

仪器设备在食品检测中的应用及发展

陈林鹃

(独山子区卫生局 克拉玛依 833600)

摘要:随着经济的发展,人民生活水平的不断提高,居民对食品安全要求越来越高,而另一方面,随着技术的发展,加工食品中的各类添加剂,蔬菜茶叶中的农药残留,家禽家畜类饲料添加剂等的使用量也原来越大,利用各种仪器设备对食品进行检测,加强食品安全监控势在必行。本文主要介绍了实验室各种仪器设备在食品检测中的应用,并对其未来的发展方向进行了展望。

关键词:仪器设备;食品检测;应用;发展

The application and development of equipments in food detection

Chen Linjuan

(Dushanzi County Healty Authority, Karamay 833600, China)

Abstract: With the development of economic and improvement of people's living standard, residents have become increasingly to demanding of food security. On the other hand, with the development of technology, increasing use of various additives in processed foods, pesticide residues in vegetables and tea, feed additive of poultry and livestock. It's imperative that test food with variety instruments and strengthen control to food safety. This paper introduces application of various laboratory equipments in food detection and discuss development in the future.

Key words: equipment; food detection; application; development

1 引言

俗话说的好“民以食为天,食以安为先,食品安全重于泰山”。随着社会的进步,人民生活水平的不断提高,人们对自身的健康予以了更多的关注。但近年来国际国内食品安全事件频发,存在比较严重的问题,行势不容乐观。

微生物污染是影响食品安全的最主要因素,但农药、兽药的滥用以及食品加工、流通过程中设备、包装、储藏、运输等设施的落后和管理不善也对食品存在较大的安全隐患。另外部分食品生产经营者为了追求经济利益,违背良心和道德

滥用食品添加剂和非食品添加剂,甚至使用违禁物质。《中华人民共和国食品安全法》的颁布实施除了说明对食品安全的高度重视外,同时也对食品检验提出了更高、更加具体的要求。食品安全问题的复杂性和检测问题的多样性,促使食品安全检测迈上了新的高度,一系列食品标准对食品添加剂、非食品添加剂、农药残留、重金属残留、有害物限量的检测对分析检测技术和仪器设备的要求也越来越高,检测技术的发展和仪器设备的更新对食品检测提供了有力的技术支持。食品检测仪器设备越来越广泛的应用于食品安全检验工作中,食品安全的监管已离不开检测仪器设备^[1-2]。

2 食品检测仪器设备的种类

1) 食品安全快速检测仪: 各类现场、快速、多组分检测仪器设备、车辆、试剂盒、试剂等; 2) 金属、非金属元素及异物检测设备; 3) 转基因食品及食品成分检测仪器设备; 4) 食品包装检测设备; 5) 实验室仪器设备: 样品前处理、实验室仪器配套设备、附件、耗材、试剂和相关设备; 6) 食品冷链配送测试仪器设备; 7) 微生物、疫病、毒素检测设备; 8) 农药兽药、药物残留、添加剂等化学物质检测设备。

在质检机构的食品检测中, 根据食品的产品标准和所检项目的检验方法标准, 天平、恒温水浴锅、精密水浴锅、干燥箱、马弗炉、生化培养箱、恒温培养箱、酶标仪、超纯水器、低速离心机、高速离心机、电动验粉筛、磁力搅拌器、微波消解仪、可见或紫外分光光度计、全自动定氮仪、气相色谱仪、液相色谱仪、原子吸收分光光度计、原子荧光光谱仪、离子色谱仪等。

3 仪器设备在食品检测中的具体应用

3.1 实验室基本仪器设备

天平, 用来称量被测物质的质量; 恒温水浴锅, 主要用于溶液的浓缩、蒸馏及试剂的浸渍等; 旋转蒸发仪, 是浓缩、干燥、回收的理想设备; 干燥箱, 对被测样品进行快速高效的干燥处理, 通过计算得到该样品的水分含量; 马弗炉, 对燃料进行加热和煅烧, 在测定面粉的灰分和食品中各金属元素时都要用马弗炉对样品进行煅烧; 可调电炉, 对物体进行加热; 超纯水器, 制造出各精密检测无杂质、无污染的纯水, 一般所有的食品检测都要用的超纯水; 超声波清洗机, 不仅能用来洗涤试剂瓶, 而且还能加速物质的溶解、反应; 离心机, 加快液体中颗粒的沉降速度, 把样品中不同沉降系数和浮力密度的物质分离开, 在测定蛋糕、面包中的山梨酸、苯甲酸等均要用到离心机; 电动验粉筛, 用来测定被测样品的粗细度; 磁力搅拌器, 具有搅拌和加热功能, 使反应物混合、温度均匀; 全自动定氮仪, 通过消解、蒸馏、滴定

的过程测定被测物质的含氮量, 通过计算得到样品的粗蛋白含量; 调速多用振荡器, 根据需要调节振荡速度, 使质充分混匀或反应; 高速组织捣碎机, 将待测固体样品捣碎, 像糕点、饼干等; 生化培养箱、恒温培养箱, 微生物检测时, 大肠杆菌、菌落总数、沙门氏菌、志贺氏菌等细菌的培养设备; 酶标仪, 在特定波长下, 检测被测物吸光值的仪器, 可用来检测食品中的黄曲霉素、瘦肉精和氯霉素等; 酸度计 PHS-3B/PH/电导率/离子综合测试仪, 通过调节不同模式来测定蔬菜、水果中的氟以及辣椒酱、豆瓣酱中的氨基酸态氮等。

3.2 实验室分析仪器设备

3.2.1 紫外可见分光光度计在食品检测中的应用

紫外可见分光光度计一般由光源、单色器、吸收池、检测器及信号显示系统等 5 个基本部分组成, 是利用物质分子对紫外可见光谱区的辐射的吸收来进行分析的一种仪器设备。它具有比较好的通用性和实用性, 几乎每一个分析实验室都离不开紫外可见分光光度计。

由于在食品 and 食品添加剂中存在大量的生色基团(如 $>C=O$, $-N=N-$, $-N=O$, $-C\equiv N$, $>C=S$ 等) 和助色基团(如 $-OH$, $-NH_2$, $-SH$, $-Cl$, $-Br$, $-I$ 等), 这些基团会使吸收带移向较长的波长处, 且吸收带的强度显著增加, 所以紫外分光光度计在食品检测应用中有着无可比拟的优越性, 几乎可以满足广大中小食品企业食品检测分析的需要。

1) 在食品光度测量中的应用

在食品生产中为了保证有颜色的饮料(如可乐、果汁及茶饮料)产品的颜色一致, 可以在可见光区用紫外可见分光光度计来测定其吸收值, 使色差符合产品要求。在发酵工业中也可通过测定吸光值来确定产品的发酵完成程度。

2) 在食品成分定性分析中的应用

在食品生产中会使用一些食品添加剂, 为确定食品添加剂的质量, 可以用紫外可见分光光度计对其进行光谱扫描。例如食品中涉及的一些复合甜味剂、复合防腐剂和复合鲜味剂等就可以用紫外可见分光光度计进行一个全面扫描以排除违禁添加剂的使用。

3) 在食品成分定量分析中的应用

对于食品卫生安全检测中一些需要严格控制的成分项目可以用紫外可见分光光度计来准确检测,食品中常用紫外可见分光光度计测定的项目有金属元素 Pb、As、Fe、Cu、Hg 和 Cd;游离氯/总氯、氟化物和氰化物;亚硝酸盐和硝酸盐;二氧化硫;甲醛、果胶、己糖、戊糖、甲基戊糖、果糖、葡萄糖和脂肪等。

4) 在食品 DNA/蛋白质分析中的应用

DNA/蛋白质为生物大分子,所产生的紫外吸收往往是其分子内的小基团所引起的,如嘌呤碱、嘧啶碱、色氨酸、苯丙氨酸和肽键等。嘌呤碱、嘧啶碱以及由它们参与组成的核苷、核苷酸和核酸对紫外光有强烈的吸收。在蛋白质分子中,色氨酸、苯丙氨酸残基的苯环含有共轭双键,该共轭双键对紫外光有吸收,从而导致蛋白质对紫外光有吸收。利用这个特性可以准确、可靠地测定乳制品中蛋白质含量。

3.2.2 原子光谱设备

食品中含有许多种类的元素,在这些元素中,有很多是人们生活中必不可少的。例如缺乏钙、磷、碘等就会出现某种疾病,所以这些元素的存在,对大家的身体健康很有意义,但如果超过了一定的量就会变为有害。近年来,越来越多的农药化肥用于农业耕作中,有些对机体影响很大的元素如砷、铅、镉、铜、汞、碘等随食物进入人体内,转变成具有高毒性的化合物,产生急性和慢性毒性反应,还可能产生致畸、致癌和致突变作用,因此严格控制食品中各元素的含量是十分必要的。原子吸收光谱仪和原子荧光光谱仪是测定这些元素快速、精确、高效的仪器设备。

1) 原子吸收光谱仪在食品检测中的应用

原子吸收光谱仪亦称原子吸收分光光度计,由光源、原子化系统(火焰和石墨炉)、分光色散系统、检测系统和数据处理系统等五部分组成。是基于被测元素基态原子在蒸气状态对其原子共振辐射的吸收进行元素定量分析的一种仪器设备。它具有适用范围广、选择性好、灵敏度高及分析速度快等优点,是测量试样中各种元素的首先仪器,也是食品分析的主要检测设备之一。

2) 在农产品分析检测中的应用

梅念声等用原子吸收光谱仪测定了大米中

的铜,玉米粉中的钴、镁和镉,大米、茶叶和蒜头中的硒,灵敏度与其它方法相比提高了4倍。龙斯华等将 BO_3^- 转化为 BF_4^- 和 IO_3^- 转化为 I^- , 再与 1,10-邻二氮菲镉络合物形成离子缔合物,被硝基苯萃取,用原子吸收光谱仪测定镉从而间接定量稻米中的硼和碘,特征浓度达到 $0.016\mu\text{g}/\text{ml}/1\%$ 和 $0.028\mu\text{g}/\text{ml}/1\%$ 。邹明强等以镀金铜丝为载体循环富集-冷原子吸收法测定甲鱼神力源、红小豆等多种食品中的汞,检出限为 $0.4\text{pg}/\text{g}$ 。欧阳律利用苦杏仁苷在苦杏仁苷酶作用下水解产生苯甲醛、葡萄糖和氢氰酸,水解产物流经装有硫化铜柱的流动注射流路时, CN^- 与 CuS 作用生成可溶性离子,载入原子化器,测定铜间接定量苦杏仁苷。白文敏等用水冷石英管捕集测定了甘蓝中的镉,微量进样测定松花蛋中的铅,在酸性介质中尼古丁与雷氏氨盐阴离子形成难溶化合物,测定滤液中的过量铬间接定量尼古丁等。

① 在肉和奶制品分析检测中的应用,柳志龙等用原子吸收光谱仪固体进样测定猪肝和牡蛎粉中的铅。用甘油-硝酸-水(1+0.05+4)制成悬浮液,以铜和镁为基体改进剂,GFAAS 无标样直接测定了猪肝、小麦和甘蓝中的硒。将猪组织绞碎混匀,高压密封溶样,测定了锰、铜、铁和锌。饶竹等用铍基体改进剂消除磷酸盐基体干扰,测定了海洋生物样品中的砷,检出限为 25pg , $\text{RSD} < 7\%$ 。张燕、马文宏等用原子吸收光谱仪,干法消化,用石墨炉原子化器同时测定了婴幼儿粉中的铅、锰、铜,空气-乙炔火焰原子化器测定了钾、钠、钙和镁等。彭荣飞、黄聪等用酒石酸为基体改进剂,石墨炉原子化器测定了婴儿配方奶粉中的铅和镉的含量,检出限分别为 $10\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 $0.8\mu\text{g}/\text{kg}$,回收率为 $96.3\% \sim 104.0\%$ 。

② 在饮料和营养品分析检测中的应用,原子吸收光谱仪也常用来测定饮料和营养品中的微量元素。邓建平等用钼基体作为改进剂直接测定了饮料中 As、Pb、Cu 的含量。任建成等用 $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ -Trion X-100 作为硒的基体改进剂,将灰化温度由 40°C 提高到 1200°C ,测定了饮料和大青叶合剂中的硒。高丽娟等用液膜富集,测定了水蜜桃、汽水、啤酒和哇哈哈营养液中的锌,回收

率达到 96.3% ~ 102%。陈树则等用热解管和涂钨热解管测定了灵芝提取物、参茸王浆和矿泉水中的锗。王吉德用碳酸钙和磷酸镁悬浮液与饮料中的有机酸反应,分离未反应的碳酸钙和磷酸镁,测定上清液中的钙和镁,间接定量总酸度,间接定量橘汁、亚洲汽水、雪菲力汽水、杏汁汽水等饮料的总酸度。另外有人用甲基异丁酮-丁醇混合溶剂萃取茶汤中的杂多酚和分离氨基酸,加入碱性磷酸铜溶液悬浮液反萃取,生成的水溶性铜-杂多酚配合物转入水相,离心分离未反应的磷酸铜,测定铜间接定量氨基酸和杂多酚。

3) 原子荧光光谱仪在食品检测中的应用

原子荧光光谱仪分为色散型和非色散型,其结构与原子吸收分光光度计相似,主要由激发光源系统、单色系统、原子化系统、检测系统及显示系统等五部分组成。该仪器具有谱线简单、高灵敏度、低检出限、可以同时测定多种元素等特点,可以用来测定食品中砷、铅、汞等重金属元素。

① 食品中砷的检测,近年来,砷含量及形态研究已经成为食品安全及药理作用研究领域中的一个热点问题,这一切都基于砷的强力毒性。食品中砷的检验方法有传统的砷斑法、银盐法、硼氢化物还原法和原子吸收光谱法等,但这些方法存在灵敏度低,操作繁琐等缺点。由于原子荧光光谱仪具有操作简单、快速、准确度和精密性好的优点,特别是采用氢化物发生原子荧光光谱法测定砷具有极高的检测灵敏度,且基体干扰少。林燕奎、赵琼晖等用原子荧光光谱仪同时测定了大米粉、贻贝和甘蓝等食品中的砷和汞的含量,在最佳条件下,砷和汞的检出限分别为 0.02 $\mu\text{g/L}$ 、0.01 $\mu\text{g/L}$,回收率分别在 99.0% ~ 106.0%、89.1% ~ 96.3% 之间。张丙春、蒙立红等在 20% 硫酸浸提 15 min 样品的条件下,用双道原子荧光光谱仪测定海产品中无机砷的含量,实验结果与国标相比,相对偏差在允许范围内。邓全道、刘灵芝等用氢化物发生-原子荧光光谱法同时测定食品添加剂碳酸钙中的砷和汞,以 20 g/L KBH_4 为还原剂(加入 50 g/L 的硫脲-抗坏血酸),该法砷和汞的检出限为 0.0124 $\mu\text{g/L}$ 、0.0009 $\mu\text{g/L}$,回收率分别在 101.8% ~ 102.2%、102.5% ~ 106.0% 之间。

② 食品中铅的检测,铅是一种有蓄积毒性

的重金属元素,普遍存在于自然环境和动植物体内,通过食物链进入人体,在人体内长期积累并造成慢性中毒。因此食品及其生产原料中铅重金属污染问题倍受关注。通常测定铅含量的方法主要是原子吸收法,这种方法存在称样量大、反应时间长、试剂消耗大、实验成本高等缺点。李晓蓉以茶叶、工业干酪素、椰枣、玉米淀粉、黑瓜子、白瓜子、向日葵籽等为研究主体,利用原子荧光光谱仪测定这些食物中的铅含量,实验结果表明该法简单、快速、准确可靠。许昆明、黎源倩等以微波消解原子荧光光谱法测定大米、酱油、植物油等食物中铅的含量,结果表明,铅的检出限为 0.12 $\mu\text{g/L}$,回收率在 91.8% ~ 104.4% 之间。

③ 食品中汞的检测,汞在食品卫生监督检查中,被列为重点监督的有害元素。它以各种化学形态排入环境中,通过食物链的形式富集在人体。像鱼类能蓄积水体中的汞到达百倍以上,成为人类健康极大隐患。测定汞的方法较多,如比色法、分光光度法、原子吸收等,但这些方法记忆效应严重,分析精度差,原子荧光光谱仪能克服这一弱点。金学根用冷原子荧光法测定人奶中的汞,不需消化样品直接测定,其检出限为 0.02 ng,回收率为 96.5% ~ 99.4%,与样品消化法测定结果已知。蔡秋研究和确定了氢化物原子荧光光谱法测定水产品中汞的适宜检测条件,建立了 $\text{V}_2\text{O}_5\text{-HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 消解体系,并以硫脲作为掩蔽剂,低浓度硼氢化钾为还原剂,该法相关系数 ≥ 0.9997 ,检出限为 0.005 $\mu\text{g/L}$ 。林晶和黄玲以芒果、脱脂奶粉等几十种食品为研究主体,研究了应用微波消解-氢化物发生-原子荧光光谱法同时测定食品中的汞和砷的方法。在最佳条件下,汞和砷的回收率分别为 92% ~ 96%、94.5% ~ 101%,检出限为 0.1 $\mu\text{g/L}$ 、0.02 $\mu\text{g/L}$,且该法能满足各类食品中微量汞和砷的测定。

④ 食品中硒的检测,硒是人体所必须的微量元素之一,具有很高的生物活性。硒缺乏时人患克山病、大骨节病,使人体免疫力降低,过量又能引起中毒,使人患有脱发、脱甲、偏瘫等症状。海产品和动物内脏是硒良好的食物来源,如鱼子酱、海生、牡蛎和猪肾等,因此对食物中硒的含量进行检测对人体健康具有重要的意义。用原子

荧光光谱法测定硒不仅产率高,且反应快,是一种行之有效的办法。如郝庆秀利用微波消解-氢化物发生原子荧光法对面粉中的砷、硒的测定方法进行了研究,结果表明,检出限分别为0.23 ng/mL、0.15 ng/mL,回收率在94%~105%之间。郝林华、刘莉等以改进的 HNO_3 - HClO_4 湿法消解样品,用原子荧光光谱仪确定了检测海产品、动物内脏中硒含量的方法,该法的检出限为0.4 ng/mL,回收率为88.4%~98.5%,适合各种硒样品的测定。

⑤ 食品中锆的检测,最近几年医学界人士认为锆-132是人体必需的微量元素,具有抗癌和预防心血管疾病的功能,而它的合成前体无机锆有一定的毒性原子荧光光谱仪在食品中锆的分析中有独特的优势,特别是用高强度空心阴极灯作激发光源,低温点火装置的应用,使方法的灵敏度和稳定性更高。祝建国应用氢化物发生原子荧光光谱法测定奶牛全血和牛乳中的锆和硒,两种元素的检出限分别为1.2 ng/mL、0.33 ng/mL,它具有取样量少、成本低、简便、准确、精密度好等优点。陈青川等采用氢化物发生-原子荧光光谱法,分别测定了保健饮品中的无机锆和 β -羧乙基锆倍半氧化物(即锆-132),其回收率为92%,同时对于天然食品中无机锆和锆-132分别测定的条件也进行了初步的探讨。

3.3 色谱仪器设备

色谱法最早是幼俄国植物学家茨维特在1906年研究用碳酸钙分离植物色素时发现的,色谱法因之得名。后来在此基础上发展出纸色谱法、薄层色谱法、气相色谱法和液相色谱法等。气相色谱和液相色谱法由于其高效、高速、高灵敏度的特点,被广泛的用于食品检测中。据统计,在已知化合物种,能用气相色谱分析的约占20%,而能用液相色谱分析的约占70%~80%。

3.3.1 气相色谱仪在食品检测中的应用

气相色谱仪是一个载气连续运行,气密的气体流路系统,主要由载气及其流速控制系统、进样系统、色谱柱系统、检测器系统、记录系统和温控系统等6个基本单元组成。气相色谱仪具有分辨率高、分离时间短、分析迅速、灵敏度高以及特别适于对气体混合物或易挥发的液体或固体

进行检测的优点和优势,已被广泛应用于食品和酿酒发酵工业。

1) 在农药残留检测方面的应用

农药的使用是一把“双刃剑”,一方面,农药的使用大大提高了农作物产量,另一方面,高浓度农药的使用对人类健康造成了极大地损害。尤其是近年来,蔬菜和水果中的农药残留较多,引起了社会的广泛关注。目前,利用GC/ECD气相色谱检测有机氯农药残留,GC/NPD气相色谱检测有机磷和有机氮农药残留,GC/FPD气相色谱检测有机磷和有机硫农药残留等技术已经很成熟。例如,采用GC/MS可同时检测出100多种农药残留成分;GC/ECD可准确检测出高丽人参中有机氯农药残留量以及GC/FID可检测出猪肉、鱼和虾中三甲胺的含量等等。

2) 在食品添加剂检测方面的应用

食品添加剂因为剂量的不同,对人体的危害不同,一般来说,除天然的添加剂外,化工食品添加剂对人体都会有相应的影响。气相色谱仪一般用于酸型或酯型防腐剂的检测。将样品首先进行酸化,使添加剂的由离子形式转化为有机分子形式,然后用极性较低的溶剂如石油醚或乙醚进行萃取。可以利用GC/FID气相色谱检测食品中的山梨酸和苯甲酸等食品防腐添加剂含量,使用GC/ECD气相色谱检测检测油炸食品中的炳烯酰胺含量,使用GC/FID气相色谱检测面粉中过氧化苯甲酰的含量。

3) 发酵饮料产品中风味组分的质量的控制分析应用

甲醇是白酒中的主要有害成分,其来源是由原料和辅料中果胶内甲酯基分解而成。甲醇的毒性极强,尤其对视神经的毒性作用最大,人食入5 g就会出现严重中毒,超过12.5 g就可能导致死亡。同时,白酒中也含有杂醇油,此种物质过量也会对人体产生毒副作用,可使神经系统充血,引起头晕、头痛。甲醇和杂醇油在氢火焰中化学电离可进行色谱检测,是采用GC/FID气相色谱检测白酒中甲醇及杂醇油含量的原理,使用GC/FID气相色谱对白酒进行质量控制,方法简便、快捷、准确。

气相色谱仪(顶空进样)还可以监控啤酒、葡萄酒等酿造发酵饮料产品的质量,监控啤酒中

的硫化物等有害组分、有害毒素及挥发性气体,对发酵饮料的生产可以进行实时监控。这是因为啤酒、葡萄酒和饮料中有许多挥发性化合物和风味物质,可直接反应产品的质量状况,通过检测这些化合物在生产过程中变化,可以控制在生产过程中的产品质量,确定发生在发酵酿造过程中影响饮料产品最终味觉和质量的关键问题。

4) 食品包装袋有害物质的检测

现在塑料食品包装袋在人们生活中使用比较广泛,人们在购买油分较高的食品时,往往用到食品塑料包装袋。食品包装材料中有较多的残留污染物如微量元素、荧光增白剂、增塑剂、防油剂以及杀菌剂等。近年来由于包装引起的食物中毒事件层出不穷,其中尤为增塑剂的危害最为严重且使用量最大。增塑剂是指在塑料包装材料在生产过程中,为增加包装袋的可塑性和强度,提高包装袋的透明度,而添加的化学物质,最常见的是酞酸酯。酞酸酯在接触到食品中的油脂时,特别是在加热的条件下便会溶解出来,添加的酞酸酯含量越高,被溶出的数量越多。

大量研究证明,酞酸酯对动物和人均有慢性毒性,其毒性对人有致突变、致癌作用,是目前全球范围内最广泛存在的化学污染物之一。国内外关于酞酸酯在环境中分布的研究已较为深入,但对酞酸酯通过各种途径污染食品的现象还没引起足够的重视。利用 GC/FID 气相色谱可对塑料食品袋及包装食品中的 5 种酞酸酯,包括邻苯二甲酸二甲酯(DMP)、邻苯二甲酸二乙酯(DEP)、邻苯二甲酸二丁酯(DBP)、邻苯二甲酸二正辛酯(DOP)和邻苯二甲酸二(2-乙基己酯)(DEHP)进行准确分离和检测。

5) 食用油的浸油溶剂残留及脂肪酸组成分析

目前国内外生产植物食用油大多采用 6 号溶剂为萃取剂,其主要成分是 $C_6 \sim C_8$,还含有少量芳烃,长期接触这些物质会麻醉呼吸中枢,损伤皮肤屏障功能,损害周围神经和造血功能。因此,加强对食用油生产过程中的浸出油及成品油中的溶剂残留量的监控,有利于食用植物油加工环节的工艺控制,切实提高食用油的卫生和安全品质。

国家标准规定以 6 号溶剂油为标准物配制

标准溶液,以气相色谱(顶空进样)测定食用植物油中的残留溶剂。该方法能实现对 $C_6 \sim C_8$ 烷烃及芳香烃类化合物进行有效分离及监测。

此外,采用 GC/FID 气相色谱还可以对食用植物油中的 30 多种脂肪酸的含量进行测定与分析,主要是监测分析能对人的营养状况产生不良影响、具有抑制生长并引起甲状腺肥大等副作用的芥酸的含量。利用 GC/FID 能使 30 多种脂肪酸得到较好的分离,以使准确检测出特定脂肪酸。

气相色谱除了对上述食品中的有毒有害物质进行高分辨、快捷、准确的检测外,还可以使用 GC/ECD 或 GC/MS 对肉类食品中残留的氯霉素以及部分致病微生物进行检测,利用 GC/FID 对食用焦糖色素中的 4-甲基咪唑、食品中二噁英与多氯联苯、加碘食盐中的碘、膨化食品中氯丙醇类化合物、奶粉中硝酸盐以及保健食品功效成分 DHA、ARA 和 EPA 等组分进行检测。

3.3.2 液相色谱仪在食品检测中的应用

液相色谱分为高效液相色谱仪和普通液相色谱仪,现在食品检测中主要用的是高效液相色谱仪,它主要由高压输液系统,进样系统,分离系统和检测系统 4 个部分组成,此外还配有辅助系统,如梯度淋洗、自动进样及数据处理等。液相色谱仪具有高压、高速、高效、高灵敏度、适应范围宽等显著特点,适宜于分离分析高沸点、热不稳定性、分子量比较大的物质,据统计液相色谱可分析的物质占已知化合物的 80% 以上。

1) 在食品中添加剂检测中的应用

食品添加剂,指为改善食品品质和色、香、味以及为防腐、保鲜和加工工艺的需要而加入食品的人工合成或者天然物质。主要分为防腐剂、甜味剂、天然或人工合成色素、抗氧化剂、香精香料等。食品添加剂带来了食品的多样性,但它们对人体具有一定的毒性,过多地使用会给人体健康带来危害。因此在食品添加剂的使用中,明确制定卫生标准,限定食品添加剂的种类、名称、应用范围、最大使用量和残留量。

液相色谱在食品添加剂分析中的研究主要集中在利用色谱法对食品添加剂的定性定量检测和多种添加剂同时检测。如王静等用液相色谱(反相)测定蜜饯类食品中防腐剂含量,在

XDB-C₁₈为色谱柱,乙酸铵:甲醇(95:5)为流动相,二级管阵列为检测器的实验条件下测得山梨酸、苯甲酸和糖精钠的回收率在96%以上,检出限不大于0.0013 g/kg;姚浔平等在C₁₈色谱柱,0.05 mol/mL磷酸二氢钠(PH4.0)和乙腈为洗脱液,流速10 mL/min,梯度洗脱,检测波长230 nm和245 nm的条件用液相色谱检测苯甲酸、山梨酸、糖精钠、安赛蜜、咖啡因等10种食品添加剂,该条件下测得的10种添加剂的最低检出限在0.04~1.0 mg/L,平均回收率在90.0%~105%,适于检测这10种添加剂含量;王红梅等利用液相色谱建立了一种简便并可同时测定肉制品中柠檬黄、菜红、胭脂红和日落黄的方法,肉制品经脱水,乙醇+氨水超声波振荡提取,过滤,梯度洗脱,二极管阵列检测器可变波长条件下测得4种合成色素的回收率为91.5%~99.3%。另外近年来表现比较突出的影响食品安全的苏丹红色素事件已经成为该领域研究热点,人们致力用液相色谱研究出一种能同时检测所有种类苏丹红的方法。

2) 在农药残留检测中的应用

分析食品中尤其是水果和蔬菜中的农药残留十分重要,因为它与人类生活息息相关。有许多基本方法可以检测农药残留,气相色谱无疑是最常用的一种,但并不适用于热不稳定或极性大的农药的检测。高效液相色谱仪是分离热不稳定和难挥发性化合物的有效仪器,因此目前使用的许多农药以及它们的降解产物只能采用液相色谱进行分离。如R. Dommarco等用液相色谱仪同时检测了敌草隆,利谷隆等13种除草剂;陈雁君等选用ODS-C₁₈色谱柱,以甲醇-水为流动相,流速1 mL/min,检测波长265 nm。结果在此条件下,噻虫胺的平均加标回收率在93.02%~94.4%之间,相对标准偏差3.3%~5.4%;马又娥等建立了固相萃取/高效液相色谱-串联质谱同时检测蔬菜、水果中痕量21种农药残留量的方法。蔬菜、蔬果样品提取液经固相萃取后用C₁₈柱分离,以0.1%甲酸乙腈-0.1%甲酸水溶液为流动相,梯度洗脱,结果表明,样品中最低检出质量分数为0.0005~0.003 mg/kg,样品的平均加标回收率为76.34%~119.33%。

3) 在兽药残留检测中的应用

随着人民生活水平的不断提高,肉、禽、蛋、乳等动物性食品在我国人民的膳食结构中所占的比重越来越大。近几年,随着相继发生几起世界性的动物性食品污染事件,使得动物性食品中兽药残留问题已成为国际社会开始研究的公共卫生问题之一,而且越来越受到国内外人们的普遍重视。兽药残留是导致动物性食品安全下降的一个主要原因,食品中的兽药残留量超标,食用后在人体经过富集易产生过敏、畸形、癌症等不良后果,直接威胁人类的生命和健康。目前,我国对这方面的研究处在起步阶段,开发检测食品中兽药残留的分析方法迫在眉睫。

刘靖靖建立了吡哌酸、氧氟沙星、环丙沙星、单诺沙星、恩诺沙星、沙拉沙星、口恶喹酸和氟甲喹8种和喹诺酮类兽药残留量的高效液相色谱-荧光检测方法,此方法采用基质分散和微波萃取技术进行样品的前处理,回收率为70.0%~99.5%,相对标准偏差1.0%~8.5%;盐酸克仑特罗(俗称瘦肉精)系 β_2 受体兴奋剂,禁止作为畜禽类生长促进剂使用。近年来我国曾多次报道了因食用含有盐酸克仑特罗残留的猪肉及内脏等造成的中毒事件。陈金枝等用高效液相色谱仪,以Hypersil C₁₈为色谱柱、甲醇-磷酸二氢钾为流动相的条件下测定猪眼、猪肝、猪肺中微量盐酸克仑特罗,结果表明样品中的盐酸克仑特罗最小检测量为0.20 ng;另外,方国凯以多壁碳纳米管作为固相吸收材料,与高效液相色谱仪联用建立食品中痕量磺胺兽药残留的分析方法。

4) 在霉菌毒素检测中的应用

食品中存在多种霉菌毒素,黄曲霉素存在最为普遍,是食品贮藏时由黄曲霉菌类所产生的代谢产物。各种发霉的食物、花生、大米、玉米等,都可能遭此种毒素污染,现在已确定黄曲霉素有B₁、B₂、B_{2a}、G₁、G₂、G_{2a}、M₁、M₂8种结构的类似物。这些毒素毒性极强,在实验动物身上几个微克便能诱致肝癌的发生。

郑荣等用高效液相色谱仪建立了乳制品中黄曲霉素M₁的检测方法,样品经提取、过免疫亲和柱净化后,用高效液相色谱-荧光检测器进行分析。结果测得黄曲霉毒素、M₁在0.1~1 μ g/L范围内线性关系良好, $\gamma > 0.999$,回收率在90%~110%之间,定量限为5 pg,检测限为2 pg;

Maria L gia Martins 应用免疫亲和柱萃取和高效液相色谱仪检测葡萄牙 96 种酸奶中是否含有黄曲霉素(AFM₁),其检测限为 10 ng/kg,18.8% 的样品中有 AFM₁ 检出,含量在 19~98 ng/kg 之间;王君等将食品磨碎、提取、过滤、净化、衍生等处理后用高效液相色谱仪同时测定其黄曲霉素 B₁、B₂、G₁、G₂ 的残留量,该法检出限分别为 0.012 μg/kg、0.008 μg/kg、0.036 μg/kg 和 0.024 μg/kg。

5) 在多环芳烃检测中的应用

多环芳烃是一类重要的食品污染物,目前已知的 2~7 环芳烃就有数百种,其中有很多种具有致突变性和致癌性。加工食品中以烟熏和烧烤食品中的多环芳烃最为严重,而我国烟熏食品风味独特,为广大消费者所青睐,分析检测烟熏类食品中多环芳烃含量,了解我国烟熏类食品中多环芳烃的污染程度并制定相应的卫生标准有着重要的食品安全意义。多环芳烃中主要的致癌物质有 3,4-苯(a)并芘,二苯(a,h)并芘,而芘和萤蒽对苯(a)并芘的致癌有促进作用。用高效液相色谱-荧光检测器,以十二烷基化学键合薄壳型硅胶为色谱柱填充剂,梯度洗脱的条件下能检测分离出多环芳烃中蒽、苯(e)并芘、芘、苯(b)-萤蒽及苯(a)并芘 5 个成分。这种方法不仅灵敏度高、检测结果准确,而且极大缩短了分离时间和提高了分离效果。

高效液相色谱仪已经越来越广泛的应用到食品检测与安全分析中,近年来又与其他的色谱相结合,扩大了检测范围,提高了检测水平,可更快速准确地检测出食品中残留的微量、痕量毒素,随着技术的不断完善和发展,高效液相色谱仪将在食品检测与分析领域有更广阔的发展。

4 讨 论

《食品安全法》的实施对食品安全标准提取了更高的要求,检测项目将包括:食品、食品相关产品中的致病性微生物、农药残留、兽药残留、重金属、污染物质以及其他危害人体健康物质的限量规定;食品添加剂的品种、使用范围、用量;专供婴幼儿和其他特定人群的主辅食品的营养成分要求;食品的卫生要求;与食品安全有关的质量要求等。项目的检测手段将更多的依赖食品

检测仪器设备,仪器设备的市场需求将更加大而具体,仪器设备生产企业将向客户研发、提供专业化程度更高、高效、便携、功能集成、方便客户应用的产品,以方便用户应对日常的食品安全检测和应对突发食品安全事件的检测工作,为食品安全监管工作提供基本、快速的技术保障。

食品安全快速检测仪在日常食品安全检测和突发食品安全事件被应用的越来越多,它具有实验准备简化,适用的试剂少,配制好的试剂保存期长;样品经简单前处理后即可测试,对操作人员要求低;简单、快速和准确的分析方法,样品在很短的时间内测试出结果等优点。食品快速检测仪器是针对食品的生产、加工、流通和销售等各环节实施快速、方便、准确、灵敏的全程管理和监控而研制的仪器。目前已成功研制食品安全农药、兽药、生物毒素、食品添加剂、饲料添加剂和违禁化学品等检测试剂盒 29 个,建立食品安全各类快速检测方法和确证方法共 94 项。但其不足之处在于对待测样品只限于进行定性判断,只能简单判断样品是否为阳性,要出具定量数据报告,还需要进行实验室检验校准。因此,快速检测仪器的只能用于对大量样品进行初步筛查,其局限性有待改进。

参考文献

- [1] 贾云,苏小东,原金海. 食品安全与检验 [M]. 中国石化出版社,2009,6:222-228.
- [2] 黎卫强. 紫外可见分光光度计在食品检测中的应用[J]. 企业科技与发展,2010,276(6):15-16.
- [3] 白广东. 气相色谱在食品检测方面的应用及发展[J]. 工程技术,2010,16:89.
- [4] 陈文强,彭浩,邓万百,等. 气相色谱技术在食品安全检测中的应用[J]. 江苏农业科学,2009,4:356-358.
- [5] 卢业举,舒勇,赵成仕. 气相色谱-串联质谱法测定食品中的三聚氰胺[J]. 色谱,2008,26(6):749-751.
- [6] 邓莲芬. 气相色谱-电子捕获检测器法测定食品中的碘化物[J]. 中国卫生检验杂志,2008,18(8):1551-1627.
- [7] 米建平. 气相色谱在苏丹红检测中的应用[J]. 2008 年全国化学与光谱分析会议,2008,111-113.
- [8] 王如民,田运佳,刘浩,等. 高效液相色谱法在食

- 品安全检测中的应用[J]. 资农产品加工业, 2009, 7: 55-57.
- [9] 仇志杰. 食品中苯甲酸、山梨酸应用原理及液相色谱分析方法[J]. 技术广场, 2007, 21: 27.
- [10] 张晓峰, 陈庆森, 庞广昌. 液相色谱在多肽物质分离分析上的应用[J]. 食品科学, 2006, 27(3): 239-241.
- [11] HARRIS C M. The SFC comeback [J]. Analytical Chemistry, 2002, 74: 87-91.
- [12] A GO'MEX-HENS M, AGUILAR C. Social and economic interest in the control of phthalic acid esters [J]. Trends in Analytical Chemistry, 2003, 22(11): 847-857.
- [13] 刘广友. 原子吸收光谱的测量及优缺点分析[J]. 中国科技博览, 2009, 24: 300.
- [14] 李仕辉, 赵艳. 原子吸收光谱分析技术与应用[J]. 忻州师范学院学报, 2008, 24(2): 25-27.
- [15] 张燕, 马文宏, 阎磊, 等. 原子吸收光谱法在婴幼儿食品检测中的应用[J]. 食品研究与开发, 2007, 28(6): 187-188.
- [16] 潘建芳. 火焰原子吸收光谱法测定奶类食品中铜、锌、铁、锰[J]. 理化检验-化学分册, 2007, 43: 209-210.
- [17] 邓全道, 刘灵芝, 李爱力, 等. 氢化物发生-原子荧光光谱法同时测定食品添加剂碳酸钙中的砷和汞[J]. 分析实验室, 2009, 28(5): 185-187.
- [18] 李静娜, 梁高道. 双道原子荧光光谱法同时测定食品中的砷和汞[J]. 中国卫生检验杂志, 2001, 11(1): 52.
- [19] 王永芳. 氢化物发生原子荧光法在食品分析中的应用[J]. 中国卫生检验杂志, 2000, 10(5): 633-635.
- [20] 张强, 吴海坤, 喇翠玲, 等. 原子荧光光谱法测定食品中砷和硒[J]. 中国地方病学杂志, 2005, 24(20): 258-259.
- [21] 许昆明, 黎源倩, 胡素华, 等. 微波消解原子荧光光谱法同时测定食品中铅和砷[J]. 职业卫生与病伤, 2007, 22(2): 143-145.

作者简介

陈林鹏, 硕士学历, 本科至研究期间在武汉工业学院学习食品科学专业, 2010年7月至今就职于新疆克拉玛依市独山子区卫生局。曾发表《碘量法对植物甾醇不饱和度的研究》、《植物甾醇氢化的研究进展》、《植物甾醇的氢化》、《植物甾醇乳化体系的选择》、《植物甾醇乳化体系的优化》、《利用均匀设计化植物甾醇乳化体系》等文章。

E-mail: clj_tqc@163.com