

GCMS 法测定食品中丙烯酰胺含量

GCMS-380

摘要： 本文使用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX，建立了食品中丙烯酰胺含量的检测方法。样品用乙腈萃取，提取液经硅烷化试剂衍生后，采用 FASST (SCAN & SIM) 模式进行检测。在 5~1000 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，丙烯酰胺线性相关系数在 0.999 以上。取浓度为 5 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积的相对标准偏差小于 5%。在 25 $\mu\text{g/kg}$ 和 500 $\mu\text{g/kg}$ 加标水平下，丙烯酰胺的加标回收率在 95.7~108.6% 之间。本方法操作简单，可为食品中丙烯酰胺含量的测定提供参考。

关键词： 气相色谱质谱联用法 食品 丙烯酰胺

虽然早在 1994 年，丙烯酰胺就被国际癌症研究中心 (IARC) 列为 II A 类可致癌物，但是由于对人类致癌性证据有限，国内还没有相关法规或标准明确规定食品中丙烯酰胺的限量。不可忽视的是，近年来食品中检测出丙烯酰胺的情况层出不穷，这也引起了政府机构和科研组织的持续关注。

丙烯酰胺是一种不饱和酰胺，其纯品为无色透明晶体。研究表明，丙烯酰胺具有较强的渗透性，可经消化道、呼吸道、皮肤黏膜等进入人体，引起神经损害并造成生殖毒性。此外，动物实验和细胞实验表明

丙烯酰胺可导致哺乳动物体细胞和生殖细胞发生基因突变和染色体异常，引发癌症。食品中的丙烯酰胺主要是由天冬酰胺和还原糖在高温条件下发生的美拉德反应形成的。油炸食品和焙烤食品，包括薯条、薯片、咖啡、饼干、面包等，是人体摄入的丙烯酰胺的主要来源。

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了食品中丙烯酰胺的检测方法，相较 GB 5009.204-2014 中使用的溴化衍生法，本方法操作简单，重复性好，可用于测定食品中丙烯酰胺的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 试验条件

色谱柱：Stabliwax, 30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱温程序：50 $^{\circ}\text{C}$ (2 min)_15 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _120 $^{\circ}\text{C}$ (2 min) _
25 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ _250 $^{\circ}\text{C}$ (3 min)

进样口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

载气控制方式：恒线速度，38.2 cm/sec

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子化方式：EI

检测器电压：调谐电压 +0.2 kV

采集模式：FASST，具体参数见表 1

■ 样品前处理

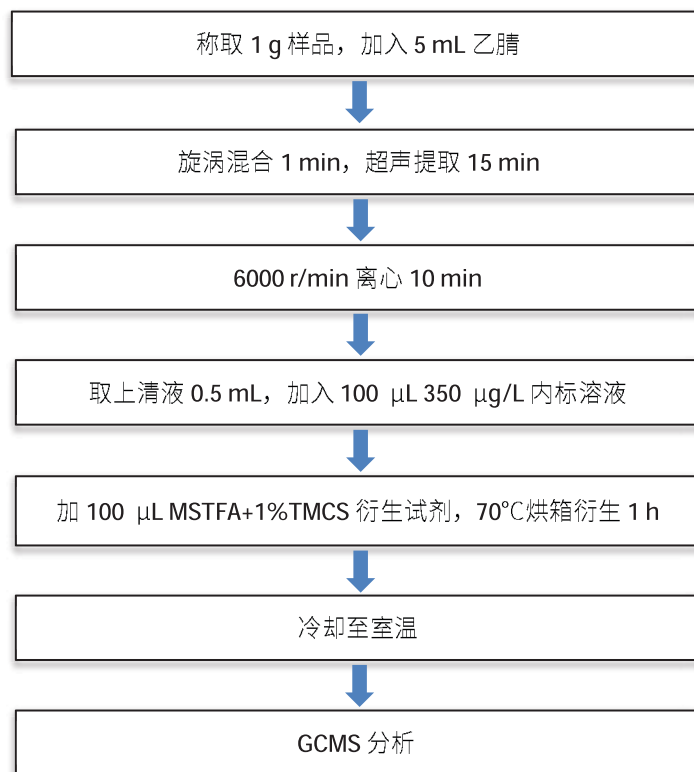


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准品图谱

取衍生后的丙烯酰胺标准溶液（浓度为 1000 μg/L），采用 GCMS 检测，得到丙烯酰胺标准溶液色谱图见图 2。校准曲线第二点（浓度为 20 μg/L）质量色谱图见图 3。相关化合物信息见表 1

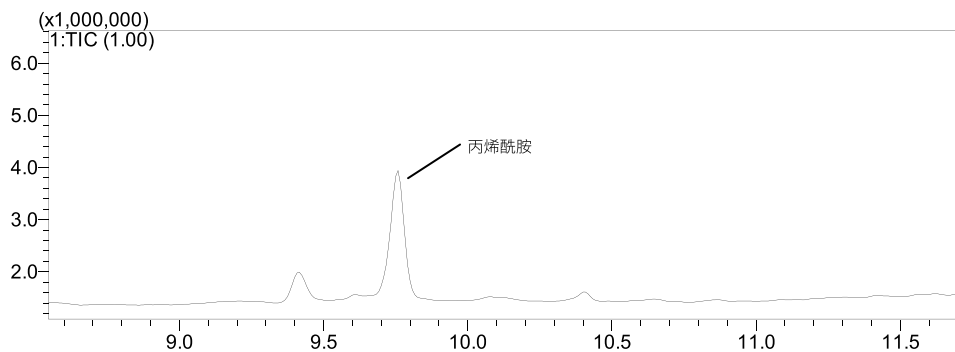


图 2 丙烯酰胺标准溶液色谱图 (1000 μg/L)

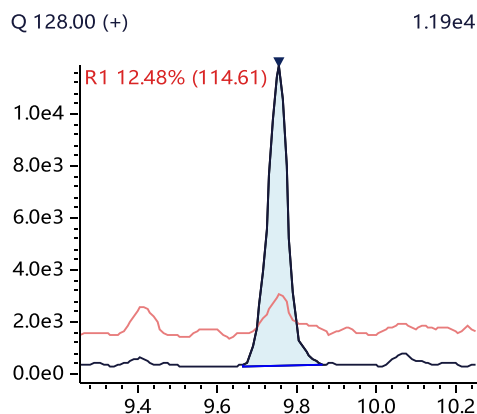


图3 丙烯酰胺 (20 µg/L) 质量色谱图

表1 丙烯酰胺及其内标信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定量离子 (m/z)
1	丙烯酰胺	Acrylamide	79-06-1	9.75	128	85
2	丙烯酰胺- ¹³ C ₃	Acrylamide- ¹³ C ₃	287399-26-2	9.75	131	87

3.2 标准曲线和检出限

用乙腈作溶剂，配制浓度为 5、20、100、200、1000 µg/L 的标准曲线溶液，内标浓度为 50 µg/L，考察丙烯酰胺的校准曲线回归方程的相关系数。其中仪器检出限是根据 5 µg/L 标准溶液谱图，按 3 倍噪声计算。线性相关系数和检出限见表 2。

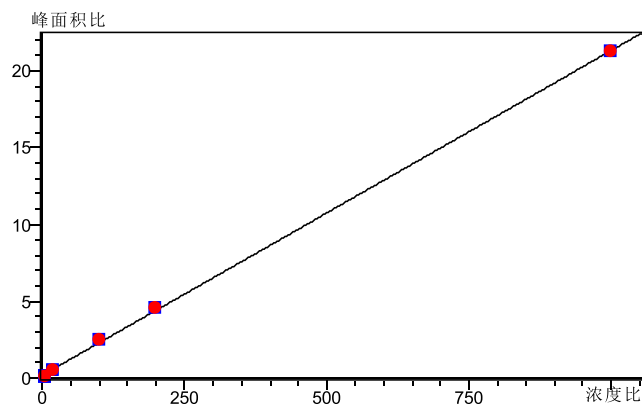


图4 丙烯酰胺标准曲线

表2 丙烯酰胺标准曲线信息和检出限

No.	化合物名称	线性相关系数	S/N (5 µg/L)	检出限 (µg/L)
1	丙烯酰胺	0.99984	19.57	0.77

3.3 重复性

取浓度为 5 µg/L 的标准溶液，重复进样 6 次，考察仪器的重复性。重复性结果见表 3。

表3 丙烯酰胺标准溶液 (5 µg/L) 重复性结果

No.	名称	峰面积						峰面积 RSD%
		1	2	3	4	5	6	
1	丙烯酰胺	11215	10499	11051	9745	10625	10371	4.95

3.4 样品测定

取 1 g 粉碎后的面包样品，按照上述前处理步骤处理并测定。样品中未检出丙烯酰胺，样品的色谱图见图 5。

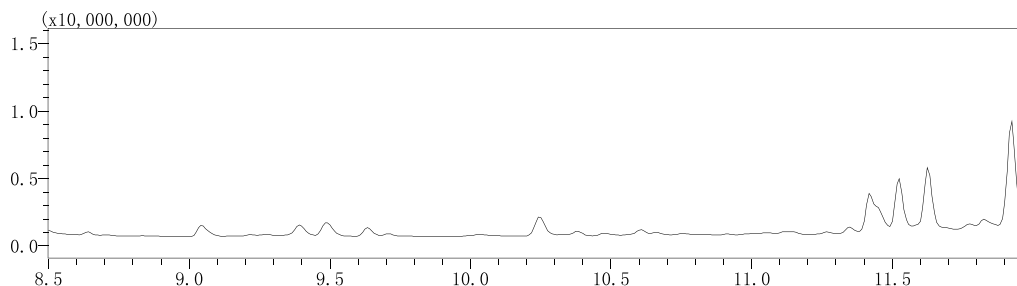


图5 测试面包样品色谱图

3.5 样品加标回收率

对上面包样品进行加标回收实验，加标量为 25 和 500 µg/kg，按图 1 进行前处理，每个浓度做 3 个平行样。加标回收率结果见表 4。

表4 丙烯酰胺加标回收率结果

No	添加浓度 (µg/kg)	加标样测得值 (µg/kg)			平均回收率 (%)
		1	2	3	
1	25	26.99	27.15	23.93	104.1
2	500	531.47	527.73	512.19	104.8

■ 结论

采用岛津公司气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了食品中丙烯酰胺的检测方法，在 5~1000 µg/L 浓度范围内，丙烯酰胺线性相关系数在 0.999 以上。取浓度为 5 µg/L 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差在 5% 以下。在 25 和 500 µg/kg 的加标水平下，丙烯酰胺的加标回收率均在 95.7%~108.6% 之间。与《GB 5009.204-2014 食品安全国家标准 食品中丙烯酰胺的测定》标准方法相比，本方法操作简单，重复性好，可用来测定食品中的丙烯酰胺的含量。

岛津应用云

