

气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量的 不确定度评定

简德威*, 郑悦珊, 熊含鸿, 陈思敏, 李 南, 洪泽淳, 刘莹莹, 梁旭霞

(广东省食品检验所, 广州 510435)

摘 要: **目的** 评定气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量的不确定度。**方法** 通过建立不确定度数学模型, 根据 GB 5009.97-2016《食品中环己基氨基磺酸钠的测定》气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量, 分析该方法测量不确定度的主要来源, 并评定了各标准不确定度的分量。**结果** 在蜜饯中的甜蜜素含量测定中, 当样品的甜蜜素含量为 8.91 g/kg, 其扩展不确定度为 0.631 g/kg ($k=2$), 结果表示为 (8.9 ± 0.6) g/kg。**结论** 本研究掌握了引入不确定度的因素, 通过降低可控不确定度来提高测量的准确度, 该质量控制手段可用于合理的体现测定结果的可靠程度。

关键词: 不确定度; 气相色谱法; 甜蜜素; 蜜饯

Uncertainty evaluation of determination of sodium cyclamate in candied fruit by gas chromatography

JIAN De-Wei*, ZHENG Yue-Shan, XIONG Han-Hong, CHEN Si-Min, LI Nan,
HONG Ze-Chun, LIU Ying-Ying, LIANG Xu-Xia

(Guangdong Institute for Food Inspection, Guangzhou 510435, China)

ABSTRACT: Objective To evaluate the uncertainty of determination of sodium cyclamate content in candied fruit by gas chromatography. **Methods** The mathematical model of uncertainty was established, and the content of sodium cyclamate in candied fruit was determined by gas chromatography method according to GB 5009.97-2016 *Determination of sodium cyclamate in food*. The main sources of measurement uncertainty were analyzed and the components of each standard uncertainty were evaluated. **Results** In the determination of sodium cyclamate in candied fruit, when the sodium cyclamate content of the sample was 8.91 g/kg, the expansion uncertainty was 0.631 g/kg ($k=2$), and the result was expressed as (8.9 ± 0.6) g/kg. **Conclusion** This study graspe the factors introducing uncertainty, and the accuracy of measurement can be improved by reducing the controllable uncertainty. The quality control method can be used for reasonable reflecting the reliability of the measurement results.

KEY WORDS: uncertainty; gas chromatography; sodium cyclamate; candied fruit

1 引 言

甜蜜素, 其化学名称为环己基氨基磺酸钠, 是一种常用的甜味剂^[1], 其甜度是蔗糖的 30~40 倍^[2], 常被用作食品

生产中的添加剂, 被广泛应用在蜜饯凉果、饮料、冰淇淋等食品中, 如果经常食用甜蜜素含量超标的食品, 会对人体的肝脏和神经系统造成危害, 特别是对代谢排毒能力较弱的老人、孕妇、小孩危害更加明显^[3]。部分发达国家如

*通讯作者: 简德威, 主要研究方向为食品理化检测与分析。E-mail: 344319234@qq.com

*Corresponding author: JIAN De-Wei, Guangdong Institute of Food Inspection, No.1103 Zengcha Road, Baiyun District, Guangzhou 510435, China. E-mail: 344319234@qq.com

美国、日本等已经全面禁用甜蜜素,而我国也在 GB 2760-2014《食品添加剂使用标准》^[4]中对甜蜜素的使用范围和最大使用量做出了明确的规定。标准中规定,蜜饯中的凉果类、话化类、果糕类的限量值为 8.0 g/kg,而在日常的检测工作中,发现这类食品甜蜜素含量超限的情况较其他类别食品的多。

甜蜜素的检测方法有很多,常用的一般有气相色谱法^[5]、液相色谱法^[6]和液相色谱质谱联用法^[7]。目前我国测定甜蜜素含量的国家标准 GB 5009.97-2016《食品中环己基氨基磺酸钠的测定》^[8]规定了甜蜜素的 3 种检测方法,其中,气相色谱法广泛应用于各种食品中甜蜜素的检测^[9-12],其原理是食品中甜蜜素用水提取,在硫酸介质中甜蜜素与亚硝酸反应生成环己醇和环己醇亚硝酸酯,利用气相色谱氢火焰离子化检测器(flame ionization detector, FID)进行分离和分析,保留时间定性,外标法定量。

测量不确定度,简称不确定度,是根据所用到的信息,表征赋予被测量值分散性的非负参数。这是评定测量水平的指标,判定测量结果质量的依据。在日常的测量分析工作中,由于各种主观原因,使得测量结果中总会带入误差,采用测量不确定度评定方法来正确评价测量结果的准确性对检测实验室至关重要。CNAS-CL01“检测和校准实验室能力认可准则”^[13]中指出:当测量不确定度与检测结果的有效性或应用相关时、客户有要求时、测量不确定度影响与规范限的符合性时,检测报告应包含带有与被测量相同单位的测量不确定度或被测量相对形式的测量不确定度。

本文以 CNAS-GL006: 2018《化学分析中不确定度的评估指南》^[14]和 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》^[15]为依据,对气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量不确定度进行评定,以期为保证检测结果的有效性合理利用检测数据提供参考。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

2.1.1 仪器设备

GC-2010 Plus 气相色谱仪(配 FID 检测器,日本岛津公司); ME203 电子天平(梅特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司); Multifuge X3R 离心机(赛默飞世尔科技公司); VORTEX GENIUS 3 涡旋振荡器(德国 IKA 公司)。

2.1.2 材料与试剂

甜蜜素标准物质(纯度为 99.0%, SIGMA-ALDRICH, 批号 Lot# BCB0794V); 正庚烷(色谱纯,康科德科技有限公司); 硫酸、亚硝酸钠、氯化钠(分析纯,广州化学试剂厂)。

2.2 实验方法

2.2.1 标准溶液配制

准确称取 0.5612 g 甜蜜素标准物质,用二级水溶解并定容 100 mL,得到 5.00 mg/mL 使用液。用移液器分别移

取 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mL 使用液,于 7 个 50 mL 容量瓶中,加水定容,临用时配制以备衍生化。

2.2.2 样品前处理

试样溶液制备:称取 3.00 g(精确至 0.001 g)经粉碎均匀的样品于 50 mL 离心管中,加 30 mL 水,振摇,超声提取 20 min,混匀,离心,过滤,洗涤残渣,收集滤液并定容至 50 mL。

衍生化:准确移取上述试样溶液 10.0 mL 于离心管中,冰浴 5 min 后准确加入 5.00 mL 正庚烷,加入 2.5 mL 亚硝酸钠溶液和 2.5 mL 硫酸溶液,摇匀,冰浴中放置 30 min,其间振摇 3~5 次,加入 2.5 g 氯化钠,涡旋 1 min,低温离心后取上清液供气相色谱仪分析。

2.2.3 测定方法

标准曲线绘制:通过测定经衍生化处理的不同浓度被测物的响应值峰面积,以浓度为横坐标,以环己醇亚硝酸酯和环己醇两峰面积之和为纵坐标绘制标准曲线。

样品测定:仪器自动从标准曲线上读取与被测溶液峰面积相应的浓度。

2.2.4 不确定度数学模型的建立

根据 GB 5009.97-2016《食品中环己基氨基磺酸钠的测定》并参考 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》,测定蜜饯中甜蜜素含量 x_i (g/kg)可表示为:

$$x_i = \frac{c \times v}{m} \times f$$

式中:

x_i 为试样中甜蜜素含量, g/kg; c 为从标准曲线计算出定容液中甜蜜素的浓度, mg/mL; m 为试样质量, g; v 为试样最后的定容体积, mL; f 为稀释因子。

3 结果与分析

3.1 不确定度分量的来源分析

采用气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素的含量,测定结果的不确定度主要来自样品测量重复性^[16]、甜蜜素标准溶液、工作曲线拟合^[16]、样品前处理及样品加标回收等环节引入的不确定度。其中甜蜜素标准溶液引入的不确定度由标准储备液的配制和标准曲线的配制引入^[17],样品前处理引入的不确定度由样品称量、移取试液、试液定容、样液定容引入^[16]。

其关系如图 1。

3.2 不确定度分量的测定

3.2.1 测定的重复性(rep)引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(rep)$

对试样中的甜蜜素进行 8 次重复测定,结果见表 1。

$$\text{标准差: } s(x) = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = 0.638 \text{ g/kg};$$

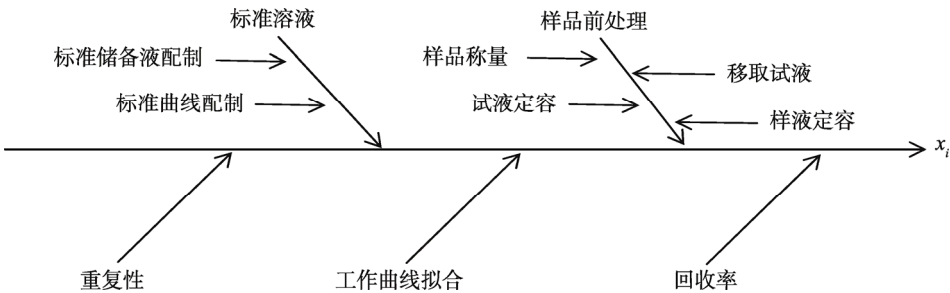


图 1 不确定度分量来源关系图

Fig.1 The relationship of uncertainty component source

表 1 试样中甜蜜素含量测定结果

Table 1 Results of sodium cyclamate content of the samples

序号	峰面积 y(pA)	测定值 x_i /(g/kg)
1	837.988	9.48
2	744.046	8.42
3	803.993	9.07
4	834.703	9.41
5	856.024	9.68
6	786.765	8.90
7	687.742	7.78
8	754.956	8.54
$\bar{x}$		8.91

重复性标准不确定度: $u(rep) = \frac{s(x)}{\sqrt{n}} = \frac{0.638}{\sqrt{8}} = 0.226 \text{ g/kg}$;

重复性相对标准不确定度: $u_{rel}(rep) = \frac{u(rep)}{\bar{x}} = \frac{0.226}{8.91} = 0.0254$ 。

3.2.2 测定标准溶液引入的相对标准不确定度 $u_{rel}(A)$

(1) 甜蜜素标准储备液引入的相对标准不确定度

甜蜜素标准储备液配制过程中主要由标准物质纯度、称量用的十万分之一天平和 100 mL 容量瓶引入的不确定度。

(i) 已知甜蜜素标准品纯度为 99.0%, 扩展不确定度为 0.7%, 按正态分布计算, $k=2$, 则标准物质纯度引入的相对标准不确定度 $u_{rel(a)}$ 为:

$$u_{rel(a)} = \frac{0.7\%}{2} = 0.00350。$$

(ii) 十万分之一天平检定证书给出其扩展不确定度 $U=0.3 \text{ mg}$ ($k=2$), 则由天平引入的相对标准不确定度 $u_{rel(b)}$ 为:

$$u_{rel(b)} = \frac{0.3 \times 10^{-3} \text{ g}}{2 \times 0.56120 \text{ g}} = 0.000267。$$

(iii) 定容体积引入的相对标准不确定度 $u_{rel(c)}$ 。

a. 100 mL 容量瓶检定证书给出其扩展不确定度 $U=0.06 \text{ mL}$ ($k=2$), 则由容量瓶引入的相对标准不确定度 $u_{rel(1)}$ 为:

度 $u_{rel(1)}$ 为:

$$u_{rel(1)} = \frac{0.06 \text{ mL}}{2 \times 100 \text{ mL}} = 0.0003。$$

b. 容量瓶的校准温度为 20 °C, 实验室温度在 (20±5) °C 之间变化。液体的膨胀体积明显大于容量瓶的体积膨胀, 因此只考虑液体的体积膨胀^[13]。水的体积膨胀系数为 2.1×10^{-4} , 由温度效应产生的体积变化为 $\pm 100 \text{ mL} \times 5 \times (2.1 \times 10^{-4}) = \pm 0.105 \text{ mL}$ 。假设服从均匀分布, 区间半宽度为 0.105 mL, $k=\sqrt{3}$, 由此引入的相对标准不确定度 $u_{rel(2)}$ 为:

$$u_{rel(2)} = \frac{0.105 \text{ mL}}{\sqrt{3} \times 100 \text{ mL}} = 0.000606。$$

则 100 mL 容量瓶引入的相对标准不确定度为:

$$u_{rel(c)} = \sqrt{u_{rel(1)}^2 + u_{rel(2)}^2} = 0.000676。$$

(2) 工作曲线引入的不确定度

配制标准溶液系列所用量器校准引入的相对标准不确定度 $u_{rel(d)}$ 。

(i) 标准溶液配制时引入的相对标准不确定度包括移液器^[18]引入的相对标准不确定度 $u_{rel(3)}$ 和 50 mL 容量瓶^[19]引入的相对标准不确定度 $u_{rel(4)}$ 。

标准溶液系列配制浓度及相对标准不确定度计算过程见表 2。

$$u_{rel(3)} = \sqrt{\sum u_{yi}^2} = 0.00660;$$

$$u_{rel(4)} = \sqrt{\left(\frac{0.03 \text{ mL}}{2 \times 50 \text{ mL}}\right)^2 \times 7} = 0.000794。$$

(ii) 查移液器和容量瓶的检定证书, 得移取标准工作溶液引入的相对标准不确定度 $u_{rel(5)}$ 以及定容时引入的相对标准不确定度 $u_{rel(6)}$ 。

$$u_{rel(5)} = \frac{0.2\%}{2} = 0.001$$

$$u_{rel(6)} = \frac{0.2\%}{2} = 0.001$$

$$u_{rel(d)} = \sqrt{u_{rel(3)}^2 + u_{rel(4)}^2 + u_{rel(5)}^2 + u_{rel(6)}^2} = 0.00680$$

表 2 标准系列配制浓度与相对标准不确定度
Table 2 Standard series preparation concentration and relative standard uncertainty

容量瓶			移液器		
浓度/(mg/mL)	定容体积 V/mL	扩展不确定度 U/mL (k=2)	体积/mL	移取量/mL	扩展不确定度 U (k=2)
0.01	50	0.03	0.3	0.1	0.8%
0.02			0.3	0.2	0.8%
0.05			1	0.5	0.5%
0.10			1	1.0	0.3%
0.20			5	2.0	0.2%
0.50			5	5.0	0.2%
1.00			10	10.0	0.2%

由此得出甜蜜素标准溶液引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{A})=\sqrt{u_{\text{rel}}(\text{a})^2+u_{\text{rel}}(\text{b})^2+u_{\text{rel}}(\text{c})^2+u_{\text{rel}}(\text{d})^2}=0.00768$$

3.2.3 工作曲线拟合引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{B})$

将系列标准曲线溶液经 2.2 衍生化后上气相色谱仪检测,工作曲线测定结果见表 3。

表 3 甜蜜素工作曲线测定结果
Table 3 Sodium cyclamate working curve measurement results

序号	x_i /(mg/mL)	y_i (pA)	$(x_i-\bar{x}_i)^2$	$y=877.280x_i+4.994$	$(y_i-y)^2$
1	0.02	17.646	0.267	22.539	23.941
2	0.04	41.129	0.247	40.085	1.090
3	0.1	95.620	0.191	92.722	8.398
4	0.2	188.134	0.114	180.45	59.044
5	0.4	365.350	0.0188	355.906	89.189
6	1.0	871.869	0.214	882.274	108.264
7	2.0	1762.651	2.14	1759.555	9.585
Σ	3.76		3.192		299.511

$\bar{x}_i=0.537$, 仪器自动给出 $a=887.280$; $b=4.994$; $r=0.9999$ 。标准曲线拟合方程为: $y=877.280x+4.994$, 根据贝塞尔公式, 将上述相关数据引入其中计算实验剩余标准差:

$$s=\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n[y-(ax_i+b)]^2}{n-2}}=\sqrt{\frac{299.511}{5}}=7.740。$$

标准曲线拟合引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{B})=\frac{s}{x'a}\sqrt{\frac{1}{P}+\frac{1}{N}+\frac{\left(\bar{x}'-\bar{x}_i\right)^2}{\sum_{i=1}^n\left(x_i-\bar{x}_i\right)^2}}=$$

$$\frac{7.740}{8.91 \times 877.280} \sqrt{\frac{1}{2}+\frac{1}{7}+\frac{(8.91-0.537)^2}{3.192}}=0.00471。$$

式中, s —标准曲线的标准差; $\bar{x}_i$ —待测试样中甜蜜素含量的平均值; a —标准曲线的斜率; P —试样溶液的测定次数 ($P=2$); N —标准曲线溶液的测定总次数 ($N=7$); $\bar{x}_i$ —标准曲线浓度的平均值。

3.2.4 样品前处理引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{C})$

样品前处理过程中主要由样品称量、试样溶液定容、移取试样溶液以及试样溶液衍生时引入的不确定度。

(1) 样品称量引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{e})$ 。

准确称取 3.00 g 待测样品所用电子天平检定证书给出其扩展不确定度为 $U=2 \text{ mg}$ ($k=2$), 由此可以得出样品称量引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(\text{e})=\frac{2 \times 10^{-3} \text{ g}}{2 \times 3.00 \text{ g}}=0.000333。$$

(2) 试样溶液定容引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{f})$ 。

试样萃取液经过滤后定容至 50 mL 容量瓶中, 所用容量瓶检定证书给出其扩展不确定度为 $U=0.03 \text{ mL}$ ($k=2$), 由此得出试样溶液定容引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{f})$ 为:

$$u_{\text{rel}}(\text{f})=\frac{0.03 \text{ mL}}{2 \times 50 \text{ mL}}=0.0003。$$

(3) 移取试样溶液引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{g})$ 。

试样溶液移取 10 mL 进行衍生化所用移液器检定证书其扩展不确定度为 $U=0.2\%$ ($k=2$), 由此得出试样溶液衍生化引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{g})$ 为:

$$u_{\text{rel}}(\text{g})=\frac{0.2\%}{2}=0.001。$$

(4) 样溶液衍生时引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{h})$ 。

试样溶液定容 5.00 mL 所用移液器检定证书给出其扩展不确定度为 $U=0.2\%$ ($k=2$), 由此得出试样溶液衍生时引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{h})$ 为:

$$u_{\text{rel}}(\text{h})=\frac{0.2\%}{2}=0.001。$$

由此得出样品前处理引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(C)$ 为:

$$u_{\text{rel}}(C)=\sqrt{u_{\text{rel}}(e)^2+u_{\text{rel}}(f)^2+u_{\text{rel}}(g)^2+u_{\text{rel}}(k)^2}=0.00148。$$

3.2.5 回收率引入的相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(D)$

对试样中甜蜜素进行 6 次加标回收试验, 回收率见表 4。

表 4 试样中甜蜜素加标试验测定结果

Table 4 Test results of sodium cyclamate spike test in samples

序号	加标量/(g/kg)	测定值/(g/kg)	R_i 加标回收率/%
1	4.00	12.8	97.2
2	4.00	12.7	94.8
3	8.00	16.8	98.6
4	8.00	16.3	92.4
5	12.00	21.3	103.2
6	12.00	21.8	107.4
$\bar{R}$			98.9

标准差 $s=\sqrt{\frac{\sum(R_i-\bar{R})^2}{n-1}}=5.528$

回收率标准不确定度 $u_{(R)}=\frac{5.528}{\sqrt{6}}=2.26$

回收率相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(D)=\frac{u_{(R)}}{\bar{R}}=\frac{2.26}{98.9}=0.0229$

用检测统计数据 t 对平均回收率进行显著性检验, 在 95%置信概率, 自由度 $n=5$ 时的 t 分布临界值 $t_{0.95(5)}=2.571$, 即当检验值 $t \geq 2.571$ 时, 则与回收率 100% 有显著性差异, 须使用回收率修正结果, 反之则无需采用回收率修正结果。

$$t=\frac{|1-\bar{R}|}{u_{\text{rel}}(D)}=\frac{|1-0.989|}{0.0229}=0.480$$

$t < t_{0.95(5)}$, 回收率和 1 之间无显著性差异, 可以不做回收率校正。

3.3 合成标准不确定度

各不确定度分量结果见表 5。

表 5 各不确定度分量结果

Table 5 Results of each uncertainty components

来源	分量	相对标准不确定度
重复性	$u_{\text{rel}}(rep)$	0.0254
标准溶液配制	$u_{\text{rel}}(A)$	0.00768
工作曲线拟合	$u_{\text{rel}}(B)$	0.00471
样品前处理	$u_{\text{rel}}(C)$	0.00148
回收率	$u_{\text{rel}}(D)$	0.0229

由上述各相对标准不确定度合成蜜饯中甜蜜素含量的相对标准不确定度 u_{rel} 为:

$$u_{\text{rel}}=\sqrt{u_{\text{rel}}(rep)^2+u_{\text{rel}}(A)^2+u_{\text{rel}}(B)^2+u_{\text{rel}}(C)^2+u_{\text{rel}}(D)^2}$$

$=\sqrt{0.0254^2+0.00768^2+0.00471^2+0.00148^2+0.0229^2}=0.0354。$

3.4 扩展不确定度

在 95%置信水平下取包含因子 $k=2$, 得相对扩展不确定度 U_{rel} :

$$U_{\text{rel}}=k \times u_{\text{rel}}=2 \times 0.0354=0.0708。$$

测试样品中甜蜜素含量为 8.91 g/kg, 得扩展不确定度 U :

$$U=8.91 \text{ g/kg} \times 0.0708=0.631 \text{ g/kg}。$$

3.5 测量不确定度报告

根据以上的不确定度评定, 采用气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量结果表示为:

$$x_i=(8.9 \pm 0.6) \text{ g/kg} (k=2)$$

4 讨 论

通过研究建立了评定气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量不确定度的基本方法, 对影响不确定度的主要来源进行评定并进行合成扩展。甜蜜素含量的不确定度主要由测量重复性、标准溶液配制、工作曲线拟合、样品前处理和加标回收率引入。其中, 测量重复性和加标回收率引入的不确定度影响最大, 其次是标准溶液配制和工作曲线拟合, 样品前处理引入的不确定度对最终结果影响较小。查阅相关文献, 测量重复性与工作曲线拟合均对不确定度的影响较大, 但类似文献中很少对回收率引入的不确定度进行评价, 而本文研究的回收率引入的不确定度对最终结果影响仅次于样品重复性引入的不确定度, 且检验值回收率 100% 有显著性差异时须使用回收率修正结果, 所以在分析不确定度来源的时候也应该考虑回收率引入的不确定度。在实际操作过程中, 实验人员应严格按照标准, 规范操作, 同时可以通过增加平行样品测定次数、增加标准曲线点测定次数以减小测量不确定度, 从而保证检测结果的准确性。

在日常检测工作中会遇到测量结果与限值比较接近的情况, 此时则很难判断是否超限。实际上, 由于测量工具或测量中各种因素的干扰, 每次测得的结果不是同一值, 而是以一定的概率分散在某个区域内的许多个值, 因此不同检测实验室的测量结果往往会存在一定的偏差。通过对不确定度的研究, 可以衡量测量结果的准确性。不确定度越小, 说明测量结果的准确度越高, 反之不确定度越大, 测量结果的准确性越小。

5 结 论

本方法建立了气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量不确定度评定的基本方法,掌握引入不确定度的因素,通过评定引入不确定度的因素,从而找出并降低部分因素对测量结果的影响,可用于合理体现测量结果的可靠程度,为实验数据的科学性进一步提供依据,同时建立的不确定度评定方法,可为日常工作中采用气相色谱法测定蜜饯中甜蜜素含量的测量结果是否超限提供参考。

参考文献

- [1] 潘佑文,梅方盛.液相色谱串联质谱测定面包中的甜蜜素[J].公共卫生与预防医学,2017,28(5):122-125.
Pan YW, Mei FS. Determination of sodium cyclamate in bread by LC-MS [J]. J Public Health Prev Med, 2017, 28(5): 122-125.
- [2] 梁晓涵.气相色谱法测定食品中甜蜜素及影响因素分析[J].海南师范大学学报(自然科学版),2013,26(3):287-290,293.
Liang XH. Determination of sodium cyclamate in food by gas chromatography and analysis of influencing factors [J]. J Hainan Normal Univ (Nat Sci Ed), 2013, 26(3): 287-290, 293.
- [3] 王豆,王一欣,李涛,等.气相色谱法测定不同种类食品中甜蜜素的分析方法优化[J].食品安全质量检测学报,2018,9(11):2606-2610.
Wang D, Wang YX, Li T, *et al.* Optimization of the determination sodium cyclamate in varieties of food by gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(11): 2606-2610.
- [4] GB 2760-2014 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
GB 2760-2014 National food safety standards—Standards for the use of food additives [S].
- [5] 李玲.气相色谱技术在食品检测中的应用[J].食品安全导刊,2018,(6):66.
Li L. Application of gas chromatography in food testing [J]. China Food Saf Magaz, 2018, (6): 66.
- [6] Casals I, Reixach M, Amat J, *et al.* Quantification of cyclamate and cyclohexylamine in urine samples using high-performance liquid chromatography with trinitrobenzenesulfonic acid pre-column derivatization [J]. J Chromatogr A, 1996, 750(1): 397-402.
- [7] 盛静,向春燕.液质联用法测定白酒中甜蜜素含量的不确定度评定[J].现代食品,2018,(2):90-92.
Sheng J, Xiang CY. Evaluation of uncertainty for detection of sodium N-cyclohexylsulfamate in liquor by HPLC-MS [J]. Mod Food, 2018, (2): 90-92.
- [8] GB 5009.97-2016 食品安全国家标准 食品中环己基氨基磺酸钠的测定[S].
GB 5009.97-2016 National food safety standards—Determination of sodium cyclamate in food [S].
- [9] 包琴,成晓琴,张强.气相色谱法测定馒头中甜蜜素[J].食品工程,2017,(2):50-53.
Bao Q, Cheng XQ, Zhang Q. Determination of sodium cyclamate in steamed bread by GC [J]. Food Eng, 2017, (2): 50-53.
- [10] 罗凯.气相色谱技术检测食品中甜蜜素成分的方法[J].广东化工,2017,(2):129-130.
Luo K. Method for detecting sodium in food by gas chromatography [J]. Guangdong Chem Ind, 2017, (2): 129-130.
- [11] 孔静.气相色谱在食品检测中的应用实践分析与研究[J].化工设计通讯,2017,(1).
Kong J. Application and analysis of gas chromatography in food testing [J]. Chem Eng Design Commun, 2017, (1).
- [12] 湛嘉,俞雪钧,计红,等.复杂基质的食品中甜蜜素的检测方法[J].上海水产大学学报,2005,(4):4424-4427.
Zhan J, Yu XJ, Ji H, *et al.* The method for determination of sodium cyclamate in food with complex matrix [J]. J Shanghai Fish Univ, 2005, (4): 4424-4427.
- [13] CNAS-CL 01: 2018 检测和校准实验室能力认可准则[S].
CNAS-CL 01: 2018 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories [S].
- [14] CNAS-GL 006: 2018 化学分析中不确定度的评估指南[M].
CNAS-GL 006: 2018 Guidance on evaluating the uncertainty in chemical analysis [M].
- [15] JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S].
JJF 1059.1-2012 Evaluation and expression of uncertainty in measurement [S].
- [16] 张宏宏,纪宏,刘朋宇,等.气相色谱法测定果糕中甜蜜素含量的不确定度评定[J].中国食品添加剂,2018,(5):173-176.
Zhang HH, Ji H, Liu PY, *et al.* The evaluation of uncertainty of sodium cyclamate content in fruit cake by gas chromatography [J]. China Food Addit, 2018, (5): 173-176.
- [17] 钟谢林.高效液相色谱法测定饮料产品中环己基氨基磺酸钠的不确定度分析[J].福建轻纺,2018,(6):40-44.
Zhong XL. The analysis of uncertainty of sodium cyclamate content in beverage products by high performance liquid chromatography [J]. Fujian Qing Fang, 2018, (6): 40-44.
- [18] JJG 646-2006 移液器检定规程[S].
JJG 646-2006 Verification regulation of locomotive pipette [S].
- [19] JJG 196-2006 常用玻璃量器检定规程[S].
JJG 196-2006 Verification regulation of working glass container [S].

(责任编辑:王欣)

作者简介



简德威,主要研究方向为食品理化检测与分析。
E-mail: 344319234@qq.com