

荧光法在食品理化检验标准中的应用进展

徐静^{1*}, 孙兴权¹, 韩慧², 王丹¹, 李妍¹, 刁文婷¹, 曹际娟^{1*}

(1. 辽宁出入境检验检疫局, 大连 116001; 2. 塔城出入境检验检疫局, 塔城 834700)

摘要:近年来, 荧光检测法以其灵敏度高、特异性强、易于操作及定量精准等优点, 在食品理化检验领域获得了越来越多的应用, 其相应的检验标准, 包括国家标准、农业部标准、检验检疫行业标准、农业部公告、地方标准等也日渐增多, 其更新修订的频率与数量也逐年递增。本文对我国现行有效的理化标准中所采用的荧光检测方法, 包括荧光分光光度法、薄层色谱-荧光法、高效液相色谱-荧光法、原子荧光法等进行了总结, 并着重对液相色谱荧光法中的目标物提取、免疫亲和净化、分离检测条件等进行了论述, 最后对荧光检测的当前热点以及未来发展趋势进行了展望。本文为相关科研人员在荧光检测领域的标准起草、草案建议、方法开发及日常食品安全分析检验提供了有力的技术支持。

关键词: 荧光; 食品安全标准; 检验

Application of fluorescence detection in food inspection standards

XU Jing^{1*}, SUN Xing-Quan¹, HAN Hui², WANG Dan¹, LI Yan¹, DIAO Wen-Ting¹, CAO Ji-Juan^{1*}

(1. Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian 116001, China;
2. Tacheng Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Tacheng 834700, China)

ABSTRACT: In recent years, fluorescence detection has aroused more and more interest due to its high sensitivity, high selectivity, user-friendly and accurate quantification. Accordingly, the number of the standards, including the GB standards, the NY standards, the SN standards, the Ministry of Agriculture Announcements and the DB standards were increasing every year, the revisions and the adjustments also became frequent. The effective food safety standards in China using fluorescence detection, including the fluorescence spectrophotometry, high-performance liquid chromatography with fluorescence detector, thin-layer chromatography with fluorescence detector and atomic fluorescence spectrometry were summarized in this review. The high-performance liquid chromatography with fluorescence detector method, including the extraction of the target compound, immunoaffinity column cleanup, the excitation wavelength and emission wavelength of the fluorescence were discussed in detail. In the end, we also discussed the existing problem and the future trends in this field. This article can provide useful technique support to the relevant researchers in the

基金项目: 辽宁省博士科研启动计划(20121146)、国家质检总局科技计划项目(2013IK168)

Fund: Supported by the Liaoning Province Research Program for Young Scientist (20121146) and the Scientific and Technological Project of the General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China (2013IK168)

*通讯作者: 徐静, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全色谱检测。E-mail: jingxu99@163.com

曹际娟, 博士, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: cjj0909@163.com

*Corresponding author: XU Jing, PhD, Senior Engineer, Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, 60 Changjiang East Road, Dalian 116001, Liaoning Province, China. E-mail: jingxu99@163.com

CAO Ji-Juan, PhD, Research Fellow, Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, 60 Changjiang East Road, Dalian 116001, Liaoning Province, China. E-mail: cjj0909@163.com

fields of formulating the standards, supporting the methods, developing the new methods and regular food analytical detection using fluorescence detection.

KEY WORDS: fluorescence; food standards; detection

1 引言

随着食品工业化程度的快速提高和日益扩大,以及新的工艺技术及添加剂的广泛使用,我国的食品安全事件屡屡发生,已成为目前全社会关注的焦点之一,食品安全不仅关系到国民的身体健康和生命安全,还影响到社会的稳定和长期发展^[1]。

荧光检测技术是基于辐射跃迁原理的特异型检测技术,其产生与分子/原子结构密切相关。当采用一定波长的激发光照射待测样品,只有特定结构的分子/原子才会发出荧光,其波长取决于分子/原子种类,其强度取决于物质的浓度,以此可作为定性、定量检测的依据。荧光检测具有灵敏度高、选择性强、定量精准等优点,适用于复杂基质中痕量化合物的检测和分析,在食品安全检验标准中获得了广泛的应用^[2]。目前已经有关于荧光检测的综述,但尚无针对我国标准体系中荧光方法的详细论述。本文总结了现行标准体系中所采用的荧光检测方法,包括荧光分光光度法、薄层色谱-荧光法、高效液相色谱-荧光法、原子荧光法等,并着重对高效液相色谱-荧光法进行了综述。

2 分子荧光法在食品检测标准中的应用

产生分子荧光有两个必要条件:一是分子本身具有能吸收激发光的结构,通常是共轭双键;二是具有较高的量子效率,即荧光物质吸光后所发射的荧光量子数与吸收的激发光子数的比值较大。目前我国食品安全检验标准体系中,获得广泛应用的分子荧光法主要包括荧光分光光度法、薄层色谱-荧光法、高效液相色谱-荧光法等。

2.1 荧光分光光度法

将待测基质进行充分的粉碎、提取、净化、浓缩定容后,不经其他分离手段,直接将样液倒入荧光检测比色皿,

并以产生的荧光强度进行定量检测,是目前现行标准中常采用的分光光度检测模式。由于采用无分离直接检测模式,因此一般对前处理净化手段要求比较高,通常与免疫亲和层析净化等结合使用。其优缺点如表1所示。

鉴于以上特点,荧光分光光度法通常作为检验标准的筛选方法,即对大批量的样品进行初步筛选,对于无荧光信号的可直接鉴定为阴性样品,有荧光信号的进入复检环节,采用高效液相色谱-荧光法或者高效液相色谱-串联质谱法进行进一步分离和结构解析,从而实现单一化合物的精确定量检测。目前我国食品安全检测标准体系中,采用该方法进行检验的物质有伏马毒素^[3]、黄曲霉毒素^[4-9]、赭曲霉毒素A^[10]、噻菌灵^[11]、金属硒^[12,13]、腹泻型贝类毒素^[14]、抗坏血酸^[15,16]等,所涉及的基质包括粮油、饲料、乳制品、水质、茶叶、果蔬等。

2.2 薄层色谱-荧光法

薄层色谱-荧光法是在初步分离的前提下实现的一种半定量检测方法。试样经提取净化等前处理后,点样于薄层色谱板(thin layer chromatography, TLC)上,同时点上检出限浓度的标准溶液作为参比。定性依据为:①试样点与标准溶液点的迁移距离Rf一致;②试样点与标准溶液点的荧光色度相同,则可以判定试样中含有目标化合物。定量依据为:①试样点荧光强度如果弱于标准溶液点,则其含量低于检出限;②如果强于标准溶液点,则需对试样进行适度稀释,直至强度与标准溶液点相同,并根据稀释倍数计算其实际浓度。当前处理后的试样溶液中存在荧光杂质,可先进行横展分离杂质,再进行纵展对目标化合物定性定量。其优点及缺点详见表2。目前我国食品安全检测标准体系中,采用该方法进行检验的物质有黄曲霉毒素^[5,7,8]M1、B1、B2、G1、G2、T-2毒素^[17]、玉米赤霉烯酮^[18]等,所涉及的基质包括配合饲料、牛乳及制品、奶油及新鲜猪组织等。

表1 荧光分光光度法的优点及缺点

Table 1 Advantages and disadvantages of the fluorescence spectrophotometry

优点	缺点
1) 因无需进行分离,人工操作简单、方便;	1) 因未进行分离,因此只能给出荧光化合物的总量,无法给出单个组分的详细定量信息;
2) 无需前置分离装置,仪器结构简单、造价低廉、维护方便;	2) 缺少保留时间或者结构解析等相关定性手段,不能作为精确定性依据。
3) 因采用比色皿作为检测池,通常具有较大的光程,从而具有较高的灵敏度。	

表 2 薄层色谱-荧光法的优点及缺点
Table 2 Advantages and disadvantages of the thin-layer chromatography with fluorescence detection

优点	缺点
1) 引入了分离设置, 增加了 Rf 值作为定性依据;	1) 光程短, 灵敏度相应降低;
2) 可通过先横展再纵展的手段, 对试样中的荧光杂质进行分离, 从而降低干扰;	2) 仅通过目测方式判断荧光强度, 只能作为半定量手段, 无法实现精准定量分析。
3) 所需仪器简单, 仅需要具有激发波长的光源即可。	

2.3 高效液相色谱-荧光法

将高效液相色谱与荧光检测器串联, 对待测样品进行基线分离后, 导入流通池进行荧光检测; 当前标准中所采用的色谱均为常规柱反相液相色谱。定量方面, 依靠色谱峰高或者峰面积, 采用外标法即可实现精准定量分析; 为降低柱外效应, 流通池体积需与色谱柱规格相匹配, 因此光程相对于比色皿小, 灵敏度稍低于分光光度法。定性方面, 该方法虽不能提供结构解析功能, 但其综合了保留时间和荧光波长两项指标, 前处理再结合免疫亲和层析净化后, 具有较大的可信性。目前部分标准将该法作为检测的第一法, 液相色谱-串联质谱法作为第二法, 发现阳性样品后实施第二法进行结构确证。该法是目前我国食品安全标准体系中应用最广泛的分子荧光检测方法, 在兽药残留、人工色素、真菌毒素等检验中获得了普遍应用。

2.3.1 兽药残留检测

阿维菌素类药物, 包括阿维菌素、伊维菌素、多拉菌素、埃普利诺菌素等, 为大环内酯类兽药, 具有杀虫、杀螨、杀线虫活性等功效, 主要用于防治家禽、家畜体内外寄生虫和农作物害虫等。目前标准^[19]中采用的检测方式多为乙腈/甲醇提取, C18 小柱或者免疫亲和层析净化后, 经三氟乙酸酐和 N-甲基咪唑衍生化, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 365 nm, 发射波长 475 nm; 检出限最低可达 1 μg/kg。目前采用该方法的包括国家标准^[19-21]、农业部公告^[22,23]等, 样品基质覆盖水产品、乳制品、牛、猪、鸡组织等。

喹诺酮类药物, 包括达氟沙星、恩诺沙星、环丙沙星、沙拉沙星和双氟沙星等, 是一类人工合成的含 4-喹诺酮基本结构, 对细菌 DNA 螺旋酶具有选择性抑制的抗菌剂。主要用于防治动物泌尿及生殖道、肠道、呼吸道及皮肤等软组织感染等。目前标准中采用的检测方法^[24]为: 试样经乙腈提取、正己烷除脂肪、C18 小柱净化后, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 280 nm, 发射波长 450 nm; 检出限最低可达 1 μg/kg。目前采用该方法的包括国家标准^[24]、地方标准^[25]、农业部公告^[26]等, 样品基质覆盖鸡蛋、水产品、牛奶、猪和鸡组织等。

禽肉中的癸氧喹酯也可采用该法检测。试样经甲醇/三氯甲烷混合液提取, 偏磷酸/三氯甲烷除水, -20 °C 冷冻

去除脂肪后, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 326 nm, 发射波长 384 nm; 检出限最低可达 0.2 mg/kg^[27]。

水产品中土霉素、四环素、金霉素和强力霉素等也可采用该法检测。样品经柠檬酸缓冲液提取, 正己烷脱脂, 固相萃取柱净化, 用高效液相色谱荧光检测器检测; 激发波长 380 nm, 发射波长 520 nm; 检出限最低可达 0.01 mg/kg^[28]。

2.3.2 色素染料检测

碱性桃红 T 是常用的人工色素。地方标准^[19]所采用的检测方法为: 样品通过碱化甲醇提取、二氯甲烷萃取、正己烷净化, 高效液相色谱荧光检测器检测; 激发波长 271 nm, 发射波长 572 nm; 检出限最低可达 4 μg/kg^[29,30]。

孔雀石绿和结晶紫, 都是兼具染料及杀菌剂功能的化学药品, 在水产品中滥用现象较为普遍。国标采取的检测方法^[19]为: 样品中残留的孔雀石绿或结晶紫, 经硼氢化钾还原为其相应的代谢产物隐性孔雀石绿或隐性结晶紫, 乙腈-乙酸铵缓冲混合液提取, 二氯甲烷萃取, 经酸性氧化铝-丙基磺酸(propylsulfonic, PRS)串联小柱净化, 进入高效液相色谱荧光检测器检测; 激发波长 265 nm, 发射波长 360 nm, 检出限最低可达 0.5 μg/kg^[31]。

2.3.3 真菌毒素检测

黄曲霉毒素是由黄曲霉菌、寄生曲霉菌等真菌产生的毒性次生代谢产物, 目前已分离鉴定出衍生物 20 多种, 其中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2、广泛存在于花生、玉米、麦类、稻谷、牧草等农产品中, B1、B2 通过饲料进入食物链, 在奶牛体内代谢为黄曲霉毒素 M1、M2、并最终进入乳汁。目前标准中采用的检测方法^[6]为: 试样经溶解、离心、过滤后, 通过免疫亲和柱, 其特异性抗体与存在的黄曲霉毒素抗原键合, 行成抗体-抗原复合体, 甲醇-乙腈混合溶液洗脱定容后, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 360 nm, 发射波长 420 nm; 为增强灵敏度通常采用碘或者过溴化溴化吡啶柱后衍生, 检出限最低可达 0.001 μg/kg。采用该方法的包括国家标准^[6,8,9,32,33]、检验检疫行业标准^[34]等, 可测样品基质覆盖牛乳及乳制品、粮食、饲料、植物油脂、酱油、食醋等。

玉米赤霉烯酮主要污染玉米、小麦、大米、大麦、小米和燕麦等谷物, 其中玉米的阳性检出率为 45%。食用含赤霉病麦面粉制作的各種面食可引起中枢神经系统的中毒症状, 如恶心、头痛、神智抑郁等^[35]。目前标准中采用的

检测方法^[36]为: 试样经乙腈/水混合液提取, 玉米赤霉烯酮免疫亲和柱净化, 其特异性抗体与存在的抗原键合, 行成抗体-抗原复合体, PBS 缓冲溶液洗脱定容后, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 274 nm, 发射波长 440 nm, 检出限最低可达 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。目前采用该方法的包括国家标准^[36-38]、检验检疫行业标准^[39,40]等, 可测样品基质覆盖饲料、粮食和粮食制品、食用油、酒类、酱油、醋、酱及酱制品等。

T2 毒素是由多种镰刀菌产生的一种霉菌毒素, 主要污染小麦、大麦、玉米等粮食作物及其制品。摄入后影响血液、肝脏、肾脏、胰腺肌肉及淋巴细胞的功能, 临床症状为厌食、呕吐、腹泻、生长停滞、繁殖和神经功能障碍等^[41]。目前标准中采用的检测方法^[42]为: 试样经甲醇/水混合液提取, T-2 毒素免疫亲和柱净化, 水溶液洗脱定容后, 1-萘酚衍生化, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 381 nm, 发射波长 470 nm, 检出限最低可达 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。目前采用该方法的包括国家标准^[42,44]、检验检疫行业标准^[45]等, 可测样品基质覆盖饲料、粮食等。

赭曲霉毒素 A 是由小麦、玉米、大麦等农作物上的曲霉和青霉产生的, 可侵害动物肝脏与肾脏, 引起动物的肠黏膜炎症和坏死, 并具有致畸作用^[46]。目前标准中采用的检测方法^[10]为: 试样经乙腈/水混合液提取, 赭曲霉毒素免疫亲和柱净化, 甲醇洗脱定容后, 1-萘酚衍生化, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 333 nm, 发射波长 460 nm, 检出限最低可达 1 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。目前可测样品基质覆盖饲料、小麦、玉米、稻谷等^[10,47]。

伏马菌素是由串珠镰刀菌产生的水溶性代谢产物, 主要污染玉米及玉米制品。摄入后会损害肝肾功能, 能引起马脑白质软化症和猪肺水肿等, 并与我国和南非部分地区高发的食道癌有关, 现已引起世界范围的广泛注意^[48]。国标采取的检测方法为: 试样经甲醇/乙腈/水混合液提取, 免疫亲和柱净化, 其特异性抗体与存在的抗原键合, 行成抗体-抗原复合体, 甲醇洗脱定容后, OPA 柱前衍生, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 335 nm, 发射波长 440 nm, 检出限最低可达 0.1 mg/kg ^[3]。

桔霉素是由红曲霉分泌出的一种真菌毒素, 其主要作用的靶器官是肾脏, 它不仅可以致畸、导致肿瘤的发生, 而且可以诱发突变。目前检验检疫行业标准^[49]采取的检测方法是: 试样经甲醇/水混合液提取, 免疫亲和柱净化, 其特异性抗体与存在的抗原键合, 行成抗体-抗原复合体, 甲醇/三氟乙酸水溶液洗脱定容后, OPA 柱前衍生, 进入液相色谱-荧光检测系统; 激发波长 331 nm, 发射波长 500 nm; 检出限最低可达 0.03 mg/kg 。

麻痹性贝毒是一类四氢嘌呤的三环化合物, 主要是通过钠离子通道的影响而抑制神经的传导, 症状包括四肢肌肉麻痹、头痛恶心、流涎发烧、皮疹等, 严重者肌肉麻痹、呼吸困难、甚至窒息而死亡。且具有广布性与高发

性^[50]。目前国家标准^[51]采取的检测方法是: 试样经 0.1 mol/L 盐酸提取, 离心后过 C18 固相萃取柱, 再经过分子质量 10 000 的分子筛超滤离心管过滤, 进入液相色谱-荧光检测系统, 高碘酸柱后衍生; 激发波长 330 nm, 发射波长 390 nm, 检出限最低可达 4.8 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

河豚毒素是鲉鱼类及其他生物体内含有的一种生物碱, 曾一度被认为是自然界中毒性最强的非蛋白类毒素, 中毒后缺乏有效的解救措施。河豚毒素的化学性质稳定, 一般烹调手段难以破坏^[52]。目前国家标准^[53]采取的检测方法是: 试样经酸性甲醇提取, 离心后过 C18 固相萃取柱, 1%乙酸溶液洗脱, 进入液相色谱-荧光检测系统, 氢氧化钠柱后衍生; 激发波长 385 nm, 发射波长 505 nm, 检出限最低可达 50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.3.4 其他检测

苯酚是常用的消毒杀菌剂, 可用作农田的驱虫剂, 在大型养蜂场中常用于驱使蜜蜂集中于花丛中快速采蜜。其作为原生质毒素, 人体摄入后主要作用于神经系统, 可引起头晕、贫血等症状。当前国家标准^[54]采取的蜂蜜中苯酚检测方法是: 试样经水提取, 进入液相色谱-荧光检测系统, 激发波长 270 nm, 发射波长 295 nm, 检出限最低可达 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

十二烷基苯磺酸钠是一种阴离子表面活性剂, 常用于合成洗涤剂, 近年来在某些市售面食中发现阳性检出。其属于低毒物质, 长期在动物体内蓄积会引起白细胞显著降低、血清乳酸脱氢酶同工酶活性升高、精子畸形率上升等。地方标准^[55]的检测方法为: 干燥、粉碎后的试样, 经超声、恒温水浴振荡提取、沉淀蛋白、过滤得到的测试液经高效液相色谱仪-荧光检测器测定, 激发波长为 230 nm, 发射波长为 290 nm, 最低检出限 50 mg/kg 。

甲萘威, 氨基甲酸酯类农药, 具有触杀及胃毒作用, 能抑制害虫神经系统的胆碱酯酶使其致死。杀虫谱广、毒性较低, 通常加工成粉剂和可湿性粉剂使用, 在农业上应用颇广。检验检疫行业标准^[56]采取的检验方法为: 用丙酮/石油醚混合溶液提取样品中的甲萘威残留物, 经凝胶层析柱净化后, 浓缩, 高效液相色谱分离, 经柱后氢氧化钠-OPA 试剂衍生后进入荧光检测器, 激发波长为 330 nm, 发射波长为 465 nm, 最低检出限 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

3 原子荧光法在食品检测标准中的应用

原子荧光法介于原子发射光谱和原子吸收光谱之间的光谱分析技术^[57]。基本原理是将含有一定浓度的待测元素原子化后, 原子蒸气经过特定频率的激发光源辐射而被激发至高能态, 而后以光辐射的形式发射出特征波长的荧光, 利用荧光波长定性, 荧光强度定量。具有灵敏度高、干扰少、进样量小、仪器简单线性范围宽等特点, 在食品安全中重金属检测方面具有广泛的应用。

3.1 氢化物发生-原子荧光光谱法

砷、锑、铋、硒、碲、铅、锡和锆等 8 种元素, 可在特定条件下被还原为气态氢化物, 并且其氢化物沸点均低于 0 °C, 可经载气带入到原子化器中并进行检测。相对于传统方法, 由于大部分基体都不能进入原子化器, 从而起到降低基体干扰的作用, 因此不需要背景校正; 且仪器结构更容易设计为多元素同时测定的模式。该法是目前原子荧光检测中应用最广泛的手段。在国家标准、检验检疫行业标准、地方标准中均有应用, 采用该方法进行检验的物质有硒^[58-60]、砷^[61,62]、铅^[63]、锑^[64]等, 所涉及的基质包括稻米、茶叶、水产品等各类食品。

3.2 微波消解-原子荧光光谱法

微波消解是将样品与特定酸放入消解罐后, 加盖置于微波消解仪中, 按设定的消解程序在高温增压条件下使样品快速消化溶解。相对于传统消解方法, 其优点在于: ①样品彻底消解且能减小易挥发元素的损失, 回收率高; ②消化快捷、空白值低、无元素损失及交叉污染, 可同时完成待测样中多元素联测; ③节约试剂, 对环境的污染小^[65]。在农业部标准、检验检疫行业标准均有应用, 采用该方法进行检验的物质有砷^[66]、硒^[67]、锑^[68]等, 所涉及的基质包括稻米、饲料、食品接触材料等。

3.3 液相色谱-原子荧光光谱法

液相色谱-原子荧光法, 由色谱分离系统和光谱检测系统通过专用接口连接组成。色谱分离系统将被测元素的不同形态按照停留时间的不同按顺序流出, 达到按形态分离的效果; 接口装置将色谱分离出来的有机态元素转化为可进行氢化物反应的无机态; 光谱检测系统将被测试元素定量转化为可被检测的光谱信号^[69]。以保留时间及光谱波长作为定性依据, 以光强度峰高或者峰面积作为定量依据。其优点是可进行元素形态分析, 缺点是仪器结构相对复杂, 接口处的日常维护要求比较高。该法目前在检验检疫行业标准应用较少, 主要用于动物源性食品中多种形态汞的检测等^[70,71]。

4 展 望

荧光检测法以其仪器结构简单、性能稳定、造价低廉、适于微型化等优点, 已成为食品理化检验标准中广泛应用的检测技术之一。当前荧光检测的研发主要集中于以下几个方面: ①针对不同基质及目标化合物, 探索最佳提取方式以及净化手段, 如免疫亲和净化、固相萃取小柱净化等, 从而获得最佳回收率及特异性; ②针对自身无荧光物质, 研发反应活性高、量子产量大的荧光探针, 从而拓宽检测领域; ③采用锁相放大或类似调制技术, 降低荧光背景噪音水平; ④荧光检测器与其他分离装置的联用接口技术研究。

近年来, 随着材料学、电子学的发展, 荧光检测在仪器结构及联用技术方面都获得了迅速的发展。新型光源, 包括激光、发光二极管等, 极大地提高了激发光的强度, 并降低了仪器的体积重量, 从而使荧光检测的灵敏度获得了数量级的提高, 小型化乃至微型化成为主流; 联用技术方面, 毛细管电泳、芯片电泳等分离手段均获得了广泛使用, 为定性及定量工作提供了有力支持。以上技术在科研领域已经获得了广泛应用, 但在我国现行标准体系中采纳率仍十分低。随着食品理化检验标准体系的不断成熟, 性能优越的新型光源技术、分离联用技术将成为发展的主流。

参考文献

- [1] 邹小南, 谭红, 李占彬, 等. 我国食品安全监管现状、问题与对策[J]. 食品工程, 2009, 1(3): 3-7.
Zou XN, Tan H, Li ZB, et al. The status problem and solutions of food safety supervision in China [J]. Food Eng, 2009, 1(3): 3-7.
- [2] 陈国庆. 荧光光谱技术在食品安全监控中的应用研究[D]. 无锡: 江南大学, 2010.
Chen GQ. Studies on application of fluorescence spectroscopy in food safety supervision [D]. Wuxi: Jiangnan Univ, 2010.
- [3] GB/T 25228—2010. 粮油检验 玉米及其制品中伏马毒素含量测定 免疫亲和柱净化高效液相色谱法和荧光光度法[S].
GB/T 25228—2010. Inspection of grain and oils—determination of fumonisins in corn and its products by high liquid chromatography and fluorometer with immunoaffinity column cleanup [S].
- [4] DB34/T 813—2008. 饲料中黄曲霉毒素的测定 免疫亲和层析净化荧光光度法[S].
DB34/T 813—2008. Determination of aflatoxins in feedstuff cleanup by immunoaffinity chromatography and determination by fluorometer [S].
- [5] GB/T 5009.24—2010. 食品中黄曲霉毒素 M1 和 B1 的测定[S].
GB/T 5009.24—2010. Determination of aflatoxins M1 and B1 in foods [S].
- [6] GB/T 5413.37—2010. 乳和乳制品中黄曲霉毒素 M1 的测定[S].
GB/T 5413.37—2010. Determination of aflatoxin M1 in milk and milk products [S].
- [7] GB/T 8381—2008. 饲料中黄曲霉毒素 B1 的测定 半定量薄层色谱法[S].
GB/T 8381—2008. Determination of aflatoxin B in feedstuff thin layer chromatography method [S].
- [8] GB/T 5009.23—2006. 食品中黄曲霉毒素 B1、B2、G2 的测定[S].
GB/T 5009.23—2006. Determination of aflatoxin B1, B2, G1, G2 in foods [S].
- [9] GB/T 18979—2003. 食品中黄曲霉毒素的测定—免疫亲和层析净化高效液相色谱法和荧光光度法[S].
GB/T 18979—2003. Determination aflatoxins content in food—cleanup by immunoaffinity chromatography and determination by high-performance liquid chromatography and fluorometer [S].
- [10] GB/T 25220—2010. 粮油检验 粮食中赭曲霉毒素 A 的测定 高效液相色谱法和荧光光度法[S].
GB/T 25220—2010. Inspection of grain and oils—determination of ochratoxin A in grains by high liquid chromatography and fluorometer [S].
- [11] SN/T 0606—1996. 出口乳及乳制品中嗜菌灵残留量检验方法荧光分光光度法[S].

- SN/T 0606—1996. Method for the determination of thiabendazole residues in milk and milk products for export—fluorescence spectrophotometry [S].
- [12] GB/T 11902—1989. 水质 硒的测定 2,3-二氨基萘荧光法[S].
GB/T 11902—1989. Water quality—determination of selenium—diamlnonaphthalene fluormoetric method [S].
- [13] SN/T 0926—2000. 进出口茶叶中硒的检测方法荧光光度法[S].
SN/T 0926—2000. Method for the determination of selenium in tea for import and export—fluorometry [S].
- [14] SN/T 2131.1—2008. 进出口贝类中腹泻性贝类毒素检测方法 第1部分: 荧光磷酸酶抑制法[S].
SN/T 2131.1—2008. Determination of DSP in shellfish for import and export—Part1: inhibition method of fluorescence phophatase activity [S].
- [15] GB/T 5009.86—2003. 蔬菜、水果及其制品中总环血酸测定(荧光法和2,4-二硝基苯胂法)[S].
GB/T 5009.86—2003. Determination of total ascorbic acid in fruits, vegetables and derived products—flourometric method and colorimetric method [S].
- [16] GB/T 17816—1999. 饲料中总抗坏血酸的测定邻苯二胺荧光法[S].
GB/T 17816—1999. Determination of total ascorbic acid in feeds—o-phenylenediamine Fluorometry [S].
- [17] GB/T 8381.4—2005. 配合饲料中T-2毒素的测定薄层色谱法[S].
GB/T 8381.4—2005. Method for determination of T-2 toxin in formula feed- Thin layer chromatography [S].
- [18] GB/T 19540—2008. 饲料中玉米中赤霉烯酮的测定[S].
GB/T 19540—2008. Determination of zearalenone in feeds [S].
- [19] GB/T 29695—2013. 食品安全国家标准 水产品中阿维菌素和伊维菌素多残留的测定 高效液相色谱法[S].
GB/T 29695—2013. Determination of avermectin and ivermectin residues in aquatic products by high performance liquid chromatographic method [S].
- [20] GB/T 29696—2013. 食品安全国家标准 牛奶中阿维菌素和伊维菌素多残留的测定 高效液相色谱法[S].
GB/T 29696—2013. Determination of avermectin and ivermectin residues in milk by high performance liquid chromatographic method [S].
- [21] GB/T 21321—2007. 动物源食品中阿维菌素类药物残留量的测定 免疫亲和—液相色谱法[S].
GB/T 21321—2007. Determination of avermectins and residues in foodstuffs of animal origin—Immunoaffinity-high performance liquid chromatography [S].
- [22] 农业部 781 号公告-5-2006. 动物源食品中阿维菌素类药物残留量的测定 高效液相色谱法[S].
Ministry of Agriculture Announcements No. 781-5-2006. Method for determination of avermectin residues in animal derived food—HPLC [S].
- [23] 农业部 1025 号公告-5-2008. 动物性食品中阿维菌素类药物残留检测——酶联免疫吸附法, 高效液相色谱和液相色谱—串联质谱法[S].
Ministry of Agriculture Announcements No.1025-5-2008. Determination of avermectin residues in animal derived food ELISA method, HPLC method and LC—MS—MS method [S].
- [24] GB/T 29692—2013. 食品安全国家标准 牛奶中喹诺酮类药物多残留的测定 高效液相色谱法[S].
GB/T 29692—2013. Determination of quinolones residues in milk by high performance liquid chromatographic method [S].
- [25] DB35/T 898—2009. 水产品中喹诺酮类药物残留量的测定 高效液相色谱法[S].
DB35/T 898—2009. Determination of quinolones residues in aquatic products by high performance liquid chromatographic method [S].
- [26] 农业部 781 号公告-6-2006. 鸡蛋中氟喹诺酮类药物残留量的测定 高效液相色谱法[S].
Ministry of Agriculture Announcements No.781-6-2006. Determination of quinolones residues in egg by HPLC method [S].
- [27] GB/T 20745—2006. 畜禽肉中癸氧喹酯残留 液相色谱-荧光检测法[S].
GB/T 20745—2006. Method for determination of decoquinatate residues in licestork and poultry muscles—LC-fluorescence detection method [S].
- [28] DB33/T 691—2008. 水产品中土霉素、四环素、金霉素、强力霉素残留量的测定 高效液相色谱荧光检测法[S].
DB33/T 691—2008. Determination of oxytetracycline, tetracycline, chlortetracycline and doxycycline residues in aquatic product—HPLC with fluorescence detector [S].
- [29] DB35/T 896—2009. 食品中碱性桃红 T 含量的测定 液相色谱-荧光检测法[S].
DB35/T 896—2009. Determination of safranine T in food HPLC-fluorescence method [S].
- [30] DB35/T 897—2009. 食品中碱性橙、碱性嫩黄 O 和碱性桃红 T 含量的测定[S].
DB35/T 897—2009. Determination of basic orange, auramine o and safranine T in food [S].
- [31] GB/T 20361—2006. 水产品中孔雀石绿和结晶紫残留量的测定 高效液相色谱荧光检测法[S].
GB/T 20361—2006. Determination of malachite green and gentian violet residues in fishery products—high performance liquid chromatographic with fluorescence detector [S].
- [32] GB/T 23212—2008. 牛奶和奶粉中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2、M1、M2 的测定 液相色谱—荧光检测法[S].
GB/T 23212—2008. Determination of aflatoxin B1,B2,G1,M1,M2 content in milk and milk power—HPLC-fluorescence detection method [S].
- [33] GB/T 30955—2014. 饲料中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的测定 免疫亲和和柱净化—高效液相色谱法[S].
GB/T 30955—2014. Determination of aflatoxin B1, B2, G1, G2 in feedstuff by high liquid chromatography with immunoaffinity column cleanup [S].
- [34] SN/T 3868—2014. 出口植物油中黄曲霉毒素 B1、B2、G1、G2 的检测—免疫亲和和柱净化 高效液相色谱法[S].
SN/T 3868—2014. Determination of aflatoxin B1, B2, G1, G2 in vegetable oil by high liquid chromatography with immunoaffinity column cleanup [S].
- [35] <http://baike.baidu.com/view/738264.htm?fr=aladdin>
- [36] GB/T 5009.209-2008. 谷物中玉米赤霉烯酮的测定[S].
GB/T 5009.209-2008. Determination of zearalenone in cereals [S].
- [37] GB/T 5009.209-2008. 食品中玉米赤霉烯酮的测定 免疫亲和层析净化 高效液相色谱法[S].
GB/T 5009.209-2008. Determination of zearalenone in food—High performance liquid chromatographic method with immunoaffinity column clean-up [S].
- [38] GB/T 5009.209-2008. 饲料中玉米赤霉烯酮的测定 免疫亲和和柱净化-高效液相色谱法[S].
GB/T 5009.209-2008. Determination of zearalenone in feed—High

- performance liquid chromatographic method with immunoaffinity column clean-up [S].
- [39] SN/T 1745—2006. 进出口大豆、油菜籽和食用植物油中玉米赤霉烯酮的检验方法[S].
SN/T 1745—2006. Inspection of zearalenone in soybean, rapeseed/canola and edible vegetables oils for import and export [S].
- [40] SN/T 1772—2006. 进出口粮谷中玉米赤霉烯酮的测定 免疫亲和柱-液相色谱法[S].
SN/T 1745—2006. Determination of zearalenone in cereals for import and export—Immunoaffinity column and liquid chromatographic method [S].
- [41] <http://baike.baidu.com/view/7828119.htm>
- [42] GB/T 5009.118-2008. 谷物中 T-2 毒素的测定[S].
GB/T 5009.118-2008. Determination of T2 in cereals [S].
- [43] GB/T 23501-2009. 食品中 T-2 毒素的测定 免疫亲和层析净化高效液相色谱法[S].
GB/T 23501-2009. Determination of T2 toxin in food—High performance liquid chromatographic method with immunoaffinity column clean-up [S].
- [44] GB/T 28718-2012. 饲料中 T-2 毒素的测定 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法[S].
GB/T 28718-2012. Determination of T2 toxin in feed—High performance liquid chromatographic method with immunoaffinity column clean-up [S].
- [45] SN/T 1771-2006. 进出口粮谷中 T-2 毒素的测定 免疫亲和柱-液相色谱法[S].
SN/T 1771-2006. Determination of T2 toxin in cereals for import and export—immunoaffinity column and liquid chromatographic method [S].
- [46] <http://baike.baidu.com/view/698591.htm?fr=aladdin>
- [47] GB/T 30957—2014. 饲料中赭曲霉毒素 A 的测定 免疫亲和柱净化—高效液相色谱法[S].
GB/T 30957—2014. Determination of ochratoxin A in feeds by high liquid chromatography with immunoaffinity column clean-up [S].
- [48] <http://baike.baidu.com/view/480836.htm?fr=aladdin>
- [49] SN/T 2916-2011. 出口食品中桔霉素的测定方法 免疫亲和柱净化-高效液相色谱法[S].
SN/T 2916-2011. Determination of citrinin in food for import and export—Immunoaffinity column clean-up and HPLC method [S].
- [50] <http://baike.baidu.com/view/725776.htm>
- [51] GB/T 23215-2008. 贝类中多种麻痹性贝类毒素含量的测定 液相色谱-荧光检测法[S].
GB/T 23215-2008. Determination of paralytic shellfish poison in shellfish—HPLC-fluorescence detection method[S].
- [52] <http://baike.baidu.com/view/1258962.htm?fromtitle=%E6%B2%B3%E8%B1%9A%E6%AF%92%E7%B4%A0&fromid=2464501&type=syn>
- [53] GB/T 23217-2008. 水产品中河豚毒素的测定 液相色谱-荧光检测法[S].
GB/T 23217-2008. Determination of tetrodotoin in aquatic products—HPLC-fluorescence detection method [S].
- [54] GB/T 18932.13-2003. 蜂蜜中苯酚残留量的测定方法 高效液相色谱-荧光检测法[S].
GB/T 18932.13-2003. Method for determination of phenol residues in honeys—HPLC-fluorescence detection method [S].
- [55] DBS22/002-2013. 食品安全地方标准 面制食品中十二烷基苯磺酸钠的测定 高效液相色谱-荧光检测器法[S].
DBS22/002-2013. Native food safety standard determination of dodecyl benzenesulfonic acid in flour products—HPLC-fluorescence detection method [S].
- [56] SN/T 0122-2011. 进出口肉及肉制品中甲萘威残留量检验方法 液相色谱-柱后衍生荧光检测法[S].
SN/T 0122-2011. Determination of carbaryl residues in meat and meat products for import and export—HPLC-fluorescence detector with post column derivations [S].
- [57] 谭芳维. 原子荧光光谱法测定食品中碘、铬及锑铟中汞的应用研究[D]. 南宁: 广西大学, 2013.
Tan FW. Determination of iodine, chromium in foods and mercury in antimony ingot by atomic fluorescence spectrometry [D]. Nanning: Guangxi University, 2013..
- [58] DB3301/T 117-2007. 稻米中有机硒和无机硒含量的测定 原子荧光光谱法[S].
DB3301/T 117-2007. Native food safe standards determination of organic and inorganic selenium in rice by atomic fluorescence spectrometry [S].
- [59] GB/T 5009.93-2010. 食品安全国家标准 食品中硒的测定[S].
GB/T 5009.93-2010. National food safety standard determination of selenium in foods [S].
- [60] GB/T 21729-2008. 茶叶中硒含量的检测方法[S].
GB/T 21729-2008. Determination of selenium content in tea [S].
- [61] GB/T 5009.011-2003. 食品中总砷及无机砷的测定[S].
GB/T 5009.011-2003. Determination of total arsenic and abio-arsenic in foods [S].
- [62] SN/T 1643-2005. 进出口水产品中砷的测定 氢化物-原子荧光光谱法[S].
SN/T 1643-2005. Determination of arsenic in seafood for import and export—hydride generation atomic fluorescence spectrometry [S].
- [63] GB/T 500912-2010. 食品安全国家标准 食品中铅的测定[S].
GB/T 500912-2010. National food safety standard determination of lead in foods [S].
- [64] GB/T 5009.137-2003. 食品中锑的测定[S].
GB/T 5009.137-2003. Determination of antimony in foods [S].
- [65] 杨云. 微波能在分析样品预处理中的应用[J]. 中国卫生检验杂志, 2003, 13(5): 540-554.
Yang Y. Application of microwave power in preconditioning of samples [J]. Chin J Health Lab Technol, 2003, 13(5): 540-554.
- [66] NY/T 1099-2006. 稻米中总砷的测定 原子荧光光谱法[S].
NY/T 1099-2006. Determination of total arsenic in rice—atomic fluorescence spectrometry [S].
- [67] NY/T 1945-2010. 饲料中硒的测定 微波消解-原子荧光光谱法[S].
NY/T 1945-2010. Determination of selenium in feed—microwave digestion—atomic fluorescence spectrometry [S].
- [68] SN/T 2888-2011. 出口食品接触材料 高分子材料 高密度聚乙烯中锑的测定 原子荧光光谱法[S].
SN/T 2888-2011. Food contact materials for export—polymers—determination of antimony in high density polyethylene—atomic fluorescence spectrometry [S].
- [69] 代丽. 高效液相色谱-原子荧光法在动物源性食品砷形态分析中的应用[D]. 天津: 天津大学, 2012.
Dai L. Speciation analysis of arsenic in foods of animal origin by high performance liquid chromatography coupled with atomic fluorescence spectrometry [D]. Tianjin: Tianjin University, 2012.

[70] SN/T 3034-2011. 出口水产品中无机汞、甲基汞和乙基汞的测定.液相色谱-原子荧光光谱联用(LC-AFS)法[S].

SN/T 3034-2011. Determination of inorganic mercury, methylmercury and ethylmercury in aquatic for export—liquid chromatogram-atomic fluorescence spectrometry (LC-AFS) method [S].

[71] SN/T 3134-2012. 出口动物源性食品中硫柳汞残留量的测定 液相色谱-原子荧光光谱法[S].

SN/T 3134-2012. Determination of thimerosal residues in foodstuffs of animal origin for export—liquid chromatogram-atomic fluorescence spectrometry (LC-AFS) method [S].

(责任编辑: 张宏梁)

作者简介



徐 静, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全色谱检测的研究。
E-mail: jingxu99@163.com



曹际娟, 研究员, 主要研究方向为食品安全检测与研究。
E-mail: cjj0909@163.com