



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 109541081 A

(43)申请公布日 2019.03.29

(21)申请号 201910057991.X

(22)申请日 2019.01.22

(71)申请人 梧州市食品药品检验所

地址 543000 广西壮族自治区梧州市万秀
区梧州西环路中段198号

(72)发明人 梁峰 钟水桥 刘慧妍 何珊珊
罗达龙

(74)专利代理机构 广州市越秀区海心联合专利
代理事务所(普通合伙)
44295

代理人 黄为

(51)Int.Cl.

G01N 30/02(2006.01)

G01N 30/06(2006.01)

G01N 30/08(2006.01)

权利要求书1页 说明书3页

(54)发明名称

一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法

(57)摘要

本发明公开了一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,包括以下步骤:(1)称取肉制品,并加入正己烷摇匀并定容,然后涡旋混合0.5~1min,得混合液,将所述混合液在3500~4500r/min的转速下离心3~5min,得到的上清液为检测液;(2)将步骤(1)得到的检测液用有机相微孔滤膜过滤,弃去初滤液,将续滤液用二维液相色谱检测。本发明的测定方法前处理简单化,直接加入正己烷稀释、过滤进样,通过二维液相色谱实现检测,分析结果准确可靠,检出限能达到国标的要求。相对于国标,该方法更简洁方便,缩短了分析时间,提高了检测效率,减小了检测成本。

1. 一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,其特征在于,包括以下步骤:

(1) 称取肉制品,并加入正己烷摇匀并定容,然后涡旋混合0.5~1min,得混合液,将所述混合液在3500~4500r/min的转速下离心3~5min,得到的上清液为检测液;

(2) 将步骤(1)得到的检测液用有机相微孔滤膜过滤,弃去初滤液,将续滤液用二维液相色谱检测。

2. 根据权利要求1所述的二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,其特征在于:所述步骤(2)二维液相色谱检测中,将续滤液进行大体积进样,通过0分钟切换仪器上的十通阀弃去样品杂质,5~6分钟后切换阀将富集得到的苯并芘流入检测器进行分析。

3. 根据权利要求1或2所述的二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,其特征在于:所述步骤(1)中涡旋混合的时间为0.5min。

4. 根据权利要求3所述的二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,其特征在于:所述步骤(1)中混合液在4000r/min的转速下离心4min。

5. 根据权利要求1或4所述的二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,其特征在于:所述有机相微孔滤膜的孔径为0.2~0.25 μm 。

6. 根据权利要求5所述的二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,其特征在于:所述有机相微孔滤膜的孔径为0.22 μm 。

一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法

技术领域

[0001] 本发明涉及食品中有机化合物的检测方法,更具体地说,涉及一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法。

背景技术

[0002] 熏烧烤肉制品因其独特的烟熏和烤制风味,深受消费者特别是年轻人的喜爱。熏烧烤肉制品是指以鲜、冻畜禽肉为原料,经选料、修割、腌制后,再以烟气、高温空气、明火或高温固体为媒介加热制成的熟肉制品。常见的熏烧烤肉制品有烤鸭、烧鸡、烤串、烤肉等。可分为熏烤类和烧烤类两种。

[0003] 熏烧烤肉制品的加工温度较高,并且在加工过程中会直接接触燃烧产物,因此可能会产生一些有害物,如食用油加热到270℃时,产生的油烟中也含有苯并芘等化合物,吸入人体可诱发肿瘤和导致细胞染色体的损害。同时,熏烧烤肉制品生产过程中卫生控制措施不当、加热不彻底等,还可能会引起腐败菌和致病菌的生长,导致消费者食用后出现腹泻、呕吐等不良反应。

[0004] 因此,熏烧烤肉制品的质量安全问题逐渐突显出来。为了保证熏烧烤肉制品的安全以及满足检测的要求,建立能够准确、高效测定熏烧烤肉制品中苯并芘检测方法十分重要。现有技术中,大多按照国标GB/T 5009.27-2016对熏烧烤肉制品进行处理并检测其苯并芘的含量,在处理时需要将样品经过苯并芘分子印迹柱净化、氮吹仪浓缩,而且还需使用大量的二氯甲烷毒害性高的试剂,导致操作复杂,分析时间长,消耗溶剂多,危险性高,重现性差等问题。

发明内容

[0005] 本发明的目的是提供一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,以解决现有的国标GB/T 5009.27-2016法检测苯并芘时前处理过程操作复杂,分析时间长,消耗溶剂多,危险性高,重现性差的技术问题,大大缩短了前处理的时间,且检测结果稳定、可靠,减小了检测成本。

[0006] 本发明的目的通过以下技术方案来实现:

[0007] 一种二维液相色谱测定肉制品中苯并芘含量的方法,包括以下步骤:

[0008] (1) 称取肉制品,并加入正己烷摇匀并定容,然后涡旋混合0.5~1min,得混合液,将所述混合液在3500~4500r/min的转速下离心3~5min,得到的上清液为检测液;

[0009] (2) 将步骤(1)得到的检测液用有机相微孔滤膜过滤,弃去初滤液,将续滤液用二维液相色谱检测。

[0010] 进一步地,所述步骤(2)二维液相色谱检测中,将续滤液进行大体积进样,通过0分钟切换仪器上的十通阀弃去样品杂质,5~6分钟后切换阀将富集得到的苯并芘流入检测器进行分析。

[0011] 进一步地,所述步骤(1)中涡旋混合的时间为0.5min。

[0012] 进一步地,所述步骤(1)中混合液在4000r/min的转速下离心4min。

[0013] 进一步地,所述有机相微孔滤膜的孔径为0.2~0.25 μm 。

[0014] 进一步地,所述有机相微孔滤膜的孔径为0.22 μm 。

[0015] 与现有技术相比,本发明具有的有益效果为:

[0016] 1.本发明的测定方法在前处理时不需要将样品经过苯并芘分子印迹柱净化、氮吹仪浓缩,也不需要使用大量的二氯甲烷毒害性高的试剂,节约了试剂的使用,也避免了对人体的伤害。

[0017] 2.本发明的测定方法前处理简单化,直接加入正己烷稀释、过滤进样。分析结果准确可靠,检出限能达到国标的要求。相对于国标,该方法更简洁方便,缩短了分析时间,提高了检测效率,减小了检测成本。

具体实施方式

[0018] 实施例1

[0019] 称取2.50g肉制品样品于具有塑料塞的15mL离心管中,加入正己烷并定容至5mL,摇匀,涡旋混合0.5min,使样品混合均匀。然后,在4000r/min的转速下,离心4min,取上清液,得检测液,然后用0.22 μm 的有机相微孔滤膜过滤,弃去初滤液,续滤液过滤到液相小瓶,上机检测,续滤液进行100 μL 的大体积进样,通过0分钟切换仪器上的十通阀弃去样品杂质,5分钟后切换阀将富集得到的苯并芘流入检测器进行分析。

[0020] 测试仪器:安捷伦1260二维液相色谱仪;流动相:异丙醇-乙腈(6:4);色谱柱:ChromSpher pi 80 \times 3.0mm;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;流速:1.2mL/min;进样量:100 μL ;检测器:FLD检测器;激发波长:384nm;发射波长:406nm。

[0021] 实施例2

[0022] 称取2.50g肉制品样品于具有塑料塞的15mL离心管中,加入正己烷并定容至5mL,摇匀,涡旋混合1.0min,使样品混合均匀。然后,在3500r/min的转速下,离心5min,取上清液,得检测液,然后用0.22 μm 的有机相微孔滤膜过滤,弃去初滤液,续滤液过滤到液相小瓶,上机检测,续滤液进行100 μL 的大体积进样,通过0分钟切换仪器上的十通阀弃去样品杂质,5.5分钟后切换阀将富集得到的苯并芘流入检测器进行分析。

[0023] 测试仪器:安捷伦1260二维液相色谱仪流动相:异丙醇-乙腈(6:4);色谱柱:ChromSpher pi 80 \times 3.0mm;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;流速:1.2mL/min;进样量:100 μL ;检测器:FLD检测器;激发波长:384nm;发射波长:406nm。

[0024] 实施例3

[0025] 称取2.50g肉制品样品于具有塑料塞的15mL离心管中,加入正己烷并定容至5mL,摇匀,涡旋混合0.5min,使样品混合均匀。然后,在4500r/min的转速下,离心3min,取上清液,得检测液,然后用0.22 μm 的有机相微孔滤膜过滤,弃去初滤液,续滤液过滤到液相小瓶,上机检测,续滤液进行100 μL 的大体积进样,通过0分钟切换仪器上的十通阀弃去样品杂质,6分钟后切换阀将富集得到的苯并芘流入检测器进行分析。

[0026] 测试仪器:安捷伦1260二维液相色谱仪流动相:异丙醇-乙腈(6:4);色谱柱:ChromSpher pi 80 \times 3.0mm;柱温:40 $^{\circ}\text{C}$;流速:1.2mL/min;进样量:100 μL ;检测器:FLD检测器;激发波长:384nm;发射波长:406nm。

[0027] 对三个腌制肉样品：腌制肉-1、腌制肉-2和某腌制肉-3通过本发明的方法以及国标方法进行检测，并将两者的结果进行对比，得到的结果如表1所示。

[0028] 表1

编号	国标测定结果/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	本测定方法测定结果/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
腌制肉-1	未检出	未检出
腌制肉-2	未检出	未检出
腌制肉-3	5.3	5.2
检出限	0.2	0.2

[0030] 本发明测定方法的回收率为100.9%，回收率RSD为1.2%，用腌制肉-3的样品取6份样，按本测定方法测定，结果分别为5.0、5.2、5.1、5.2、5.3、5.2，RSD为2.0%。可见，该实验研究方法的相对标准偏差(RSD)均少于2.0%，分析结果准确可靠，检出限为0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (信噪比为4)，能达到国标的要求。

[0031] 以上实施例为本发明的部分实施方式，并不限制于本发明。对本领域技术人员来说，在不脱离本发明原理的前提下做出的若干改进和变型，也应视为本发明的保护范围。