

汉中市市售植物油中黄曲霉毒素污染状况调查

王蓓蓓^{1,2}, 李春梅³, 李崇勇¹, 李婷¹, 任婷²

(1. 汉中市食品药品监督检验检测中心, 陕西 汉中 723000; 2. 陕西理工大学 生工学院, 陕西 汉中 723000; 3. 城固县食品药品检验检测中心, 陕西 城固 723200)

摘要:为调查汉中市市售植物油中黄曲霉毒素的污染状况, 采集 2019—2020 年汉中市市售植物油样品 160 份, 采用 GB 5009.22—2016 第三法高效液相色谱—柱后衍生法检测其中的 4 种黄曲霉毒素(B₁、B₂、G₁、G₂)含量。结果表明: 160 份植物油样品中有 7 份检出黄曲霉毒素, 阳性率为 4.38%, 含量均值为 0.466 μg/kg, 远低于 GB 2761—2017 限量标准。综上, 汉中市市售植物油中黄曲霉毒素污染状况总体较轻, 为低风险产品。

关键词:植物油; 黄曲霉毒素; 污染; 调查

中图分类号: TS225.1; TS201.3 文献标识码: A 文章编号: 1003-7969(2022)06-0068-03

Investigation of pollutions of aflatoxin in vegetable oil sold in Hanzhong

WANG Beibei^{1,2}, LI Chunmei³, LI Chongyong¹, LI Ting¹, REN Ting²

(1. Hanzhong Food and Drug Supervision, Inspection and Testing Center, Hanzhong 723000, Shaanxi, China; 2. College of Biological Science and Engineering, Shaanxi University of Technology, Hanzhong 723000, Shaanxi, China; 3. Chenggu Food and Drug Inspection and Testing Center, Chenggu 723200, Shaanxi, China)

Abstract: In order to investigate the pollutions of aflatoxin in vegetable oil sold in Hanzhong, a total of 160 samples of vegetable oil on the market in Hanzhong from 2019 to 2020 were collected and the aflatoxin B₁, B₂, G₁, G₂ contents were determined by GB 5009.22-2016 method III HPLC-post-column derivatization. The results showed that aflatoxin was detected from 7 vegetable samples among 160 samples, the detection rate was 4.38%, and the average content was 0.466 μg/kg, far below the national limit standard of GB 2761-2017. The pollution of aflatoxin in vegetable oil sold in Hanzhong is generally light, and it belongs to low-risk product.

Key words: vegetable oil; aflatoxin; pollution; investigation

黄曲霉毒素(aflatoxin, AF)是由黄曲霉(*Aspergillus flavus*)和寄生曲霉(*Aspergillus parasiticus*)经聚酮途径所产生的一组有毒次生代谢产物,其结构含有1个二呋喃环与1个氧杂萘邻酮^[1]。目前已知的黄曲霉毒素有20多种,已分离鉴定出的有黄曲霉毒素B₁、B₂、G₁、G₂等18种,其中AFB₁毒性和致癌性最强^[2]。

汉中地处陕西南部,全年湿润的气候易导致食

用植物油在生产、加工、运输、存储的过程中被AFB₁污染,造成安全隐患。

胡佳薇等^[3]评价了2012—2015年陕西省市售食品中黄曲霉毒素的污染情况,对于陕南地区的市售食品进行了总体调查,未见关于汉中地区植物油中黄曲霉毒素污染的系统调查分析,也未见关于该地区植物油中黄曲霉毒素超标的相关报告和处罚。本研究结合汉中当地的种植条件和饮食习惯,从8个行政区县采集了160份植物油样品,进行4种黄曲霉毒素的联合污染状况的调查,评估该地区植物油中黄曲霉毒素污染状况,以便系统掌握该地区黄曲霉毒素的污染情况,全面地分析不同时间、不同渠道的植物油中黄曲霉毒素含量,为当地居民的黄曲霉毒素膳食暴露评估提供依据,有助于监管部门了

收稿日期:2021-06-09;修回日期:2022-01-26

作者简介:王蓓蓓(1984),女,工程师,硕士,研究方向为食品检验与质量控制(E-mail)175533672@qq.com。

通信作者:李崇勇,高级工程师(E-mail)1780195000@qq.com。

解并重点防范食品安全高风险点,帮助居民了解本地区植物油安全的状况,增强消费信心。

1 材料与方法

1.1 试验材料

1.1.1 原料与试剂

2019年1月—2020年12月,陆续对汉中的8个行政区县的超市商场、粮油店、生产企业、餐饮店随机采集植物油样品。各县区样品采集情况为勉县28份、城固15份、洋县16份、汉台40份、宁强15份、略阳14份、西乡12份、南郑20份,累计共采集160份植物油样品,其中超市商场60份、粮油店30份、生产企业25份、餐饮店45份。160份样品包括菜籽油120份,花生油、大豆油、调和油、芝麻香油等共40份,逐批采样后封存,干燥阴凉处保存,备用。

甲醇(色谱纯),赛默飞世尔公司;吐温-20、氯化钠、磷酸氢二钠、磷酸二氢钾、氯化钾,分析纯;黄曲霉毒素混合标准溶液(0.537 $\mu\text{g}/\text{mL}$ AFG₂、0.539 $\mu\text{g}/\text{mL}$ AFG₁、2.08 $\mu\text{g}/\text{mL}$ AFB₂、2.07 $\mu\text{g}/\text{mL}$ AFB₁),青岛普瑞邦公司。

1.1.2 仪器与设备

水浴恒温振荡器;氮吹仪;分析天平($d=0.01$ g)、LC-20AD 高效液相色谱仪(配备荧光检测器),日本岛津公司;光化学衍生器、C18 色谱柱,月旭科技有限公司;3 mL 黄曲霉毒素免疫亲和柱, Rome Labs 公司;Milli-Q 纯水机,美国密理博公司。

1.2 试验方法

1.2.1 黄曲霉毒素标准曲线的绘制

标准溶液的制备:采用50%甲醇溶液稀释黄曲霉毒素混合标准溶液配制成系列质量浓度的标准溶液,其中 AFB₁ 质量浓度分别为 1.04、2.08、3.12、4.16、5.20、10.4 ng/mL, AFB₂ 质量浓度分别为 1.03、2.07、3.10、4.14、5.18、10.3 ng/mL, AFG₁ 质量浓度分别为 0.27、0.54、0.81、1.08、1.35、2.70 ng/mL, AFG₂ 质量浓度分别为 0.27、0.53、0.80、1.06、1.33、2.66 ng/mL。通过光化学衍生器柱后衍生后,进高效液相色谱仪检测。

高效液相色谱条件:C18 色谱柱(4.6 mm \times 250 mm, 5 μm),柱温 35 $^{\circ}\text{C}$;流动相为甲醇-乙腈-水(体积比 47:3:50),流速 0.8 mL/min;进样量 20 μL ;荧光检测器激发波长 360 nm,发射波长 440 nm。

检测后得到4种黄曲霉毒素不同质量浓度下的峰面积,以峰面积对标准溶液的质量浓度进行线性回归分析,结果见表1。

表1 黄曲霉毒素标准曲线回归方程及相关系数

黄曲霉毒素	标准曲线回归方程	相关系数 (R^2)	检出限/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
AFB ₁	$y = 24\ 276.3x + 1\ 805.5$	0.999 7	0.03
AFB ₂	$y = 15\ 394.0x + 461.9$	0.999 7	0.01
AFG ₁	$y = 38\ 233.3x + 565.1$	0.999 7	0.01
AFG ₂	$y = 51\ 117.3x + 1\ 695.6$	0.999 7	0.03

1.2.2 样品测定

按照 GB 5009.22—2016《食品安全国家标准食品中黄曲霉毒素 B 族和 G 族的测定》第三法高效液相色谱-柱后衍生法进行测定。

黄曲霉毒素提取:称取 5.0 g(精确至 0.01 g)样品于离心管中,加入 20 mL 80% 甲醇溶液涡旋混合,摇床中振荡 1 h,玻璃滤纸过滤,滤液备用。

黄曲霉毒素净化及测定:将免疫亲和柱取出恢复至室温,准确吸取 2 mL 滤液,加入 23 mL PBS 溶液于 25 mL 注射器中,以 2 mL/min 速度匀速下滴,样液滴完后,用 10 mL 水淋洗亲和柱 2 次,最后用 2 mL 甲醇进行洗脱,收集洗脱液,氮气吹干后用流动相定容至 1 mL,涡旋,按 1.2.1 方法衍生后测定峰面积,代入标准曲线回归方程计算 4 种黄曲霉毒素含量。

样品中任意一种黄曲霉毒素含量大于方法检出限即判定该样品黄曲霉毒素阳性,样品中所有检测的黄曲霉毒素之和为该样品黄曲霉毒素含量。

1.2.3 数据统计

数据库的建立采用 Excel 2003 软件,数据用 SPSS 软件进行统计分析,以 $p < 0.05$ 为差异有统计学意义。

2 结果与分析

2.1 黄曲霉毒素整体污染情况

此次调查采集的 160 份植物油样品,有 7 份样品检出黄曲霉毒素,阳性率为 4.38%,黄曲霉毒素含量为 0.025 ~ 1.116 $\mu\text{g}/\text{kg}$,均值为 0.466 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (见表 2),样品检出含量均远低于 GB 2761—2017 黄曲霉毒素限量要求,即植物油(不包括玉米油、花生油)小于或等于 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$,玉米油、花生油小于或等于 20 $\mu\text{g}/\text{kg}$,7 份阳性样品中有 5 份为花生油,2 份为菜籽油,大豆油、调和油和芝麻油中均未检出阳性样品。

表2 植物油中4种黄曲霉毒素的污染情况

黄曲霉毒素	阳性数 (份)	含量范围/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	含量均值/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	阳性率/ %
AFB ₁	6	0.031 ~ 1.116	0.498	3.75
AFB ₂	5	0.025 ~ 0.208	0.055	3.13
AFG ₁	0	-	-	0.00
AFG ₂	0	-	-	0.00
总计	7	0.025 ~ 1.116	0.466	4.38

2.2 4种黄曲霉毒素的污染情况(见表2)

由表2可以看出,检出的阳性样品主要受 AFB₁ 和 AFB₂ 的污染, AFB₁ 的检出含量均值和阳性率均大于 AFB₂, 并且阳性样品一般都会受 AFB₁ 和 AFB₂ 的联合污染。160 份植物油中无 AFG₁ 和 AFG₂ 污染的情况。

表3 不同年份植物油样品中黄曲霉毒素污染情况

年份	样品数(份)	阳性数(份)	含量范围/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	含量均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	阳性率/%
2019	60	2	0.025 ~ 1.116	0.570	3.33
2020	100	5	0.030 ~ 0.623	0.370	5.00

2.4 不同来源黄曲霉毒素污染情况(见表4)

由表4可知,来自超市商场的样品未检出黄曲霉毒素,粮油店的阳性率最高,餐饮店次之,生产企业也有较小比例的阳性样品检出。来自生产企业的

表4 不同来源黄曲霉毒素污染情况

来源	样品数(份)	阳性数(份)	含量范围/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	含量均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	阳性率/%
超市商场	60	0	-	-	-
粮油店	30	3	0.552 ~ 0.623	0.880 ^a	10.00
生产企业	25	1	0.025 ~ 0.031	0.028 ^b	4.00
餐饮店	45	3	0.204 ~ 1.116	0.620 ^a	6.67

注:同列不同小写字母代表差异显著($p < 0.05$)

3 结论

本次调查的植物油样品来源主要为超市商场、粮油店、生产企业和餐饮店,基本上覆盖了居民购买植物油的主要渠道。结果显示,采集的160份植物油样品中有7份阳性样品,无超标样品,其中有1份阳性菜籽油样品来自生产企业,其他6份阳性样品为来自粮油店和餐饮店的花生油和菜籽油,超市商场植物油样品未检出黄曲霉毒素。主要原因为大型商超有严格的进货查验制度和良好的仓储条件,大品牌企业对产品质量把控严格,都能有效控制污染,所以未检出阳性样品,粮油店、餐饮店存在储存环境中可能存在有效通风不足、温湿度不好控制、商品流动性缓慢的情况,导致黄曲霉毒素污染风险升高。阳性样品主要为花生油(5份),且多存在于流通餐饮环节,总体所占比例不高,日常应加强对流通环节花生油的监管,将风险降至最低;菜籽油中偶尔有阳

2.3 不同年份植物油样品中黄曲霉毒素污染情况(见表3)

由表3可以看出,不同年份植物油样品的黄曲霉毒素污染情况略有不同,2020年阳性率较2019年略有增加,2020年检出含量均值较2019年有所下降,阳性率与含量无明显规律。

检出含量均值与来自餐饮店和粮油店的样品相比差异显著($p < 0.05$),主要是植物油的品种不同,汉中的生产企业主要生产菜籽油,其他渠道的阳性样品主要为流通领域销售的花生油。

性样品检出,但检出含量极低,是因为在4月份前基本完成油菜籽收获,在此时间段,汉中地区气候干燥凉爽,油菜籽收获后一般榨油存放,黄曲霉毒素污染风险较低;其他类型的植物油中未检出阳性样品。综上,汉中地区的植物油黄曲霉毒素染情况较轻,属于低风险的产品。

参考文献:

- [1] 王亚楠,王晓斐,王自良. 食品黄曲霉毒素总量检测方法的研究与应用[J]. 食品与发酵工业, 2018, 44(1): 285 - 290.
- [2] 张萍,彭西甜,冯钰琦. 食品中黄曲霉毒素检测的样品前处理技术研究进展[J]. 分析科学学报, 2018, 4(2): 131 - 137.
- [3] 胡佳薇,田丽,王彩霞,等. 2012—2015年陕西省市售食品中黄曲霉毒素的污染调查[J]. 卫生研究, 2016, 45(5): 762 - 765.