

荧光检测食品法标准数据库的建立

徐静^{1*}, 杨春光¹, 肖珊珊¹, 王江红², 王嘉², 王丹¹, 刘慧颖¹, 曹际娟^{1*}

(1. 辽宁出入境检验检疫局, 大连 116001; 2. 沈阳达因科技有限公司, 沈阳 110180)

摘要: **目的** 荧光检测是食品安全标准体系中的常用分析方法, 为简化日常检验、标准研发中的工作流程, 建立荧光检测食品标准数据库。**方法** 对我国现行标准体系中, 采用荧光方法的标准进行系统梳理、整合及本地存储, 通过 C#开发语言、Framework NET 4.2 以及 Visual Studio 2010 开发平台进行了数据库的搭建。**结果** 建成了中国荧光检测食品标准数据库, 迄今收集到 303 条相关物质的信息, 随着标准体系发展以上内容将同步更新。**结论** 该数据库可为一线检验人员以及标准研发人员提供快速、一站式的荧光检测分析信息服务。

关键词: 荧光检测法; 食品标准; 数据库

Establishment of Chinese food safety standards database using fluorescence detection

XU Jing^{1*}, YANG Chun-Guang¹, XIAO Shan-Shan¹, WANG Jiang-Hong², WANG Jia²,
WANG Dan¹, LIU Hui-Ying¹, CAO Ji-Juan^{1*}

(1. Liaoning Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Dalian 116001, China;
2. Shenyang Dyne-Tech Co., Ltd., Shenyang 110180, China)

ABSTRACT: Objective To establish the Chinese food safety standards database using fluorescence detection, so as to simplify the daily routine analysis and the research of the standard method. **Methods** All the standards using fluorescence detection were stored in the local computer and classified, the database was constructed by C#, Framework NET 4.2 and Visual Studio 2010. **Results** Until now, 303 pieces of information were embodied in this Chinese food safety standards database using fluorescence detection, and the records would be refreshed according to the development of the standards system. **Conclusion** The database can serve as a rapid, free and one-step platform for the researchers on fluorescence detection in food safety standards.

KEY WORDS: fluorescence detection methods; food standard; database

1 引言

近几年, 我国的食品安全事件频频发生, 瘦肉

精、苏丹红、三聚氰胺、毒大米、地沟油、塑化剂、黄曲霉毒素等一系列突发事件造成极大的社会影响, 其危害触目惊心、举世震惊。食品安全不仅关系到我

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: 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

国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^[1-4]。

食品是当前最为复杂的检测样品之一，其形态各异、种类繁多，因而存在多样化的基体干扰，给定性及定量测试工作带来困扰^[5]。荧光检测作为一种光致发光型检测技术，只对具有特异性结构的分子产生响应，因而具有极高的灵敏度和很强的选择性，是食品安全中痕量化合物检测的重要手段之一^[6-10]。目前关于荧光法检测食品中毒害物质的文献报道已经很多^[11-14]，部分国家和行业标准也已经进入征求意见或者颁布阶段。

食品检验标准作为食品行业及其相关产业遵循的原则，已得到政府、企业和相关部门的高度重视。目前体系中包括国家标准、农业部标准、检验检疫行业标准、农业部公告、地方标准等，为食品安全检测工作提供了有力的技术和法律支持。但目前尚未见关于实用荧光检测标准数据库的相关报道。

为简化一线检测人员查找相关标准信息的流程，并为相关科研人员进行荧光类标准查新起草等工作提供便利，本研究建立了实用荧光检测标准方法数据库。对食品中常见的有毒有害物质进行筛选，对化合物的分子结构、理化性质、样品前处理方法、分离方法、荧光光谱特性等进行系统的研究，并结合相关分离检测设备建立实用荧光检测数据库，为食品安全突发事件中快速精准定量检测提供技术支持。

2 材料与方法

2.1 技术解决方案

本数据所采用的技术解决方案如下：(1)开发语言：C#；(2)Framework：.NET 4.2；(3)开发平台：Visual Studio 2010；(4)服务器端运行操作系统：Windows 2003/Windows 2008；(4)客户端环境：Windows 7/Vista/Windows XP。

2.2 设计原则

(1)扩展性：系统设计上，采用面向对象的模块化结构，着重满足于本期需求和未来 2 年内的发展需求。(2)安全性：一方面，通过网络数据加密技术安全传输和共享关注数据；另一方面，通过系统提供的多级、多种方式的权限控制，保证系统数据的安全。(3)易用性：功能友好，充分兼顾目前的系统操作特点，画面的风格保持一致，用户在学会使用其中之一的画面操作后，以此类推，将很快熟悉整个系统的使用。(4)集成性：程序留有系统访问接口，方便日后扩展及与其他程序集成。

2.3 设计架构图

本程序采用了当前流行的模型 - 视图 - 控制器 (model view controller, MVC)开发模式，分为视图层、控制层、业务逻辑层及数据层，详见图 1。降低了代码之间的耦合性，使程序更加健壮。同时提高了

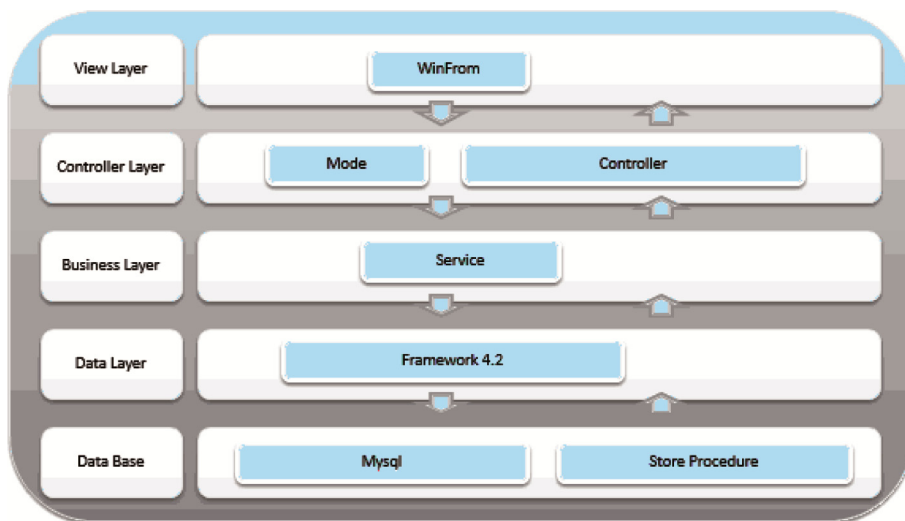


图 1 数据库设计架构图

Fig. 1 The structure of the database construction

程序的可维护能力, 分离视图层和业务逻辑层使得后期维护可以快速解决程序出现的问题以及变更。

2.4 网络拓补

本程序采用客户机/服务器 (client/server, CS) 架构, 服务器搭建需要一台数据库服务器, 通过路由器连接用户电脑, 作为程序的数据源。客户端程序安装在用户使用的台式机和笔记本电脑中, 通过访问数据库服务器达到数据共享的目的, 网络拓补结构见图 2。

2.5 系统体系结构

本系统用户分为普通用户, 管理人员及领导, 通过认证管理获取不同的权限。根据不同权限对业务

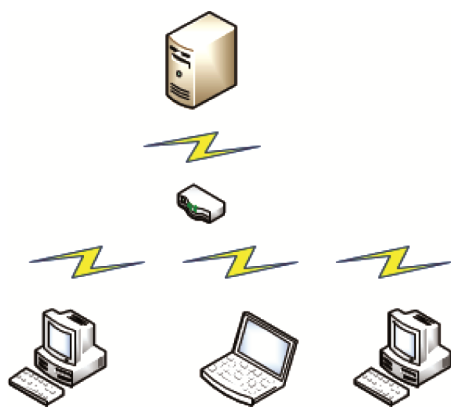


图 2 网络拓补图

Fig. 2 Network topology

层进行数据检索, 数据管理维护, 系统管理维护。数据层采用关系数据库 Mysql, 保证了数据的安全性和大量数据的查询效率。系统体系结构见图 3。

3 结 果

3.1 数据库的建立

截止到 2014 年 9 月 30 日, 数据库共收集到 303 条已知物质荧光检测方法的记录。该数据库将会设定专人定期维护并更新, 因此以上数字将持续增大。目标物或具有天然荧光结构, 或可通过荧光探针衍生反应后采用荧光检测, 该类物质在本数据库中都可查询到相关的各项详细指标。原则上, 每一条物质信息均含十大项目, 包括化学名称、别名、英文名称、CAS 号、结构式、理化性质、限量指标、毒理性质、检测标准名称、检测方法等, 其中检测方法下属两个子项目, 包括前处理方法和仪器检测方法。对于某些比较特别的物质, 如转基因、物种鉴定等, 暂不提供 CAS 号、结构式、理化性质等无效项目。

3.2 数据内容

从目标化合物角度, 该数据库涵盖了农药、兽药、真菌毒素、食品添加剂、重金属、病毒、致病菌、转基因、物种鉴定成分等。从检测手段角度, 所采用方法涵盖了荧光分光光度法、薄层色谱-荧光法、高效液相色谱-荧光法、原子荧光法、X-射线原子荧光法、荧光 PCR 检测方法等, 所采用的前处理手段包

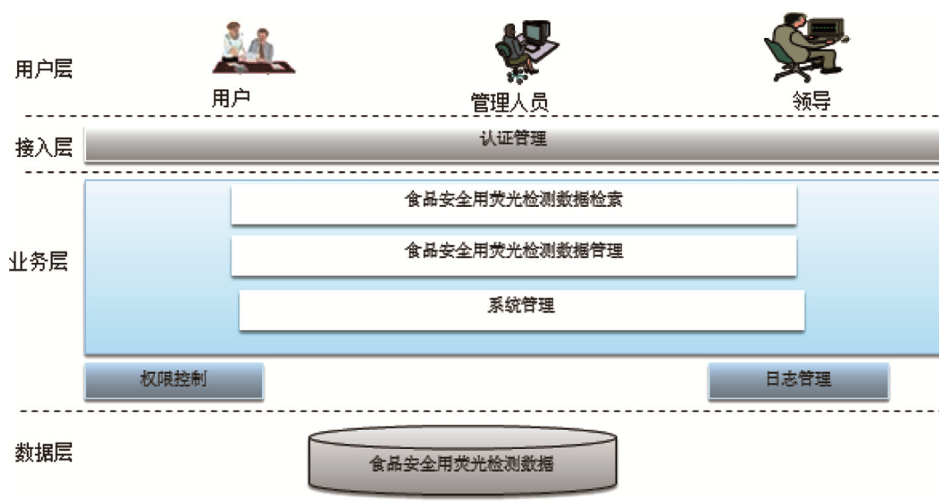


图 3 数据库系统体系结构

Fig. 3 Architecture of the database system

括液液分散萃取、均质提取、固相萃取小柱净化、免疫亲和净化、液液分配净化等。从标准体系角度,该数据库涵盖了国家标准、农业部标准、检验检疫行业标准、农业部公告、地方标准等,以上标准全部现行有效,并会随时根据认监委下达指令,对废止或更新的标准进行定期数据替换更新。

考虑到当前文献报道的荧光检测方法种类数目繁多,其并无有效的验证手段一一证明其准确性,也没有可靠法律手段保护其执行效力,因此期刊发表文章、硕博士论文、会议论文、专利等内容暂未收录。

3.3 已知物质查询

以甲萘威(carbaryl)为例,在“化学名称”中输入“1-萘基-N-甲基氨基甲酸酯”,或者“别名”中输入“甲萘威”,或者“英文名称”中输入“carbaryl”,或者“CAS号”中输入“63-25-2”,都可准确找到该物质的各项相关记录,详见图4。

3.4 数据维护与更新

为保证数据库的安全,用户界面设置了访问用户与管理,访问用户仅可对该数据库进行查询以及相关内容的复制操作,管理员可对数据进行添加、

删除、修改等编辑工作。设置专用远程服务主机作为服务器,相关数据的更新全部通过管理员在该机上完成,同时只要服务器主机保持开机状态,即可实现对其他来访主机的数据更新与维护服务。

4 讨论

荧光检测食品标准数据库的内容框架以及设计,建立在大型科研团队长期对荧光检测方法的研究以及数年间日常样品检测的经验基础上,内容具有较高的实用性。其潜在用户除了食品质量监督及出入境检验检疫领域的科研及检测人员,还包括从事新型食品研发、加工工艺、功能保健食品等领域的基础研究和产品开发人员。用户在本数据库对目标物进行查询,只要该物质可采用荧光法进行检测并已经有相关标准,即可提供关于物质结构、性质、限量、具体检测方法等详细信息,相当于同时搜索数十个网站及数据库,可以节省大量的时间。同时降低了对相关从业人员在荧光检测方面的分析测试基础及工作经验的要求,避免了因检索数据库不全而导致实验或产品设计的漏洞及缺陷等,为标准起草、草案建议、方法开发及日常食品安全检验提供了有力的技术支持。

化学名称: 1-萘基-N-甲基氨基甲酸酯	别名: 甲萘威
英文名称: Carbaryl	CAS号: 63-25-2
结构式:	
理化性质: 纯品为白色结晶, m.p. 145°C, 相对密度 1.232(20°C), 蒸气压为 0.666 Pa(25°C)。水中溶解度(20°C) 120 mg/L, 易溶于极性有机溶剂。 溶解度为: 二甲基甲酰胺 > 45%, 丙酮 > 20%, 环己酮 > 20%, 甲乙酮 > 15%, 氯仿 > 10%, 乙醇 > 5%, 甲苯 > 1%, 水 40 mg/L	限量指标: EPA拟规定以下农作物内/表甲萘威(Carbaryl)残留的许可限量 温苕果道: 15 ppm; 风筛碎谷粒: 70 ppm; 柑橘油: 20 ppm; 葡萄干: 12 ppm; 稻谷壳: 30 ppm; 燕麦根: 0.5 ppm; 及高粱谷干草: 30 ppm.
毒理性质: 亚急性和慢性毒性: 人(女性)经口连续6周喂食0.12 mg/kg 甲萘威, 尿中氨基酸/肝酰胺的比例降低; 急性毒性: 人(女性)经口最低致死剂量为 5 mg/kg.	检测标准: 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
前处理: 1 提取及净化 (1) 样品的提取 称取试样 20 g (精确到 0.01 g), 于 100 mL 具塞三角瓶中, 加水 6 mL (视样品水分含量加水使总水量约 20 g, 肉通常在 70% 左右, 加水 6 mL), 加 40 mL 丙酮, 匀浆 1 min, 加	检测: 测定 (1) 液相色谱条件 色谱柱: C18, 250 mm × 4.6 mm × 5 μm, 或相当者。 柱温: 42 °C。 荧光检测器: λ _e × 330 nm, λ _e m 465 nm.
确定	取消

图4 甲萘威查询信息页面

Fig. 4 Information of carbaryl obtained from the database system

参考文献

- [1] 成黎. 中国食品安全现状与发展综述及改善措施初探[J]. 食品工业科技, 2008, 29(10): 229-232.
Cheng L. A review of current situation, development and improvement method of food safety in China [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2008, 29(10): 229-232.
- [2] 唐杰. 浅析我国食品安全现状与对策[J]. 粮食加工, 2009, 34(2): 76-77.
Tang J. The current situation and countermeasures of Chinese food safety [J]. *Grain Proc*, 2009, 34(2): 76-77.
- [3] 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.
- [4] 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 University, 2010.
- [5] Saad B, Sing YY, Nawi MA, *et al*. Determination of synthetic phenolic antioxidants in food items using reversed-Phase HPLC [J]. *Food Chem*, 2007, 105(1): 389-394.
- [6] Yao B, Luo G, Wang L, *et al*. A microfluidic device using a green organic light emitting diode as an integrated excitation source [J]. *Lab Chip*, 2005, 5: 1041-1047.
- [7] Jong EP, Lucy CA. Spectral filtering of light-emitting diodes for fluorescence detection [J]. *Anal Chim Acta*, 2005, 546: 37-45.
- [8] Casado-Terrones S, Cortacero-Ramirez S, Carrasco-Pancorbo A, *et al*. Comparative study between a commercial and a homemade capillary electrophoresis instrument for the simultaneous determination of aminated compounds by induced fluorescence detection [J]. *Anal Bioanal Chem*, 2006, 386 (6): 1835-1847.
- [9] Stedom CA, Markager S. Resolving the variability in dissolved organic matter fluorescence in a temperate estuary and its catchment using PARAFAC analysis [J]. *Limnol Oceanogr*, 2005, 50: 686-697.
- [10] Cory RM, Mcknight DM. Fluorescence spectroscopy reveals ubiquitous presence of oxidized and reduced quinines in dissolved organic matter [J]. *Environ Sci Technol*, 2005, 39: 8142-8149.
- [11] Hsieh MM, Chen SM. Determination of amino acids in tea leaves and beverages using capillary electrophoresis with light-emitting diode-induced fluorescence detection [J]. *Talanta*, 2007, 73 (2): 326-331.
- [12] Chiu TC, Chang HT. Stacking and separation of fluorescent derivatives of amino acids by micellar electrokinetic chromatography in the presence of poly(ethylene oxide) [J]. *J Chromatogr A*, 2007, 1146 (1): 118-124.
- [13] Chang YS, Shih CM, Lin CH. UV light-emitting diode-induced fluorescence detection combined with online sample concentration techniques for capillary electrophoresis [J]. *Anal Sci*, 2006, 22 (2): 235-240.
- [14] Su AK, Chang YS, Lin CH. Analysis of riboflavin in beer by capillary electrophoresis/blue light emitting diode (LED)-induced fluorescence detection combined with a dynamic pH junction technique [J]. *Talanta*, 2004, 64 (4): 970-974.

(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。
E-mail: jingxu99@163.com



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