

高效液相色谱法在食品安全检验中的应用分析

刘洪霞*

(吴桥县市场监督管理局, 沧州 061800)

摘要: 随着食品行业的发展, 大量防腐剂、抗氧化剂的添加以及运输包装存储过程中可能受到的污染给食品安全带来了巨大挑战。而高效液相色谱法(HPLC)以其易操作、检测效率高、可以提供较多的信息等优点, 已广泛地应用在食品安全检测中。本文全面系统地阐述了HPLC在食品添加剂、污染物和有害物质测定方面的应用进展, 阐明了其对准确定位风险问题、确保食品安全的重要意义, 为进一步改进和推广该技术提供了理论依据。

关键词: 食品安全; 高效液相色谱法; 食品检验

0 引言

近几十年来, 由于工业化程度日益提高与现代化农业生产程度不断加强, 在食物生产的过程中越来越多地使用化学污染物质, 使得食品安全问题日益凸显。为了更好地保障食品安全并切实保障消费者权益, 建立起科学、完善的食品安全检测体系就显得非常必要。在常用的各种检测方法当中, 高效液相色谱法(HPLC)凭借其高灵敏度和角分辨率而备受关注, 这使得其广泛地应用于食品添加剂检测、营养分析、农药残留检测等领域^[1]。高效液相色谱法是在全球各国标准里用来确立药品的定义鉴定、品质认证以及其含药浓度计量等合法使用的方法^[2]。本文基于高效液相色谱法在食品检验中的应用进行整体研究, 期望在推动中国对食品安全的监督和控制在保护广大民众的安全饮食方面做出贡献。

1 食品安全和高效液相色谱技术概述

1.1 食品安全问题

食品种类繁多, 其中包含糖类、有机酸、维生素、氨基酸等营养物质, 这些营养物质都对人的身体健康有重要影响。但是人们在食用被污染食品后, 很有可能引起中毒生病甚至丧命。据统计, 在每年全球有超过7000万个食品污染案例^[3]。在食品制造环节, 常规做法是加入一系列化学成分, 包括但不限于防腐剂、抗氧化剂、人造色素、代糖、保鲜剂等。但是这些添加剂一旦用量超标, 就会影响到食用人的身体健康。此外, 由于外部环境因素, 食品中可能含有微量的重金属、农药及兽药残留。这些有害物质在经过生物体吸收后, 其化学构造与特性进一步发展为更

为复杂的形态^[4]。

1.2 液相色谱技术

1.2.1 仪器组成

高效液相色谱是由众多精密部件组成的一个整体, 其中色谱柱是重要的组成部分, 它能将一个很小的有效固定相容纳其中, 通过选择恰当的样品, 找出合适的固定相, 就能实现较好的分离效果。其注射器可准确地定位样品进入体系中。其高压泵及储存液体容器负责清洗整个装置, 通过高压泵不断地向色谱柱内输送流体(通常是水或者其他溶剂, 如乙腈、甲醇等)。其检测器是辨识不同成分的核心组成, 包括紫外-可见光区域的光谱探测器、荧光探测器等类型^[5]。

1.2.2 分离原理

高效液相色谱分离原理是: 各个分析物的分配系数存在差异, 这种差异导致各组分在固定相中的停留时间不一, 各自的运动速度也不相同。各组分在固定相与流动相之间经历持续的分配与再分配作用, 从而实现各组分分离^[6]。

1.2.3 优势

HPLC的应用推动了当前分析检测行业的发展。第一, 该技术具备高压输送、有效分离、精密检测的能力。借助持续传输的高压泵送系统, 确保了分离流程的高效率, 同时, 通过优化色谱参数, 可以对混合物中的微量组分进行精准提取与分离操作, 还可提供较为灵敏的检测仪器来测定微小的化学物。第二, 该技术可对大多数化合物(占化合物种类的70%以上)进行检测。第三, 该技术能够实现快速地检测, 一般一次分析流程只需要短短半个小时^[7-8]。

* 通信作者: 刘洪霞, 微生物中级检验师, 研究方向为食品药品工程专业。E-mail: Wqlhx888@163.com

2 高效液相色谱技术在食品检测中的具体应用

2.1 食品以及食品营养成分检测中的应用

2.1.1 乳制品的分析检测应用

乳制品质量标准评价项目众多，高效液相色谱法的适用性很广。如利用树脂柱分离法及其他方法测量牛奶中的乳糖含量的变化；测定氨基酸的含量可使用正相色谱法(NPC)色谱柱结合紫外检测(UV 248 nm)。另外，乳酸及其衍生物(乳酸盐)的测定也可采用 ORH-801 有机酸色谱柱的方法。除此之外，乳制品中的营养成分，如蛋白质等的测定也可以用高效液相色谱法，并结合灵敏度高的检测器测出其中成分含量。

2.1.2 肉制品的分析检测应用

肉产品的形式和组成种类数量较多，肉制品的类型测定是食品安全检验中一项十分重要的内容。新鲜肉食品主要分析考察药品残留量和致癌物等有害物质的残留物情况。而加工的肉食主要关心的是肉类中的化学物质及其添加量。肉类食品中残留药品等将会导致人体患上肝癌或者各类其他疾病，同时影响人体消化系统，直接威胁人们的生命安全^[9]。传统检测方式检测肉类药品残留情况需要耗费较多时间，而采用高效液相色谱技术只需要约 10 min，如通过 LC-4A 色谱仪可准确定量肉类中抗生素药品的含量。同时，高效液相色谱法具有高效且可对多种喹诺酮类药物进行同步检测的优势，有利于保障肉制品质量的安全性。

2.2 营养成分的检测

2.2.1 氨基酸检测

利用高效液相色谱技术对食品中的氨基酸含量进行测定，是确保营养成分分析准确性与食品安全的关键手段之一^[10]。为实现准确度较高的检测，首先需配制标准的氨基酸溶液，并对样本进行蛋白质水解、杂质清除以及化学修饰等预处理，随后，将经过预处理的样本送入高效液相色谱设备中进行分离和精确的定量分析。此外，采用对比模式对样品和标准物质进行对比分析，可以准确地检测样品中的各氨基酸含量，该方式拥有广泛线性响应范围(0.5~500.0 μmol/L)以及合理的内标物质回收率(90%~110%)，并且展现出良好的稳定性(相对标准偏差 RSD < 3%)，这也是开展食品中各类氨基酸实时分析的最佳方式。

2.2.2 维生素检测

采用 HPLC 能准确测定食品中的维生素成分，例如用 C18 反相色谱柱检测维生素 C，流动相为甲醇水溶液，检测器波长为 243 nm，酸化过的样品进入仪器后在一定的

保留时间内被分开，检测其含量。针对维生素 A 和维生素 E 之类的脂溶性维生素，采用正己烷类有机物溶液抽提，然后将它们衍生成能够被紫外和荧光检测设备识别的产品。这种技术手段非常灵敏，最小检出限量可以控制在 ng/g 级别，线性检测量程广泛(1~500 μg/mL)，添加量回收率在 95%~105% 之间。检测结果能够为食物营养标准地建立提供比较有效的对照标准，也使得相关消费者的合法权益得到有效的保障^[11]。

2.3 食品添加剂检测中的应用

2.3.1 防腐剂检测

HPLC 是日常较为常用的防腐剂类物质定性检测方法，在色谱分析中，普遍采用 C18 反相色谱柱，流动相由甲醇与磷酸盐缓冲液共同组成，监测过程中所选择的波长为 230 nm。过滤溶液将蛋白质等杂质去除，随后将该溶液注入液相色谱系统进行检测。在最优色谱条件下，苯甲酸钠的保留时间为 8 min 左右。将其数据与标准品工作曲线进行比对计算，其灵敏度能达到最低检测量 0.1 mg/kg，并且在 1~500 mg/kg 的线宽中，加标回收率在 92%~108% 之间，重复性良好(RSD < 3%)^[12]。

2.3.2 食品色素检测

HPLC 能迅速且精确地对食品中不同色素进行定性分析与定量分析。例如，在对橙黄素进行检测时，选用典型的 C18 反相色谱柱，并将乙腈与 0.1% 磷酸混合液作为流动相，既能保证其对上述色素较高的选择性，同时能保持其具有高的灵敏度。在此实验中，样本的处理非常重要，将食物样本加入含氨水的溶液中，使样本中颜色物质得以充分地提取。将经过 0.45 μm 孔径滤膜过滤，移除潜在蛋白质、油脂等杂质的后液体引入高效液相色谱设备，以实施细致的分阶段分析。当用 483 nm 的光线照射时，橙色色素能在 10 min 内达到峰值，通过与标准曲线作对比就能完成定量分析^[13-14]。

2.4 食品污染物检测中的应用

2.4.1 农药残留检测

HPLC 在农业化学物质污染物方面也发挥着至关重要的作用。例如，利用 C18 反相色谱柱定量检测有机磷杀虫剂甲拌磷的浓度，流动相是乙腈和 0.1% 的磷酸混合物，通过离子捕获探针进行检测。在食品样本提取过程中，利用乙酸乙酯等有机溶剂可除去大部分的基质干扰。提取后的液体需经过 0.22 μm 的滤膜过滤，随后送入液相色谱仪以执行逐级分析，此方法能够确保至少 5 μg/kg 的检测下限，其线性范围介于 10~1000 μg/kg，而加标回收率保持在 85%~110% 之间，显示出良好的精密度^[15-16]。

2.4.2 兽药残留检测

兽药残留物的 HPLC 就是根据待测物质(克林霉素)在固定相和流动相中所表现出的分配不平衡差异,采用 C18 反相色谱柱(使用甲醇-0.02 mol/L 氯化铵缓冲剂、268 nm 波长紫外光),再用 McIlvaine-EDTA 缓冲溶液稀释,0.22 μm 滤膜过滤后测定,以最优程序进行清洗。克林霉素在 12 min 内被有效分离出来,检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 、线性范围为 10~500 $\mu\text{g}/\text{kg}$,加标回收率为 85%~110%^[16]。至于常见的兽药,例如磺胺类及氯霉素等,也可通过改变色谱条件以获得良好的分离与检测^[17]。

2.4.3 真菌毒素检测

霉菌产生的霉菌毒素属于典型的天然毒素污染源,其检测的关键在于 HPLC 的准确性与精确性。以测定黄曲霉毒素 B1 的过程为例,采用 C18 反相色谱柱,并以甲醇-水混合液为梯度洗脱剂进行分离,先利用甲醇-水溶液提取食品样本中的成分,以此排除某些干扰物质,接着对样品实施免疫亲和色谱柱纯化,以此达到黄曲霉毒素 B1 的纯净度,避免任何杂质的干扰。经过纯化处理,溶液再经 0.22 μm 滤膜的精滤,随后在高效液相色谱系统中进行定性及定量检测。在理想的检测参数下,利用荧光检测装置(激发光波长为 365 nm,发射光波长为 435 nm),能够精确测定曲霉毒素 B1,其最低检测限可达到 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$,并且展现出较宽的线性响应区间(0.1~20.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$)。添加标准品的回收率控制在 80%~110% 范围内,且实验重复性良好(RSD < 5%)^[18-19]。此外,还可以通过优化色谱参数,实现对其他种类霉菌毒素如 OA、MT 等的有效分离和检测^[20]。

3 结束语

本研究对 HPLC 在食品检测中的应用进行全方位探索,充分体现出 HPLC 高分离效率、强灵敏度的特点,其可以同时多种成分进行定量测定,在检测食品营养成分、添加成分以及可能危害食品安全的成分等方面发挥着评价和标签规范作用。HPLC 可以有效提升食品检测工作的时效性与准确性,并在产品质量安全控制中发挥重要作用,因此建议食品厂商更进一步优化 HPLC 技术的应用,使其贯穿整个从食品生产过程到成品的管理的供应链之中,提高风险预测能力;政府方面可以以构建技术交流分享平台和修订检测标准的方式推广先进检测技术如 HPLC 在基层监督中的应用,以实现食品安全防线构筑。展望未来,HPLC 与机器自动识别、联用技术(如与质谱联用)的研究不断深入,使其更适用于痕量污染物的筛查和快速现场分析,助力食品产业实现高质量发展。

参考文献

- [1] 黄德海. 高效液相色谱法在食品安全检验中的应用[J]. 食品安全导刊, 2021, (25): 154-155.
- [2] 朱东芹. 浅析高效液相色谱法在食品添加剂检验中的应用[J]. 现代食品, 2024, 30(2): 161-163.
- [3] 周红. 高效液相色谱法在食品添加剂检验中的应用简析[J]. 食品安全导刊, 2022, (19): 190-192.
- [4] 李莉莉, 齐鹏翔. 高效液相色谱法在食品安全检验中的应用[J]. 饮食科学, 2022, (3): 10-12.
- [5] 吴文轩, 周晓蕾. 高效液相色谱法在食品安全检验中的应用[J]. 中外食品工业, 2021, (22): 49-50.
- [6] 李鹏飞. 浅谈高效液相色谱法在食品安全检测中的应用[J]. 品牌研究, 2020, (35): 227-228.
- [7] 李俊儒. 高效液相色谱法在食品分析中的应用[J]. 化工设计通讯, 2019, 45(1): 132-132, 145.
- [8] 金晓敏, 李建良. 高效液相色谱法在食品安全分析检测中的应用[J]. 中外食品工业, 2021, (11): 41-42.
- [9] 赵骏. 高效液相色谱法在食品分析中的应用[J]. 食品安全导刊, 2019, (3): 76.
- [10] 董浩爽, 尚久舒. 食品安全检验中高效液相色谱法的应用现状[J]. 中国食品, 2021, (13): 56-57.
- [11] 谭鹏, 李春雨, 章从恩, 等. 超高效液相色谱法在中药分析领域中的应用现状及展望[J]. 中草药, 2018, 49(24): 5938-5945.
- [12] 李娟, 王晓霞. 高效液相色谱法在食品添加剂检测中的应用[J]. 食品安全导刊, 2023, (3): 145-147.
- [13] 叶舟方. 高效液相色谱法在食品添加剂含量检测中的应用研究[J]. 现代食品, 2024, 30(20): 173-175.
- [14] 钟庆媚. 微柱高效液相色谱法在食品检测中的应用[J]. 食品安全导刊, 2023, (6): 179-181+185.
- [15] 路书彦, 王璐, 仝莹莹, 等. 高效液相色谱法在食品检验中的应用[J]. 现代食品, 2018, (16): 113-115+123.
- [16] 赵玮. 浅谈高效液相色谱(HPLC)法在食品检验中的应用[J]. 食品安全导刊, 2018, (12): 106.
- [17] 郭馨昕, 何成兰, 赵雪敏, 等. 高效液相色谱法在苯山糖检测中的应用[J]. 食品安全导刊, 2024, (11): 186-189.
- [18] 刘唤连. 高效液相色谱法在食品分析中的应用[J]. 食品安全导刊, 2018, (17): 20.
- [19] 祝润民. 高效液相色谱法在食品检测中的应用[J]. 百科论坛电子杂志, 2019, (8): 545-546.
- [20] 申磊. 食品安全检测中应用高效液相色谱法测定苯甲酸的不确定度分析[J]. 中外食品工业, 2021, (7): 48-49+63.