

固相微萃取技术及其在国内食品领域中的应用

刘春红

(东北农业大学理学院应用化学系, 哈尔滨, 150030)

摘要 固相微萃取是近年来才发展的复杂样品分析前预处理技术, 它的敏感、快速、样品用量少、操作简单、不用溶剂、可自动化、能直接与气相色谱等现代仪器联用的特点使其在食品香成分分析上具有强大的优势。本文综述了固相微萃取技术及其在国内食品领域中的应用。

关键词 固相微萃取; 食品; 应用

固相微萃取(Solid Phase Microextraction, SPME)是在固相萃取技术的基础上发展起来的一项新的样品预处理技术。自 1989 年加拿大的 Waterloo 大学的 Pawliszyn 教授提出固相微萃取技术以来, 众多分析工作者对其进行研究, 使该技术得到进一步的发展及广泛应用。SPME 作为样品前处理技术集采样、萃取、浓缩、进样为一体, 对样品有很强的富集作用, 可以大大提高分析灵敏度。其最突出的特点在于, 实现了无溶剂化, 减轻了对环境的负担, 装置便于携带, 操作简单, 成本低廉, 适于推广应用, 并且可以实现野外现场取样分析。该技术适用于气体、液体、固体或顶空样品的采样及分析, 样品的萃取和进样过程可以使用常规自动进样器实现全面自动化操作。SPME 发展初期实现了与 GC 的联用, 随着研究的不断深入, 现已逐渐完善了 SPME-MS、SPME-HPLC、SPME-EC 联用技术, 除用于环境样品分析, 应用范围已逐步发展到食品、医药卫生、生物化学、临床化学、生理及毒理学、法医学等领域, 在国内也受到越来越多人士的重视, 应用范围越来越广, 本文主要介绍固相微萃取在国内食品领域中的应用, 为研究人员提供国内研究进展的资料。

1、固相微萃取及其研究进展

1.1 固相微萃取的装置

SPME 的装置类似于一个微型注射器, 主要由手柄和萃取纤维头两部分构成, 纤维头是一根 1cm 长涂有不同高分子聚合物功能层的熔融石英纤维, 装在类似于微量注射器的针管内, 针管可以保护纤维头不易折断。平时萃取头收在针管内, 萃取时针头穿过样品瓶中, 压下管芯, 使纤维头从针管中伸出, 直接浸入溶液中(直接浸入方式)或置于易挥发样品的上部空间(顶空方式), 使萃取纤维暴露在样品中进行萃取, 萃

取吸附时间平均大约 20~30min^[1], 达到吸附平衡(常辅以磁力搅拌、超声波或微波等措施), 再将萃取头收回到针管内, 针管从样品瓶中退出。固相微萃取的选择性主要取决于高分子功能层材料的性能, 不同的涂层对分析物的亲和力不同, 按照“相似相溶”的原则, 分析物容易被极性相似的固相萃取剂所萃取来选择合适的 SPME 涂层。

1.2 固相微萃取的影响因素

1.2.1 涂层的性质及厚度的影响

按照聚合物的极性固定相涂层可分为三大类, 一类为极性涂层, 如聚丙烯酸酯(PA)、聚乙二醇(CW), 适于极性化合物; 另一类为非极性涂层, 如聚二甲基硅氧烷(PDMS), 适于非极性和弱极性化合物; 第三类为中等极性混合型涂层, 包括聚乙二醇-聚二乙烯基苯(CW-DVB)、羧乙基-聚二乙烯基苯(CAR-DVB)、羧乙基-聚二乙烯基苯-聚二甲基硅氧烷(CAR-DVB-PDMS)等。涂层厚度对分析物的固相吸附量和平衡时间都有影响, 涂层越厚, 固相吸附量越大, 灵敏度亦越高; 但涂层越厚, 达到分析平均的时间越长, 解析平衡时间也越长, 分析速度慢, 因此应综合以上因素选择合适的涂层厚度。总的看来, 涂层厚度对分析灵敏度影响较大, 对分析速度影响较小。

1.2.2 萃取时间的影响

萃取时间即萃取达到平衡所需的时间, 由待分析物的分配系数、物质的扩散速率、样品基质、样品体积、萃取头膜厚等因素决定, 是影响涂层萃取量的一个重要因素。顶空式 SPME 所需萃取时间比浸入式要少, 通常只需几分钟即, 而浸入式 SPME 萃取时间多为半个小时。

1.2.3 萃取温度的影响

萃取温度是影响分析速度的一个重要因素, 温度升高, 分析物扩散速度增大, 蒸汽压也随之增

大,有利于提高分析速度。但是温度升高,会使分析物的分配系数减小,固相吸附量减少。所以在使用 SPME 方法时应根据样品的性质确定最佳萃取温度,一般萃取温度为 40~80℃。

1.2.4 搅拌的影响

搅拌是影响 SPME 分析速度的重要因素。样品经搅拌后可以促进萃取并减少萃取时间,特别对于大分子量和扩散系数大的组分。一般搅拌形式有磁力搅拌、高速匀浆、超声波等方式,采取搅拌方式时一定要注意搅拌的均匀性,不均匀的搅拌比没有搅拌的测定精确度更差。

1.2.5 盐的作用和 pH 值的影响

萃取前于样品中添加无机盐(NaCl、Na₂SO₄等),水溶液的离子强度增大,有机物的溶解度减小产生盐析,分配系数提高,从而达到增加萃取头固定相对分析组分的吸附,可提高分析的灵敏度。一般添加无机盐适用于顶空方式,对于浸入方式,盐分容易损坏萃取头。另外控制 pH 值的大小也能改变有机物在水中的溶解度,通过调节至合适的 pH 值,可使有机物在水中溶解度减小,从而增大分配系数,提高分析的灵敏度,但是 pH 值过高或过低都会影响固定相涂层的使用寿命。

1.3 固相微萃取技术研究进展

固相微萃取技术可以与气相色谱(GC)、液相色谱(LC)、高效液相色谱(HPLC)等分析技术联用进行分离检测。固相微萃取与气相色谱联用是研究最早、也是发展最成熟的技术,主要是因为 SPME 装置可在气相色谱仪的进样口直接进样,不存在接口问题。SPME 装置可直接插入气相色谱仪的进样口,被吸附(吸收)在石英纤维固定相上的分析物在汽化室 200~300℃下热脱附^[2],主要适用于小分子量高挥发性物质或半挥发性物质的测定。

SPME-GC 的结合方式存在着缺点,不适用于热不稳定性物质的萃取测定,也不适用于极性大不易挥发物质的萃取测定,而很多的污染物质及其药物恰好就是这样的物质,如酚类、脂肪酸类、蛋白质类、苯基脲类、氨基甲酸酯类及无机离子等,测定这一类物质恰恰是液相色谱的优势,于是出现了固相微萃取-液相色谱联用技术。SPME 与高效液相色谱(HPLC)的联用系统还处于发展阶段^[3],SPME-GC 技术的主要差别是解析过程不同。SPME-GC 通过热解析可以在几秒钟内全部脱附被吸附组分,而 SPME-HPLC 则是借助于溶剂洗脱完成样品的解析过程,一

般要用与六通进样阀相连的特制接口。采用 HPLC 作为分离检测手段,可在一定程度上克服 SPME-GC 的不足,可以用在极性较大的药物和环境污染物质的萃取测定^[4]。

毛细管电泳(capillary electrophoresis, CE)是基于高压电场为驱动力,在细内径毛细管中对阳离子、中性分子、阴离子按其淌度或/和分配系数不同进行高效、快速分离分析的一种新技术。SPME-CE 毛细管电泳作为一种微量分离技术,具有分离快速性、高效性和样品需要量很少等优点。SPME-CE 技术近年来发展迅速,可用于分离测定环境中样品中的表面活性剂、酚类、染料、杀虫剂等,有利于生物样品的预处理和分离分析^[5]。

2、固相微萃取技术在食品中的应用

由于固相微萃取法的特点,该技术刚出现不久就有人把它应用于食品分析中,主要用于分析食品中的微量成分如食品的风味、食品中的农药残留、食品中的有机物,并且在国内外都得到了广泛的发展。顶空固相微萃取广泛用于食品风味分析,如酒类、果汁类、乳类、调味品类食品中的有机挥发物的分析。食品的前处理方法主要有固相微萃取(SPME)、液-液萃取(LLE)、超临界流体萃取(SFE)、固相萃取(SPE)等,其中 SPME 集萃取、浓缩和进样于一体,具有操作时间短,样品量小,无需萃取溶剂和易携带等特点,适于分析挥发性和非挥发性物质,更适应现代分析技术发展的方向—快速、安全和准确,成为国际上广泛应用的一项新技术。

2.1 分析食品中风味物质的组成

风味是由气味和味道组成的一个错综复杂的系统,风味物质所特有的性质给其分离分析带来较大困难。目前风味物质的精确分离和鉴定仍有待实现。风味物质一般具有如下一些特征^[5]:1)大都以低浓度存在(如 1×10^{-6} g/L, 1×10^{-9} g/L, 1×10^{-12} g/L);2)风味化合物具有复杂性,如咖啡中已鉴定出四百五十多种挥发性化合物;3)挥发性极高;4)具有不稳定性以及与食品其他组分间存在动态平衡,所以进行风味物质的分离鉴定需要特殊的分离分析技术。

食品香味成分多数是食品中的非极性挥发性组分,而食品底物一般是极性非挥发性组分,因此 SPME 适用非极性纤维涂层浓缩食品香成分,在食品香成分分析上的应用近年已得到蓬勃发展,使食品的分析水平得到很大的提高,为实验研究提供了极大

的便利。

2.1.1 固相微萃取分析水果、蔬菜中的风味物质

果蔬的产地、品种和成熟度是影响其芳香成分的种类和含量的主要因素,其香气成分不仅是评价其品质的一个重要因素,也是评价其贮藏及货架寿命的重要指标之一。确定了果蔬不同阶段的香气成分,建立香气成分档案,进而可以依据这些资料来确定果蔬的采摘期、贮藏期和货架寿命,改变以前依靠人的感观来判断,为更科学的管理提供了理论依据。同种果蔬之间香气成分不同,说明了不同品种之间的品质的区别,也为品种的改良提高了理论的指导。随着固相微萃取技术的不断完善和成熟,固相微萃取技术在分析水果、蔬菜的风味物质中的应用越来越广泛,基本上已经应用于测定了大部分的水果和蔬菜的风味物质。

顶空固相微萃取(HS-SPME)和 GC-MS 联用非常适于分析水果的特征香成分的鉴定和分析。陈计尧^[7]等用该方法对新疆库尔勒香梨的香气成分进行研究—共分离鉴定出 43 种化合物。朱虹等^[8]对不同成熟阶段香蕉香气成分进行了分析。赵峰^[9]等对红富士苹果中的方向芳香成分进行定性、定量分析,共检测鉴定出 55 种芳香成分。高红岩等^[10]分离和鉴定了番茄中的香气成分。刘春香等^[11]采用 75 μ m Carboxen/PDMS 萃取头分析了新鲜黄瓜的挥发性成分,共分离到 36 种芳香物质。唐贵敏等^[12]对品质差异较大的山农黄金 1 号、Sweet delight (美国)和 Takami (日本)厚皮甜瓜果实成熟过程中挥发性物质进行分析鉴定研究。杨菜冬^[13]等分离鉴定了不同品种甜橙的挥发性芳香物质,共检出 47 种物质,确定了甜橙的主要特征致香成分。李明等^[14]分析 3 个不同成熟期的水蜜桃品种的香气成分,确定己烯醛、己烯醇的衍生物和内酯的含量可作为鉴定水蜜桃果实香气的重要指标。刘拉平等^[15]对木瓜挥发性芳香物质进行了分析研究,确定了木瓜特征香气的组成。张序等^[16]对‘红灯’甜樱桃果实芳香成分分析,共检测出 41 种芳香成分。吴继红等^[17]对金帅、澳洲青苹、国光、新红星、富士及秦冠等品种苹果的主要芳香成分进行定性和定量分析,比较出不同品种之间芳香成分在种类和含量上的差异。

王依春^[18]等采用传统的同时蒸馏萃取装置和 SPME-GC-MS 法并经过实验条件的优化采用 85 μ m CAR/PDMS 纤维头测得洋葱含有 52 种物质,其中硫醇类、硫醚类是洋葱挥发性风味成分的主要贡献物质。

2.1.2 固相微萃取分析天然调料中的风味物质

分析天然调料种的风味物质,有利于开发新的食品添加剂,改善天然调料的品质,有利于研究天然调料中的活性成分的开发和研究。

汪潇等^[19]采用 HS-SPME-GC-MS 联用的方法测定大葱的挥发性成分,用 85 μ m CAR/PDMS 萃取头,检测打浆和切碎两种方法处理后的大葱,确定了大葱风味物质的组成。周晓媛等^[20]采用同时蒸馏萃取(SDE)和 HS-SPME 两种方法提取传统发酵辣椒挥发性成分,通过 GC-MS 联用仪对挥发性成分进行分离鉴定,共得到了 10 类 56 种化合物,确定只有将两种方法结合起来,才能得到对产品的挥发性物质的综合评价。李祖光等^[21]采用 HS-SPME 采集白胡椒粉的挥发性成分,用色谱/质谱法分析鉴定,并用总离子流色谱峰的峰面积进行归一化定量分析其风味成分,鉴定出 8 种化合物。采用 SPME-GC-MS 析黑胡椒粉的挥发性成分^[23]。刘源等^[22]采用顶空固相微萃取气质联用分析检测了生姜的挥发性成分,共检测到 51 种化合物。赵钰玲^[24]用均相聚合物涂层-自制聚丙烯酸树脂(PA)萃取头,顶空萃取八角茴香中挥发性有机物,通过气相色谱-质谱联用技术定性分析,鉴定了 53 种成分。吴波^[25]等采用 HS-SPME-GC-MS 联用技术,对韭菜、韭菜花、小葱、大葱、洋葱、大蒜中的风味物质进行了检测和分析,对其中主要的几种含硫化合物进行了定量测定。

2.1.3 固相微萃取分析酒类风味物质组成

在酒类风味物质中,挥发性香气物质部分来源于原料在生长、成熟、储藏等工程中形成的香气,部分由于发酵过程中通过酵母菌的代谢作用和后期陈酿而产生的。香气成分极其复杂且含量微小,但作用非常重要,对香气成分的分析检测是评价酒类质量和评判香气种类的一种重要方法。不同香型的酒,具有不同的香味成份。而同一香型的酒,又具有不同的流派,这是酒的细微区别。

范文来等^[27]采用直接浸入式固相微萃取(DI-SPME)检测中国白酒风味的成分,并对 DI-SPME 使用的条件进行了优化。发现 DI-SPME 的方法特别适合于中国白酒微量成分的检测,一次检测出 52 个微量香味成分。郭静^[28]等采用顶空固相微萃取和气相色谱、质谱联用技术,对猕猴桃果酒中的香气成分进行分析,采用 100 μ m PDMS 萃取头提取出共计 82 种香气物质,优于同类文献报道值。王方等^[29]采用顶空固相微萃取(HS-SPME)技术结合气相色谱-质谱法(GC-MS)对王朝玫瑰香(Muscat)葡萄酒中的挥发性成分进行了分析研究。罗涛等^[30]利用 HS-SPME(50/30 μ m DVB/CAR /PDMS 萃取

头)对黄酒中的挥发性和半挥发性成分进行萃取,采用 GC-MS 技术对其进行分析,在黄酒中共检测到 63 种化合物,其中有 32 种化合物是首次检测到。

2.1.4 固相微萃取分析茶的品质

茶叶香气是反映茶叶品质的重要指标,同时又受环境条件及生产工艺等多种因素影响。目前,对于茶品质的判定仅为感官评定法,SPME 技术在茶领域的应用为茶的内在品质 and 产品质量控制提供理论依据。

刘拉平等^[31]采用 SPME 法提取 GC-MS 分析,选用春、秋两季的午子绿茶样品,50/30 μm DVB/CAR/PDMS 萃取头,共鉴定出 112 种化合物,其中春茶 102 个组分、秋茶 96 个组分。张灵枝等^[32]采用 HS-SPME 技术(DVB/CAR/PDMS 萃取头)提取 GC-MS 分析鉴定,考查了普洱茶在贮藏过程中香气成分的变化。叶乃兴等^[33]首次使用 SPME-GC-MS 联用技术分析烘青茶坯的香气成分,共鉴定出 30 种主要挥发性化合物,其中以醇类和碳氢化合物等高沸点挥发性化合物为主。

2.1.5 固相微萃取分析肉类制品

陈俊卿等^[34]采用 SPME-GC-MS 联用法来分析、鉴定鱼肉中的气味成分,共检出 25 种成分,确定 20 种成分,其中以羰基化合物和醇类为主。张春晖^[35]采用 SPME-GC-MS 联用分析技术对发酵香肠挥发性成分进行了定性分析和峰面积相对含量的测定,考察了发酵香肠在成熟前后香气成分的变化。赵庆喜等^[36]用微波蒸馏(MD)-SPME 提取鳙鱼鱼肉中的挥发性成分,利用 GC-MS 对气味化合物成分进行了定性分析,共定性确定出鳙鱼鱼肉挥发性成分中的 53 种化合物。余冰等^[37]为开发新型肉制品,运用 SPME-GC-MS(75 μm CAR/PDMS)对传统侗族发酵肉制品中的挥发性风味组分进行了分析,检测出主要挥发性风味物质有 48 种,另外有 4 种未知组分。谭汝成等^[38]采用 SPME-GC-MS(85 μm PA)联用技术对腊鱼中挥发性成分进行了初步鉴定,分离到 21 种主要挥发性物质。

2.2 固相微萃取技术在食品中农药残留检测中的应用:

在常用农药中,有机磷农药属于毒性强、残留量大、检出超标频率最高的一类农药,在我国目前使用的农药中仍然占据着用量最广、种类最多的位置。天然及加工后的食品中有机磷农药残留严重,有机磷农药是一种神经性毒物,在人体内长期蓄积滞留会引发慢性中毒,导致人体神经功能紊乱,发生出汗、迟钝、神经失常和语言失常等症状。

胡媛等^[39]采用溶胶-凝胶包埋技术制备了耐高温固相微萃取头(SPME),用该萃取头与气相色谱-热离子化

检测器联用对红葡萄酒中的 12 种有机磷农药残留进行了测定,各种有机磷农药的检测限为 5 ng/L 到 0.38 $\mu\text{g/L}$ 。黄行九等^[40]研究了固相微萃取(SPME)和二氧化锡气体传感器的联用技术对果蔬中有机磷农药残留乐果、氧乐果、甲胺磷、乙酰甲胺磷、马拉硫磷、敌百虫等的快速检测。袁宁等^[41]采用微波辅助萃取-固相微萃取-气相色谱(MAE-SPME-GC)同时测定茶叶中六六六(α -BHC, β -BHC, γ -BHC, δ -BHC 4 种异构体)、滴滴涕类(DDD, DDE, o,p'-DDT, p,p'-DDT)、氯氰菊酯(cypermethrin)和氰戊菊酯(fen-valerate)等 10 种农药。刘俊亭等^[42]用 SPME-GC/FID 分析测定白酒中的敌敌畏的残留。陈伟琪等^[43]利用 SPME-GC/FPD 联用技术分析了蔬菜中的多种有机磷农药。方法检出限分别为甲拌磷 0.25 ng $\cdot$ g⁻¹,二嗪农 0.30 ng $\cdot$ g⁻¹,甲基对硫磷 0.55 ng $\cdot$ g⁻¹,乙硫磷 0.10 ng $\cdot$ g⁻¹,甲拌磷 0.25 ng $\cdot$ g⁻¹。

3、固相微萃取技术前景

SPME 技术已出现 10 多年,应用领域日趋增大,其高效、快速、简便的优点已得到大家共识,今后 SPME 技术的发展趋势:(1)进一步发展 SPME 与各种分析仪器的联用,以拓宽其使用范围,SPME 与 GC 的联用技术已很成熟,与其他分析手段如 HPLC、CE 等的联用还有待进一步发展。(2)研制更多新型涂层和涂渍技术的改进。随应用领域的扩大,对涂层的要求将会越来越高。除了耐温性、使用寿命、萃取容量、稳定性等方面的要求外,还需要针对不同的应用领域发展不同类型的涂层。(3)使装置自动控制系统更趋完善和成熟。目前,多数 SPME 的应用工作停留在实验室内,如何对 SPME 装置及外围设备进行改进,使其适应工业和野外自动采样和检测将是 SPME 的研究方向。随新型涂层的出现,SPME 的理论也将会得到更进一步的发展。

SPME 是一种极具吸引力的样品预处理技术,在短短几年内已取得了较好的应用效果,但由于目前可供 SPME 使用的固定相涂层种类不多,限制了它的应用范围和联用技术。今后随着联用技术的发展及 SPME 自身的发展,将可能与更多的分析仪器联用,促使 SPME 用于更多领域的分析。

参考文献

- [1] 王丽平.固相萃取技术在环境分析中的应用.中国科技信息,2005,(7).
- [2] 郭宝玉,孙艳平.固相微萃取技术应用及进展.科技信

- 息, 2006, (7): 423~424.
- [3] 舒馨, 杨丙成, 谭峰, 关亚风. 毛细管内固相微萃取 - 微柱高效液相色谱在线联用. 分析实验室, 2005, 24(2): 41~43.
 - [4] 蔡亚岐, 刘稷燕, 江桂斌. 固相微萃取 - 液相色谱联用技术研究进展. 化学进展, 2004, 16(5): 708-717
 - [5] 邓华, 朱彭龄. 固相微萃取及其与某些分析技术联用. 分析化学, 2001, 29(5): 601~605
 - [6] 王璋, 等译. 食品化学(第三版). 北京: 中国轻工业出版社, 2003.
 - [7] 陈计峦, 江英, 吴继红, 胡小松. 固相微萃取 GC-MS 技术在梨香气成分分析中的应用研究. 食品与发酵工业, 2007, 33(3): 107~111.
 - [8] 朱虹, 陈玉芬, 李雪萍, 李军, 韩冬芳, 陈维信. 顶空固相微萃取气-质联用分析香蕉的香气成分. 园艺学报, 2007, 34(2): 485~488.
 - [9] 赵峰, 王少敏, 高华君, 薛培生, 孙山. 顶空固相微萃取-气质联用分析红富士苹果中的芳香物质. 山东农业大学学报(自然科学版), 2006, 37(2): 181~184.
 - [10] 高红岩, 朱本忠, 梅晓宏, 罗云波. 固相微萃取技术分析番茄香气成分的方法建立. 食品科技, 2006, (2): 121~123.
 - [11] 刘春香, 何启伟, 刘扬岷. 黄瓜香气成分的顶空固相微萃取气质联用分析. 园艺学报, 2002, 29 (6): 581~583.
 - [12] 唐贵敏, 于喜艳, 赵登超, 王利平. 不同品种厚皮甜瓜果实成熟过程中挥发性物质成分分析. 中国蔬菜, 2007, (4): 7~11.
 - [13] 杨菜冬, 张晓鸣. 不同品种甜橙芳香物质的 SPME 分析. 食品研究与开发, 2006, 27(11).
 - [14] 李明, 王利平, 张阳, 王建新. 水蜜桃品种间果香成分的固相微萃取 - 气质联用分析. 园艺学报, 2006, 33 (5): 1071~1074.
 - [15] 刘拉平, 史亚歌, 岳田利, 赵锁芳. 木瓜芳香物质固相微萃取 GC-MS 分析. 园艺学报, 2006, 33(6): 1245~1246.
 - [16] 张序, 姜远茂, 彭福田, 刘松忠, 李延菊, 王利平. 顶空固相微萃取 - 气相色谱质谱联用技术分析甜樱桃芳香成分. 分析实验室, 2005, 24(11): 51~53.
 - [17] 吴继红, 张美莉, 陈芳, 廖小军, 胡小松. 固相微萃取 GC - MS 法测定苹果不同品种中主要芳香成分的研究. 分析测试学报, 2005, 24(4): 101~104.
 - [18] 王依春, 王锡昌. 同时蒸馏萃取和固相微萃取与气相色谱 - 质谱法分析洋葱的挥发性风味成分. 现代食品科技, 2007, 23(1): 87~91.
 - [19] 汪潇, 王锡昌. 顶空固相微萃取与气质联用法分析大葱的挥发性风味成分. 现代食品科技, 200, 23(3): 69~73.
 - [20] 周晓媛, 邓靖, 李福枝, 曾盛, 夏延斌. 发酵辣椒的挥发性风味成分分析. 食品与生物技术学报, 2007, 26(1): 54~60
 - [21] 李祖光, 乔剑峰, 胡伟, 莫卫民, 胡宝祥. 固相微萃取 - 气相色谱 / 质谱法分析白胡椒粉的风味成分. 理化检验 - 化学分册, 2005, 41(11): 820~822.
 - [22] 刘源, 徐幸莲, 周光宏. 顶空固相微萃取气质联用检测生姜挥发性成分. 中国调味品, 2004, (1): 42~44.
 - [23] 李祖光, 莫卫民, 胡伟, 乔剑峰. 固相微萃取 - 气相色谱 / 质谱分析黑胡椒粉的挥发性成分. 色谱, 2003, 21(6): 630.
 - [24] 赵钰玲, 戚欢阳, 李菊白, 师彦平. 固相微萃取法结合 GC-MS 分析八角茴香中挥发性化合物. 分析测试技术与仪器, 2006, 12 (1): 22~26.
 - [25] 吴波, 张寒俊. 固相微萃取 - 气相色谱 / 质谱测定蔬菜中风味物质的研究. 分析仪器, 2006, (2): 25~31.
 - [26] 吴波, 张寒俊. 固相微萃取 - 气相色谱 / 质谱测定蔬菜中风味物质的研究. 分析仪器, 2006, (2): 25~31.
 - [27] 范文来, 徐岩. 应用浸入式固相微萃取(DI- SPME)方法检测中国白酒的香味成分. 酿酒, 2007, 34(1): 18~21.
 - [28] 郭静, 岳田利, 袁亚宏, 高振鹏. 顶空固相微萃取在猕猴桃酒香气成分测定中的应用. 农产品加工·学刊, 2007, (3): 34~36.
 - [29] 王方, 王伟, 尹吉泰, 路福平. 顶空固相微萃取 - 气相色谱 / 质谱对玫瑰香葡萄酒挥发性成分的研究. 现代仪器, 2007, (3): 66~69.
 - [30] 罗涛, 范文来, 郭翔, 徐岩, 赵光鳌, 汪建华, 董鲁平, 袁军川. 顶空固相微萃取(HS-SPME)和气相色谱-质谱(GC-MS)联用分析黄酒中挥发性和半挥发性微量成分. 酿酒科技, 2007, (6): 121~124.
 - [31] 刘拉平, 史亚歌, 张瑞明, 李岚, 杨蓉. 午子绿茶香气物质固相微萃取 GC-MS 分析. 西北植物学报, 2007, 27(2): 0371~0376.
 - [32] 张灵枝, 王登良, 陈维信, 陈玉芬. 不同贮藏时间的普洱茶香气成分分析. 园艺学报, 2007, 34(2): 504~506
 - [33] 叶乃兴, 杨广, 郑乃辉, 杨江帆, 王振康, 梁小虾. 烘青茶坯香气成分的 SPME/GC-MS 分析. 福建农林大学学报(自然科学版), 2006, 35(2): 165~168.
 - [34] 陈俊卿, 王锡昌. 固相微萃取与气质联用法分析鱼肉中气味成分. 广州食品工业科技, 2004, 20(3): 117~118.
 - [35] 张春晖. 发酵香肠成熟前后挥发性成分的固相微萃取-GC-MS 分析. 分析测试学报, 2004, 23(6): 40~43.
 - [36] 赵庆喜, 薛长湖, 徐杰, 盛文静, 薛勇, 李兆杰. 微波蒸馏 - 固相微萃取 - 气相色谱 - 质谱 - 嗅觉检测器联用分析鳙鱼鱼肉中的挥发性成分. 色谱, 2007, 25(2): 267~271.
 - [37] 余冰, 周红丽, 李宗军. 固相微萃取分析发酵肉制品中的挥发性风味组分. 湖南农业大学学报(自然科学版), 2007, 33(2): 232~234.
 - [38] 谭汝成, 刘敬科, 熊善柏, 鲁长新, 曾令彬. 应用固相微萃取与 GC-MS 分析腊鱼中的挥发性成分. 食品研究与开发, 2006, 27(6): 118~120.
 - [39] 胡媛, 刘文民, 周艳明, 关亚风. 固相微萃取 - 气相色谱法测定红葡萄酒中残留的有机磷农药. 色谱, 2006, 24(3): 290~293.
 - [40] 黄行九, 王连超, 孙宇峰, 孟凡利, 刘锦淮. 固相微萃取/二氧化锡气体传感器联用技术对果蔬中有机磷农药

- 残留的快速检测. 分析化学, 2005, 33(3): 363~365.
- [41] 刘俊亭, 刁尧, 段盛慧, 魏庆铮. 白酒中敌敌畏的固相微萃取. 卫生研究, 1998, 27(5): 339~340.
- [42] 陈伟琪, 侯小凤, 张珞平. SPME/GC 联用测定蔬菜中残

留有机磷农药的方法研究. 厦门大学学报(自然科学版), 2000, 39(4): 509~515.

Solid phase microextraction and its application in food field of domestic

Abstract Solid phase microextraction (SPME) is a recent sampling technique bearing such advantages as simple, fast, solvent free and inexpensive to carry out. Moreover SPME has been interfaced to GC and other analytical instruments and possesses a good potential for method automation. SPME provides a complementary or even superior alternative method for the pre concentration of flavor components from food matrix. In this paper, the technic of SPME was introduced, and its application specially in food field of domestic was reviewed and further prospected.

Key words solid phase microextractio; food; application

新闻动态

我国公布首批非食用物质及易滥用食品添加剂名单

新华网北京 12 月 15 日电 (记者周婷玉) 为配合全国打击违法添加非食用物质和滥用食品添加剂专项整治工作的开展, 中国食品专项整治领导小组日前下发通知, 公布第一批“食品中可能违法添加的非食用物质和易滥用的食品添加剂品种名单”, 其中包括 17 种非食用物质和 10 种易滥用的食品添加剂。

17 种非食用物质包括: 吊白块、苏丹红、王金黄块黄、蛋白精三聚氰胺、硼酸与硼砂、硫氰酸钠、玫瑰红 B、美术绿、碱性嫩黄、酸性橙、工业用甲醛、工业用火碱、一氧化碳、硫化钠、工业硫磺、工业染料、罂粟壳。

食品加工过程中易滥用的食品添加剂品种和行为包括: 在渍菜 (泡菜等) 中超量使用着色剂胭脂红、柠檬黄等, 或超范围使用诱惑红、日落黄等; 水果冻、蛋白冻类食品中超量或超范围使用着色剂、防腐剂, 超量使用酸度调节剂 (己二酸等); 腌菜中超量或超范围使用着色剂、防腐剂、甜味剂 (糖精钠、甜蜜素等); 面点月饼馅中超量使用乳化剂 (蔗糖脂肪酸酯等), 或超范围使用 (乙酰化单甘脂肪酸酯等); 面条、饺子皮的面粉超量使用面粉处理剂; 糕点中使用膨松剂过量 (硫酸铝钾、硫酸铝铵等), 造成铝的残留量超标准, 或超量使用水分保持剂磷酸盐类 (磷酸钙、焦磷酸二氢二钠等)、增稠剂 (黄原胶、黄蜀葵胶等) 及甜味剂 (糖精钠、甜蜜素等); 馒头违法使用漂白剂硫磺熏蒸; 油条过量使用膨松剂 (硫酸铝钾、硫酸铝铵), 造成铝的残留量超标准; 肉制品和卤制熟食超量使用护色剂 (硝酸盐、亚硝酸盐); 小麦粉违规使用二氧化钛、超量使用过氧化苯甲酰、硫酸铝钾等。

通知指出, 判定一种物质是否属于非法添加物, 根据相关法律、法规、标准的规定, 可以参考以下原则: 不属于传统上认为是食品原料的; 不属于批准使用的新资源食品的; 不属于卫生部公布的食药两用或作为普通食品管理物质的; 未列入中国食品添加剂的; 其他中国法律法规允许使用物质之外的物质。