## 风险监测

# 2015年我国部分地区市售食用植物油中黄曲霉毒素污染调查

徐文静1,刘丹1,2,韩小敏1,卢大新2,李凤琴1

(1. 国家食品安全风险评估中心 卫生部食品安全风险评估重点实验室,北京 100021; 2. 北京农学院食品科学与工程学院,北京 102206)

摘 要:目的 对我国 8 省 738 份市售食用植物油中 4 种黄曲霉毒素 (AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub>)污染状况进行调查。方法 首先用酶联免疫吸附 (ELISA)法快速筛检市售食用植物油中黄曲霉毒素,再用超高效液相色谱 (UPLC)法对阳性样品中 4 种黄曲霉毒素的含量进一步确证。结果 食用植物油样品中黄曲霉毒素总量的含量范围在  $0.06\sim221.00~\mu g/kg$  之间,平均为  $19.30~\mu g/kg$ 。4 种黄曲霉毒素的污染以 AFB<sub>1</sub> 为主,其检出率为 17.21% (127/738),平均含量为  $16.20~\mu g/kg$ 。其次是 AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub>。花生油中黄曲霉毒素污染较重,AFB<sub>1</sub> 超标率为 11.57% (25/216)。来自广西的植物油样品中黄曲霉毒素污染较重,AFB<sub>1</sub> 超标率均 11.57% (25/216)。来自广西的植物油样品中黄曲霉毒素污染较重,AFB<sub>1</sub> 超标率均 11.57% (25/216)。来自广西的植物油样品。95.45% (126/132)的阳性样品检出 11.57% (126/132)的阳性科品检出 11.57% (126/132)的阳性科品检出 11.57% (126/132)的阳性科品性和用的阳性和阳性和阳中黄油等毒素污染较高,

关键词:食用植物油;黄曲霉毒素;花生油;食品污染物;酶联免疫吸附;超高效液相色谱;检测中图分类号:R155 文献标志识码:A 文章编号:1004-8456(2018)01-0063-06 **DOI**:10.13590/j.cjfh.2018.01.014

# Survey on the natural occurrence of aflatoxins in edible vegetable oil collected from some regions of China in 2015

XU Wen-jing<sup>1</sup>, LIU Dan<sup>1,2</sup>, HAN Xiao-min<sup>1</sup>, LU Da-xin<sup>2</sup>, LI Feng-qin<sup>1</sup>
(1. Key Laboratory of Food Safety Risk Assessment of Ministry of Health, China National Centre for Food Safety Risk Assessment, Beijing 100021, China; 2. Food Science and Engineering College, Beijing University of Agriculture, Beijing 102206, China)

Abstract: Objective To investigate the natural occurrence of four kinds of aflatoxins including AFB<sub>1</sub>, AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub> and AFG<sub>2</sub> in a total of 738 edible vegetable oil samples collected from eight regions of China. Methods Based on the quick screening of aflatoxins concentration in edible vegetable oil samples using enzyme linked immunosorbent assay (ELISA) method, ultra-performance liquid chromatography (UPLC) method was employed for the quantification of four kinds of aflatoxins in positive samples. Results The concentrations of total aflatoxins were within 0.06-221.00 μg/kg with the mean level of 19.30 μg/kg. AFB<sub>1</sub> was predominant and the positive rate was 17.21% (127/738) with the mean level of 16.20 μg/kg, followed by AFB<sub>2</sub>, AFG<sub>1</sub> and AFG<sub>2</sub>. Peanut oil was the most heavily contaminated by aflatoxins than other kinds of edible vegetable oil, and the violation rate of AFB<sub>1</sub> was 11.57% (25/216). The samples from Guangxi Province also had higher aflatoxins concentrations, and the violation rate of AFB<sub>1</sub> was 19.23% (20/104). Moreover, the aflatoxins concentrations in unpacked oil were higher than prepackaged oil. 95.45% (126/132) of the positive samples were detected with more than one type of aflatoxins. Conclusion There were simultaneous occurrence of four kinds of aflatoxins in edible vegetable oil collected from China. AFB<sub>1</sub> was predominant. Peanut oil, samples from Guangxi Province and unpacked oil contained relatively high concentrations of aflatoxins, suggesting better monitoring.

**Key words:** Edible vegetable oil; aflatoxins; peanut oil; food contaminants; enzyme linked immunosorbent assay; ultraperformance liquid chromatography; detection

收稿日期:2018-01-10

基金项目:全国农产品加工原料真菌毒素及其产毒菌污染调查(2013 FY113400);食品中生物类致癌物的监测技术研究(2017 YFC1601103)作者简介:徐文静 女 研究实习员 研究方向为真菌及其毒素 E-mail;wenjingxu\_vip@163.com

通信作者:李凤琴 女 研究员 研究方向为食品安全 E-mail:lifengqin@cfsa.net.cn

黄曲霉毒素(aflatoxins, AFs)是一类主要由黄曲霉、寄生曲霉和集峰曲霉在一定条件下产生的有毒代谢产物,具有致畸、致突变和致癌作用。黄曲霉毒素主要包括黄曲霉毒素 B<sub>1</sub>(AFB<sub>1</sub>)、黄曲霉毒素 B<sub>2</sub>(AFB<sub>2</sub>)、黄曲霉毒素 G<sub>1</sub>(AFG<sub>1</sub>)和黄曲霉毒素 G<sub>2</sub>(AFG<sub>2</sub>),其中以 AFB<sub>1</sub>的毒性最强,已被国际癌症研究机构列为 I 类致癌物,低剂量长期摄入或大剂量一次暴露可引起多种动物的肝脏发生癌变<sup>[1]</sup>。动物试验<sup>[2]</sup>表明,AFB<sub>1</sub>的半数致死量(LD<sub>50</sub>)为 0.5~10 mg/kg,其毒性远高于氰化物、砷化物和有机农药等,不仅可引起人或动物发生急性中毒甚至死亡,还是人类肝癌的重要致病因素。在世界各国的肝癌高发区,膳食摄入黄曲霉毒素与肝癌高发病率之间具有正向剂量-反应关系。

黄曲霉毒素可广泛污染花生、玉米和棉籽等油料作物,由此导致食用植物油中存在黄曲霉毒素污染现象  $^{[3]}$ 。 ELZUPIR 等  $^{[4]}$ 于 2009 年在苏丹喀土穆的调查发现,98.8%的食用植物油样品受到黄曲霉毒素污染,且黄曲霉毒素总量 (AFB<sub>1</sub> + AFB<sub>2</sub> + AFG<sub>1</sub> + AFG<sub>2</sub>)的含量在  $0.4 \sim 340~\mu g/kg$  之间,平均为57.5  $\mu g/kg$ 。我国是食用植物油生产和消费大国,油料作物及食用油中黄曲霉毒素的污染较为普遍。

目前我国虽规定了食用植物油中 AFB<sub>1</sub> 的限量标准,但尚未制定黄曲霉毒素总量的限量标准。为了解我国食用植物油中 4 种黄曲霉毒素的污染情况,应对我国食用植物油产品进出口贸易中的技术壁垒,也为制定相关标准提供依据,本研究在 2015 年对我国 8 省市售食用植物油中 4 种黄曲霉毒素污染现状进行调查。

#### 1 材料与方法

#### 1.1 材料

#### 1.1.1 样品采集

根据地理环境、气候条件、居民消费习惯和食用油产量等,选取山东、四川、广西、黑龙江、河北、江苏、贵州和云南8省/自治区作为采样点,分别从零售店、小油坊、超市和农贸市场采集市售食用植物油样品。所采样品包括定型包装和散装两种,定型包装产品每份采集一个最小包装,散装产品每份采集120~2500 ml。所有样品采集后一分为二,一份用于试验分析,另一份留样备用。样品采集密封后,置于阴凉干燥处保存。本研究共采集市售食用植物油样品738份,具体类别、产地及采样数量见表1。

表 1 食用植物油采样信息

Table 1 Information of edible vegetable oil samples

采样地区					样品份数					合计
木件地区	花生油	大豆油	菜籽油	芝麻油	玉米油	调和油	葵花籽油	色拉油	其他	ΈИ
山东	105	78	3	46	9	10	5	8	1	265
四川	2	5	55	9	9	_	_	_	25	105
广西	93	3	_	_	2	5	_	_	1	104
黑龙江	_	73	_	_	6	2	_	3	2	86
河北	13	9	1	5	5	2	10	_	23	68
江苏	2	13	15	_	6	13	7	_	2	58
贵州	1	_	32	_	_	1	_	_	_	34
云南	_	1	12	_	1	4	_	_	_	18
合计	216	182	118	60	38	37	22	11	54	738

注:一表示未采样;其他包括橄榄油、油茶籽油、核桃油、稻米油、花椒油、藤椒油、芥花油、棉籽油和亚麻籽油

## 1.1.2 主要仪器与试剂

Waters ACQUITY™ 超高效液相色谱仪(美国Waters)、Syner gyH1 多功能酶标仪(美国 BioTek)、电子天平、纯水仪(25 ℃电阻率 > 18.2 MΩ·cm)、多功能振荡器。

AgraQuant AFB<sub>1</sub> ELISA 检测试剂盒(奥地利 Romer Labs), AflaTestWB 黄曲霉毒素免疫亲和柱 (美国 VICAM),浓度分别为 1.00、0.30、0.98 和 0.31 mg/L 的 AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub>和 AFG<sub>2</sub>4种毒素 标准混合溶液购自美国 Supelco,乙腈、甲醇均为色谱纯,甲醇、氯化钠均为分析纯。

#### 1.2 方法

# 1.2.1 食用植物油中 AFB<sub>1</sub> 含量的快速筛检

称取食用植物油样品 5 g(精确到 0.01 g),加入 25 ml 甲醇-水 (70:30,V/V)溶液。150 r/min 振荡提取 30 min,静置 10 min。上清液经玻璃纤维滤纸过滤后,滤液用 AgraQuant AFB<sub>1</sub> ELISA 试剂盒中提供的稀释液按 1:2稀释,用 1 mol/L 的盐酸或氢氧化钠溶液调节 pH = 6 ~ 8 后,按照 ELISA 试剂盒提供的说明进行 AFB<sub>1</sub> 测定。该试剂盒 AFB<sub>1</sub> 检出限为 2.00 μg/kg。对于 ELISA 初筛结果 AFB<sub>1</sub> ≥ 2.00 μg/kg 的阳性样品,全部采用超高效液相色

谱(UPLC)法进行包括  $AFB_1$ 、 $AFB_2$ 、 $AFG_1$  和  $AFG_2$  在内的 4 种黄曲霉毒素的检测确证;而对于初筛结果  $AFB_1$  < 2. 00  $\mu$ g/kg 的阴性样品则不进行复测。

#### 1.2.2 标准溶液的配制

取  $1.0\,\text{ ml }4$  种黄曲霉毒素混合标准品原液 (AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub> 浓度分别为 1.00、0.30、0.98 和  $0.31\,\text{mg/L}$ )用纯甲醇定容至  $10\,\text{ml}$ ,配制成 4 种黄曲霉毒素混合标准储备液(其中 AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub> 浓度分别为 100、30、98 和  $31\,\mu\text{g/L}$ )。使用时,用 50% 甲醇水溶液将上述标准储备液逐级稀释,配制成系列混合标准工作液。

#### 1.2.3 样品提取与净化

称取食用植物油样品 10 g(精确到 0.01 g),加入 2 g氯化钠,40 ml 甲醇-水(70:30,V/V)溶液。150 r/min 振荡提取 30 min,静置 10 min。上清液经玻璃纤维滤纸过滤后,取 15 ml 滤液,用 15 ml 超纯水稀释,混匀后再次过滤。移取 15 ml 滤液通过 AflaTestWB 黄曲霉毒素免疫亲和柱,待滤液完全通过免疫亲和柱后,用 10 ml 超纯水淋洗,最后用 1 ml 甲醇洗脱,收集全部洗脱液并用 1 ml 超纯水定容至 2 ml 待测。

#### 1.2.4 仪器条件

Waters ACQUITY BEH  $C_{18}$  色谱柱 (50 mm × 2.1 mm,1.7  $\mu$ m),柱温 35  $^{\circ}$ C;流动相:水-乙腈-甲醇(64:18:18,V/V),流速 0.35 ml/min;进样量 1  $\mu$ l,进样室温度 20  $^{\circ}$ C;荧光检测器:激发波长 365 nm,发射波长 455 nm。4 种黄曲霉毒素的检出限均为0.05  $\mu$ g/kg。

#### 2 结果与分析

#### 2.1 总体污染

本次调查,共有 147 份食用植物油样品 ELISA 初筛 AFB<sub>1</sub> 阳性。采用 UPLC 法对初筛 AFB<sub>1</sub> 阳性的样品进行 4 种黄曲霉毒素含量的检测确证后,发现食用植物油样品中黄曲霉毒素的污染主要以AFB<sub>1</sub> 为主,其检出率为 17. 21% (127/738),见表 2。且样品中 AFB<sub>1</sub> 的平均污染含量最高,达16. 20  $\mu$ g/kg,其污染范围在 0. 06 ~ 206. 00  $\mu$ g/kg之间。共有 26 份食用植物油样品 AFB<sub>1</sub> 含量超出我国规定的限量标准<sup>[5]</sup> (花生油和玉米油中 AFB<sub>1</sub> 限量标准为 20  $\mu$ g/kg,其他油均为 10  $\mu$ g/kg),超标率为 3. 52% (26/738),且超标样品中 AFB<sub>1</sub> 的平均含量为 55. 50  $\mu$ g/kg。其次污染含量较高的依次是AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub>,其平均污染含量分别为 3. 04、0. 82 和 0. 24  $\mu$ g/kg,检出率分别为 17. 34% (128/738)、15. 04% (111/738) 和 4. 07% (30/738)。4 种

黄曲霉毒素总量(AFB<sub>1</sub> + AFB<sub>2</sub> + AFG<sub>1</sub> + AFG<sub>2</sub>)的 污染范围在  $0.06 \sim 221.00 \, \mu g/kg \, 之间,$ 平均含量 为19.30  $\mu g/kg$ 。

表 2 食用植物油中黄曲霉毒素总体污染情况

Table 2 Natural occurrence of aflatoxins in edible vegetable oil

黄曲霉毒 素污染	范围 /(μg/kg)	平均值 /(µg/kg)	中位数 /(µg/kg)	检出率/%
$AFB_1$	0.06 ~ 206.00	16. 20	7. 95	17. 21 (127/738)
${\rm AFB}_2$	0.05 ~29.30	3. 04	1.54	17. 34 (128/738)
$AFG_1$	0.09 ~13.10	0.82	0.33	15.04 (111/738)
$AFG_2$	0.05 ~ 2.50	0. 24	0.10	4.07 (30/738)
总量	0.06 ~ 221.00	19. 30	9. 30	_

注:一表示无数值

# 2.2 不同种类

如表 3 所示,无论从检出率还是平均含量看,花 生油中4种黄曲霉毒素的污染情况都是最严重的。 花生油样品中, AFB, 的检出率为 57.41% (124/216),其含量范围在 0.06~206.00 μg/kg 之 间,平均值为 16.30 µg/kg。其中有 25 份花生油样 品 AFB, 含量超出我国规定的限量标准, 占超标样 品的 96.15% (25/26), 占花生油样品的 11.57% (25/216),且超标花生油样品中 AFB, 的平均含量 为 56.50 μg/kg。 花生油样品中 AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG, 的检出率分别为 57.87% (125/216)、50.00% (108/216)和13.43%(29/216)。其平均污染含量 依次为 3.06、0.84 和 0.24 μg/kg。此外,4 种黄曲 霉毒素的最高污染含量均检自花生油样品。182份 大豆油样品中 AFB,、AFB, 和 AFG, 均检出 2 份阳性 样品,其中有1份样品 AFB, 的含量超出我国规定 的限量标准,含量为31.00 μg/kg。大豆油样品中未 检出 AFG2。38 份玉米油样品中,4 种黄曲霉毒素各 检出1份阳性样品。而菜籽油、芝麻油、调和油、葵 花籽油、色拉油和其他油中均未检出4种黄曲霉毒 素。从黄曲霉毒素总量的污染状况看,花生油中黄 曲霉毒素总量的污染范围为 0.06~221.00 μg/kg 之间,平均含量为 19.40 μg/kg。可见,花生油中黄 曲霉毒素的污染最为严重。

#### 2.3 不同地区

如表 4 所示, 无论从检出率还是平均含量看,来自广西的食用植物油样品中 4 种黄曲霉毒素的污染状况最为严重。104 份广西食用植物油样品中, AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub> 的检出率分别为61.54%(64/104)、65.38%(68/104)、56.73%(59/104)和10.58%(11/104),其平均含量依次为24.40、4.45、0.75 和 0.12  $\mu$ g/kg。其中有20份来自广西的食用植物油样品AFB<sub>1</sub>含量超出我国规定的限量标准, 占超标样品的76.92%(20/26),占广西样品的19.23%(20/104),且超标样品中AFB<sub>1</sub>的

#### 中国食品卫生杂志 CHINESE JOURNAL OF FOOD HYGIENE

## 表 3 不同种类食用植物油中黄曲霉毒素污染情况

Table 3 Natural occurrence of aflatoxins in different kinds of edible vegetable oil

		$AFB_1$		$AFB_2$				$AFG_1$				
植物油	范围 /(μg/kg)	平均值 /(µg/kg)	中位数 /(µg/kg)	检出率 /%	范围 /(µg/kg)	平均值 /( µg/kg)	中位数 /(μg/kg)	检出率 /%	范围 /(μg/kg)	平均值 /( µg/kg)	中位数 /(μg/kg)	检出率 /%
花生油	0. 06 ~ 206. 00	16.30	8. 09	57. 41 (124/216)	0.05 ~29.30	3.06	1. 55	57. 87 (125/216)	0.09 ~ 13.10	0. 84	0.33	50. 00 (108/216)
大豆油	1.86 ~ 31.00	16.40	16.40	1.10(2/182)	0. 57 ~ 5. 45	3.01	3.01	1. 10(2/182)	0. 24 ~ 0. 38	0.31	0.31	1.10(2/182)
玉米油	3.04	3.04	3.04	2. 63 (1/118)	0.70	0.70	0.70	2.63(1/38)	0.11	0.11	0.11	2. 63 (1/38)
菜籽油	_	_	_	0.00(0/118)	_	_	_	0.00(0/118)	_	_	_	0.00(0/118)
芝麻油	_	_	_	0.00(0/60)	_	_	_	0.00(0/60)	_	_	_	0.00(0/60)
调和油	_	_	_	0.00(0/37)	_	_	_	0.00(0/37)	_	_	_	0.00(0/37)
葵花籽油	_	_	_	0.00(0/22)	_	_	_	0.00(0/22)	_	_	_	0.00(0/22)
色拉油	_	_	_	0.00(0/11)	_	_	_	0.00(0/11)	_	_	_	0.00(0/11)
其他	_	_	_	0.00(0/54)	_	_	_	0.00(0/54)	_	_	_	0.00(0/54)

			02				心里	
植物油	范围 /(μg/kg)	平均值 /( µg/kg)	中位数 /( μg/kg)	检出率 /%	范围 /(µg/kg)	平均值 /( µg/kg)	中位数 /(µg/kg)	检出率 /%
花生油	0.05 ~ 2.50	0. 24	0.10	13.43(29/216)	0.06 ~ 221.00	19.40	9. 34	_
大豆油	_	_	_	0.00(0/182)	2. 67 ~ 36. 80	19.80	19.80	_
玉米油	0.10	0.10	0.10	2.63(1/38)	3. 96	3.96	3.96	_
菜籽油	_	_	_	0.00(0/118)	_	_	_	_
芝麻油	_	_	_	0.00(0/60)	_	_	_	_
调和油	_	_	_	0.00(0/37)	_	_	_	_
葵花籽油	_	_	_	0.00(0/22)	_	_	_	_
色拉油	_	_	_	0.00(0/11)	_	_	_	_
其他	_	_	_	0.00(0/54)	_	_	_	_

注:一表示未检出或无数值

表 4 不同地区食用植物油中黄曲霉毒素污染情况

Table 4 Natural occurrence of aflatoxins in edible vegetable oil from different regions

			$AFB_1$				$AFB_2$				$AFG_1$	
地区	范围	平均值	中位数	检出率	范围	平均值	中位数	检出率	范围	平均值	中位数	检出率
	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	/%	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	/%	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	/%
广西	0. 60 ~ 206. 00	24. 40	10. 40	61.54(64/104)	0. 05 ~ 29. 30	4. 45	2. 30	65. 38 (68/104)	0.09 ~ 3.94	0. 75	0.34	56. 73 ( 59/104 )
山东	0.06 ~ 76.60	8.11	2. 98	21.13(56/265)	0.06 ~ 6.82	1.46	0.70	20.00(53/265)	0.09 ~ 13.10	1.03	0.40	16. 98 ( 45/265 )
河北	6. 82 ~ 8. 32	7.86	8. 23	7.35(5/68)	1. 13 ~ 2. 07	1.73	1.90	7.35(5/68)	0.10 ~ 0.13	0.12	0.13	7.35(5/68)
江苏	3.46	3.46	3.46	1.72 (1/58)	0.50	0.50	0.50	1.72 (1/58)	0.32	0.32	0.32	1.72 (1/58)
四川	0.94	0.94	0.94	0.95 (1/105)	0.30	0.30	0.30	0.95 (1/105)	0.17	0.17	0.17	0.95 (1/105)
黑龙江	_	_	_	0.00 (0/86)	_	_	_	0.00 (0/86)	_	_	_	0.00 (0/86)
贵州	_	_	_	0.00 (0/34)	_	_	_	0.00 (0/34)	_	_	_	0.00 (0/34)
云南	_	_	_	0.00 (0/18)	_	_	_	0.00 (0/18)	_	_	_	0.00 (0/18)

			ArG <sub>2</sub>				总量	
地区	范围	平均值	中位数	检出率	范围	平均值	中位数	检出率
	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	/%	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	$/(\mu g/kg)$	/%
广西	0.05 ~ 0.52	0.12	0.09	10.58(11/104)	0. 33 ~ 221. 00	27.70	12.40	_
山东	0.05 ~ 2.50	0.30	0.10	7. 17 (19/265)	0.06 ~84.40	10.40	4.01	_
河北	_	_	_	0.00 (0/68)	8. 04 ~ 10. 50	9.72	10.30	_
江苏	_	_	_	0.00 (0/58)	3.32	4. 32	4. 32	_
四川	_	_	_	0.00 (0/105)	1.44	1.44	1.44	_
黑龙江	_	_	_	0.00 (0/86)	_	_	_	_
贵州	_	_	_	0.00 (0/34)	_	_	_	_
云南	_	_	_	0.00 (0/18)	_	_	_	

注:一表示未检出或无数值

平均含量为 60. 40  $\mu$ g/kg。此外,AFB<sub>1</sub> 和 AFB<sub>2</sub> 的最大污染含量均检自广西的样品。265 份山东食用植物油样品中,AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub>、AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub> 的检出率分别为 21. 13%(56/265)、20. 00%(53/265)、16. 98%(45/265)和 7. 17%(19/265),其平均含量依次为 8. 11、1. 46、1. 03 和 0. 30  $\mu$ g/kg。其中有6份样品 AFB<sub>1</sub>含量超出我国规定的限量标准,占超标样品的 23. 08%(6/26),占山东样品的 2. 26%(6/265),且超标样品中 AFB<sub>1</sub> 的平均含量39. 20  $\mu$ g/kg。此外,AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub> 的最高污染含

量检自山东样品。68 份河北样品中,AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub> 和AFG<sub>1</sub> 均检出 5 份阳性样品,其平均含量依次为7.86、1.73 和 0.12 μg/kg,AFG<sub>2</sub> 在河北样品中未检出。58 份江苏样品和 105 份四川样品中,AFB<sub>1</sub>、AFB<sub>2</sub> 和 AFG<sub>1</sub> 各检出 1 份阳性样品,AFG<sub>2</sub> 未检出。而来自黑龙江、贵州和云南的样品中均未检出 4 种黄曲霉毒素。从黄曲霉毒素总量的污染状况看,来自广西的样品中黄曲霉毒素总量污染含量最高,其污染范围在 0.33 ~221.00 μg/kg 之间,平均值为27.70 μg/kg。可见,我国上述 8 省/自治区中以来

自广西的食用植物油样品中黄曲霉毒素的污染情况最为严重。

#### 2.4 不同包装类型

如图 1 所示,散装食用植物油样品中 4 种黄曲霉毒素的污染情况普遍高于定型包装样品。其中,散装样品中 AFB<sub>1</sub> 的平均含量是定型包装中的 3.09倍,而散装样品中 AFB<sub>2</sub> 的平均含量是定型包装中的 3.05倍。AFG<sub>1</sub> 和 AFG<sub>2</sub> 在散装和定型包装样品中的平均含量差异较小。此外,散装样品中黄曲霉毒素总量的平均含量是定型包装中的 2.97倍。可见,散装食用植物油样品中黄曲霉毒素的污染情况较定型包装严重。

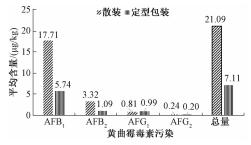


图 1 不同包装类型的食用植物油中黄曲霉毒素污染情况 Figure 1 Natural occurrence of aflatoxins in edible veget able oil with different packaging types

#### 2.5 协同污染

本次调查中,738份食用植物油样品经 UPLC 确证后共有132份检出1种或1种以上的黄曲霉毒素。95.45%(126/132)的阳性样品检出2种或2种以上的黄曲霉毒素。其中以3种黄曲霉毒素同时检出的样品数最多,占阳性样品数的60.61%(80/132)。4种黄曲霉毒素同时污染的样品数占阳性样品数的21.97%(29/132),而2种黄曲霉毒素同时检出的样品数占12.88%(17/132),仅有4.55%(6/132)的阳性样品检出1种黄曲霉毒素。可见,在黄曲霉毒素检出阳性的食用植物油样品中,4种黄曲霉毒素的协同污染现象较为普遍。

#### 3 讨论

本次调查采用 ELISA 法对食用植物油样品中AFB<sub>1</sub> 含量进行初筛,并对初筛后的阳性样品采用UPLC 法进行 4 种黄曲霉毒素含量的复测,既可提高检测效率,又可保证数据的准确性<sup>[6]</sup>。本研究发现,我国食用植物油中存在 4 种黄曲霉毒素协同污染现象,并以 AFB<sub>1</sub> 为主。且 4 种黄曲霉毒素的污染情况在不同种类、地区和包装类型的植物油中存在一定差异。相比而言,花生油和来自广西的植物油样品中黄曲霉毒素的污染也比定型包装样品中

的高。

殷国英等[7]报道的结果显示,相比其他种类的 植物油而言,花生油中 AFB, 的检出率和超标率较 高,且散装花生油中 AFB, 的污染比定型包装的更 高。陆晶晶等[8] 也报道了类似的污染情况。本调 查还发现,来自广西的食用植物油样品中黄曲霉毒 素的污染含量高于其他调查地区。刘展华等[9]报 道了2014年广西城乡食用植物油中AFB,的污染 情况,其AFB,含量为0.5~320 μg/kg,总体超标率 为25.14%,高于本研究得到的结果(AFB,含量为 0.06~206.00 μg/kg, 总体超标率为19.23%)。目 前有关我国食用植物油中黄曲霉毒素污染调查的 结果存在一定差异,这可能与采样时间、采样地点、 检测方法等不同有关[10-11],因此,需要定期对食用 植物油中的黄曲霉毒素进行全面监测,以掌握其污 染现状及趋势,从而降低食品安全风险。在包装类 型的分析中,散装食用植物油中黄曲霉毒素污染含 量较高。这可能是由于散装的食用植物油大多来 自小作坊,其原料采集、加工工艺和生产质控等存 在一定的不足,因此,建议消费者慎重选购散装的 食用植物油产品,并且在食品安全监管中应加强对 散装植物油的抽检。

食品科学委员会(Scientific Committee on Food, SCF) 于 1994 年 9 月 23 日明确了黄曲霉毒 素是一类致癌物的观点,认为对食品中黄曲霉毒 素总量制定限量标准比单独对 AFB, 制定限量标 准更为科学。不同国家或地区制定的相关标准有 所不同。如国际食品法典委员会(Codex Alimentarius Commission, CAC)规定未加工的花生 中黄曲霉毒素总量的限量为 15 μg/kg。美国食品 与药物监督管理局(Food and Drug Administration, FDA)则对所有食品(除牛奶外)中黄曲霉毒素总 量的限量要求为 20 μg/kg。欧盟规定用于加工的 油籽中 AFB, 最大为 8 μg/kg, 黄曲霉毒素总量最 大为 15 μg/kg。日本则规定所有食品中黄曲霉毒 素总量不得超过10 μg/kg<sup>[12]</sup>。我国是食用植物油 生产和消费大国,面对日益严格的食品安全标准, 我国食用植物油进出口贸易形势尤为严峻。然 而,目前我国仅有关于食品中AFB,的限量标准, 尚未针对黄曲霉毒素总量的限量进行要求,相关 的食品安全标准也亟待建立和完善。对于生产企 业应加强原料把控,工艺优化和自检自控等措施。 相关部门也应加强监管,重点监测花生油和散装 食用植物油中黄曲霉毒素的污染,以确保消费者 的健康,共同促进植物油产业的长足发展。

#### 参考文献

- [ 1 ] IARC Monographs on the Evaluation of Carcinogenic Risks to Humans: Non-ionizing Radiation. Static and extremely low-frequency (ELF) electric and magnetic fields [ Z ]. Int Agency Res Cancer, 2002.
- [ 2 ] MAURICE O M. Risk assessment for aflatoxins in foodstuffs[J].

  International Biodeterioration and Biodegradation, 2002, 50(3):
  137-142. DOI: 10.1016/S0964-8305(02)00078-1.
- [ 3 ] BORDIN K, SAWADA M M, RODRIGUES C E D C, et al. Incidence of aflatoxins in oil seeds and possible transfer to oil: a review[J]. Food Engineering Reviews, 2014, 6(1/2): 20-28. DOI: 10.1007/s12393-014-9076-9.
- [4] ELZUPIR A O, SULIMAN M A, IBRAHIM I A, et al. Aflatoxins levels in vegetable oils in Khartoum State, Sudan[J]. Mycotoxin Research, 2010, 26 (2): 69-73. DOI: 10.1007/s12550-010-0041-z.
- [5] 中华人民共和国卫生部,中国国家标准化管理委员会. 食用植物油卫生标准:GB 2716—2005[S]. 北京:中国标准出版社,2005.

- [6] 庞世琦, 刘青, 李志勇, 等. 葡萄酒中赭曲霉毒素 A 检测方法优化[J]. 食品科学, 2013, 34(24): 193-196. DOI: 10.7506/spkx1002-6630-201324040.
- [7] 殷国英,刘思超,廖灵灵. 植物油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的污染状况调查分析[J]. 预防医学情报杂志,2017,33(6):593-596.
- [8] 陆晶晶, 苏亮, 杨大进. 部分省市食用植物油中黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 的调查分析[J]. 中国卫生工程学, 2014, 1(1): 34-36.
- [9] 刘展华, 唐振柱, 钟延旭, 等. 2014 年广西城乡食用植物油黄曲霉毒素 B<sub>1</sub> 污染水平调查[J]. 应用预防医学, 2015, 21 (6): 377-380.
- [10] 游杰,岳亚军,夏伟,等.深圳市罗湖区居民食用油黄曲霉毒素风险评估[J]. 现代预防医学,2014,41(20):3688-3689.
- [11] SUGITA-KONISHI Y, SATO T, SAITO S, et al. Exposure to aflatoxins in Japan: risk assessment for aflatoxin  $B_1$  [J]. Food Additives and Contaminants, 2010, 27 (3): 365-372. DOI: 10.1080/19440040903317497.
- [12] 刘青, 邹志飞, 余炀炀, 等. 食品中真菌毒素法规限量标准概述[J]. 中国酿造, 2017, 36(1):12-18.

#### 风险监测

# 多元统计分析在小麦粉产地溯源中的应用

王晶,黄伟雄,李敏,许秀敏,梁旭霞,黄泓耀

(广东省疾病预防控制中心 国家食品安全风险监测重金属参比实验室,广东 广州 511430)

摘 要:目的 筛选小麦粉产地溯源特征元素,为深入挖掘食品安全风险监测数据,开发成熟有效的食品溯源技术积累基础。方法 采用电感耦合等离子体质谱法测定河北省、新疆维吾尔自治区和江苏省共计173份小麦粉样品中的10种无机元素含量,利用主成分分析(PCA)、偏最小二乘判别分析(PLS-DA)、正交偏最小二乘判别分析(OPLS-DA)建立模式识别模型,考察建模效果。结果 PCA模型可以将新疆维吾尔自治区样品与其他两省实现分离;PLS-DA可以实现3个地区样品的分离;河北省和新疆维吾尔自治区、江苏省和新疆维吾尔自治区均在OPLS-DA模型中得到良好分离。结论 利用 PCA、PLS-DA 和 OPLS-DA 三种多元统计分析方法对河北省、新疆维吾尔自治区和江苏省3个地区小麦粉中10种无机元素进行分析,筛选出铜(Cu)、铁(Fe)和砷(As)三个特征元素,这些特征元素有望被应用于小麦粉产地溯源。

关键词:小麦;产地;溯源;主成分分析;偏最小二乘判别分析;正交偏最小二乘判别分析;多元统计分析中图分类号:R155 文献标志识码:A 文章编号:1004-8456(2018)01-0068-06 **DOI**:10.13590/j.cjfh.2018.01.015

The application of multivariate data analysis to determine the geographical origin of wheat flour

WANG Jing, HUANG Wei-xiong, LI Min, XU Xiu-min, LIANG Xu-xia,

HUANG Hong-yao

(Reference Laboratory of Heavy Metals of National Food Safety Risk Monitoring, Center for Disease Control and Prevention of Guangdong Province, Guangdong Guangzhou 511430, China)

收稿日期:2017-10-30

基金项目:广东省医学科学技术研究基金(A2015214)

作者简介:王晶 男 副主任技师 研究方向为元素分析毒理学 E-mail:metallicman@126.com

通信作者:黄伟雄 男 主任技师 研究方向为食品理化检验 E-mail:huangwx0321@163.com