

[12] 赵永纲,陈晓红,李小平,等. 离子抑制剂对苯甲酸等 9 种食品添加剂的反相液相色谱行为的影响[J]. 色谱,2011,29(10):988-994.

实验技术与方法

固相萃取-高效液相色谱-荧光检测法测定水产品中 4 种丁香酚类化合物

高平¹,黄和²,刘文侠^{1,3},黄国方¹,李志清^{1,3},杨嘉丽^{1,3},陈焕²

(1. 国家海产品质量监督检验中心(湛江),广东 湛江 524094; 2. 广东海洋大学食品科技学院,广东 湛江 524088; 3. 广东省湛江市质量计量监督检测所,广东 湛江 524094)

摘要:目的 建立固相萃取-高效液相色谱荧光法测定水产品中 4 种丁香酚类化合物(丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚)残留的方法。方法 样品用乙腈提取,中性氧化铝和 C₁₈ 固相萃取柱净化,Inertsil ODS-SP C₁₈ 柱(4.6 mm×250 mm,5 μm)分离,以甲醇-乙腈(1:1,V/V)和 1% 冰乙酸水溶液为流动相,荧光检测激发波长为 280 nm,发射波长为 320 nm,外标法定量。结果 4 种丁香酚类化合物在各自范围内线性关系良好,相关系数均>0.999,方法检出限为 3.0~6.0 μg/kg,方法定量限为 10.0~20.0 μg/kg,平均加标回收率为 74.7%~103.0%,相对标准偏差(RSD)为 2.6%~8.1%。结论 本方法操作简便、灵敏度高、实用性强,适用于水产品中丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚的残留分析检测。

关键词:固相萃取; 高效液相色谱荧光法; 丁香酚; 水产品; 违法添加; 食品污染物; 渔用麻醉剂; 可疑致癌物质; 兽药残留

中图分类号:R155.5;TQ457.2⁺5 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2016)01-0056-06
DOI:10.13590/j.cjfh.2016.01.013

Determination of four eugenol derivatives in aquatic products by SPE-HPLC-FLD

GAO Ping, HUANG He, LIU Wen-xia, HUANG Guo-fang, LI Zhi-qing, YANG Jia-li, CHEN Huan
(National Marine Products Quality Supervision and Inspection Center (Zhanjiang),
Guangdong Zhanjiang 524094, China)

Abstract: Objective A method was developed for the simultaneous determination of four eugenol derivatives residues (eugenol, isoeugenol, methyl eugenol, methyl isoeugenol) in aquatic products by solid-phase extraction-high performance liquid chromatography with fluorescence detection. **Methods** The samples were extracted by acetonitrile. The extracted solutions were cleaned up by neutral alumina coupled with C₁₈ solid-phase extraction column. The target compounds were separated on a reversed phase C₁₈ column using methanol-acetonitrile and 1% acetic acid as mobile phase, detected by the fluorescence detector at an excitation wavelength of 280 nm and an emission wavelength of 320 nm. External standard method was applied for quantitative analysis. **Results** The calibration curves of four eugenol derivatives showed good linearity within their respective linear ranges and high correlation coefficients ($r>0.999$). The limits of detection and the limits of qualification were 3.0-6.0 and 10.0-20.0 μg/kg, respectively. The average recoveries were in the range of 74.7%-103.0% with the relative standard deviations (RSDs) of 2.6%-8.1%. **Conclusion** The method was simple, highly sensitive and practical. It was suitable for the determination of eugenol, isoeugenol, methyl eugenol and methyl isoeugenol residues in aquatic products.

Key words: Solid phase extraction; high performance liquid chromatography-fluorescence method; eugenol; aquatic products; illegal additives; food contaminant; fish anesthetic; suspected carcinogen; residue of veterinary drug

收稿日期:2015-10-13
基金项目:国家质检总局科技计划项目(2013QK272);广东省科技计划项目(2014A020208121)
作者简介:高平 男 高级工程师 研究方向为食品检测技术 E-mail:gaoyang2008694@126.com
通信作者:黄和 男 教授 研究方向为食品质量与安全 E-mail:zjhahe@163.com

丁香酚类化合物(丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚等)由于价格低廉易得,麻醉效果好,代谢速度快,在水产行业的应用备受关注。澳大利亚、新西兰、智利等国将丁香酚、异丁香酚列为安全可靠的渔用麻醉剂^[1-2]。丁香酚类麻醉剂的优点众多,但其安全性也存在争议。美国国家毒理学计划(NTP)的数据表明丁香酚、甲基丁香酚对啮齿动物是可疑致癌物质^[3];研究显示,丁香酚对肝脏产生毒害作用^[4];一定剂量的异丁香酚对老鼠产生发育毒性^[5]。鉴于此,美国官方未批准丁香酚类化合物(包括丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚)为合法的渔用麻醉剂^[3]。日本虽允许丁香油(丁香酚)作为渔用麻醉剂使用,但对药浴浓度及休药期均有严格的规定,且水产品中最高残留限量(MRL)为0.05 mg/kg^[2,6]。欧盟则规定有鳍鱼类中异丁香酚的MRL为6.0 mg/kg^[7]。2012年3月,有媒体曝光北京市某海鲜批发市场违规使用一种名为“丁香油水门汀”(有效成分为丁香酚)来麻醉活鱼的事件,由于我国在渔用麻醉剂的批准使用、监管上还处于空白,引发了消费者对鲜活水产品安全的担忧与恐慌^[8]。

目前,水产品中丁香酚类化合物检测方法主要包括高效液相色谱-紫外检测法(HPLC-UV)或二极管阵列检测法(HPLC-DAD)^[1,9-13]、气相色谱-氢火焰离子化检测法(GC-FID)^[14-15]、气相色谱-质谱法(GC-MS)^[16-17]等,而采用高效液相色谱-荧光检测法(HPLC-FLD)鲜见报道。本研究建立了水产中丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚测定的高效液相色谱-荧光检测法。该方法具有前处理简单、灵敏度高、检出限低等特点,可适用于水产品中丁香酚类化合物残留的测定。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样品

南美白对虾、罗非鱼、鳊鲶均购自湛江市某水产品批发市场。

1.1.2 主要仪器与试剂

LC-20A 高效液相色谱仪(配 RF-10AXL 荧光检测器,日本 SHIMADZU)、Vacuum Manifold 16 孔固相萃取装置(德国 CNW)、HC-C₁₈ 固相萃取柱(500 mg/3 ml,德国 CNW)、N-EVAP111 氮吹仪。

丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚标准品(A0232、I0132、D1360、P1103,纯度均≥98.0%,日本 TCI),甲醇、乙腈均为色谱纯,冰乙酸、氯化钠、无水硫酸镁、层析用中性氧化铝(100 ~

200 目)均为分析纯。氯化钠、无水硫酸镁、中性氧化铝使用前均于 550 ℃灼烧 4 h 后备用。瓷质均质子(美国 Agilent)。

1.2 方法

1.2.1 样品前处理

南美白对虾、罗非鱼、鳊鲶,取其肌肉可食部分用匀浆机捣碎均匀后备用。称取样品 5 g(精确至 0.01 g)于 50 ml 离心管中,加入瓷质均质子 1 个和 5 ml 超纯水,涡漩混匀 2 min,再准确加入 10.00 ml 乙腈,2 500 r/min 振荡提取 10 min。然后加入 1 g 氯化钠,手动振摇 30 s 后加入 4 g 无水硫酸镁,再次振摇 30 s,2 500 r/min 振荡 5 min 后冷却至室温,以 4 000 r/min 离心 5 min,取上层乙腈提取液待净化。

在 HC-C₁₈ 固相萃取柱填料层的上端加入 0.50 ~ 0.55 g 层析用中性氧化铝,用 4 ml 乙腈淋洗活化,弃去淋洗液;准确移取 2.0 ml 上述提取液(乙腈层)加入柱中,待液面下降至氧化铝层顶部时,再加入 4 ml 乙腈(分两次,每次 2 ml)洗脱,收集全部过柱液。整个固相萃取过程液体依靠重力自然流出。净化液于 50 ℃水浴氮吹至小于 1 ml,用乙腈定容至 1.0 ml,过 0.45 μm 滤膜待测定。

1.2.2 标准溶液的配制

标准储备液的配制:分别准确称取适量(精确至 0.1 mg)的丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚和甲基异丁香酚标准品,用甲醇稀释成浓度均为 1 000 μg/ml 的单标溶液, -18 ℃以下避光保存。

标准中间液的配制:分别移取适量的单标溶液,用甲醇配制成丁香酚(10.0 μg/ml)、异丁香酚(5.0 μg/ml)、甲基丁香酚(10.0 μg/ml)、甲基异丁香酚(5.0 μg/ml)混合标准中间溶液, -18 ℃以下避光保存。临用时将其稀释成适当浓度。

1.2.3 仪器条件

色谱柱: Inertsil ODS-SP C₁₈ 柱(4.6 mm × 250 mm, 5 μm);流动相 A 为甲醇-乙腈(1:1, V/V),流动相 B 为 1% 冰乙酸水溶液, A: B = 58:42;流速 1.0 ml/min;荧光检测器激发波长 280 nm,发射波长 320 nm;柱温 35 ℃,进样量 20 μl。

2 结果与分析

2.1 试验样品的选择

本研究选择的南美白对虾、罗非鱼、鳊鲶(鳊鱼)等均为我国主要的水产养殖品种,并且多年来其出口量均排在我国水产品出口总量的前列^[18]。此外,我国水产养殖品种种类繁多,各品种之间肌肉组成成分差异较大。南美白对虾富含色素,罗非鱼脂肪含量低,鳊鲶脂肪含量则相对较高。因此选

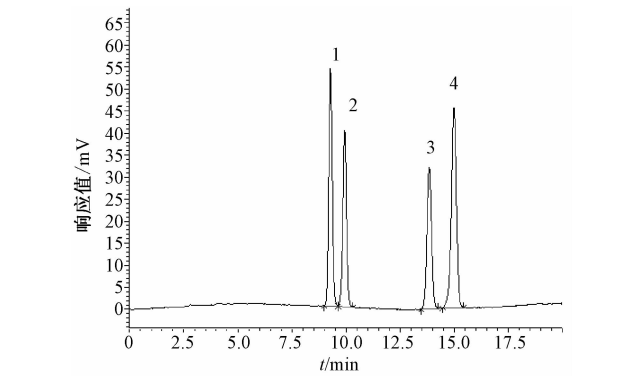
择此 3 种作为代表性水产品可满足水产品基质的通用性、复杂性和多样性要求^[19]。

2.2 检测波长的选择

分别配制一定浓度的丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚标准溶液,通过荧光检测器分别对 4 种丁香酚类化合物的激发波长和发射波长进行扫描可知,4 种化合物的最大激发波长分别为丁香酚 280 nm、异丁香酚 270 和 301 nm、甲基丁香酚 270 nm、甲基异丁香酚 268 和 320 nm;最大发射波长分别为丁香酚 320 nm、异丁香酚 330 nm、甲基丁香酚 312 nm、甲基异丁香酚 330 nm。综合考虑 4 种目标化合物均有较高的灵敏度,故确定激发波长为 280 nm,发射波长为 320 nm。

2.3 流动相的选择

分别考察了甲醇-水、乙腈-水、甲醇-乙腈(1:1, V/V)-水、甲醇-乙腈(1:1, V/V)-1% 冰乙酸水等 4 种流动相体系对待测组分色谱行为的影响。结果表明,以甲醇-水、乙腈-水为流动相时,丁香酚色谱峰与异丁香酚色谱峰均无法完全分离;以甲醇-乙腈(1:1, V/V)-水、甲醇-乙腈(1:1, V/V)-1% 冰乙酸水为流动相时,丁香酚与异丁香酚的分离效果均较好,峰形均尖锐对称,且两种流动相体系对 4 种待测组分的标准溶液的响应值、分离效果、峰形和保留时间等方面均无明显差别。但在实际样品检测中发现:相同前处理条件下,以甲醇-乙腈(1:1, V/V)-水为流动相时,色谱图基线较不平整且容易出现鬼峰;而以甲醇-乙腈(1:1, V/V)-1% 冰乙酸水为流动相时,色谱图基线平整稳定,未出现鬼峰。通过优化流动相比,最终确定流动相为甲醇-乙腈(1:1, V/V):1% 冰乙酸水=58:42。4 种丁香酚类化合物标准液相色谱图见图 1。



注:1. 丁香酚; 2. 异丁香酚; 3. 甲基丁香酚; 4. 甲基异丁香酚
图 1 4 种丁香酚类化合物标准色谱图

Figure 1 Standard chromatogram of four eugenol derivatives

2.4 提取条件的选择

水产品中丁香酚类化合物常以二氯甲烷^[17]、乙腈^[1,9-13]等为提取溶剂。二氯甲烷毒性大,对环境友

好性较差且提取时容易产生乳化现象;乙腈通用性强,沉淀蛋白效果好,共萃物较少,故试验选择乙腈作为提取溶剂。为提高前处理效率,本研究借鉴操作简单、快速、试剂消耗少、高效的分散固相萃取技术(QuEChERS)^[14,20]中的提取方式作为提取条件。

水产品中蛋白质含量较高,若直接加入乙腈容易导致蛋白质快速变性而结成团,影响提取效果。样品中加入水和瓷质均质子,可防止提取时成团或结块,增加提取液对组织的渗透性,振荡时易分散均匀,提高目标物的提取效率^[20]。

2.5 净化条件的选择

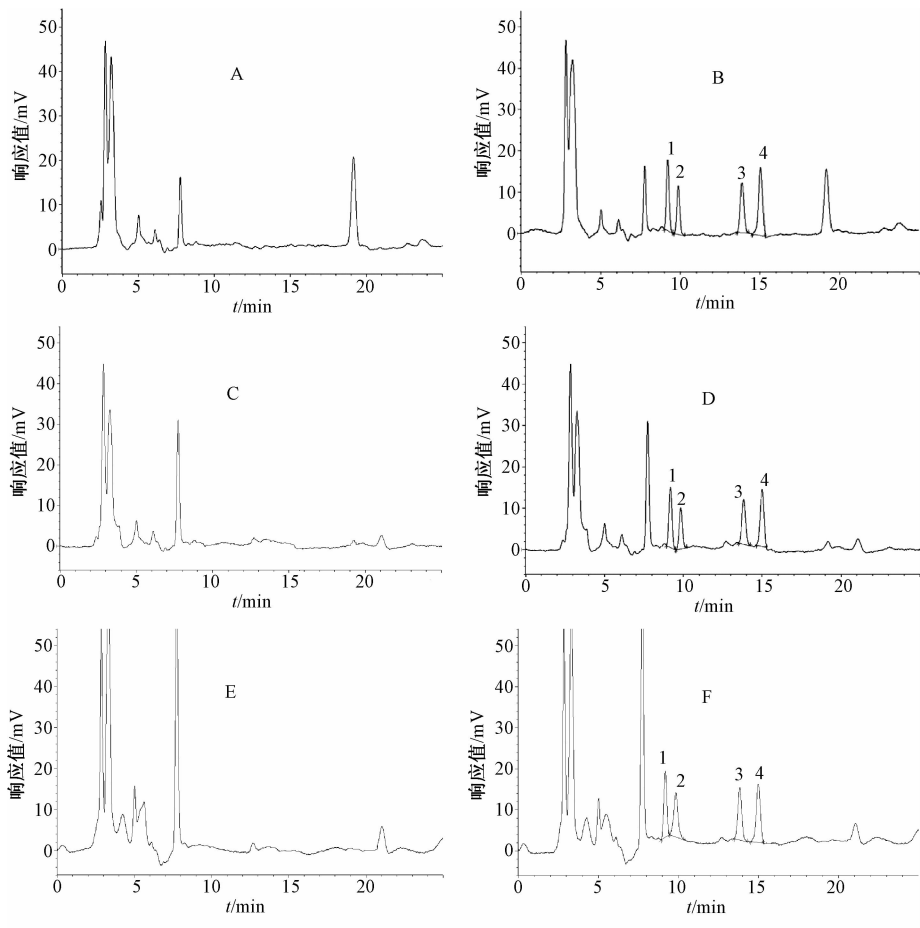
水产品中丁香酚类化合物采用固相萃取柱净化可达到理想净化效果^[1,9-11,13,16]。本研究初期曾采用固相萃取柱(C₁₈柱)净化,但结果发现,4 种目标化合物加标回收率均不理想(均不足 50%),且过柱耗时长、易堵塞等因素影响样品前处理效果与效率。依据固相萃取柱正相吸附杂质的原理,本研究以南美白对虾为研究对象,分别考察了乙二胺基-N-丙基(PSA)柱(500 mg/3 ml)、中性氧化铝(Al-N)柱(1 000 mg/3 ml)、HC-C₁₈柱(500 mg/3 ml)、层析用中性氧化铝(0.50 g)/HC-C₁₈柱(500 mg/3 ml)、Al-N 柱(500 mg/3 ml)+HC-C₁₈柱(500 mg/3 ml)等净化柱对净化效果、目标化合物加标回收率的影响。结果表明,PSA 柱、Al-N 柱的净化液颜色均较深,色谱杂质峰多且严重影响待测组分的定性与定量;HC-C₁₈柱净化液几乎无色,但色谱图中杂质峰干扰丁香酚与甲基丁香酚;Al-N/HC-C₁₈柱、Al-N 柱+HC-C₁₈柱的净化液均为无色,这两种净化方式对 4 种待测组分均能取得理想的净化效果和加标回收率,且两者无明显差别,但 Al-N 柱+HC-C₁₈柱净化时过柱耗时较长,消耗淋洗液体积(约 8 ml)较大,故选择层析用 Al-N/HC-C₁₈柱为固相萃取净化柱。

2.6 线性关系、检出限和定量限

按 1.2.2 配制 4 种丁香酚类化合物混合标准工作溶液,在 1.2.3 色谱条件下分析测定,以各组分的质量浓度(x)为横坐标,以峰面积(y)为纵坐标绘制标准曲线,所得线性回归方程、线性范围、相关系数见表 1。结果表明,丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚、甲基异丁香酚在各自范围内线性关系良好,相关系数均>0.999;分别以 3 倍、10 倍信噪比(S/N)计算检出限(LOD)、定量限(LOQ),待测组分的方法检出限为 3.0~6.0 μg/kg,方法定量限为 10.0~20.0 μg/kg,满足国内外对水产品中 4 种丁香酚类化合物残留限量的要求,图 2 为水产品空白样品和加标样品色谱图。

表 1 线性方程、线性范围、相关系数、方法检出限和方法定量限

Table 1 Regression equations, linear ranges, correlation coefficients, LOD and LOQ					
化合物	线性方程	相关系数	线性范围 /($\mu\text{g/L}$)	LOD /($\mu\text{g/kg}$)	LOQ /($\mu\text{g/kg}$)
丁香酚	$y = 13131x + 57336$	0.999 7	10.0 ~ 1 000	6.0	20.0
异丁香酚	$y = 18073x + 17482$	0.999 9	5.0 ~ 500	3.0	10.0
甲基丁香酚	$y = 10590x + 45964$	0.999 6	10.0 ~ 1 000	6.0	20.0
甲基异丁香酚	$y = 28965x + 74449$	0.999 4	5.0 ~ 500	3.0	10.0



注:A 为空白南美白对虾色谱图;B 为南美白对虾加标色谱图;C 为空白罗非鱼色谱图;D 为罗非鱼加标色谱图;

E 为空白鳊鱼色谱图;F 为鳊鱼加标色谱图;加标浓度均为:丁香酚 20 $\mu\text{g/kg}$,异丁香酚 10 $\mu\text{g/kg}$,甲基丁香酚 20 $\mu\text{g/kg}$,

甲基异丁香酚 10 $\mu\text{g/kg}$;1. 丁香酚;2. 异丁香酚;3. 甲基丁香酚;4. 甲基异丁香酚

图 2 空白样品色谱图和加标样品色谱图

Figure 2 Blank sample chromatograms and spiked sample chromatograms

2.7 回收率和精密度

选取南美白对虾、罗非鱼、鳊鱼等空白水产品样品,分别添加 3 个浓度水平的标准溶液,每个浓度水平制备 6 个平行样品进行添加回收试验,以考察方法的回收率和精密度。在添加浓度范围内,4 种丁香酚类化合物的平均回收率在 74.7%~103.0% 之间,相对标准偏差(RSD)为 2.6%~8.1%。方法的回收率和精密度满足国内外相关规定的要求,试验结果见表 2。

2.8 与现有相关检测方法的比较

余颖^[16]以甲基丁香酚为内标物对水产品中残留的丁香酚进行定量。若水产品中非法使用丁香

油(其有效成分为丁香酚和甲基丁香酚^[3,6]),则水产品中可能存在一定浓度的甲基丁香酚残留,若以此法测定丁香酚的残留则其定量结果可能不准确。本文建立的水产品中 4 种丁香酚类化合物残留测定的检测方法与国内现有报道的水产品中丁香酚类化合物残留测定的检测方法的比较详见表 3。结果显示,本方法除了在检测待测组分种类比现有检测方法^[12,14]少外,在方法检出限、样品前处理有机溶剂消耗量等方面明显优于现有检测方法;在净化方式、前处理消耗时间等方面与现有检测方法相当。据此说明,本方法操作性较好,样品前处理有机溶剂消耗少,灵敏度高。

表 2 样品的加标回收率和精密度($n=6$)
Table 2 Average recoveries and precision of samples

组分	添加浓度 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	南美白对虾		罗非鱼		鳊鲮	
		平均回 收率/%	<i>RSD</i> /%	平均回 收率/%	<i>RSD</i> /%	平均回 收率/%	<i>RSD</i> /%
丁香酚	20	88.3	5.3	81.5	6.7	91.9	5.5
	50	92.2	4.1	80.9	3.4	88.9	6.7
	200	97.6	6.1	93.4	3.7	98.6	3.0
异丁香酚	10	86.7	7.7	79.5	2.7	76.0	2.9
	25	82.5	8.1	77.6	4.5	74.7	7.4
	100	83.9	2.6	80.5	3.4	81.4	3.4
甲基丁香酚	20	87.9	4.1	84.3	4.0	103.0	2.7
	50	96.2	4.7	86.0	2.6	93.2	4.6
	200	99.5	6.4	98.4	6.1	97.7	2.0
甲基异丁香酚	10	89.7	3.7	85.8	7.0	92.5	6.7
	25	91.9	4.0	82.9	3.3	88.0	7.5
	100	97.3	6.6	95.6	5.2	96.4	2.8

表 3 水产品中丁香酚类化合物检测方法的比较
Table 3 Comparison of different detection method of eugenol derivatives in aquatic products

检测方法	检测种类	方法检出限 /(mg/kg)	样品前处理消耗有机 试剂体积/ ml	净化方式	样品前处理 消耗时间/ h
HPLC-UV 法 ^[12]	丁香酚等 5 种	0.05 ~ 0.10	> 30	液-液萃取	> 2.0
GC-FID 法 ^[14]	丁香酚等 6 种	均为 0.1	> 30	分散固相萃取	< 2.0
GC-MS 法 ^[16]	仅丁香酚	0.005	> 30	固相萃取	< 2.0
HPLC-FLD 法	丁香酚等 4 种	0.003 ~ 0.006	约 20	固相萃取	< 2.0

注: HPLC-FLD 法为本文方法

2.9 实际样品检测

采用本方法对随机购买的 30 份市售鲜活水产品(包括 12 份南美白对虾样品、8 份罗非鱼样品、10 份鳊鲮样品)进行检测,结果表明,所有样品均未检出 4 种丁香酚类化合物。

3 小结

本文建立了测定水产品中丁香酚、异丁香酚、甲基丁香酚和甲基异丁香酚的高效液相色谱-荧光检测法。以乙腈为提取溶剂,中性氧化铝和 C₁₈ 固相萃取柱进行净化, Inertsil ODS-SP C₁₈ 柱分离, HPLC-FLD 定量检测。该方法操作简便、快速, 有机溶剂消耗少, 灵敏度高, 对于水产品中 4 种丁香酚类化合物的检测, 具有较强的实用价值。

参考文献

[1] Meinertz J R, Schreier T M. Depletion of isoeugenol residues from the fillet tissue of AQUI-STM exposed rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) [J]. Aquaculture, 2009, 296 (3/4) : 200-206.

[2] 柯常亮, 刘奇, 陈浩文, 等. 气相色谱-串联质谱法测定水中丁香酚残留 [J]. 中国渔业质量与标准, 2014, 4 (4) : 49-55.

[3] U. S. Department of Health and Human Services Food and Drug Administration Center for Veterinary Medicine. Guidance for industry: concerns related to the use of clove oil as an anesthetic for fish [EB/OL]. (2007-04-24) [2014-03-30]. <http://www.fda.gov/downloads/animalveterinary/guidance/complianceenfor>

cement/guidance for in dustry/ucm052520. pdf.

[4] Thompson D C, Barhoumi R, Burghardt R C. Comparative toxicity of eugenol and its quinone methide metabolite in cultured liver cells using kinetic fluorescence bioassays [J]. Toxicology and Applied Pharmacology, 1998, 149 (1) : 55-63.

[5] George J D, Price C J, Marr M C, et al. Evaluation of the developmental toxicity of isoeugenol in Sprague-Dawley (SD) rats [J]. Toxicological Sciences, 2001, 60 (1) : 112-120.

[6] 吕书为, 雷红涛, 孙远明. 鱼用麻醉剂安全性研究进展 [J]. 食品科学, 2012, 33 (1) : 267-270.

[7] European Medicines Agency-Committee for Medicinal Products for Veterinary Use. European public MRL assessment report (EPMAR) -isoeugenol (fin fish) EMA/CVMP 405186/2010 [EB/OL]. (2011-04-14) [2014-10-30]. [http://www.ema.europa.eu/docs/en_GB/document_library/Maximum_Residue_Limits_-_Report/2011/05/WC500106362. pdf](http://www.ema.europa.eu/docs/en_GB/document_library/Maximum_Residue_Limits_-_Report/2011/05/WC500106362.pdf).

[8] 何山, 徐莹, 张烨. 商贩为保证卖相使用药物麻醉活鱼运输 [EB/OL]. (2012-03-19) [2014-10-30]. <http://news.sina.com.cn/s/2012-03-19/132224138213.shtml>.

[9] Meinertz J R, Porcher S T, Smerud J R, et al. Determination of the exposure parameters that maximise the concentrations of the anaesthetic/sedative eugenol in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) skin-on fillet tissue [J]. Food Additives & Contaminants: Part A, 2014, 31 (9) : 1522-1528.

[10] Meinertz J R, Schreier T M, Porcher S T, et al. Depletion of eugenol residues from the skin-on fillet tissue of rainbow trout exposed to ¹⁴C-labeled eugenol [J]. Aquaculture, 2014, 430 (3) : 74-78.

[11] Meinertz J R, Schreier T M, Bernardy J A. Evaluation of method for determining concentrations of isoeugenol, an AQUI-STM

residues, in fillet tissue from freshwater fish species [J]. Journal of AOAC International, 2008, 91(4):884-891.

[12] 陈焕, 黄和, 高平, 等. 高效液相色谱法测定水产品中丁香酚类麻醉剂的残留量 [J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(12): 156-160.

[13] Meinertz J R, Greseth S L, Schreier T M, et al. Isoeugenol concentrations in rainbow trout (*Oncorhynchus mykiss*) skin-on fillet tissue after exposure to AQUI-S™ at different temperatures, durations, and concentrations [J]. Aquaculture, 2006, 254(1/4):347-354.

[14] 陈焕, 黄和, 高平, 等. 分散固相萃取-气相色谱法同时测定水产品中六种丁香酚类麻醉剂的残留量 [J]. 食品工业科技, 2015, 36(8):88-92.

[15] Saydmohammed M, Pal A K. Anesthetic effect of eugenol and menthol on handling stress in *Macrobrachium rosenbergii* [J]. Aquaculture, 2009, 298(1/2):162-167.

[16] 余颖. 气相色谱-质谱法测定鱼肉中丁香酚的残留 [J]. 福州大学学报:自然科学版, 2015, 43(2):266-270.

[17] Kildea M A, Allan G L, Kearney R E. Accumulation and clearance of the anaesthetics clove oil and AQUI-S™ from the edible tissue of silver perch (*Bidyanus bidyanus*) [J]. Aquaculture, 2004, 232(1/4):265-277.

[18] 陈述平, 吴晨. 2014 年全国水产品进出口贸易形势及 2015 年展望 [J]. 科学养鱼, 2015, 31(3):4-5.

[19] 张金虎, 林荆, 陈志涛. 两种前处理方法应用于气相色谱-质谱联用测定水产品中三氯杀螨醇残留量 [J]. 分析科学学报, 2010, 26(6):705-708.

[20] 苏建峰, 赵建晖, 熊刚, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法快速测定葱、姜、蒜与辣椒酱中的 66 种有机磷农药残留 [J]. 分析测试学报, 2011, 30(10):1094-1099.

实验技术与方法

真空赶酸系统在检测食品重金属含量中的应用及探讨

孙强¹, 曾婧², 杨爱莲¹, 余双¹, 黄卫东¹, 杨云芬¹, 吴礼俊¹

(1. 湖北省鄂州市疾病预防控制中心, 湖北 鄂州 436099; 2. 武汉科技大学, 湖北 武汉 430065)

摘要:目的 为提高样品的消化效率,在测定重金属含量时,探讨用高效快速的真空赶酸法来替代普通赶酸法的实际效果。方法 取 7 种具有代表性的样品,每类样品均取 3 份,用石墨炉原子吸收法测定铅、镉、铜、铬和镍等 5 种元素的含量,分别用普通赶酸仪和真空赶酸仪赶酸。结果 普通赶酸法和真空赶酸法所测得的结果差异无统计学意义 ($P>0.05$),真空赶酸法处理的样品相对标准偏差 (RSD) 在 0.04%~0.95% 之间。结论 较普通赶酸法,真空赶酸法能够有效的缩短样品消化时间,精密度和准确度均能达到理想效果,适用于样品中重金属的检测。

关键词:真空赶酸仪;普通赶酸仪;重金属;石墨炉原子吸收法;检测;食品污染物

中图分类号:R155;O6-33 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2016)01-0061-04

DOI:10.13590/j.cjfh.2016.01.014

Application and discussion of the vacuum acid-driven system for heavy metal detection in foods

SUN Qiang, ZENG Jing, YANG Ai-lian, YU Shuang, HUANG Wei-dong, YANG Yun-fen, WU Li-jun
(Ezhou Center for Disease Control and Prevention, Hubei Ezhou 436099, China)

Abstract: Objective To improve the efficiency of digestion of the sample and explore the possibility to replace the traditional acid-driven with efficient vacuum acid-driven method for heavy metal detection. **Methods** 3 samples of 7 typical categories were detected by graphite furnace atomic absorption method for lead, cadmium, copper, chromium and nickel, traditional acid-driven and vacuum acid-driven method were applied. **Results** There was no significant difference between two acid-driven methods, and the RSD of vacuum acid-driven method was 0.04%-0.95%. **Conclusion** Compared with traditional method, the vacuum acid-driven method could effectively reduce the digestion time as well as achieve better precision and accuracy, and it could be used for heavy metals detection.

Key words: Vacuum catch acid-driven; ordinary hurry acid-driven; heavy metals; graphite furnace atomic absorption spectrometry; detection; food contaminant

收稿日期:2015-06-02

基金项目:湖北省卫生和计划生育委员会科研项目资助(WJ2015MB269);鄂州市自然科学基金项目资助(2014ED11)

作者简介:孙强 男 主管技师 研究方向为卫生检验 E-mail:382697100@qq.com

通信作者:曾婧 女 副教授 研究方向为食品安全风险评价 E-mail:zengjingwhu@163.com