

# 微波萃取测定烤肉中的多环芳烃

郑建明

多环芳烃(Polycyclic Aromatic Hydrocarbons)是环境中常见的污染物之一,其来源于有机物热解和不完全燃烧,因此熏烤类食品在制作过程中的熏烟中含有较高含量的多环芳烃。烤制时,滴于火上的食物脂肪焦化产物发生热聚合反应,形成多环芳烃类化合物,附着于食物表面,这是烤制食物中多环芳烃类的主要来源。另外,食物烤焦烤糊时,脂肪因高温裂解,产生自由基,并相互结合,即发生热聚合反应,由此生成多环芳烃物质。长期食用含有多环芳烃的食物对健康将产生潜在威胁<sup>[1~2]</sup>。

多环芳烃是指由2个或2个以上苯环以线状角状或簇状排列的化合物,是一种广泛存在于环境,食品及生物体内的污染物。其中16种多环芳烃因具有致畸,致癌和致突变的作用而被美国环保署列为最具危害的有机污染物。

本文为低含量多环芳烃,高脂肪,高蛋白的熏烤肉质样品的测定提供借鉴<sup>[3]</sup>。

## 1 实验部分

### 1.1 仪器与试剂

1.1.1 液相色谱仪 LC-310 配紫外检测器(天瑞仪器股份有限公司生产),色谱柱:LC-PAH 色谱柱,250mm×4.6mm×5.0um,柱温:30°C,流动相及流速:50%乙腈+50%水 1.5 mL/min,检测波长:220 nm,进样量:10 μL。

1.1.2 微波系统 MSD-8            上海新仪微波设备有限公司

1.1.3 加热板                        上海新仪微波设备有限公司

#### 1.1.4 试剂

正己烷 色谱纯            天津市永大化学试剂开发中心

丙酮 色谱纯            无锡市展望化工试剂有限公司

二氯甲烷 色谱纯        天津市大茂化学试剂厂

硫酸 优级纯            无锡市展望化工试剂有限公司

多环芳烃混标 100 mg/L        百灵威化学品有限公司

### 1.2 样品处理

准确称取 2.0 g 样品于特氟龙杯中，加入 30 mL ( 1 : 1 ) 丙酮和正己烷的混合溶液，放入微波萃取系统中，升温至 100°C，保持 20 min,冷却至室温，将萃取罐体打开放在加热板上加热挥发至 10 mL 左右，加 5 mL 硫酸进行脱脂 ( 1~2 次 )，离心取上层溶液通过活化的硅胶/无水硫酸钠 ( 湿式过柱法，以正己烷为载体 1mL 无水硫酸钠、10mL 硅胶、1mL 无水硫酸钠 ) 层析柱后，加入 10mL ( 1 : 1 ) 二氯甲烷-正己烷淋洗多环芳烃组分，收集淋洗液，浓缩定容至 5 mL，并用液相色谱外标法进行定量分析<sup>[4~7]</sup>。

## 2 结果与讨论

### 2.1 标准溶液配制

用移液器分别吸取 0.25、0.5、1.0 、2.5、5 mL 浓度为 100 mg/L 的多环芳烃标准品于 50 mL 容量瓶中，用丙酮和正己烷 ( 1 : 1 ) 的混合溶液定容并摇匀，即得到浓度分别为 0.5、1.0、2.0、5.0、

10.0 mg/L 多环芳烃混标溶液。

## 2.2 标准曲线与方法检出限

分别吸取 10  $\mu$ L 浓度为 0.0、0.5、1.0、2.0、5.0、10.0 mg/L 多环芳烃混标溶液进样，以多环芳烃各种物质的峰面积为纵坐标，以标液浓度为横坐标绘制工作曲线。多环芳烃的标准曲线和方法检出限见表 1。由表 1 可见，本方法对测定物质具有较好的线性和较低的检出限。

表 1 多环芳烃的标准曲线和方法的检出限

| 多环芳烃名称  | 标准曲线方程              | 相关系数   | 方法检出浓度(mg/L, n=6) |
|---------|---------------------|--------|-------------------|
| 萘       | $y=1689.67x-150.04$ | 0.9999 | 0.3               |
| 二氢茚     | $y=853.99x-166.42$  | 0.9995 | 0.7               |
| 芴       | $y=7880.4x+338$     | 0.9992 | 1.2               |
| 菲       | $y=17448x+1722.1$   | 0.9998 | 0.2               |
| 蒽       | $y=30896x+12831$    | 0.9993 | 0.5               |
| 荧蒽      | $y=3630.5x+700.22$  | 0.9992 | 0.6               |
| 芘       | $y=19140x+697.86$   | 0.9993 | 0.5               |
| 苯并(a)蒽  | $y=11080x+692.34$   | 0.9998 | 0.5               |
| 屈       | $y=6582.7x-391.95$  | 0.9998 | 0.4               |
| 苯并(b)荧蒽 | $y=11274x-3503.4$   | 0.9996 | 0.7               |
| 苯并(k)荧蒽 | $y=6221.8x-70.625$  | 0.9998 | 0.5               |
| 苯并(a)芘  | $y=10831x-281.4$    | 0.9997 | 0.2               |



|            |       |       |       |       |      |      |     |      |
|------------|-------|-------|-------|-------|------|------|-----|------|
| 苯并(k)荧蒽    | 0.0   | 0.0   | 0.0   | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0 | 0    |
| 苯并(a)芘     | 0.0   | 0.0   | 0.0   | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0 | 0    |
| 二苯并(a,h)蒽  | 0.021 | 0.022 | 0.021 | 0.021 | 0.02 | 0.02 |     |      |
| 蒽          |       |       |       |       |      |      |     | 3.61 |
| 苯并(g,h,i)芘 | 0.0   | 0.0   | 0.0   | 0.0   | 0.0  | 0.0  | 0.0 | 0    |

### 2.3 回收率

同一样品平行称取七份 2.0 g 样品，向其中六份加入 5 ml 浓度为 5.0 mg/L PAHs 混合标准溶液，七个样品同时进行萃取、浓缩、定容，然后进行测定。测定结果表明烤肉中各种待测物质的加标回收率均在 83.8%~110%之间，见表 3。

表 3 多环芳烃加标回收率

| 名称   | 萘      | 二氢茚    | 芴      | 菲       | 蒽      | 荧蒽     | 芘      | 苯并(a)蒽 | 屈      | 苯并(b)荧蒽 | 苯并(k)荧蒽 | 苯并(a)芘 | 二苯并(a,h)蒽 | 苯并(g,h,i)芘 |
|------|--------|--------|--------|---------|--------|--------|--------|--------|--------|---------|---------|--------|-----------|------------|
| 加标   | 5      | 5      | 5      | 5       | 5      | 5      | 5      | 5      | 5      | 5       | 5       | 5      | 5         | 5          |
| 样品 1 | 4.76   | 4.34   | 4.45   | 5.5     | 4.49   | 4.55   | 4.99   | 4.87   | 4.21   | 4.23    | 4.19    | 4.3    | 4.96      | 4.77       |
| 回收率  | 95.20% | 86.80% | 89%    | 110%    | 89.80% | 91%    | 99.80% | 97.40% | 84.20% | 84.60%  | 83.80%  | 86%    | 99.20%    | 95.40%     |
| 样品 2 | 4.75   | 4.35   | 4.44   | 5.48    | 4.47   | 4.54   | 4.97   | 4.86   | 4.2    | 4.24    | 4.2     | 4.28   | 4.98      | 4.78       |
| 回收率  | 95.00% | 87.00% | 88.80% | 109.60% | 89.40% | 90.8%  | 99.40% | 97.20% | 84.00% | 84.80%  | 84.00%  | 85.60% | 99.60%    | 95.60%     |
| 样品 3 | 4.74   | 4.36   | 4.4    | 5.49    | 4.48   | 4.54   | 4.98   | 4.86   | 4.22   | 4.24    | 4.19    | 4.29   | 4.97      | 4.78       |
| 回收率  | 94.80% | 87.20% | 88.00% | 109.80% | 89.60% | 90.80% | 99.60% | 97.20% | 84.40% | 84.80%  | 83.80%  | 85.80% | 99.40%    | 95.60%     |
| 样品 4 | 4.75   | 4.36   | 4.42   | 5.48    | 4.47   | 4.52   | 4.96   | 4.88   | 4.21   | 4.22    | 4.21    | 4.32   | 4.96      | 4.76       |
| 回收率  | 95.00% | 87.20% | 88.40% | 109.60% | 89.40% | 90.4%  | 99.20% | 97.60% | 84.20% | 84.40%  | 84.20%  | 86.40% | 99.20%    | 95.20%     |
| 样品 5 | 4.77   | 4.36   | 4.43   | 5.49    | 4.48   | 4.56   | 4.97   | 4.85   | 4.24   | 4.2     | 4.2     | 4.31   | 4.95      | 4.76       |
| 回收率  | 95.40% | 87.20% | 88.60% | 109.80% | 89.60% | 91.2%  | 99.40% | 97.00% | 84.80% | 84.00%  | 84.00%  | 86.20% | 99.00%    | 95.20%     |

|      |       |       |       |        |       |      |       |       |       |       |       |       |       |       |
|------|-------|-------|-------|--------|-------|------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
|      | %     | %     | %     | %      | %     | %    | %     | %     | %     | %     | %     | %     | %     | %     |
| 样品 6 | 4.76  | 4.25  | 4.44  | 5.48   | 4.48  | 4.53 | 4.98  | 4.87  | 4.22  | 4.23  | 4.21  | 4.29  | 4.97  | 4.77  |
| 回收率  | 95.20 | 85.00 | 88.80 | 109.60 | 89.60 | 90.6 | 99.60 | 97.40 | 84.40 | 84.60 | 84.20 | 85.80 | 99.40 | 95.40 |
|      | %     | %     | %     | %      | %     | %    | %     | %     | %     | %     | %     | %     | %     | %     |

### 3.小结

本文对烤肉样品采取微波萃取、浓缩、除脂、净化方法，提取烤肉样品中的多环芳烃。建立了一套具有较低检测下限、较高回收率的烤肉中多环芳烃含量的检测方法。