

黄曲霉毒素的分析方法

高秀芬 计 融

(中国疾病预防控制中心营养与食品安全所,北京 100021)

摘 要:为了解黄曲霉毒素的检测方法,从采样与样品准备、提取净化、测定方法等方面对黄曲霉毒素的分析方法进行了综述。

关键词:黄曲霉毒素类;研究技术;食品;动物饲料

Analytical methods for aflatoxins in food and feed

GAO Xiufen, JI Rong

(National Institute for Nutrition and Food Safety, Chinese CDC, Beijing 100021, China)

Abstract: In order to know about the determination for aflatoxins in foods and feeds, the analytical methods for aflatoxins were reviewed including sampling, sample preparation, extracting, clean-up, and measurement.

Key word: Aflatoxins; Investigative Techniques; Food; Animal Feed

黄曲霉毒素在很低浓度时就具有很强的生物活性特性,使研究者在不同领域对其进行了大量研究。许多国家制定了食品中黄曲霉毒素的限量标准,黄曲霉毒素污染问题经常成为国际食品贸易中各国纷争的焦点。为对其进行控制管理,准确有效的分析方法是必不可少的。本文主要对有关黄曲霉毒素的分析方法进行了综述。

黄曲霉毒素的分析包括确定特定批次的食品中黄曲霉毒素含量的全过程,主要有采样、样品前处理(提取与净化)和测定等步骤。

1 采样与样品准备

采样是从待分析的样品中选择有代表性的样品

的过程。不论采用什么样的检测方法,采样无疑是黄曲霉毒素分析中最重要的误差或变异来源,黄曲霉毒素分析中几乎 90 %的误差来源于采样与后续的准备过程^[6],这主要是由于黄曲霉毒素在农产品中分布的不均匀性造成的。

通常污染黄曲霉毒素的作物颗粒在整批作物中所占的比例是相当小的^[7],并且污染的作物颗粒所含黄曲霉毒素的浓度差异又相当大,因此对某些作物进行采样非常困难。据报道少数污染的作物颗粒的黄曲霉毒素含量可达到1 000 000 μg/kg^[8]。为了采集到被污染的作物颗粒,在采样过程中要尽可能粉碎样品,并彻底混匀以使污染部分有效分散。1 粒被污染的花生(大约 0.5 g)能使10 000粒正常花

Foreign (M13) DNA ingested by mice reaches peripheral leukocytes, spleen, and liver via the intestinal wall mucosa and can be covalently linked to mouse DNA [J]. Proc Natl Sci USA, 1997, 94: 961-966.

[16] J C Jennings, L D Albee, D C Kolwyck, et al. Attempts to detect transgenic and endogenous plant DNA and transgenic protein in muscle from broilers fed yieldGard corn borer corn [J]. Poultry Science, 2003, 82: 371-380.

[17] Phipps R, D Beever, A Tingey. Detection of transgenic

DNA in bovine milk: Results for cows receiving a TMR containing corn grain modified for insect protection (MON 810) [J]. J Anim Sci, 2001, 79: 476.

[18] Emdadull H Chowdhury, Osamu Mikami, Hideo Murata, et al. Fate of maize intrinsic and recombinant genes in calves fed genetically modified maize Bt11 [J]. Journal of Food Protection, 2004, 67: 365-370.

[收稿日期:2005-05-11]

中图分类号:R15;Q943 文献标识码:E 文章编号:1004-8456(2005)04-0344-04

基金项目:国家“十五”重大科技专项(2001BA804A3205)

作者简介:高秀芬 女 硕士生

通讯作者:计融 男 研究员

黄曲霉毒素的分析方法——高秀芬 计 融

This work was supported by The Grant from National Science and Technology Program Funds of China. (2001BA804A3205)

生(大约 5 kg)的黄曲霉毒素含量达到显著的水平,如果将其粉碎,并彻底混匀使其均匀分布,要使每 50 g 花生中分得 1 份污染粒的粉碎颗粒,这粒花生就必须分为 100 份^[9]。因此系统的采样、样品准备对于黄曲霉毒素的分析是绝对必要的。在官方管理控制中,已经根据不同物品的特性制定了多种采样方案,而对于污染调查或监测目的的采样,并没有明确规定。下面是一些国家或地区的官方采样方法。

欧盟规定判定一批货物是否符合合格的标准,要根据货物种类及一批货物的大小,先将较大的批分为几批,然后对每一批进行分别采样,一般每批货物采集 10~100 份 300 g 的小样,组成大样,根据大样的大小再分为几份次级样品进行实验室检测。例如 15 t 以下的干果货物采集 10~100 份小样,而大于 15 t 的货物则先按照一批 15~30 t 进行分批,然后每批采集 100 份小样组成 30 kg 的大样,对于 30 kg 的大样,在粉碎前先平均分为 3 份 10 kg 的样品,粉碎混匀后运往实验室进行测定^[10]。

美国食品药品监督管理局(USFDA)建议对于脱壳花生,采集 10 份 0.45 kg 的样品,如为阳性样品再采集 48 份 0.45 kg 的样品以确定其污染程度。玉米、玉米粉及其它小粒谷物均采集 10 份 0.45 kg 的样品,同时还规定了其它坚果以及油料种子的采样量,并指出要从尽可能多的随机位置采集样品^[11]。美国农业部谷物监督包装与畜牧管理局(Gain Inspection, Packers and Stockyards Administration, GIPISA)的黄曲霉毒素手册^[12]根据不同的运输形式规定了最小采样量,对于卡车运输的货物最小采样量为 0.9 kg,火车为 1.35 kg,船装货物要采集 4.5 kg 的样品,申请者可以申请采集更大的样品。当前对于所有谷物,如果没有规定采样量, GIPISA 均按照 4.5 kg 进行采样^[13]。

GIPISA 引用数据说明,采样量减少,变异度增加。对于黄曲霉毒素含量为 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的 1 卡车小麦,采样量为 0.45 kg 时,变异范围为 1~46.9 $\mu\text{g}/\text{kg}$,而采样量为 4.5 kg 时,变异范围变为 11.6~28.4 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。然而增加采样量不仅增加劳动量,也增加了费用,因此无限增加采样量来增加分析的准确性是不切实际的。正如 Schuller^[8]对不同作物的采样方法进行综述后指出,要根据黄曲霉毒素的限量水平以及可对消费者和生产者造成的风险等信息为基础,选择采样方法,否则任何采样方法都是盲目的。

2 提取与净化

提取与净化就是将黄曲霉毒素从基质中提取出来并尽量减少提取物中的干扰物质,这两个过程并

不是完全分开的,有时同一操作同时具有这两种作用。

2.1 提取 提取在很大程度上依赖于污染黄曲霉毒素食品和粮食作物的物理化学性质,由于食品和粮食作物的性质不同,没有一种方法足以用于所有食品和粮食作物的提取。脂类色素含量高的物品,一般需要更具选择性的提取方法并需要更完善的净化方法。黄曲霉毒素能溶于中等极性溶剂,不溶于非极性溶剂,常用的提取溶液有三氯甲烷-水、甲醇-水、乙腈-水以及丙酮-水,也有报道使用二氯甲烷-水混合溶液^[14]。在这些混合溶液中,水的比例不尽相同,有的低至不足 10%,有的高至 50%,但最常用的比例一般在 20%左右,要根据不同样品特性进行调整。在上述的混合提取溶液中,三氯甲烷-水和甲醇-水的应用较广,早已通过公职分析化学家协会(Association of Official Analytical Chemists, AOAC)认证的分析花生的 CB (Contamination Branch) 方法^[15]就是使用了三氯甲烷-水提取溶液,其提取效率已在多个研究中证明。但由于三氯甲烷的毒性,很多研究者试验了其它不同的提取溶剂。甲醇-水被广泛应用,已应用于花生、花生酱以及玉米等多种食品的提取。为了提高提取效率,有效去除杂质,有时在提取液中加入一些其它物质,例如 CB 方法检测花生及花生制品中黄曲霉毒素时,在三氯甲烷-水提取液中加入大约 10%的硅藻土,氯化钠也是在提取中经常添加的物质,但不同方法添加的形式不同,有的以固体形式添加,有的以液体形式添加,所加比例也不尽相同。还有的方法直接以盐酸溶液代替水用于黄曲霉毒素提取^[16]。总之根据不同的样品选择不同的方法,目的是尽量提出毒素,并减少干扰物质,如 Pons^[17]直接用 10%的盐溶液代替水配制甲醇溶液,并用醋酸锌沉淀玉米中的色素,将此方法与 CB 方法相比,该方法能提取出更多的黄曲霉毒素。当然不管用哪种提取方法,提取物中除含黄曲霉毒素外,还含有各种杂质(脂类,色素),针对不同的测定方法,还需要进一步净化。

2.2 净化 不同检测方法对提取液净化程度的要求不一,免疫学方法特异性高,对样品净化程度要求相对较低,一般不需要复杂的净化过程,而薄层色谱法(TLC)以及高效液相色谱法(HPLC)对样品净化程度要求较高,一般在提取之后还需进一步对提取液进行净化,黄曲霉毒素分析中的净化方法多种多样,有液液分离、固相萃取、免疫亲和柱、TLC 等,并且在使用中也灵活多变,根据所分析的不同样品以及不同的检测方法,选择不同的净化方法,有时 2 种甚至更多种方法结合使用才能达到更好的分析效果。

2.2.1 液液分离 液液分离是根据物质在 2 种溶液中的溶解度不同而达到净化作用,但随着固相萃取技术的发展,单纯使用液液分离的情况已大大减少,一般是与其它净化方法结合使用。正己烷脱脂经常用于甲醇-水提取液的脱脂,或在提取同时加入正己烷进行脱脂。

2.2.2 固相净化柱 用于黄曲霉毒素提取净化的固相提取净化柱有多种不同的类型,硅胶柱的使用较早,并且现在仍被广泛应用,CB 方法就使用硅胶净化柱,其提取净化方法已经用于很多种产品,并与其它检测方法联用,研究表明效果很好^[18]。硅胶柱之后又发展了多种不同的净化柱,其中硅酸镁柱和碱性氧化铝柱应用较广,键合相净化柱中 C₁₈ 柱较为常用。Ventura 等^[19]将一种聚合吸附剂填充的固相柱首次用于黄曲霉毒素净化。也有报道将一种以上的固相净化方法联用,Ferguson 等^[20]将 C₁₈ 柱和硅胶柱净化相结合用于牛奶中 AFM₁ 和 AFM₂ 的检测,Paulsch 等^[21]将含有柑桔类的饲料提取物先后通过硅酸镁柱和 C₁₈ 柱有效去除了柑桔类物质的干扰。以上各种净化柱都是在样品提取液通过柱子时将黄曲霉毒素保留住,而干扰物质随洗涤液流出,之后再再用洗脱液将黄曲霉毒素洗脱下来。而多功能 Mycosep 柱与上述这些固相萃取柱不同,这种柱子填充有多种不同物质的混合物,通过不同的原理阻留脂肪、蛋白质类复合物、色素以及糖类,而允许黄曲霉毒素的通过,这种方法已经通过了 AOAC 的认证^[22],有报道将氧化镁和碱性氧化铝填充于商业多功能微柱的顶端,这样玉米中干扰黄曲霉毒素分析的荧光物质被吸附在氧化镁层^[23]。

2.2.3 免疫亲和柱 与液液分离和固相净化柱相比,免疫亲和柱同时克服了前者提取效率低和后者操作复杂的不足,能简单有效地去除干扰杂质。免疫亲和柱是新型的净化方法,广泛用于真菌毒素的检测,它是将特异性抗体结合到活化的固相载体上填充而成。当样品提取液通过柱子时,特定抗原与抗体结合,其它杂质则通过水或其它水溶液而洗掉,再通过有机溶剂甲醇或乙腈使抗原与抗体解离而将抗原即毒素洗脱下来。维康公司的黄曲霉毒素免疫亲和柱方法已经通过 AOAC 的认证^[24],用于测定玉米、花生及花生酱中的黄曲霉毒素,提取液通过柱子,经水冲洗后,用甲醇洗脱,收集液即可用于高效液相测定,我国张鹏等人使用此免疫亲和柱建立了检测花生中黄曲霉毒素的高效液相色谱方法^[25]。这种净化方法简单、快速、特异性高,几乎是当前应用最广最有发展前景的净化方法。

3 测定方法

常用的黄曲霉毒素测定方法主要有薄层色谱法、HPLC 和免疫学方法。当前测定低于 1 μg/kg 的黄曲霉毒素 B₁ 已经不再是分析上的难题^[26]。

3.1 薄层色谱法 薄层色谱法是首先用于分析黄曲霉毒素的方法,但是在发达国家由于 HPLC 方法的发展以及后来免疫学方法主要是酶联免疫吸附分析(ELISA)和荧光技术的发展,其使用频率有所下降,但在发展中国家,仍被广泛应用。薄层色谱法既可用于定性分析,在黄曲霉毒素分离鉴定方面具有重要地位,也可进行定量测定;既可目测也可通过荧光计定量。CB 方法和 BF(Best Foods)方法都是最早通过 AOAC 认证的用于检测花生及花生制品中黄曲霉毒素的官方方法,经常作为其它方法的参考方法,尤其是 CB 方法由于采用了硅胶柱净化,即使黄曲霉毒素低至 2 μg/kg 时,仍显示出与高浓度时等同的准确性^[8],至今仍经常作为验证其它方法的标准方法。CB 方法以丙酮-三氯甲烷(1+9)为展开溶液单向展开,紫外光下目测定量。CB 方法和 BF 方法还被广泛用于其它产品的检测,DiProssimo 等^[27]将这 2 种方法以及改良 CB 方法用于瓜果种子的检测,CB 方法不但回收率高,并且提取液中荧光干扰物少。CB 方法使用的展开剂是最常使用的标准展开溶液,有时也将比例调整为丙酮-三氯甲烷(12+88),DiProssimo 等^[27]的研究表明如果 CB 方法的展开剂改为乙醚+甲醇+水(96+3+1),与标准展开溶液相比,干扰物质增多。Boyacioglu 等^[28]将 CB、BF、AOAC 棉籽方法和 Romer 方法用于葡萄干的检测,比较了乙醚+甲醇+水(94+4.5+1.5)和三氯甲烷+丙酮(9+1)2 种展开系统,两者差异没有显著性。可见,不同的展开溶液对于不同产品效果是不同的。Stroka 等^[29]将免疫亲和柱净化应用于 TLC 测定,进行单相展开并用荧光密度计定量,此方法能检测明显低于当前欧盟标准的黄曲霉毒素。对薄层色谱法进一步提升,发展了高效薄层色谱法(HPTLC),Kamimura 等^[30]用 HPTLC 方法测定玉米、花生、荞麦等样品,并与 CB 方法和 BF 方法进行比较,4 种主要黄曲霉毒素的检测限均不高于 0.2 μg/kg,并且回收率与 CB 方法一样均高于 BF 方法。

薄层色谱法用于黄曲霉毒素分析的优越性是对实验室仪器设备要求低,一般的实验室即可实施,但此方法操作繁琐、耗时、灵敏度不高,进行目测定量时主观性影响较大。

3.2 高效液相色谱法 随着高效液相色谱方法的发展,其在黄曲霉毒素检测中的应用越来越广,由于具有稳定准确灵敏等优点,已成为当前进行黄曲霉

毒素定量研究的首选方法。黄曲霉毒素测定的液相色谱方法包括正相液相色谱方法(NPLC)和反相液相色谱方法(RPLC),可以使用紫外检测器或荧光检测器,由于荧光检测器的灵敏度高于紫外检测器,所以目前多使用荧光检测器。黄曲霉毒素液相色谱测定中最大的问题之一是主要黄曲霉毒素(B_1 、 B_2 、 G_1 、 G_2)的荧光发射依赖于溶剂的组成。正相高效液相色谱法(NP-HPLC)一般使用硅胶柱,流动相含有三氯甲烷或二氯甲烷,在这种条件下, AFB_1 和 AFB_2 的荧光显著猝灭。为了解决这个问题,有时同时使用紫外检测器(检测 AFB_1 和 AFB_2)以及荧光检测器(检测 AFG_1 和 AFG_2)^[31],Thean等^[32]使用硅胶柱为色谱柱,以50%水饱和的三氯甲烷-环己烷-乙腈-乙醇为流动相测定玉米中的黄曲霉毒素时,通过使用填充硅胶的检测池,提高 AFB_1 和 AFB_2 的荧光发射。

尽管使用NP-HPLC方法4种主要黄曲霉毒素(B_1 、 B_2 、 G_1 、 G_2)能很容易分开,反相高效液相色谱(RP-HPLC)系统由于其更容易操作以及所用水性流动相的低毒性使其比NP-HPLC更常用。黄曲霉毒素的RP-HPLC方法通常用甲醇+水、乙腈+水或者甲醇+乙腈+水做流动相,但在这些水溶液中, AFB_1 和 AFG_1 的荧光释放相当弱,要通过一定的方法使其转变为其它的物质进行检测。已经试验了不同的衍生方法。三氟乙酸(TFA)能将 AFB_1 、 AFG_1 以及 AFB_1 在体内的代谢产物黄曲霉毒素 AFM_1 、 AFP_1 等转变为 AFB_{2a} 、 AFG_{2a} 、 AFM_{2a} 、 AFP_{2a} ,大大提高了检测灵敏度。TFA柱前衍生方法被广泛应用,黄曲霉毒素提取物与水-三氟乙酸-乙酸(7+2+1)混合65℃加热8.5 min,水相用于HPLC分析, AFB_1 的检测限低于0.5 μg/kg,这种方法已用于多种谷物、坚果的测定^[33]。AOAC认证液相方法也使用TFA衍生,将正己烷和TFA加入到吹干的提取物中,混合30 s,不需加热^[16]。TFA也经常用于 AFM_1 的衍生,研究了不同衍生条件的影响,认为在非极性溶剂正己烷和异辛烷中, AFM_1 和TFA反应效果较好,衍生反应需要加热^[34]。TFA衍生操作简单,不需特殊设备,但其缺点是衍生产物不稳定,增加了分析步骤,并且酸性环境会对管道系统产生腐蚀作用。与柱前衍生比,柱后衍生完全在线进行,不需要增加操作步骤。Beaver等^[35]用碘柱后衍生HPLC方法和CB方法测定天然污染玉米中的黄曲霉毒素,发现两种方法所测得的 AFB_1 浓度吻合相当好。溴也用于柱后衍生,但溴更不稳定,需要电化学生成系统。还有另一种溴衍生方法经常使用,这种方法不直接使用溴,而

是用一种含溴化合物PBPB(pyridinium hydrobromide perbromide),这就省去了特殊反应装置。一项合作研究测定牛饲料中的 AFB_1 ,使用了PBPB衍生法和向流动相中加入溴并使用电化学反应池衍生法,通过t检验,这两种衍生方法所得的结果差异没有显著性^[36]。Zhang等^[37]用在线电化学反应装置Kobra Cell进行柱后衍生,测定花生中的黄曲霉毒素,每种毒素的检测限可低至0.1 μg/kg。Papadopoulos-Bouraoui等^[38]对紫外照射光化学衍生的反应稳定性进行了研究,所用的2种不同的光化学衍生装置与电化学溴化反应相比,在长达300 h的时间内保持稳定。与前面的几种化学衍生方法相比,环式糊精(cyclodextrins)衍生方法更为简单方便,Chiavaro等^[39]根据不同环式糊精增强黄曲霉毒素 B_1 、 B_2 、 G_1 、 G_2 、 M_1 荧光释放的不同效果,发展了将环式糊精加入到流动相中的高效液相色谱法,黄曲霉毒素 B_1 、 B_2 、 G_1 、 G_2 的检测限均在0.3 μg/kg以下, M_1 的检测限在0.0005 μg/kg以下,几种黄曲霉毒素都呈线性反应关系。这种方法也被用于测定自然污染及人工添加样品。

3.3 免疫学方法 免疫学方法是以抗黄曲霉毒素的单克隆抗体或多克隆抗体的亲和性为基础,根据抗体的特异性不同,检测1种或同时检测多种黄曲霉毒素,主要有放射免疫分析法(RIA)、酶联免疫吸附分析法(ELISA)和免疫亲和柱(IAC)方法,其中最常用的是ELISA。已经发展了多种不同的ELISA检测方法,有多种商品化的试剂盒,并有几种方法已经成为AOAC方法。ELISA方法对操作人员技能要求低,对样品提取物的净化程度要求低,操作简单快速,已被广泛用于真菌毒素包括黄曲霉毒素的快速筛选,虽然也有些定量检测方法,但总的来说,ELISA方法主要作为定性筛选方法。

3.4 其它方法 除了上述3类主要的检测方法外,荧光法也有一定的应用。Nilufer等^[40]用高效液相色谱法、荧光法和ELISA3种方法测定芝麻酱中的黄曲霉毒素,通过比较,认为HPLC和荧光法均可以用于定量检测,而ELISA方法只适合作为筛选方法。Romer微柱法^[41]和Hladay-Velasco微柱法^[42]都是常用的筛选方法,并已通过AOAC认证,生物学方法如抑菌试验、鸡胚试验、鸭雏试验等也只能用于定性研究^[43],质谱方法被用来进行黄曲霉毒素的确证研究^[44,45],也有报道用毛细管电泳^[46]检测黄曲霉毒素。

我国也规定了黄曲霉毒素分析的官方方法,但是与国际水平还有差距,今后我国在黄曲霉毒素的分析方面,不仅要开发适合我国的测定方法,并且要发展完善的采样方法,这样才能有效分析食品中的

污染量,一方面为我国的食品出口提供强有力的技术支持,防止外来的污染黄曲霉毒素食品进入我国市场危害消费者健康,另一方面为我国在危险性评估基础上修订相关标准提供基础资料。

参考文献

- [1] Joerg Stroka, Elke Anklam. New strategies for the screening and determination of aflatoxins and the detection of aflatoxin-producing moulds in food and feed [J]. Trends in Analytical Chemistry, 2002, 21(2): 90-95.
- [2] WHO. Safety evaluation of certain food additives and contaminants[Z]. WHO food additives series 40.
- [3] Jia Sheng Wang, Tiren Huang, Jianjia Su. Hepatocellular carcinoma and aflatoxin exposure in Zhuqing village, Fusui county, People's Republic of China [J]. Cancer Epidemiology Biomarkers and Prevention, 2001, 10: 143-146.
- [4] WHO. International agency for research on cancer, IARC monographs on the evaluation of carcinogenic risk to humans [Z]. World Health Organization, Lyon, 1993, 56.
- [5] Karen M, Starko M D. Reye's syndrome and salicylate use [J]. Pediatrics, 1980, 66: 859-864.
- [6] Aflatoxin sampling [DB/OL]. <http://www.envirologix.com/library/as101sampling.pdf>.
- [7] Robertson J A, Lee L S, Cucullu A F. Assay of aflatoxin in peanuts and peanut products using acetone-hexane-water for extraction [J]. J Am Oil Chem Soc. 1965, 42: 467-471.
- [8] Pieter L Schuller, William Horwitz, Leonard Stoloff. Review of aflatoxin methodology [J]. Journal of the AOAC, 1976, 59(6): 1315-1343.
- [9] AOAC. AOAC Official Method 977.16 [Z].
- [10] Commission Directive 98/53/EC of 16 July 1998 [DB/OL]. http://europa.eu.int/eur-lex/pri/en/oj/dat/1998/l_201/l_20119980717en00930101.pdf.
- [11] USFDA. Mycotoxin sample sizes. Investigations operations manual USFDA office of regulatory affairs [DB/OL]. http://www.fda.gov/ora/inspect_ref/iom/ChapterText/sschedule6.html.
- [12] Aflatoxin handbook [DB/OL]. http://www.usda.gov/gipsa/reference-library/handbooks/aflatoxin/aflatoxin_ch03.pdf.
- [13] Grain fungal diseases and mycotoxin reference [DB/OL]. <http://www.usda.gov/gipsa/pubs/mycobook.pdf>.
- [14] Hetmanski M T, Scudamore K A. A simple quantitative HPLC method for determination of aflatoxins in cereals and animal feedstuffs using gel permeation chromatography cleanup [J]. Food Addit Contam, 1989, 6(1): 35-48.
- [15] AOAC. AOAC Official Method 968.22 [Z].
- [16] AOAC. AOAC Official Method 990.33 [Z].
- [17] Pons W A Jr. High pressure liquid chromatographic determination of aflatoxins in corn [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1979, 62(3): 586-594.
- [18] Beebe R M. Reverse phase high pressure liquid chromatographic determination of aflatoxins in foods [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1978, 61(6): 1347-1352.
- [19] Ventura M, Gomez A, Anaya I, et al. Determination of aflatoxins B₁, G₁, B₂ and G₂ in medicinal herbs by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Chromatogr A, 2004, 1048(1): 25-29.
- [20] Ferguson-Foss J, Warren J D. Improved cleanup for liquid chromatographic analysis and fluorescence detection of aflatoxins M₁ and M₂ in fluid milk products [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1984, 67(6): 1111-1114.
- [21] Paulsch W E, Sizoo E A, Van Egmond H P. Liquid chromatographic determination of aflatoxins in feedstuffs containing citrus pulp [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1988, 71(5): 957-961.
- [22] AOAC. AOAC Official Method 994.08 [Z].
- [23] Taguchi S, Yoshida S, Tanaka Y. Rapid analysis of aflatoxins in raw peanuts, corn, buckwheat and red pepper by a new mini-column cleanup and HPLC using post-column photochemical derivatization system [J]. Shokuhin Eiseigaku Zasshi, 2002, 43(4): 202-207.
- [24] AOAC. AOAC Official Method 991.31 [Z].
- [25] 张鹏, 张艺兵, 赵卫东. 免疫亲和柱净化、在线电化学衍生化高效液相色谱法检测花生中的黄曲霉毒素[J]. 色谱, 2000, 18(1): 82-84.
- [26] E W Sydenham, G S Shephard. Progress in food contaminant analysis [Z]. Blackie Academic and Professional, London, 1996.
- [27] DiProssimo V P, Malek E G. Comparison of three methods for determining aflatoxins in melon seeds [J]. J AOAC Int. 1996, 79(6): 1330-1335.
- [28] Boyacioglu D, Gönül M. Comparison of four thin-layer chromatographic methods for the determination of aflatoxins in raisins [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1988, 71(2): 280-282.
- [29] Stroka J, Van Otterdijk R, Anklam E. Immunoaffinity column clean-up prior to thin-layer chromatography for the determination of aflatoxins in various food matrices [J]. J Chromatogr A. 2000, 904(2): 251-256.
- [30] Kamimura H, Nishijima M, Yasuda K. Simple, rapid cleanup method for analysis of aflatoxins and comparison with various methods [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1985, 68(3): 458-461.
- [31] Walter A Pons, Anthony O Franz. High performance liquid chromatographic determination of aflatoxin in peanut products [J]. J AOAC Off Anal Chem, 1978, 61: 793-800.
- [32] Thean J E, Lorenz D R, Wilson D M. Extraction, cleanup, and quantitative determination of aflatoxins in corn [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1980, 63(3): 631-633.
- [33] Wilson T J, Romer T R. Use of the mycosep multifunctional cleanup column for liquid chromatographic determination of

辐照食品的卫生安全性研究和管理现状

张 宏

(天津市卫生局公共卫生监督所,天津 300204)

摘 要:为促进食品辐照技术的商业化应用,给我国食品辐照管理部门提供借鉴,综述了食品辐照的目的、经电离辐照加工后食品的变化、食品辐照加工的优势、食品辐照技术的历史回顾。介绍了美国、加拿大、欧盟等世界主要贸易国对辐照食品的管理和应用及其辐照方法的发展前景。辐照方法加工食品是一种安全、卫生、经济的新型技术。食品辐照技术既保护环境,又以很少的能量防止了粮食等食物的损失,还可保证食品的安全卫生。

关键词:食品辐射;辐射卫生;安全管理

Hygienic safety research and administration status of food irradiation

ZHANG Hong

(Tianjin Municipal Institute of Health Inspection, Municipal Health Bureau, Tianjin 214021, China)

Abstract: To promote the commercial application of food irradiation technique and give reference for food irradiation administration in China, the article reviewed the various aspects of food irradiation including the

afatoxins in agricultural products [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1991, 74(6):951-956.

[34] Stubblefield R D. Optimum conditions for formation of aflatoxin M₁-trifluoroacetic acid derivative [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1987, 70(6):1047-1049.

[35] Beaver R W, Wilson D M, Trucksess M W. Comparison of postcolumn derivatization-liquid chromatography with thin-layer chromatography for determination of aflatoxins in naturally contaminated corn [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1990, 73(4):579-581.

[36] Stroka J, von Holst C, Anklam E, et al. Immunoaffinity column cleanup with liquid chromatography using post-column bromination for determination of aflatoxin B₁ in cattle feed: collaborative study [J]. J AOAC Int, 2003, 86(6):1179-1186.

[37] Zhang P, Zhang Y B, Zhao W D, et al. Determination of aflatoxins in peanut by high performance liquid chromatography using immunoaffinity column clean-up and on-line electrochemical derivatization[J]. 2000, 18(1):82-84.

[38] Papadopoulos-Bourauoi A, Stroka J, Anklam E. Comparison of two post-column derivatization systems, ultraviolet irradiation and electrochemical determination, for the liquid chromatographic determination of aflatoxins in food [J]. J AOAC Int, 2002, 85(2):411-416.

[39] Chiavaro E, Dall'Asta C, Galaverna G. New reversed-phase liquid chromatographic method to detect aflatoxins in food and feed with cyclodextrins as fluorescence enhancers added to the eluent [J]. J Chromatogr A, 2001, 937(1-2):31-40.

[40] Nilufer D, Boyacioglu D. Comparative study of three different methods for the determination of aflatoxins in tahini [J]. J Agric Food Chem, 2002, 50(12):3375-3379.

[41] (AOAC. AOAC Official Method 975.36[Z].

[42] AOAC. AOAC Official Method 979.18[Z].

[43] 刘一平. 黄曲霉毒素检测方法简介[J]. 中国兽医科技, 1990, 1:46-48.

[44] Takino M, Tanaka T, Yamaguchi K. Atmospheric pressure photo-ionization liquid chromatography/mass spectrometric determination of aflatoxins in food [J]. Food Addit Contam, 2004, 21(1):76-84.

[45] Trucksess M W, Brumley W C, Nesheim S. Rapid quantitation and confirmation of aflatoxins in corn and peanut butter, using a disposable silica gel column, thin layer chromatography, and gas chromatography/mass spectrometry [J]. J Assoc Off Anal Chem, 1984, 67(5):973-975.

[46] Marago C M. Measurement of aflatoxins using capillary electrophoresis [J]. Methods Mol Biol, 2001, 157:51-58.

[收稿日期:2005-05-15]

中图分类号:R15;Q949.32;S432.44 文献标识码:E 文章编号:1004-8456(2005)04-0347-06

作者简介:张宏 男 副主任医师

