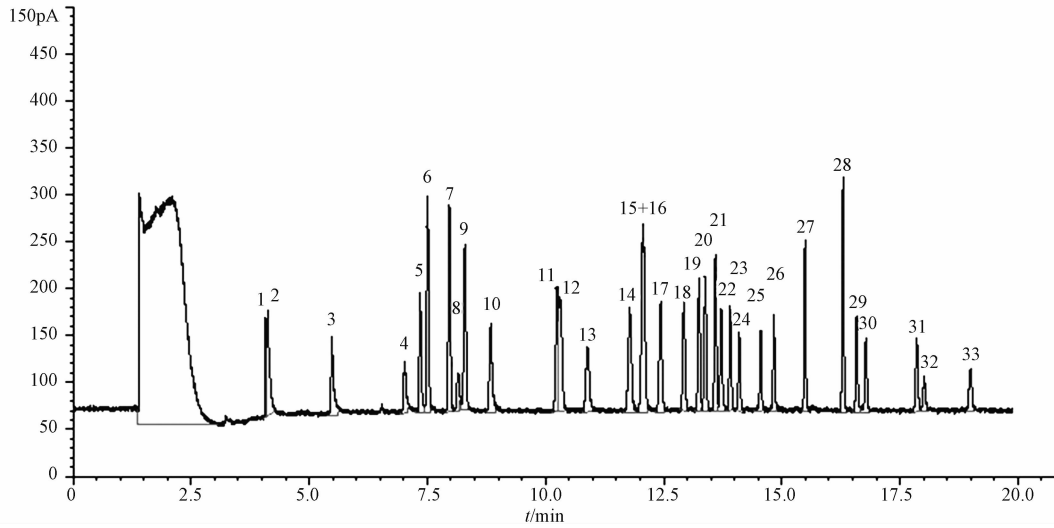


图1 有机磷农药标准品色谱图

Figure 1 The standard chromatogram of organophosphorous pesticides

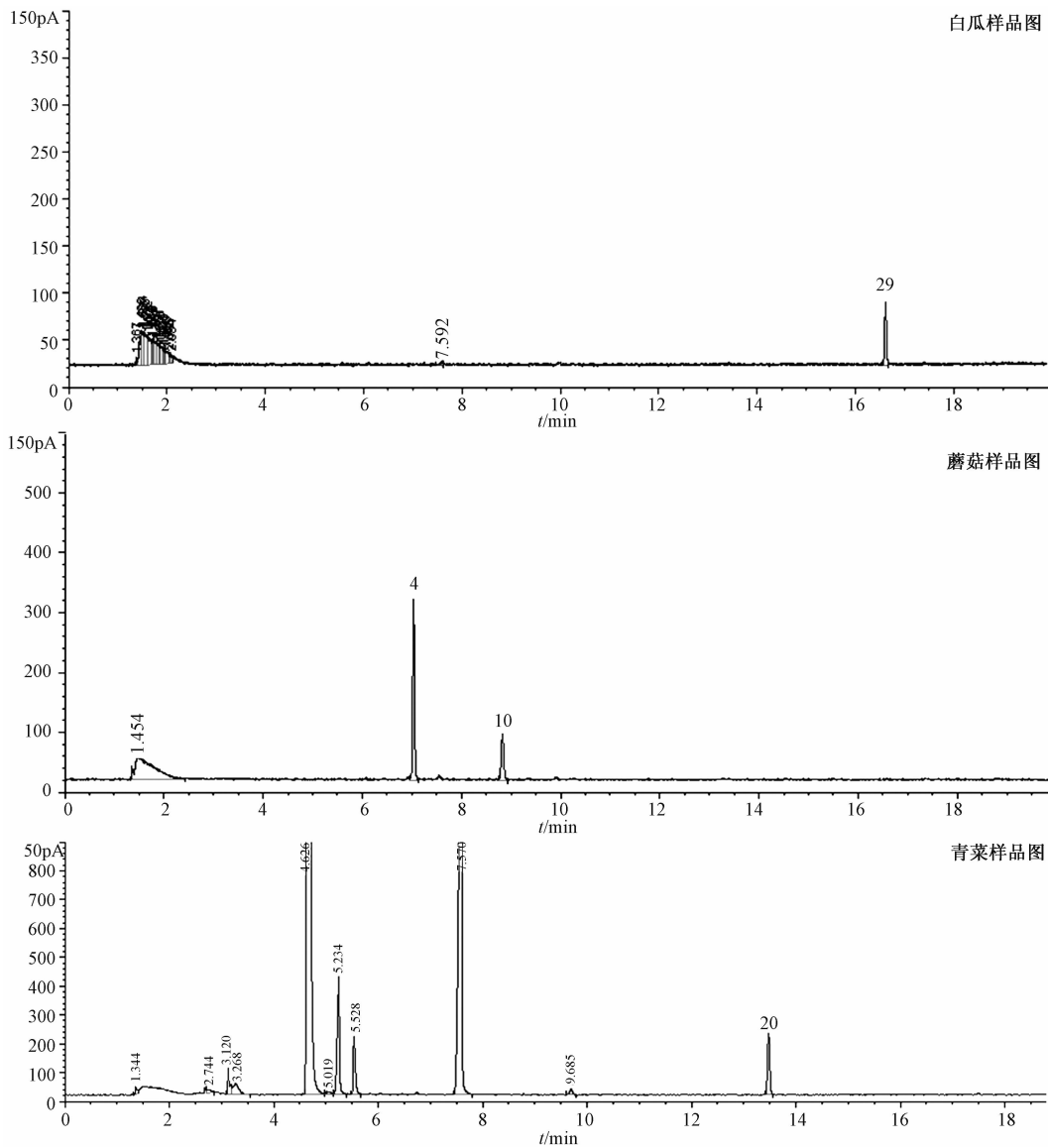


图2 瓜类,蘑菇,青菜样品色谱图

Figure 2 Chromatogram of melon, mushroom and green vegetable

表 1 33 种农药线性方程及检出限  
Table 1 The lowest detection limits and linear equations of 33 organophosphorous pesticides

序号	农药	英文名	线性范围 (ng/kg)	回归方程	<i>r</i>	检出限 (μg/kg)	定量检出限 (μg/kg)
1	甲胺磷	Methamidophos	43.6 ~ 872.0	$y = 810x - 5.9$	0.9993	1.9	6.3
2	敌敌畏	Dichlorvos	42.3 ~ 846.0	$y = 847x + 17$	0.9990	2.3	7.8
3	乙酰甲胺磷	Acephate	4.4 ~ 880.0	$y = 952x - 6.1$	0.9995	1.5	9.2
4	氧化乐果	Omethoate	41.3 ~ 826.0	$y = 759x - 2.4$	0.9992	2.5	8.5
5	异吸硫磷	Demeton-methyl	4.0 ~ 800.0	$y = 1008x - 4.3$	0.9997	1.8	6.2
6	灭线磷	Ethoprophos	41.3 ~ 826.0	$y = 1560x + 15$	0.9995	1.0	3.5
7	治螟磷	sulfotepp	40.0 ~ 800.0	$y = 1566x + 39$	0.9992	1.2	4.1
8	久效磷	Monocrotophos	42.5 ~ 850.0	$y = 528x + 4.0$	0.9991	2.8	9.4
9	甲拌磷	Phorate	40.7 ~ 814.0	$y = 1407x + 17$	0.9991	1.3	4.5
10	乐果	Dimethoate	43.8 ~ 876.0	$y = 941x + 11$	0.9992	2.0	6.9
11	乙拌磷	Disulfoton	41.5 ~ 830.0	$y = 1307x + 13$	0.9996	2.0	6.7
12	氯唑磷	Isazofos	41.2 ~ 824.0	$y = 1041x + 27$	0.9995	2.1	7.1
13	异稻瘟净	Kitazin P	40.0 ~ 800.0	$y = 932x + 8.8$	0.9988	2.0	6.9
14	甲基毒死蜱	Chlorpyrifos-methyl	47.9 ~ 958.0	$y = 1048x + 18$	0.9994	2.6	8.7
15	甲基对硫磷	Parathion-methyl	44.4 ~ 888.0	$y = 1098x + 21$	0.9996	2.2	7.5
16	甲基立枯磷	Tolclofos-methyl	42.1 ~ 842.0	$y = 1098x + 21$	0.9996	2.2	7.9
17	皮蝇硫磷	Tenchlorphos	41.8 ~ 836.0	$y = 1047x + 15$	0.9999	2.0	6.7
18	杀螟硫磷	Fenitrothion	40.6 ~ 812.0	$y = 1027x + 12$	0.9999	1.7	5.8
19	马拉硫磷	Malathion	42.4 ~ 848.0	$y = 910x + 12$	0.9998	2.0	6.7
20	毒死蜱	Chlorpyrifos	41.5 ~ 830.0	$y = 1050x + 17$	0.9998	1.7	5.8
21	对硫磷	Parathion-ethyl	45.3 ~ 906.0	$y = 1203x + 17$	0.9994	1.4	4.7
22	水胺硫磷	Isocarbophos	40.0 ~ 800.0	$y = 939x + 1.8$	0.9993	2.3	7.9
23	溴硫磷	Bromophos	40.0 ~ 800.0	$y = 861x + 7.4$	0.9999	2.5	8.3
24	甲基异硫磷	Isofenphos-methyl	40.0 ~ 800.0	$y = 597x + 11$	0.9999	2.8	9.3
25	稻丰散	phenthoate	40.0 ~ 800.0	$y = 562x + 6.5$	0.9997	2.9	9.7
26	杀扑磷	Methidathion	42.1 ~ 842.0	$y = 667x + 13$	0.9998	2.2	7.3
27	丙溴磷	Profenofos	51.3 ~ 1026.0	$y = 768x + 19$	0.9997	1.7	5.7
28	乙硫磷	Ethion	40.4 ~ 808.0	$y = 1458x + 25$	0.9995	1.0	3.5
29	三唑磷	Triazophos	43.0 ~ 860.0	$y = 691x + 10$	0.9991	1.9	6.3
30	三硫磷	Carbophenothion	40.0 ~ 800.0	$y = 639x - 5.4$	0.9995	2.8	9.3
31	哒嗪硫磷	Pyridaphenthion	41.2 ~ 824.0	$y = 658x + 13$	0.9992	2.6	8.7
32	亚胺硫磷	Phosmet	41.1 ~ 822.0	$y = 489x + 14$	0.9993	4.2	14.2
33	伏杀硫磷	Phosalone	41.2 ~ 824.0	$y = 532x + 12$	0.9992	4.1	13.8

丙酮溶液做比较,乙腈的提取效果比较好。

洗脱剂共选用 3 种:二氯甲烷-丙酮,乙腈,乙腈-甲苯作比较,其中乙腈的效果最差,其它 2 种基本可使多种残留达到很好的回收率。由于甲苯的毒性较大,故采用二氯甲烷-丙酮作洗脱液。

### 3.2 净化柱的选择

本实验共选择了 3 种净化柱:石墨碳黑柱,弗洛里硅土柱,氨基柱和石墨碳黑柱。其中以石墨碳黑柱效果最好,它既能除色素又能除油脂,使样品得到了很好的净化。

### 3.3 升温程序的选择

本实验试用多种程序升温过程,最终采用的程序升温过程不仅分析时间大大缩短,而且保证了各个组分的分离效果。

### 3.4 浓缩的条件

在浓缩吹干的过程中,溶液的温度不超过 40 ℃,氮气的流速在 5 ml/min 左右。如果温度过高或流速过快会使甲胺磷和敌敌畏组分有较大损失。

### 3.5 结论

从以上实验结果来看,蔬菜样品捣碎后经乙腈提取,盐析,浓缩,SPE 柱净化,丙酮定容后过 DB-5MS 毛细管柱,在本实验条件下在 FPD 检测器上测定。33 种有机磷农药可以得到理想分离。该方法简便,快速,重现性好。可以满足食品污染物调查中对有机磷农药残留量的分析测定要求。

### 3.6 有机磷农药样品测定结果

2010 年 7 月随机采集广州市农贸市场的蔬菜 70 份,采用此方法得到结果见表 3。

表2 样品加标回收率试验  
Table 2 The recovery of standsrd addition(n=6)

农药名称	菇类				菜类			
	低浓度(6.0 μg/kg)		高浓度(28.0 μg/kg)		低浓度(6.0 μg/kg)		高浓度(28.0 μg/kg)	
	平均回收率(%)	相对标准偏差(%)	平均回收率(%)	相对标准偏差(%)	平均回收率(%)	相对标准偏差(%)	平均回收率(%)	相对标准偏差(%)
甲胺磷	76.5	7.16	73.1	8.39	77.6	5.98	78.6	7.63
敌敌畏	74.8	5.87	75.3	5.98	79.3	5.69	77.1	6.01
乙酰甲胺磷	73.9	6.12	76.1	7.56	80.9	6.13	81.3	6.89
氧化乐果	79.5	7.89	81.3	6.52	88.3	7.06	85.2	7.01
异吸硫磷	86.7	4.10	87.7	3.95	90.9	3.68	87.5	3.64
灭线磷	93.1	3.98	92.6	3.69	94.1	2.09	90.1	2.69
治螟磷	90.5	3.70	89.7	3.25	92.1	4.32	90.6	3.96
久效磷	92.6	7.69	93.4	5.99	104.0	7.01	96.1	6.35
甲拌磷	106.1	2.57	102.3	2.96	99.1	3.63	100.9	3.26
乐果	89.0	3.56	87.9	4.69	90.3	4.26	87.2	4.31
乙拌磷	87.1	3.05	89.5	4.03	91.0	4.67	89.4	3.96
氯唑磷	93.1	1.75	92.1	1.69	94.3	3.12	95.3	3.01
异稻瘟净	104.8	3.69	105.4	5.02	108.6	4.91	105.3	4.96
甲基毒死蜱	91.5	6.52	90.2	5.69	97.8	5.13	94.3	5.36
甲基对硫磷	90.9	5.97	89.8	6.01	93.9	5.61	96.5	5.88
甲基立枯磷	90.9	5.97	89.8	6.01	95.1	5.61	96.5	5.88
皮蝇硫磷	86.9	5.01	87.6	5.96	95.2	4.19	87.3	4.62
杀螟硫磷	93.0	4.65	95.0	4.98	94.3	5.36	95.2	6.03
马拉硫磷	92.3	3.25	90.6	2.79	91.6	3.03	94.9	3.76
毒死蜱	101.5	1.79	103.2	2.03	102.9	1.79	101.5	2.03
对硫磷	91.9	3.87	90.6	4.25	102.9	5.06	93.6	4.86
水胺硫磷	97.1	4.35	93.6	3.97	95.2	4.69	96.9	3.52
溴硫磷	87.6	3.18	90.2	3.12	95.1	4.91	97.1	4.23
甲基异硫磷	87.9	5.68	87.6	5.23	90.6	2.09	94.3	2.32
稻丰散	85.1	5.36	86.3	4.79	99.0	5.50	98.9	5.01
杀扑磷	87.1	4.32	90.8	4.33	93.2	3.69	95.6	4.69
丙溴磷	86.9	3.25	87.1	5.07	95.0	3.06	96.8	2.99
乙硫磷	91.2	4.27	88.9	5.36	95.3	4.32	99.1	3.69
三唑磷	91.6	2.35	90.5	3.21	102.6	3.99	100.3	4.36
三硫磷	102.8	1.70	98.6	2.04	105.1	1.23	107.9	1.99
哒嗪硫磷	96.2	3.69	95.9	3.97	104.9	4.52	102.6	3.96
亚胺硫磷	87.5	4.67	85.3	5.02	90.1	3.72	95.1	3.26
伏杀硫磷	97.4	6.36	95.6	6.01	103.6	4.89	101.6	5.36

表3 蔬菜样品中农药的检出结果

Table 3 The result of pesticides detected in vegetable samples (mg/kg)

蔬菜	检出农药	含量
鲜草菇(1)	三唑磷	0.15
	乐果	0.071
	毒死蜱	0.20
鲜草菇(2)	乐果	0.17
	毒死蜱	0.093
韭菜	乐果	0.019
荷兰豆	氧化乐果	0.083
鲜草菇(3)	乐果	0.062
豆角	乐果	0.050
	氧化乐果	0.083
鲜草菇(4)	三唑磷	0.028
	毒死蜱	0.10

参考文献

[1] 塔娜. 大棚黄瓜中有机磷农药残留调查[J]. 内蒙古农牧学院学报, 1997, 18(3): 99-102.

[2] 朱坚, 王国权, 陈正夫, 等. 食品中危害残留物的现代分析技术[M]. 上海: 同济大学出版社, 2003: 101.

[3] 葛晓光, 张智敏. 绿色蔬菜生产[M]. 北京: 中国农业出版社, 2000: 54.

[4] 杨龙江, 刘拉平, 李岚, 等. 蔬菜中有机磷农药残留研究与对策[J]. 环境污染与防治, 2003, 25(6): 370-371.

[5] 傅若农. 近年国内固相萃取-色谱分析的进展[J]. 分析试验室, 2007, 26(2): 100-122.

[6] Ji Jie, Deng Chunhui, Zhang Huiqin, et al. Microwave assisted steam distillation for the determination of organochlorine pesticides and pyrethroids in Chinese teas [J]. Talanta, 2007, 71: 1068-1074.

- [ 7 ] 耿昱,郭寅龙. 固相微萃取/气相色谱/质谱联用技术在农药残留分析中的应用[J]. 分析测试技术与仪器,2007,7(4): 230-235.
- [ 8 ] HU Yanyun,ZHENG Ping,HE Youzhao, et al. Response surface optimization for determination of pesticide multiresidues by matrix solid—phase dispersion and gas chromatogr[J]. J Chromatogr A, 2005,1098:188-193.
- [ 9 ] 化学污染物及有害因素监测手册编写工作组. 食品中化学污染物及有害因素监测工作手册[M]. 北京:中国疾病预防控制中心中心营养与食品安全所,2010:49-55.

## 实验技术与方法

# 毛细管气相色谱法测定冷饮中甜蜜素分析误差预测

郭华,张卫国,黄培林,汪思顺

(贵州省疾病预防控制中心,贵州 贵阳 550004)

**摘要:**目的 探讨毛细管气相色谱法测定冷饮中甜蜜素含量的适宜条件并对方法的误差进行预测。方法 样品经国标方法提取,毛细管柱 OV-1 程序升温条件下分离,火焰离子化检测器(FID)检测;采用精密度-偏性分析质量控制程序进行误差预测。结果 方法的线性范围为 10~1 000  $\mu\text{g/ml}$ ,线性相关系数( $r$ )为 0.999 5,方法检出限为 3.0  $\mu\text{g}$ ;除冷饮样品外,其余试样批内、批间变异分析  $F < F_{0.05}$ ,3 种试样的总标准差( $S_t$ )均小于其浓度的 5% ( $W$ ),准确度的置信限( $R/d$ )为 1.04。结论 证实了该方法测定冷饮中甜蜜素是可靠的,且准确、灵敏。

**关键词:**甜蜜素;毛细管气相色谱法;冷饮;分析误差预测

中图分类号:TQ453.2 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2011)04-0335-03

## Determination of sodium cyclamate in ice-cream with capillary gas chromatography and the prediction of analytic variance

Guo Hua, Zhang Weiguo, Huang Peilin, Wang Sishun

(Guizhou Center for Diseases Control and Prevention, Guiyang 550004, China)

**Abstract: Objective** To investigate proper conditions of capillary gas chromatography method for the determination of sodium cyclamate in ice-cream and to predict the variance of the method. **Methods** Samples were extracted by the national standard method; sodium cyclamate was separated by OV-1 capillary column under temperature-programmed run and flame ionization detector (FID). The variance of detection was predicted by precision-bias analysis quality control procedure. **Results** The linearity of the calibration curve was in the range of 10-1 000  $\mu\text{g/ml}$ , with a correlation coefficient of 0.999 5, and the minimal detection limit was 3.0  $\mu\text{g}$ . Both intra-experimental and inter-experimental variation was  $F < F_{0.05}$ , excepting ice-cream samples. Total standard deviation of samples was less than 5% of their concentration ( $W$ ), and the confidence limit ( $R/d$ ) of accuracy was 1.04. **Conclusion** This method was reliable, accurate and sensitive in the determination of sodium cyclamate in ice-cream.

**Key words:** Sodium cyclamate; capillary gas chromatography; ice-cream; analysis variance prediction

甜蜜素,学名环己基氨基磺酸钠,是一种人工合成非营养型甜味剂,其甜度是蔗糖的 30~50 倍,被广泛地应用于冷饮、糕点等食品中作为蔗糖的替代品来增加食品的甜度。有研究发现经常食用甜

蜜素超标的食品有致癌的可能,美国、英国、日本等 40 多个国家已禁止其作为添加剂使用<sup>[1-2]</sup>。

目前我国食品卫生标准中对甜蜜素在食品中的添加量有严格的强制性限量,国家标准方法<sup>[2]</sup>使用填充柱作为分离柱,但使用受其灵敏度低、商品填充柱供应不充分等条件制约,本文用毛细管气相色谱柱代替填充柱测定冷饮中甜蜜素含量。同时,由于目前食品检测的分析质量控制在国内尚未很好地开展,为了解毛细管气相色谱法测定甜蜜素的分析误差来源及其性质,故将水质分析中的精密度-

收稿日期:2010-10-11

作者简介:郭华 女 博士 副主任技师 研究方向为理化检验和科研 E-mail:guohua\_cqy@163.com

通信作者:张卫国 男 主任技师 研究方向为理化检验和科研 E-mail:zhwg924@tom.com