

# LC-15C 测定食品接触材料食品模拟物中丙烯酰胺的含量

LC-139

**摘要：**本文建立了一种使用岛津 LC-15C 系统测定食品接触材料食品模拟物中丙烯酰胺含量的方法。一次性饭盒样品中加入沸水作为食品模拟物，待水冷却至室温后，过滤上机检测。使用外标法绘制丙烯酰胺的校准曲线，校准曲线的相关系数在 0.999 以上。对 0.25 和 1 mg/L 的标准工作溶液连续测定 6 次，保留时间 RSD % 在 0.019 % ~ 0.023 % 之间，峰面积 RSD % 在 0.35 % ~ 0.61 %，仪器精密度良好。水性食品模拟物样品加标考察方法的检出限和定量限，丙烯酰胺的检出浓度为 0.01 mg/L，最低定量浓度为 0.05 mg/L。在定量限浓度加标考察回收率，两次结果平行性良好，回收率合理，表明前处理方法准确有效。

**关键词：**LC-15C 食品接触材料食品模拟物丙烯酰胺

丙烯酰胺（英文名 Acrylamide，CAS 79-06-1）是一种水溶性的神经毒素，容易被人体的消化道、呼吸道、皮肤等组织吸收，被国际癌症研究机构评定为可致癌化学用品。

随着食品生产技术的日益多元化，食品安全问题已经不仅仅限于食品本身，还包括与食品直接或间接接触的材料。这些材料包括食品容器、包装材料、餐厨具等，统称为食品接触材料（FCM）。FCM 在与食品接触过程中，其组成成分在使用条件下可能会少量迁移到食品

中，带来安全隐患。

丙烯酰胺可作为乙烯基聚合物的交联剂，聚乙烯是塑料 FCM 的主要原料。因此塑料制品中可能残留丙烯酰胺，并迁移到食品中，严重危害人体健康。

本文参考 SN/T2281-2009《食品接触材料高分子材料食品模拟物中丙烯酰胺的测定高效液相色谱法》，使用岛津 LC-15C 液相色谱系统建立了一种快速准确测定一次性饭盒水性模拟物中丙烯酰胺含量。

## 实验部分

### 1.1 仪器

本实验使用岛津 LC-15C 液相色谱系统，包括 LC-15C Pump×2(输液泵)，SIL-10AF(自动进样器)，CTO-15C(柱温箱)，SPD-15C(紫外检测器)，LCsolution 15C 色谱工作站。

### 1.2 分析条件

液相条件

流动相：甲醇：水（5：95，体积比）

流速：0.6 mL/min

色谱柱：Inertsil ODS-SP 4.6 mm I.D.×150 mm L., 5 μm

进样体积：20 μL

柱温：35℃

检测波长：197 nm

洗脱方式：等度洗脱

### 1.3 萃取溶剂的配制

称取 5 mg 丙烯酰胺，精确到 0.0001 g，置 10 mL 容量瓶中，用甲醇溶解并定容，摇匀，配成质量浓度为 500 mg/L 的标准储备溶液。

标准稀释储备液（50 mg/L）：取丙烯酰胺标准储备液 1 mL，用甲醇稀释并定容至 10 mL 容量瓶中，摇匀。

中间标准液（5 mg/L）：取丙烯酰胺标准稀释储备液 1 mL，用纯水稀释并定容至 10 mL 容量瓶中，摇匀。

丙烯酰胺标准工作溶液：用纯水配制浓度分别为 0、0.05 μg/mL、0.25 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、4 μg/mL 的丙烯酰胺标准工作溶液。

### 1.4 样品前处理方法

食品模拟物水样品前处理：移取 200 mL 的沸水于待测塑料饭盒中，冷却至室温，取 1 mL 过 0.22 μm 滤膜，滤液作为待测样液，备用。

## 结果讨论

### 2.1 标准样品分析

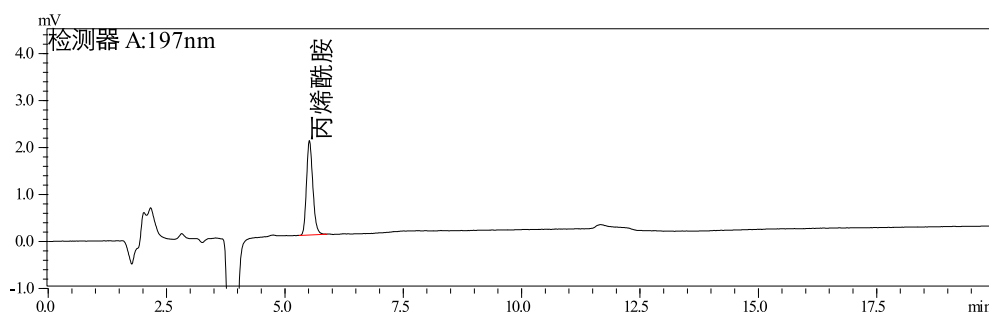


图1 丙烯酰胺标准品197 nm 下的色谱图(0.05 mg/L)

### 2.2 线性范围

将0、0.05、0.25、1、2、4 mg/L不同浓度的标准工作液按1.2中的分析条件进行测定，外标法定量。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标，绘制校准曲线如图2所示；所得校准曲线线性关系良好，相关系数大于0.999，见表2。

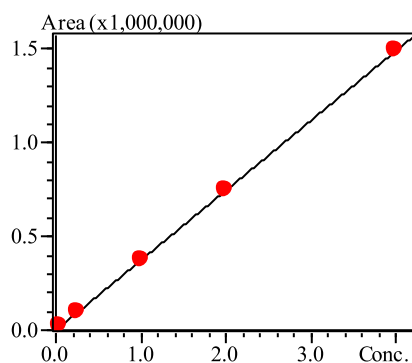


图2 丙烯酰胺校准曲线

表2 丙烯酰胺的校准曲线参数

名称	校准曲线	相关系数 r	线性范围 (mg/L)
丙烯酰胺	$Y = (372793)X + (-146.862)$	0.9999	0-4

### 2.3 精密度实验

对0.25 mg/L和1 mg/L的标准工作溶液连续测定6次，考察仪器的精密度，保留时间和峰面积的重复性结果如表3所示。保留时间RSD%在0.019%~0.023%之间，峰面积RSD%在0.35%~0.61%，仪器的精密度良好。

表3 保留时间和峰面积重复性结果(n=6)

样品名称	RSD% (0.25 mg/L)		RSD% (1mg/L)	
	RT	Area	RT	Area
丙烯酰胺	0.023	0.61	0.019	0.35

### 2.4 检出限和定量限

将S/N=3定义为检出限，将S/N=10定义为定量限。本方法的检出浓度为0.01 mg/L，最低定量浓度为0.05 mg/L。将食品模拟物样品按照1.4样品前处理方法处理后，上机测试，所得色谱图如图3~图5所示，空白食品模拟物样品对应的谱图见图3。经过流动相条件优化，食品模拟物基质在丙烯酰胺出峰时间无干扰。检出限对应的谱图见图4，定量限对应的谱图见图5。

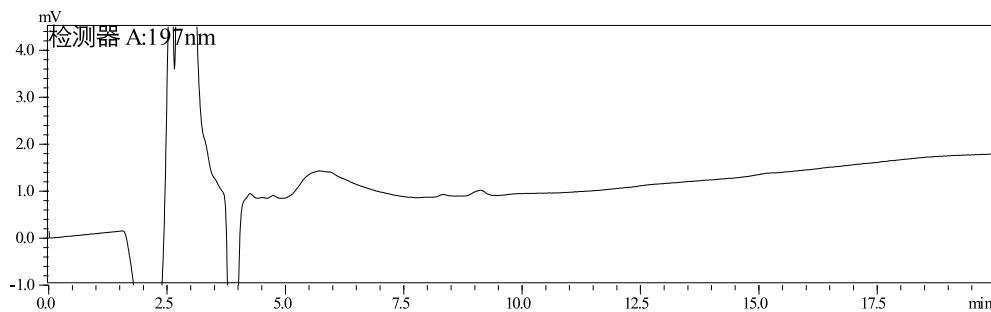


图3 食品模拟物样品在197 nm 下的色谱图

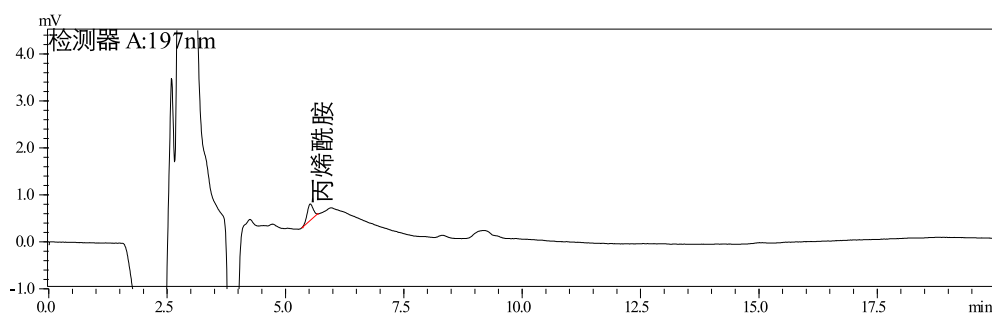


图4 加标食品模拟物样品在197 nm 下的色谱图 (加标量 0.01 mg/L)

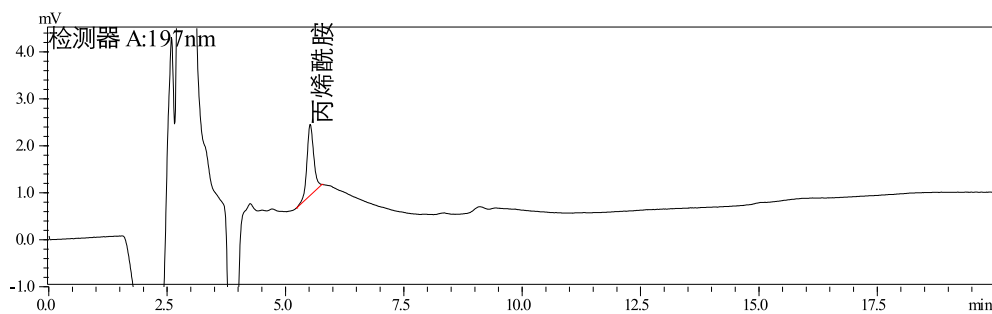


图5 加标食品模拟物样品在197 nm 下的色谱图 (加标量 0.05 mg/L)

## 2.5 实际样品分析

实际样品分析结果见表4。空白食品模拟物样品中未检测到丙烯酰胺。对食品模拟物样品0.05 mg/L 加标提取两次，回收率合理，平行性良好。

表4 食品模拟物中丙烯酰胺的分析结果

	丙烯酰胺	
	实测值	回收率 (%)
空白食品模拟物	—	—
0.05 mg/L 加标-1	0.049	98
0.05 mg/L 加标-2	0.050	100

## ■ 结论

本文建立了使用岛津 LC-15C 液相色谱测定食品接触材料食品模拟物中丙烯酰胺含量的方法。使用外标法绘制校准曲线，校准曲线的相关系数在 0.999 以上。对 0.25 mg/L 和 1 mg/L 的标准溶液连续测定 6 次，保留时间 RSD % 在 0.019 % ~ 0.023 % 之间，峰面积 RSD% 在 0.35 % ~ 0.61 %，仪器精密度良好。水性食品模拟物样品加标考察方法的检出限和定量限，分别在 0.01 mg/L 和 0.05 mg/L，满足 SN/T2281-2009《食品接触材料高分子材料食品模拟物中丙烯酰胺的测定高效液相色谱法》标准要求。在定量限加标考察回收率，两次试验结果平行性良好，回收率合理，表明前处理方法准确有效。岛津 LC-15C 系统能够满足食品模拟物中丙烯酰胺的检测要求。