

餐饮具中阴离子合成洗涤剂快速检测试剂盒的研制及应用

王建山, 赵俊楠, 林 芳, 王一欣, 马元彬, 李红梅, 乔蓉霞, 李 涛*

(陕西省食品药品监督检验研究院, 西安 710065)

摘 要: **目的** 研制用于餐饮具中阴离子合成洗涤剂快速检测的试剂盒。**方法** 餐具经过冲洗后, 采用三氯甲烷萃取, 有机相通过与标准色阶卡目视比色快速判读待测餐饮具中阴离子合成洗涤剂的残留。**结果** 所研发的快检试剂盒检验结果与实验室方法一致, 灵敏度为 100%、特异性为 100%、假阴性率为 0%和假阳性率为 0%。符合食品快速检测方法评价技术规范要求。试剂盒在室温条件下, 储存 3 个月性能稳定。**结论** 研制的快检试剂盒可用于餐饮具中阴离子合成洗涤的快速检测, 适合于现场快检。

关键词: 阴离子合成洗涤剂; 试剂盒; 餐饮具

Research and application of a rapid detection kit for the determination of anion synthetic detergent residue on the surface of tableware

WANG Jian-Shan, ZHAO Jun-Nan, LIN Fang, WANG Yi-Xin, MA Yuan-Bin,
Li Hong-Mei, Qiao Rong-Xia, LI Tao*

(Shaanxi Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710065, China)

ABSTRACT: Objective To develop a rapid detection kit for the determination of anion synthetic detergent residue on the surface of dinner and drinking set. **Methods** The surface of the dishes was washed by the distilled water, and then the sample liquid was extracted by trichloromethane. The anion synthetic detergent residue value was tested by visual colorimetry card. **Results** The test results of the kit were consistent with the results of available national standard method. The sensitivity of the rapid detection kit was 100%, the specificity of the kit was 100%. The false negative rate was 0% and the false positive rate was 0%. The kit could meet the technical specifications of the performance specification requirements. The kit maintained stable within 3 months when stored at room temperature. **Conclusion** The quick detection kit can be used for the quick detection of anion synthesis washing in tableware, and is suitable for the quick detection on site.

KEY WORDS: anion synthetic detergent; kit; oftableware

基金项目: 2019 年陕西省创新能力支撑计划项目(2019PT-22)

Fund: Supported by the Plan of Innovation Capability Support of Shaanxi Province in 2019 (2019PT-22)

*通讯作者: 李涛, 主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。E-mail: westyx@126.com

*Corresponding author: LI Tao, Chief Pharmacist, Shaanxi Supervision & Inspection Institute for Food and Drug, No.21, Kejiwu Road, Gaoxin District, Xi'an 710065, China. E-mail: westyx@126.com

1 引言

阴离子合成洗涤剂是普通合成洗涤剂的主要活性成分,十二烷基(苯)磺酸钠是阴离子合成洗涤剂的主要成分,具有使用方便、易溶解、稳定性好、成本低等优点,广泛用于餐饮具的清洁当中^[1],阴离子合成洗涤剂具有一定毒性,如果餐饮具清洁过程中没有进行充分的冲洗,会造成洗涤剂在餐具上残留,通过食物链在人体内蓄积,危害人体健康。还可能引起人急性中毒,中毒的主要表现为中枢神经系统和胃肠道症状^[2]。我国制定了 GB 14934-2016《食品安全国家标准消毒餐(饮)具》^[3],其中规定:采用化学消毒法消毒的餐(饮)具中阴离子合成洗涤剂残留量应不得检出。国家和省市各级监管部门重点对餐饮具的阴离子合成洗涤剂残留均列入了抽检监测项目^[4,5]。

目前,阴离子合成洗涤剂的检测方法主要有分光光度法^[6,7]、流动注射法^[8]、荧光光谱法^[9]、液相色谱^[10]和液相色谱串联质谱法^[11]。这些方法均能准确定量,但需要的仪器价格高、耗时长、检测步骤复杂,不利于现场快速检测。化学比色法是利用被测物质本身的颜色,或加入试剂后呈现的颜色,用眼睛观察、比较溶液颜色深度,或用光度计进行测量以确定溶液中被测物质浓度的方法。比色法具有直观、快速、便携等优点,在食品快速检测领域发挥着重要的作用^[12-14]。本研究拟采用化学比色法,开发餐饮具中阴离子合成洗涤剂的快速检测试剂盒,为监管提供技术支撑。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

UV-2600 型紫外可见分光光度计(日本岛津公司); Synergy 型超纯水仪(美国密理博公司)。

十二烷基苯磺酸钠对照品溶液(浓度为 1 mg/L,中国计量科学研究院)。

三氯甲烷、亚甲蓝、硫酸、磷酸二氢钠、氢氧化钠、酚酞、乙醇(分析纯,国药集团化学试剂有限公司);实验室用水为超纯水。餐饮具中阴离子合成洗涤剂快速检测试剂盒为实验室自制。

检测样品为 2019 年陕西省食品监督抽检中餐饮具,总计 50 个批次。

2.2 实验方法

2.2.1 参比方法

参照 GB 14934-2016《食品安全国家标准消毒餐(饮)具》^[3]和 GB/T 5750.4-2006《生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标》^[15]中亚甲蓝分光光度法测定餐饮具中阴离子合成洗涤剂。

2.2.2 快检试剂盒方法

(1)试剂盒的组成

试剂盒包括样品提取管、提取液(超纯水)、无机碱溶液(浓度为 0.8 mol/L 的氢氧化钠溶液)、指示剂溶液(质量浓度为 0.5 g/L 的酚酞指示剂溶液)、无机酸溶液(浓度为 0.4 mol/L 的硫酸溶液)、萃取液(三氯甲烷)、显色溶液(浓度为 0.03 g/L 的亚甲蓝溶液)、离心管和标准比色卡。

(2)样本的测定:

选取被测样本,量取 20 mL 提取液,充分冲洗整个餐饮具内表面,倒入比色管得样品提取液;依次加入指示剂溶液 1 滴、无机碱溶液 2 滴,使提取液变为粉红色,加入无机酸溶液 2 滴至提取液恰好变为无色,加入萃取液 5 mL 和显色溶液 5 mL,充分振摇 3 min,静置,分层,观察比色管下层试液的颜色,同试剂盒中所含标准色阶卡比较,判读样品中阴离子合成洗涤剂(以十二烷基苯磺酸钠计)的含量。颜色深于检出限则为阳性样品,反之则为阴性样品。

(3)标准色阶卡的制作

分别精密移取浓度分别为 5、10、20、40、80 mg/L 的十二烷基苯磺酸钠标准溶液 1 mL 于比色管中,加入 19 mL 提取液,混匀 3 min;依次加入指示剂溶液 1 滴、无机碱溶液 2 滴使溶液变为粉红色,再加入无机酸溶液 2 滴,使提取液恰好变为无色,再依次加入显色溶液 5 mL、萃取液 5 mL,充分振摇 3 min,静置分层,观察下层溶液的颜色,得标准色阶溶液;根据各标准色阶溶液的色值制得标准色阶卡,并在外表面进行塑封保存。

2.2.3 产品性能指标的测定

按照“国家食品药品监督管理总局食药监办科[2017]43 号食品快速检测方法评价技术规范”^[16]附件“快速检测方法性能指标计算表”对测试结果进行数据统计。评价的性能指标为:灵敏度、特异性、假阴性率、假阳性率、相对准确度。

灵敏度(%)=阳性样品检出个数/阳性样品总数 $\times 100$;

特异性(%)=阴性样品检出个数/阴性样品总数 $\times 100$;

假阳性率(%)=(100-特异性) $\times 100$;

假阴性率(%)=(100-灵敏度) $\times 100$;

相对准确度(%)=(阳性样品检出个数+阴性样品检出个数)/(阳性样品总数+阴性样品总数) $\times 100$;

3 结果与分析

3.1 试剂盒检测方法的优化

3.1.1 试剂盒的设计

本试剂盒的研制是为了便于执法人员现场的快速检测以及餐饮企业进行内部质量控制所研发的定性产品,试剂盒与国标的原理相同,均是利用带有阳性电荷的亚甲蓝染料与带有阴性电荷的阴离子合成洗涤剂反应形成难溶于水易溶于有机溶剂的蓝色络合物^[17],通过三氯甲烷萃取络

3.3 稳定性实验

本试剂盒的存放条件为常温条件下保存。为了考察所制作试剂盒的稳定性, 本实验制作了一批试剂盒, 分别于常温下放置 1 d、2 d、1 周、2 周、1 个月、2 个月、3 个月。每隔一段时间分别采用试剂盒对阴性样本、检出限水平加标样本进行测试, 每个水平的样品测量 5 份, 结果如表 2 所示, 从表中可看出本实验制作的试剂盒的判读结果与样品的实际结果一致, 表明试剂盒在室温条件下存放 3 个月稳定性良好。

3.4 实际样品的检测

对来自于陕西省中央转移地方食品安全抽样检验与

陕西省食品安全监督抽检的 50 批餐具进行检测, 同时采用本方法研制的试剂盒进行检测, 并与国标方法的结果进行对比, 检测结果如表 3 所示。参比方法与试剂盒方法十二烷基苯磺酸钠的检出限均为 5 μg, 含量超过 5 μg 为阳性, 反之则为阴性。从表 3 可看出采用本试剂盒的检测方法与国标参比方法的结果完全一致, 且使用试剂盒的方法在 6 min 内即可完成单个样品的测试, 表明本方法快捷、准确性良好。所测试的样本中共有 7 批次样品不合格, 不合格率为 14%。分析样本的来源, 不合格样品主要来自于学校食堂, 这可能是由于食堂的餐具量使用量比较大, 洗涤后冲洗不完全导致。

表 2 试剂盒稳定性试验
Table 2 The stability experiment of kit

存放时间	样品情况	阴性样品			阳性样品		
		检测结果		总数	检测结果		总数
		阴性	阳性		阴性	阳性	
1 天	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5
2 天	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5
1 周	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5
2 周	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5
1 个月	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5
2 个月	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5
3 个月	阴性	5	0	5	0	0	0
	阳性	0	0	0	0	5	5

表 3 试剂盒检测与实验室方法结果对比
Table 3 Comparison of testing results between detection kit and standard method

序号	样品名称	实验室方法 测定值/μg	快检方法 判定结果	快检方式 耗时/min	序号	样品名称	实验室方法 测定值/μg	快检方法 判定结果	快检方式耗 时/min
1	杯子	3.2	阴性	5.4	26	杯子	0	阴性	5.6
2	碗	0.2	阴性	5.5	27	小碗	1.3	阴性	5.5
3	盘子	0.2	阴性	5.8	28	水杯	7.9	阳性	5.4
4	花碗	13.2	阳性	5.8	29	茶杯	3.3	阴性	5.2
5	花碟	1	阴性	5.6	30	口盘	3	阴性	5.8
6	白碗	3.1	阴性	5.7	31	翅碗	0.2	阴性	5.5

续表 3

序号	样品名称	实验室方法 测定值/μg	快检方法 判定结果	快检方式 耗时/min	序号	样品名称	实验室方法 测定值/μg	快检方法 判定结果	快检方式 耗时/min
7	料碗	1.3	阴性	5.8	32	钢化玻璃杯	0.2	阴性	5.4
8	汤碗	28.3	阳性	5.8	33	大碗	0.1	阴性	5.2
9	骨碟	2	阴性	5.6	34	小碗	0.2	阴性	5.2
10	稀饭碗	3.2	阴性	5.7	35	碟子	2.3	阴性	5.8
11	汤碗	0.1	阴性	5.6	36	口杯	0.3	阴性	5.2
12	口杯	3.3	阴性	5.6	37	翅碗	2.2	阴性	5.6
13	汤碗	6.6	阳性	5.6	38	骨碟	3	阴性	5.4
14	骨碟	2.2	阴性	5.8	39	茶杯	1.3	阴性	5.2
15	骨碟	2.1	阴性	5.8	40	花边小碗	1	阴性	5.2
16	蓝色汤碗	3	阴性	5.6	41	粥碗	0	阴性	5.2
17	白汤碗	1	阴性	5.8	42	小碗	3.2	阴性	5.4
18	茶杯	3.2	阴性	5.6	43	骨碟	8.7	阳性	5.2
19	汤碗	0	阴性	5.6	44	小料碗	1.3	阴性	5.4
20	口杯	1.2	阴性	5.8	45	黄餐碟	1.2	阴性	5.8
21	小碗	3.2	阴性	5.8	46	红白餐碟	2	阴性	5.4
22	口碟	2.2	阴性	5.6	47	筷子	12.3	阳性	5.2
23	口碟	6.4	阳性	5.5	48	杯子	2.2	阴性	5.2
24	渣碟	0.2	阴性	5.6	49	蘸料盘	2.1	阴性	5.4
25	小碗	1.1	阴性	5.5	50	蓝边碗	1.2	阴性	5.8

4 结 论

本研究基于亚甲蓝染料与阴离子合成洗涤剂反应形成易溶于有机溶剂的蓝色络合物的原理, 开发出了一种可以用于餐饮具中阴离子合成洗涤剂快速检测的试剂盒。餐具经过冲洗后, 采用三氯甲烷萃取, 有机相通过与标准色阶卡目视比色快速判读待测餐饮具中阴离子合成洗涤剂的残留, 6 min 即可完成单个样品的测定。本方法的检出限与国标方法一致。所研发试剂盒的灵敏度和特异性均为 100%, 假阳性和假阴性率均为 0%, 符合《食品快速检测方法评价技术规范》的要求。与现有的检测方法相比具有操作简单、快速、使用本方法不需要使用专门的仪器设备、不需要专业技术人员操作等优点, 适合于执法人员现场的快速检测以及餐饮企业进行内部质量控制。

参考文献

[1] 沈洁. 水中十二烷基苯磺酸钠检测方法综述[J]. 山东化工, 2016, 45(4): 54-55, 58.
Shen J. Summary of sodium dodecyl benzene sulfonate detection in water

[J]. Shangdong Chem Ind, 2016, 45(4): 54-55, 58.
[2] 赵宇明, 付林华, 董广斌. 阴离子合成洗涤剂检测方法在国内的应用与研究进展[J]. 食品工业, 2018, 39(9): 241-245.
Zhao YM, Fu LH, Dong GB. Application and research progress of detection method on anion synthetic detergent in china [J]. Food Ind, 2018, 39(9): 241-245.
[3] GB 14934-2016 食品安全国家标准消毒餐(饮)具[S].
GB 14934-2016 National food safety standard-Disinfection tableware [S].
[4] 王兰兰, 张莉, 范志勇, 等. 2017 年湖北省餐饮食品安全状况分析及对策探讨[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(9): 293-296.
Wang LL, Zhang L, Fan ZY, et al. Analysis and countermeasure discussion of catering food safety situation of Hubei province in 2017 [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(9): 293-296.
[5] 王文特, 田洪芸, 王冠群, 等. 山东省 2018 年餐饮食品质量安全状况及对策探讨[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(18): 6389-6397.
Wang WT, Tian HY, Wang GQ, et al. Discussion and countermeasures on quality and safety status of catering food in Shandong province in 2018 [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(18): 6389-6397.
[6] 孙瑶. 消毒餐(饮)具中阴离子洗涤剂的测定[Z].
Sun Y. Determination of residual anionic detergent in disinfectant food (drink) apparatus [Z].
[7] 张森, 孙玥, 郑磊, 等. 亚甲蓝分光光度法快速测定生活饮用水中阴离

- 子合成洗涤剂 [J]. 卫生研究, 2019, 48(2): 303–306.
- Zhang M, Sun Y, Zheng L, *et al.* Determination of anionic synthetic detergent in drinking water by methylene blue spectrophotometry [J]. J Health Res, 2019, 48(2): 303–306.
- [8] 桂婷婷, 朱兆中, 王慧, 等. 全自动流动注射法测定餐(饮)具表面残留阴离子合成洗涤剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2020, 30(2): 148–150.
- Gui TT, Zhu ZZ, Wang H, *et al.* Determination of anion synthetic detergent residue on the surface of dinner and drinking set by automatic flow injection analysis [J]. Chin J Health Lab Technol, 2020, 30(2): 148–150.
- [9] 徐静, 孙兴权, 韩慧, 等. 荧光法在食品理化检验标准中的应用进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2015, 6(1): 17–24.
- Xu J, Sun XQ, Han H, *et al.* Application of fluorescence detection in food inspection standards [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(1): 17–24.
- [10] 李旭, 周蓉. 分光光度法和高效液相色谱法测定啤酒中残留直链烷基苯磺酸钠含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(5): 1616–1625.
- Li X, Zhou R. Determination of linear alkylbenzene sulfonate residues in beer by spectrophotometry and high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(5): 1616–1625.
- [11] 黄新望, 张九魁, 柯润辉, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定面制食品中十二烷基苯磺酸钠残留量[J]. 中国食品学报, 2017, 17(12): 251–257.
- Huang XW, Zhang JK, Ke RH, *et al.* Determination of sodium dodecyl benzene sulfonate residues in flour foods by ultra performance liquid chromatography–tandem mass spectrometry [J]. J Chin Inst Food Sci Technol, 2017, 17(12): 251–257.
- [12] 郑天驰, 王钢力, 曹进, 等. 食品快速检测方法现状及建议[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 853–859.
- Zheng TC, Wang GL, Cao J, *et al.* Current status and consideration of food rapid test method [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(3): 853–859.
- [13] 林伟琦. 食品安全快速检测技术的应用研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(3): 961–967.
- Lin WQ. Research progress on application pf rapid food safety detection technology [J]. J Food Saf Qual, 2020, 11(3): 961–967.
- [14] 李双, 韩殿鹏, 彭媛, 等. 食品安全快速检测技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(17): 5575–5581.
- Li S, Han DP, Peng Y, *et al.* Research progress of food safety rapid detection technology [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(17): 5575–5581.
- [15] GB/T 5750.4–2006 生活饮用水标准检验方法 感官性状和物理指标[S].
- GB/T 5750.4–2006 Standard test methods for drinking water sensory-Properties and physical indicators [S].
- [16] 食品快速检测方法评价技术规范[S].
- Technical specification for evaluation of fast testing methods for food [S].
- [17] 朱勤, 武谷. 餐饮具中残留阴离子合成洗涤剂检测方法的改进[J]. 中国食品卫生杂志, 2012, 24(4): 342–344.
- Zhu Q, Wu G. Improvement on the method of detecting anionic synthetic detergent residues on tableware [J]. Chin J Food Hyg, 2012, 24(4): 342–344.

(责任编辑: 王 欣)

作者简介



王建山, 硕士, 主管药师, 主要研究方向为食品药品质量与安全。
E-mail: 273650552@qq.com



李 涛, 主任药师, 主要研究方向为食品及保健食品检验、食品安全快速检测技术研究。
E-mail: westyx@126.com