

肉品中食用胶检测方法的研发

端礼钦^{1*}, 王静¹, 耿士伟², 吴琼³, 王丰存¹, 杨洪生⁴, 孟勇⁴, 陶利明⁵, 庄丽萍⁶

(1.徐州市农产品质量安全中心, 徐州 221000; 2.江苏省畜产品质量检验检测中心, 南京 210036; 3.江苏省农业农村厅, 南京 210036; 4.江苏省水产质量检测中心, 南京 210017; 5.苏州市吴江区农业农村局, 苏州 215200; 6.苏州高新区(虎丘区)农业水务综合执法大队, 苏州 215011)

摘要: 肉品中食用胶的定性定量检测一直以来是肉品中非法添加物分析领域的盲区, 没有对应的检测方法。本研究遴选了胶种标志物 κ -卡拉胶以及分析标志物 κ -卡拉胶二糖, 开发了肉品中 κ -卡拉胶液相色谱串联质谱检测方法、柱前衍生液相色谱串联质谱检测方法和柱前衍生液相色谱检测方法。本研究首次解决了肉品中食用胶的定性定量检测问题, 获得国家知识产权授权发明专利两项, 为其他食品或农产品中食用胶的检测提供了思路和方法。

关键词: 肉品; 卡拉胶; κ -卡拉胶二糖; 液相色谱; 液相色谱串联质谱; 柱前衍生

Research of detection method for edible colloid in meat

Dun Li-Qin^{1*}, Wang Jing¹, Geng Shi-Wei², Wu Qiong³, Wang Feng-Cun¹, Yang Hong-Sheng⁴,

Meng Yong⁴, Tao Li-Ming⁵, Zhuang Li-Ping⁶

(1. Agro-food Quality and Safety Center of Xuzhou, Xuzhou 221000; 2. Jiangsu Quality Inspection and Testing Center for Animal Products, Nanjing 210036; 3. Jiangsu Department of Agriculture and Rural Affairs, Nanjing 210036; 4. Aquatic Products Analysis and Testing Center of Jiangsu Province, Nanjing 210017; 5. Suzhou Wujiang Municipal Bureau of Agriculture and Rural Affairs, Suzhou 215200; 6. Suzhou High Tech Zone (Huqiu) Agricultural and Water-affair Comprehensive Law Enforcement Brigade, Suzhou 215011)

Abstract: There was no qualitative or quantitative detection method for edible colloid in meat before these methods were established. This research selected κ -carrageenan and κ -carrageenan disaccharide as detection markers, which were used to detect edible colloid in meat. On this basis, detection methods for edible colloid in meat by liquid chromatography-tandem mass spectrometry, pre-column derivatization liquid chromatography-tandem mass spectrometry and pre-column derivatization liquid chromatography method were established and developed. Therefore, the problem of qualitative and quantitative detection of edible colloid in meat

was solved for the first time, and two national invention patents which were based on the detection methods were obtained. It also offers a way for the detection methods of edible colloid in other foods and agricultural products.

Key words: Meat; Carrageenan; κ -carrageenan disaccharide; Liquid chromatography; Liquid chromatography-tandem mass spectrometry; Pre-column derivatization

1 前言

肉品掺假一直以来都是肉品质量安全中广为诟病的问题，其中最典型的的就是注水、注胶问题。注水肉是指在屠宰前向动物灌水，或是屠宰后向肌肉注水而制成的肉品，其目的在于给肉品增重来获取不法收益^[1]。注水肉的危害在于不仅降低了肉品的品质，造成病原微生物等污染，还会加速肉品腐败变质速度。注胶肉是不法分子用食用胶或者工业胶替代注水肉中的水，同样通过给肉品增重来达到获取不法收益的目的，多发于零散定点屠宰点和非法屠宰窝点；而且注胶肉隐蔽性更强，除了有注水肉同样的危害之外，工业胶中重金属等残留高，危害更大^[2]。

在此之前，注胶肉的检测方法有近红外光谱法、荧光光谱法、低场核磁共振技术等，这些检测方法一般都需要建立数学模型，采用分析统计方法来进行定性检测，无法实现直接定性定量检测^[3-5]。

本课题组从2014年开始肉品中食用胶检测方法的研发，2016年申报了国家发明专利《一种畜肉中 κ -卡拉胶的液相色谱串联质谱检测方法》，2017年4月发明专利公开，2019年获得发明专利授权，首次解决了肉品中食用胶质谱法定性定量检测问题^[6]。为了取得更加有益的检测效果，2022年课题组又开发了畜肉中 κ -卡拉胶的柱前衍生-液相色谱串联质谱检测方法和柱前衍生-液相色谱检测方法，同年申报了国家发明专利《一种畜肉中 κ -卡拉胶的柱前衍生液相色谱串联质谱检测方法》和《一种畜肉中 κ -卡拉胶的液相色谱检测方法》，其中《一种畜肉中 κ -卡拉胶的柱前衍生液相色谱串联质谱检测方法》已获得发明专利授权^[7]。柱前衍生检测方法适用性更好，选择性更强，便于在检测机构推广应用。

2 注胶肉检测方法技术路线的设计

为了能准确、有效、定性定量地检测出注胶肉中食用胶，课题组建立了三条技术路线以构建完整的注胶肉中食用检测体系。

技术路线一为质谱法直接分析注胶肉中食用胶，具体为：选择胶种标志物→建立前处理