

实验技术与方法

餐饮具中残留阴离子合成洗涤剂检测方法的改进

朱勤, 武谷

(安徽省食品药品检验所, 安徽 合肥 230051)

摘要:目的 对 GB/T 5750.4—2006 中阴离子合成洗涤剂检测方法进行改进优化, 提高检验时效。方法 改多步萃取为一步离心萃取: 一次性定量加入待测水样、5 ml 氯仿和 10 ml 亚甲蓝溶液于 50 ml 尖底离心管中, 具塞, 强力振摇 1 min 后置于离心机中, 在 2 500 r/min 离心 5 min 进行分离萃取, 紫外分光光度法测定氯仿层, 检测波长 650 nm。结果 十二烷基苯磺酸钠在 0~1 mg/L 范围内呈良好的线性关系, $r = 0.9999$, 平均回收率为 100.8% ($n = 9$, $RSD = 2.1\%$); 与国标法相比差异无统计学意义。结论 优化后的测定方法减少了萃取溶剂的用量, 缩短了样品处理时间, 操作简单、快速、分离效果好, 结果准确可靠, 可以极大地提高检验效率。

关键词: 阴离子合成洗涤剂; 餐饮具; 检测方法

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2012)04-0342-03

Improvement on the method of detecting anionic synthetic detergent residues on tableware

Zhu Qin, Wu Gu

(Anhui Provincial Institute for Food and Drug Control, Hefei 230051, China)

Abstract: Objective To improve and optimize the national standard GB/T 5750.4—2006, testing methods for anionic synthetic detergents, to improve examination efficiency. **Methods** Change the multi-step extraction to a single centrifugal extraction; quantitatively adding extracts and solvents (chloroform and methylene blue) at one-time and shaking strongly; after high-speed centrifuging, the absorbance of the extract in the chloroform layer was measured at 650nm by ultraviolet spectrophotometry. **Results** The calibration curves were linear in the range of 0-1mg/L for sodium dodecylbenzene sulfonate (SDBS; $r = 0.9999$). The average recovery was 100.8% ($n = 9$, $RSD = 2.1\%$); No statistically significant difference with the national standard method was observed. **Conclusion** The advantage of the optimized determination method was less amount of extraction solvent and shorter processing time. The method is simple, fast and accurate. It is reliable for the control of anionic synthetic detergent residues on tableware, and can greatly improve the efficiency of test.

Key words: Anionic synthetic detergent; tableware; detection methods

阴离子合成洗涤剂由于具有良好的去油污效果, 广泛用于家庭及餐饮业的食具清洗消毒。然而作为一种非食用的合成化学物质, 应控制人体的摄入。亚甲蓝是一种带阳性电荷的生物染料, 水中易溶, 阴离子合成洗涤剂具有带负电荷的憎水性基团, 该憎水性基团与亚甲蓝可形成水中难溶而易溶于有机溶剂的蓝色物质, GB 14934—1994《食(饮)具消毒卫生标准》就是利用此反应原理, 建立了阴离子合成洗涤剂的检测方法, 控制消毒洗消剂的残留量, 以此达到规范餐饮业食具卫生的要求, 确保消费者的饮食卫生安全。但是国标方法^[1]存在的问题是: (1) 反复使用氯仿, 提取、洗涤步骤多达

6次; 由于氯仿在提取中易乳化, 每次提取、洗涤时静置分层要花费相当长的时间。(2) 由于分次提取后再合并氯仿提取液, 待测物的浓度相应较低, 要使用 3cm 的吸收池来增强吸收值。(3) 多次萃取导致有毒有害试剂——氯仿的用量较大, 不仅影响实验员的身体健康, 也给环境污染带来隐患^[2]。针对这种情况, 本文对该方法进行优化改进——采用一步离心萃取, 并用 1 cm 比色杯检测。改进后的方法极大地减少了试剂用量和操作误差, 提高了检验效率, 方法学验证结果满意。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

TU-1901 分光光度计(北京普析通用仪器设备有限公司), Anke DL-6000B 离心机(上海安亭科学仪器总厂), XS-204 型电子天平(瑞士梅特勒-托利

收稿日期: 2012-03-27

作者简介: 朱勤 女 主管药师 研究方向为药理学及药学分析

通信作者: 武谷 女 主任药师 研究方向为药学分析及理化检测

多公司)。

十二烷基苯磺酸钠为分析纯,亚甲蓝为生化试剂,水为蒸馏水,氯仿、酚酞、硫酸、氢氧化钠等均为分析纯。(所用试剂、标准溶液与 GB/T 5750.4—2006 配制相同)

1.2 标准曲线的制备

精密称取十二烷基苯磺酸钠,用水配制成 10 μg/ml 的标准溶液,取 50 ml 尖底具塞离心管 7 个,分别加入标准液 0.00、0.25、0.50、1.00、1.50、2.00、2.50 ml,用水稀释至 25 ml(相当于十二烷基苯磺酸钠质量为 0.00、2.50、5.00、10.00、15.00、20.00、25.00 μg)。每管加酚酞指示液 2 滴,调节 pH 至中性(滴加 1 mol/L NaOH 溶液至显红色,再加 0.5 mol/L 硫酸溶液使红色刚好消失),再精密加入 5 ml 氯仿及 10 ml 亚甲蓝溶液,强力振摇 1 min,开盖放气后具塞置离心机中 2 500 r/min 离心 5 min。弃去上层液,用干燥吸管吸取氯仿层,置 1 cm 比色杯中,以氯仿为空白,在 650 nm 波长处测定吸光度。以十二烷基苯磺酸钠的质量作为横坐标,吸光度作为纵坐标绘制标准曲线。

1.3 样品测定

按照 GB 14934—1994 中规定的洗消剂残留量采样方法收集餐饮具样品的洗液 100 ml。取洗液 25 ml,加酚酞指示液 1 滴,以下操作同标准曲线项下测定方法,测得氯仿提取液的吸光值,从标准曲线上查出洗液中十二烷基苯磺酸钠的质量,即可折算出 100 ml 洗液中的量。

2 结果

2.1 线性关系考察

线性回归方程 $y = 0.0408x + 0.0385$, $r = 0.9999$ ($n = 7$)。结果表明,该方法在 0~1 mg/L 范围内呈良好的线性关系。

2.2 回收率试验

用事先配制的已知十二烷基苯磺酸钠含量的模拟水样^[3]为本底,分别加入高、中、低 3 个浓度(25、15、5 μg)的标准溶液,照样品测定方法提取测定,做加标回收试验,计算回收率为 99.63%~102.16%,平均回收率为 100.83%。结果见表 1。

2.3 精密度试验

配制高、中、低浓度(1、0.6、0.2 mg/L)的十二烷基苯磺酸钠标准溶液各 6 份,按样品测定法进行提取测定,RSD 为 1.2%~2.1%。

2.4 稳定性试验

取十二烷基苯磺酸钠溶液(0.2、0.6、1.0 mg/L)每 24 h 测定 1 次,共 3 次,测定提取液的吸收值,结果

表明该方法比较稳定,见表 3。

表 1 回收率试验

Table 1 Recovery test ($n = 9$)

本底量 (μg)	加入量 (μg)	测得量 (μg)	回收率 (%)	总均值 (%)	平均值 (%)	RSD (%)
	3.002	5.11	102.16			
	3.001	4.93	98.58	99.63		
	3.002	4.91	98.16			
	12.02	15.45	102.86			
2.000	12.00	14.62	97.47	100.71	100.83	2.1
	12.01	15.28	101.80			
	22.01	25.07	100.24			
	22.02	25.70	102.72	102.16		
	22.01	25.89	103.52			

表 2 精密度试验

Table 2 Precision test

样品号	测定值 (mg/L)						平均值 (mg/L)	RSD (%)
1	0.998	1.024	1.019	0.994	1.022	1.002	1.010	1.2
2	0.597	0.602	0.592	0.611	0.608	0.613	0.604	1.3
3	0.206	0.21	0.215	0.203	0.202	0.208	0.207	2.1

表 3 稳定性试验

Table 3 Stability test

浓度 (mg/L)	24 h	48 h	72 h	RSD (%)	RSD 平均值 (%)
0.2	0.2249	0.2246	0.2279	0.18	
0.6	0.6258	0.6421	0.6325	0.82	0.7
1	1.04905	1.0271	1.0327	1.14	

2.5 灵敏度

根据国际纯粹应用化学联合会规定的方法,本方法仪器的检出限为 0.104 μg。方法检测限为 0.00416 mg/L;而原方法仪器的检出限为 0.208 μg。方法检测限为 $0.104/100/0.25 = 0.00832$ mg/L。本方法较原方法灵敏。

2.6 本法与原方法比较结果

用国标方法和本法对 20 份含量在 0.05~1.00 mg/L 模拟水样^[3]进行测定,两方法结果差异无统计学意义($t = 2.0, P > 0.05$),见表 4。

表 4 与国标法比较试验结果

Table 4 Comparison of the results with those detected by the national standard method(mg/L)

样品编号	本法测定值	国标法测定值	样品编号	本法测定值	国标法测定值
1	0.0503	0.0505	11	0.558	0.552
2	0.105	0.102	12	0.604	0.601
3	0.152	0.153	13	0.655	0.657
4	0.202	0.204	14	0.703	0.703
5	0.254	0.255	15	0.752	0.755
6	0.301	0.299	16	0.804	0.802
7	0.353	0.355	17	0.855	0.857
8	0.406	0.402	18	0.903	0.906
9	0.451	0.455	19	0.952	0.949
10	0.502	0.503	20	1.003	0.999

3 讨论

方法优化后,提取时间由数小时缩短至20 min,离心分层的效果远优于静置分层,水层与氯仿层达到很好的分离,氯仿提取液中水分少,亚甲蓝在氯仿提取液中的残留就少,因此可免去洗涤操作,减少操作步骤。氯仿的用量减至 5 ml,是国标方法用量的 1/5,因此待测物在提取液中的浓度被浓缩,可以提高比色法的检测灵敏度。

试验结果表明,本法测定餐饮具中残留的阴离子合成洗涤剂的精密度、准确度等均符合要求,与国标法结果相比差异无统计学意义。具有操作简

单、快速、分离效果好的特性,结果准确、可靠,可以极大地提高检验效率。

参考文献

- [1] 卫生部. GB/T 5750. 4—2006 生活饮用水卫生标准检验方法 [S]. 北京:中国标准出版社,2006.
- [2] 国家环保局《水和废水监测分析方法》编委会. 水和废水监测分析方法 [M]. 4 版增补版. 北京:中国环境科学出版社,2005.
- [3] 刘雨. 水中氰化物测定方法的改进 [J]. 预防医学文献信息, 2001,7(3):273.

公告栏

关于发布《食品添加剂磷脂》(GB 28401—2012)等 11 项 食品安全国家标准公告

2012 年 第 9 号

根据《中华人民共和国食品安全法》和《食品安全国家标准管理办法》的规定,经食品安全国家标准审评委员会审查通过,现发布《食品添加剂磷脂》(GB28401—2012)等 11 项食品安全国家标准。其编号和名称如下:

- | | |
|------------------|--|
| GB 28401—2012 | 食品添加剂 磷脂 |
| GB 28402—2012 | 食品添加剂 普鲁兰多糖 |
| GB 28403—2012 | 食品添加剂 瓜尔胶 |
| GB 28404—2012 | 保健食品中 α -亚麻酸、二十碳五烯酸、二十二碳五烯酸和二十二碳六烯酸的测定 |
| GB 4789. 5—2012 | 食品生物学检验 志贺氏菌检验(代替 GB/T 4789. 5—2003) |
| GB 4789. 13—2012 | 食品微生物学检验 产气荚膜梭菌检验(代替 GB/T 4789. 13—2003) |
| GB 4789. 34—2012 | 食品微生物学检验 双歧杆菌的鉴定(代替 GB/T 4789. 34—2008) |
| GB 4789. 38—2012 | 食品微生物学检验 大肠埃希氏菌计数(代替 GB/T 4789. 38—2008) |
| GB 5009. 94—2012 | 植物性食品中稀土元素的测定(代替 GB/T 5009. 94—2003, GB/T 7630—1987, GB/T 22290—2008, GB/T 23199—2008) |
| GB 9686—2012 | 内壁环氧聚酰胺树脂涂料(代替 GB 9686—1988) |
| GB 14936—2012 | 硅藻土(代替 GB 14936—1994) |

特此公告。

11 项标准文本.rar(略)

卫生部
二〇一二年五月十七日