

北京烤鸭、烤羊肉中3,4-苯并芘的测定

夏贤明 吴美云 饶泽青

编按者:

我国传统佳肴——北京烤鸭和烤羊肉深受国内外食者的赞誉。但近年来有些人担心重烤食品会有3,4-苯并芘的污染,本文作者针对这一问题对北京各家烤鸭店的烤鸭和烤羊肉串进行了分析检测。其结果,3,4-苯并芘平均含量在0.21~0.38微克/公斤之间,远远低于国外某些先进国家1微克/公斤的标准。由此可见,北京烤鸭和烤肉可以认为对人体无害。

北京烤鸭,烤羊肉是北方风味佳肴,驰名中外,深受国内外宾客欢迎。长期以来,人们怀疑吃熏烤食品会致癌。原因是木材或液化石油气不完全燃烧产物中含有3,4-苯并(α)芘,该物质为强致癌物,若3,4-苯并(α)芘的含量过高,就会危害人体健康。为此,我们对北京烤鸭、烤羊肉中的3,4-苯并(α)芘的含量进行了分析测定。

测定食品中3,4-苯并(α)芘的方法较多,其中荧光分析法灵敏度和重现性均较理想,也是目前常用的测定方法。本方法灵敏度为[0.01996],回收率在90%以上。现将荧光分析法测定烤鸭、烤肉中的3,4-苯并(α)芘介绍如下:

检测原理

用适量的溶剂将BaP(3,4-苯并芘)从食品中提取出来,并用碱将提取液中的脂肪类物质皂化,经液-液分离,柱层析、纸层析等分离过程进行提纯,然后利用BaP在紫外光下产生兰紫色荧光,并按其激发和发射的特征荧光光谱进行定性,并用其发射光谱的峰值,采用基线法定量计算BaP的含量。

试剂

环己烷 二级

95%乙醇 二级
无水乙醇 二级
二氯甲烷 二级
磷酸 二级
醋酸酐 二级
硫酸 二级
氢氧化钾 二级
无水硫酸钠 二级
苯 二级 重蒸
石油醚(60-90°C) 二级 重蒸
硅胶(60-100目) 经130°C活化4小时
中性氧化铝(100-200目) 经130°C活化4小时

BaP标准液的制备:先配成浓度为10微克/毫升BaP贮备液,然后取5毫升贮备液用环己烷稀释至100毫升,配成0.5微克/毫升BaP的标准溶液。

乙酰化试纸的制备:将层析纸裁成5×20cm的纸条,浸入盛有360毫升苯、260毫升醋酸酐和0.2毫升浓硫酸的层析缸中不断搅拌4小时后,静置过夜,取出纸条在通风厨内晾干,用蒸馏水洗2~3次晾干后,放入无水乙醇中浸泡四小时,取出晾

干，压平备用。

仪 器

日立650—60型荧光分光光度计

紫外分析仪、波长365nm

K.D浓缩器

柱形层析缸 $\phi 6 \times 24\text{cm}$

层析柱 $\phi 1.5 \times 35\text{cm}$

恒温水浴 2 孔

恒温水浴 4 孔

实验室常用玻璃仪器及用具。

操 作 步 骤

1: 提取:

称取用刀剁碎并拌匀的样品一百克，(烤鸭样品中去掉头及脚部位)，置于500毫升磨口三角瓶中。加入100毫升95%乙醇，20克氢氧化钾(烤肉放15克)，在95°C水浴中回流提取4小时，将提取液通过装有脱脂棉(经过处理)的漏斗过滤到分液漏斗中，用150毫升石油醚分三次洗涤三角瓶，并转入分液漏斗之中。再加入150毫升蒸馏水，盖紧后充分振摇3分钟(中间放气2~3次)静置分层，下层水液转入另一个分液漏斗之中，加入100毫升石油醚进行再萃取，弃去水液。合并二次萃取液于一个分液漏斗之中，用蒸馏水洗三次，每次用水100毫升，水洗后的提取液放入一个300毫升具塞三角瓶中，加入适量的无水硫酸钠脱水4小时。最后将提取液减压浓缩至2~3毫升。

2: 柱层析:

采用湿法装柱，在层析柱下端放入少量脱脂棉，先装入10克硅胶，后装入3克中性氧化铝，装时注意使装好的层析柱中没有气泡。然后将浓缩液全部移入柱内，过柱流速控制在2毫升/分左右。用60毫升苯淋洗层析柱，下面用100ml梨形瓶接收洗脱液。柱层析后，杂质留在柱内，而苯并芘全部洗脱下来以达到纯化目的。最后用K.D浓缩器将洗脱液减压浓缩至0.5毫升。

3. 纸层析:

在乙酰化滤纸一端5厘米处，用铅笔划一横线，用玻璃毛细管将浓缩液以线状点样法全部点在横线的右半边，点样后，用环己烷洗涤KD瓶3次，每次约用0.5毫升，将洗涤液点于同位，在横线左侧点一点苯并芘标准液以示定位。

将点样后的乙酰化纸的上端挂在圆柱形层析缸缸盖的挂钩上，层析缸内加入30毫升无水乙醇和5毫升二氯甲烷作展开剂，纸的下端侵入溶剂约一厘米，在避光处进行展开。待展开剂前沿上升到距纸顶1厘米时取出晾干。如此重复2~3次。在365nm波长紫外光下用铅笔圈出与苯并芘标准点相应位置的荧光带(图1)，用剪刀剪下圈内部分并剪成小碎片，放入具塞小试管中，准确加入5毫升苯，盖紧后于60°C水浴加热20分钟，其间须摇动1~2次，冷却后上机测定。

苯并芘标准样的制备：取前述标准液50微升，按上述方法，制出标准样。

纸层析示意

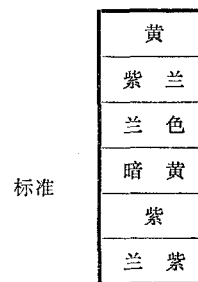
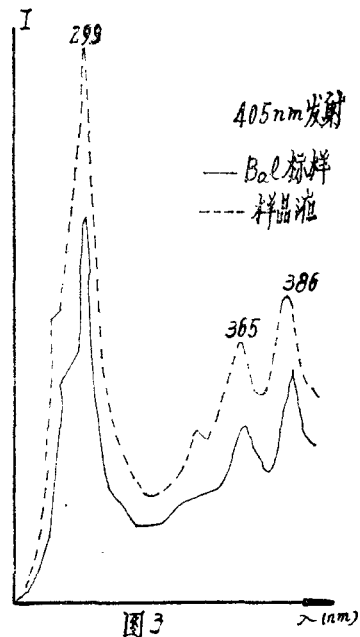
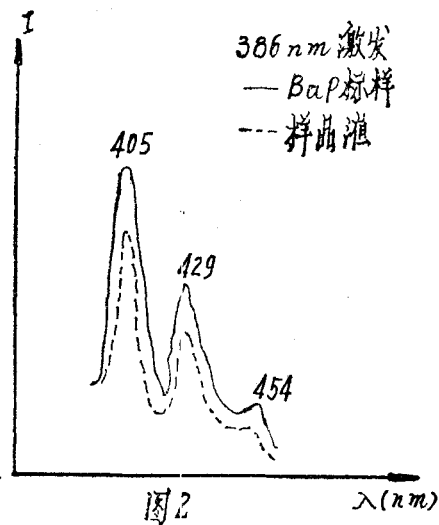


图 1

4. 荧光测定:

1) 定性分析: 将测定液移入石英杯中，置荧光分光光度计上，调节仪器参数，把激发波长固定在386nm，对测定液和标准液分别在发射波长400~500nm间扫描，绘出荧光发射光谱(图2)。再将发射波长固定405nm，对激发波长在250~400nm间扫描，绘出激发光谱(图3)，对照测定液和标准液的图谱，若两者相同，就确认是苯并芘。

2) 定量分析: 将激发波长固定在386nm，分别测定405nm，400nm，410nm处测定液和标准液的荧光强度，然后用基线法求出在



405nm处的峰高值 I:

$$I = I_{405} - \frac{1}{2}(I_{400} + I_{410})$$

利用定点直接比较法计算测定样品中 BaP 的含量。

$$y = \frac{I_1}{I_0} \times y_0$$

式中: y: 待测 BaP 值

y_0 : 标准液 BaP 含量(微克)

I_1 : 测定液荧光强度

I_0 : 标准液荧光强度

再换算成每公斤样品中 BaP 的含量

$$Z_{ppb} = y \times \frac{1000}{G}$$

式中: G: 样品取样量(克)

结果与讨论:

为了了解食品烘烤前后 3,4-苯并(a)芘

测定结果如下:(取平均值)

的含量情况,我们采用生、熟二种样品分别测定对照。烤鸭样品的采集,选用了和平门烤鸭店、王府井烤鸭店和便宜坊烤鸭店的烤鸭。这三家烤鸭店烘烤烤鸭的方法有所不同,王府井烤鸭店采用挂炉直火烤制,和平门烤鸭店采用液化石油气转炉烤制,便宜坊烤鸭店采用液化石油气焖炉烘烤鸭。烤肉只选用烤肉季一家。

上述实验结果表明:北京烤鸭、烤羊肉中 3,4-苯并芘的含量都在 1 ppb 以下,通过烘烤的熟食的 3,4-苯并芘含量高于生肉,而

	样 品	3,4-苯并芘含量微克/公斤	备 注
烤 鸭	生 鸭	0.08	
	果木直火挂炉	0.38	
	液化石油气焖炉	0.21	
烤 肉	生羊肉佐料	0.24	佐料香油中 BaP > 1ppb
	烤羊肉	0.26	

且果木挂炉直火烤鸭 3,4-苯并芘的含量稍高于液化石油气焖炉烤鸭。食品中 3,4-苯并芘的卫生标准,我国目前还没有制定。国际上

某些国家规定肉类制品中 3,4-苯并芘的最高允许量是 1 ppb (微克/公斤)由此看来,食用北京烤鸭,烤肉对人体可以认为没有危害。