

食用油中苯并（a）芘测定解决方案

1.背景

苯并（a）芘（benzo（a）pyrene, BaP），又名 3,4-苯并芘，结构式如下图 1 所示，属于多环芳烃中的一种。苯并（a）芘是国际公认的强致癌物，被世界卫生组织定为 1 类致癌物。

食品中的苯并（a）芘来源比较复杂，主要有熏烤、高温油炸、包装材料污染和食品加工过程污染等。食用油中的苯并（a）芘主要来源有原材料带入和加工过程产生。原材料带入主要包含原材料种植区受到工业污染，在柏油马路上晾晒油料作物，以及长途运输过程环境污染物质浸入和包装容器迁移等。加工过程产生主要包含油料高温烘烤等工艺处理过程和浸出工艺中溶剂残留等。

将实施的《GB 2762-2022 食品安全国家标准 食品中污染物限量》标准中规定，食用油中苯并（a）芘限量为 10 μg/kg。本实验参考《GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并(a)芘的测定》，采用青岛盛瀚的高效液相色谱 L-3000 系列，对食用油中苯并（a）芘的液相色谱测定法进行方法验证。

2. 仪器和设备

表 1 食品中苯并(a)芘的检测所需液相色谱仪器配置

仪器名称 ^o	仪器各模块名称 ^o	型号 ^o
盛瀚 L-3000 ^o 高效液相色谱仪 ^o	四元低压梯度高压输液泵 ^o	L-3245 ^o
	自动进样器 ^o	L-3320 ^o
	柱温箱 ^o	L-3400 ^o
	荧光检测器 ^o	RF-20A ^o
	工作站 ^o	Clarity 8.2 ^o
	液相 C18 色谱柱 ^o	Shinesil-C18 (4.6×250mm, 5μm) ^o



图 2 盛瀚 L-3000 液相色谱仪

表 2 食品中苯并（a）芘的检测所需前处理设备

序号 ^o	设备名称 ^o
1 ^o	万分之一电子天平 ^o
2 ^o	旋转蒸发仪 ^o
3 ^o	氮吹仪 ^o

3. 实验方法

3.1 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为优级纯。

乙腈、甲醇、正己烷：色谱纯。

水：超纯水（18.2 MΩ•cm）。

净化柱：中性氧化铝柱 22g/60mL

3.2 标准溶液

苯并（a）芘标准储备液（100 mg/L）：自购 100 mg/L 苯并（a）芘乙腈标准溶液。

苯并（a）芘标准中间液（1.0 mg/L）：吸取 0.1 mL 苯并（a）芘标准储备液（100 mg/L）于 10 mL 容量瓶，乙腈定容混匀备用。

苯并（a）芘标准工作液：把苯并（a）芘标准中间液（1.0 mg/L）用乙腈稀释得到 0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 标准曲线，现用现配。

3.3 样品的制备

提取：称取 0.4 g（A：0.4032 g，B：0.4014 g），加入 5 mL 正己烷，涡旋 30 s，待过柱。

净化：中性氧化铝柱用 30 mL 正己烷活化，弃去不要。然后加入提取液，并用茄形瓶收集，再用 50 mL 正己烷洗脱，继续收集净化液。

浓缩：将净化液 40℃ 旋蒸至 1-2 mL，转移至离心管，用正己烷洗涤茄形瓶 2 次，洗涤液同样转移至离心管，40℃ 氮吹近干，0.4 mL 乙腈涡旋复溶，过 0.45 μm 滤膜，上机检测。

4. 色谱条件

流动相：水：乙腈=12：88；

流速：1.0 mL/min；

色谱柱：Shinesil-C18 4.6×250，5μm；

柱温：35℃；

检测波长：激发波长 384 nm，发射波长 406 nm；

进样量：20 μL。

5. 实验结果

5.1 典型谱图

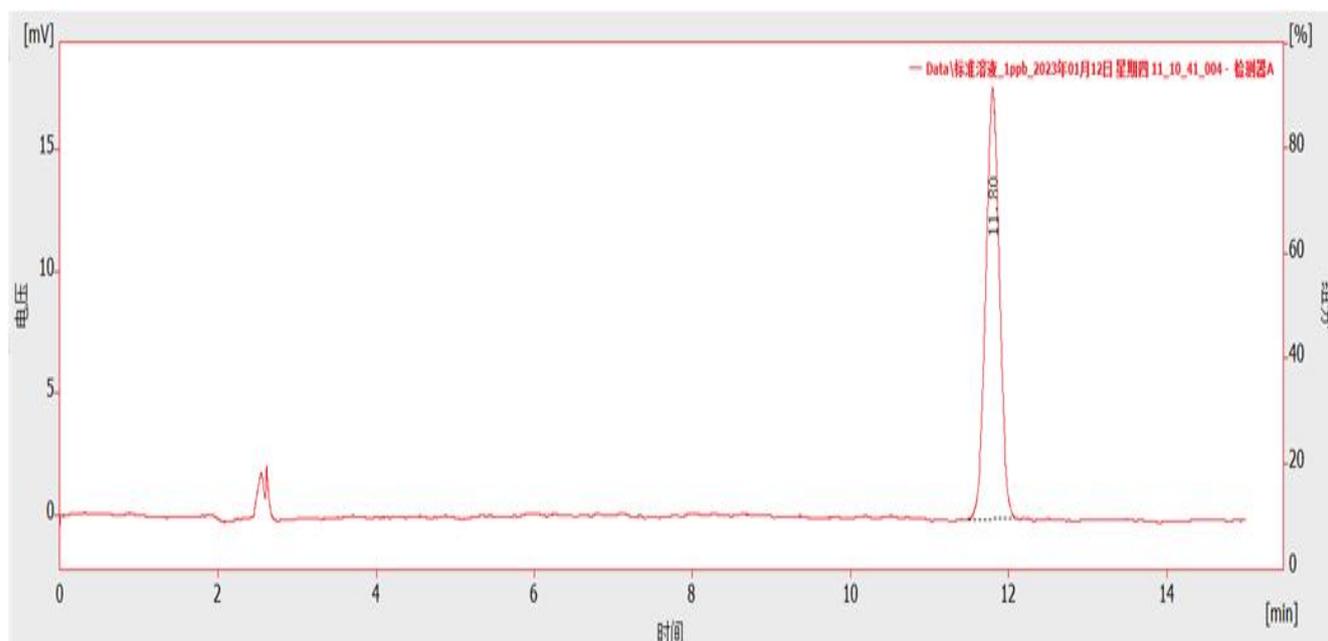


图 3 1.0 ng/mL 苯并 (a) 芘标准溶液

5.2 校准曲线

0.5 ng/mL、1.0 ng/mL、5.0 ng/mL、10 ng/mL、20 ng/mL 的苯并 (a) 芘标准工作液线性方程：

$Y=216.17653X-5.92576$ 。相关因子：R=0.9999934。

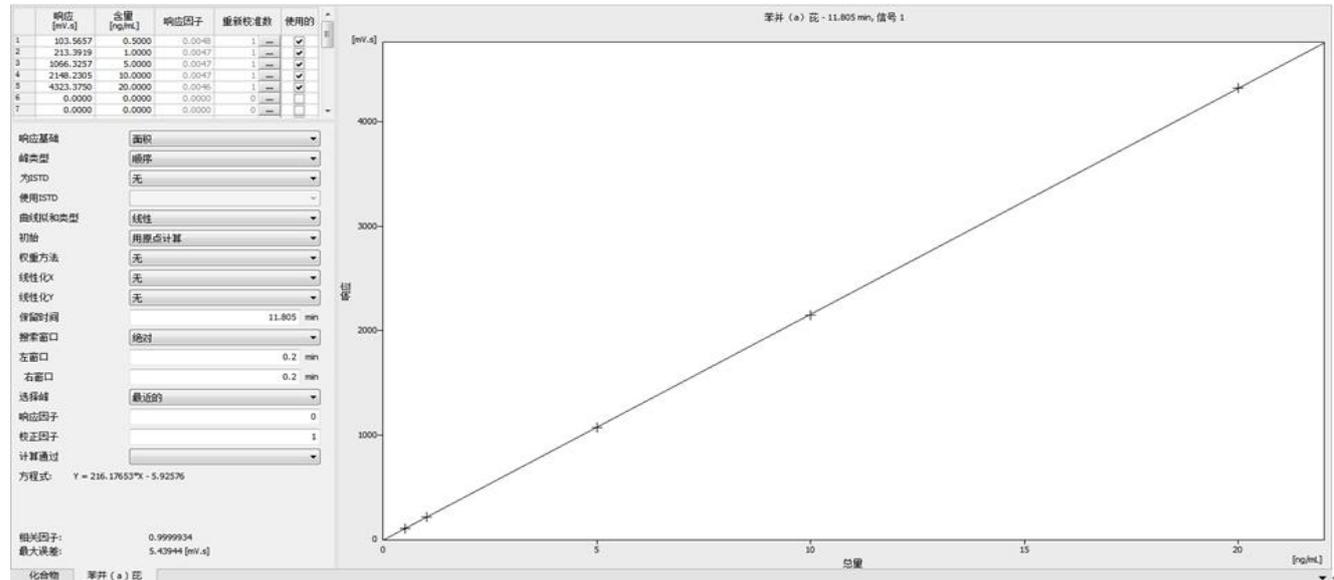


图 4 苯并 (a) 芘标准曲线

5.3 重复性测试

苯并 (a) 芘标准溶液 (1 ng/mL) 系统适应性测试 (SST) 结果如下图，保留时间 RSD=0.08%，

峰面积 RSD=0.95%。

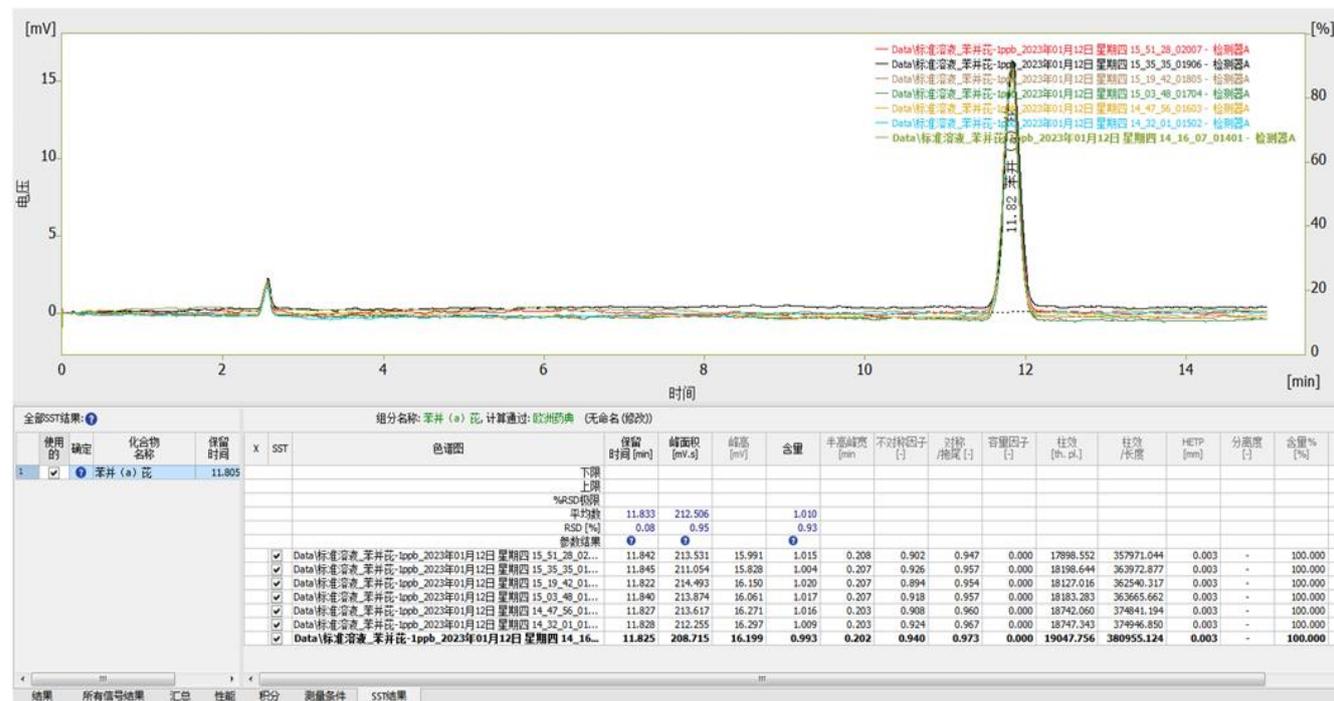


图 5 苯并 (a) 芘标准溶液 (1 ng/mL) 系统适应性测试 (SST) 结果

5.4 实际样品测定

花生油样品苯并（a）芘测试色谱图及上机检测结果如下所示。

表 3 食品中苯并芘的检测所需前处理设备

样品名称 [Ⓔ]	平行样品 [Ⓔ]	称样量 (g) [Ⓔ]	含量 (μg/kg) [Ⓔ]	平均值 (μg/kg) [Ⓔ]
花生油 [Ⓔ]	1 [Ⓔ]	0.4032 [Ⓔ]	0.814 [Ⓔ]	0.803 [Ⓔ]
	2 [Ⓔ]	0.4014 [Ⓔ]	0.792 [Ⓔ]	

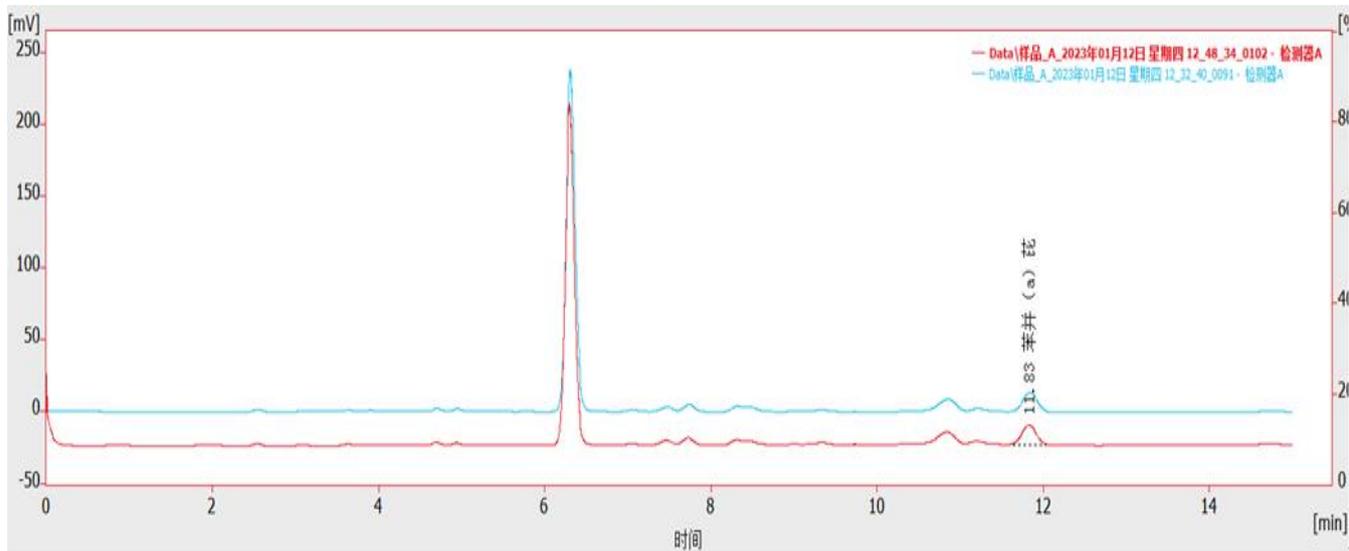


图 6 实际样品苯并（a）芘测试谱图

平行样品的绝对差值为 0.022 μg/kg，与平行样品算数平均值的比值为 2.74%，小于 20%，符合《GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并（a）芘的测定》的要求。

6. 结论

上述实验结果表明，采用盛瀚 L-3000 高效液相色谱仪，苯并（a）芘标准溶液浓度范围在 0.5 ng/mL~20.0 ng/mL 内，具有很好的线性，线性相关系数为 0.9999934，定性定量重复性良好，可满足《GB 5009.27-2016 食品安全国家标准 食品中苯并（a）芘的测定》要求。