

GCMS 法测定食品中丙烯酰胺的含量

GCMS-528

摘要：本文参考标准 GB 5009.204-2014，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了食品中丙烯酰胺含量的测定方法。样品用超纯水萃取，提取液净化后用溴试剂进行衍生，采用 SIM 模式进行检测。在 10~1000 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，丙烯酰胺衍生物线性相关系数为 0.9998，检出限为 0.18 $\mu\text{g/L}$ 。取浓度为 10 $\mu\text{g/L}$ 衍生后的标准溶液，连续进样 6 次，丙烯酰胺衍生物峰面积的相对标准偏差小于 3%。在 1.0 $\mu\text{g/kg}$ 的实际样品加标水平下，加标回收率为 95.5%。本方法定量数据准确可靠，可为食品中丙烯酰胺含量的测定提供参考。

关键词：气质联用仪 丙烯酰胺 食品

技术特点：

- ❖ 参考标准 GB 5009.204-2014 中第二法稳定性同位素稀释的气相色谱 - 质谱法进行检测。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，内标法定量，提高了定量的灵敏度。

丙烯酰胺是一种白色的结晶性化学物质，用于生产化学原料聚丙烯酰胺。2002 年瑞典科学家首次在油炸和烘焙食品中检测出高浓度的丙烯酰胺，引起了全球对含有丙烯酰胺食品安全性的关注。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。

丙烯酰胺具有生殖发育毒性、致癌性、遗传毒性等作用，已被世界卫生组织国际癌症研究中心 (IARC)

列为 2A 类可能致癌物。

本文参考《GB 5009.204-2014 食品安全国家标准 食品中丙烯酰胺的测定》第二法稳定性同位素稀释的气相色谱 - 质谱法，采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了食品中丙烯酰胺含量的测定方法，样品经纯水提取，提取液采用基质固相分散萃取净化，用溴试剂衍生，采用 SIM 模式进行检测，内标法定量。该方法定量数据准确，灵敏度高，可为食品中丙烯酰胺的检测提供参考。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪：GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色 谱 柱：SH-I-5Sil MS，30 m \times 0.25 mm \times 0.25 μm

柱 温 程 序：65 $^{\circ}\text{C}$ (1 min)_15 $^{\circ}\text{C}$ /min _200 $^{\circ}\text{C}$ _40 $^{\circ}\text{C}$ /min _280 $^{\circ}\text{C}$ (5 min)

进 样 口 温 度：280 $^{\circ}\text{C}$

离子化方式：EI

载气控制模式：恒线速度

离子源温度：250 $^{\circ}\text{C}$

线 速 度：36.6 cm/s

接 口 温 度：280 $^{\circ}\text{C}$

进 样 方 式：不分流进样

检测器电压：调谐电压 +0.3 kV

进 样 量：1 μL

采 集 模 式：SIM，离子信息见表 1

■ 样品前处理

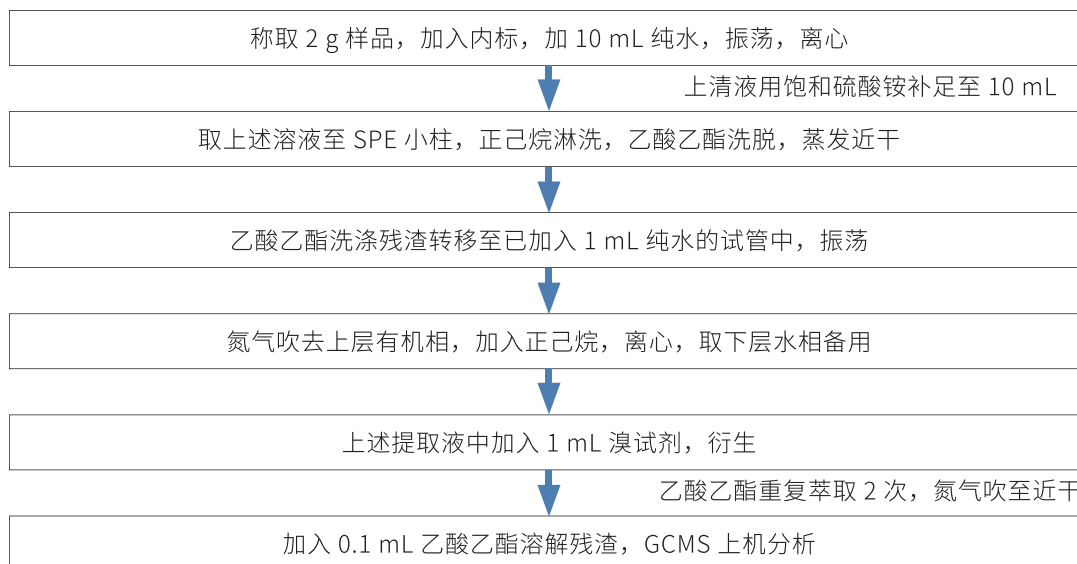


图 1 前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 丙烯酰胺衍生物色谱图

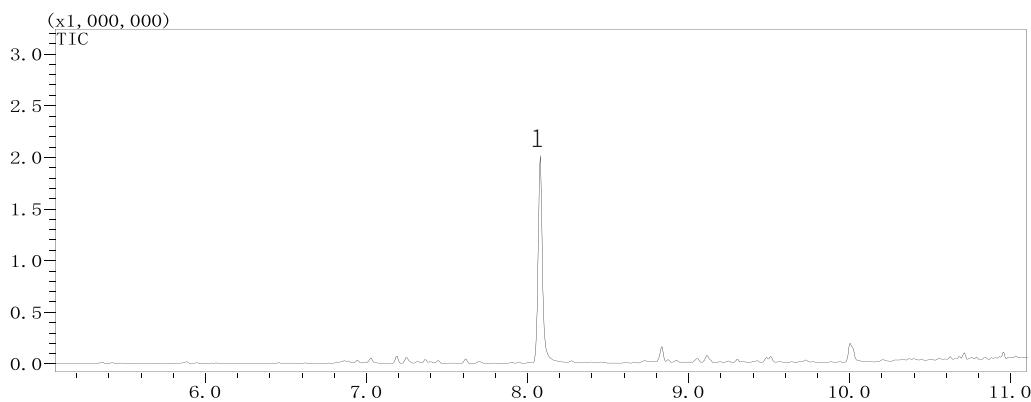


图 2 丙烯酰胺衍生物色谱图 (500 µg/L)

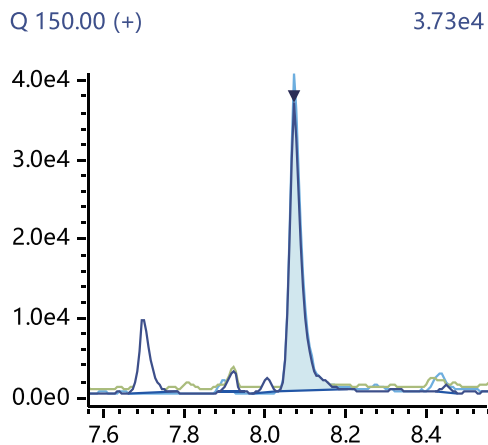


图 3 丙烯酰胺衍生物质量色谱图 (50 µg/L)

表 1 丙烯酰胺及其内标物信息

No.	中文名称	英文名称	CAS 号	检测目标物	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	丙烯酰胺	Acrylamide	79-06-1	丙烯酰胺衍生物	8.069	150	133、152
2	丙烯酰胺- ¹³ C ₃	Acrylamide- ¹³ C ₃	287399-26-2	丙烯酰胺- ¹³ C ₃ 衍生物	8.069	155	108、153

3.2 标准曲线和检出限

用水做溶剂，配置丙烯酰胺浓度为 10、50、200、500 和 1000 μg/L 标准系列，内标浓度为 50 μg/L，经衍生后上机，以浓度比为横坐标，定量离子峰面积比为纵坐标进行线性拟合，丙烯酰胺衍生物标准曲线如下所示，根据最低点标样数据，以 3 倍信噪比计算仪器检出限。丙烯酰胺衍生物标准曲线相关系数及检出限如下表 2 所示：

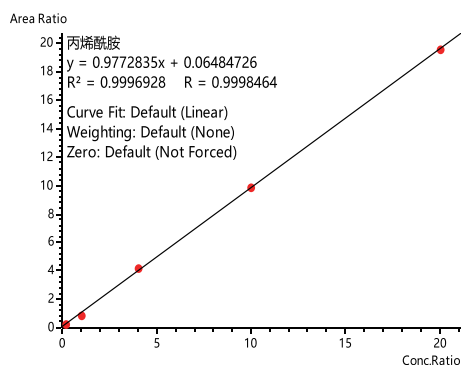


图 4 丙烯酰胺衍生物标准曲线

表 2 标准曲线相关系数及检出限

No.	化合物名称	线性相关系数	检出限 (μg/L)
1	丙烯酰胺衍生物	0.9998	0.18

3.3 重复性实验

取最低浓度点的标准品衍生溶液，连续进样 6 次，考察仪器的重复性，测定结果见表 3。

表 3 重复性结果

No	化合物名称	峰面积						峰面积 RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	丙烯酰胺衍生物	15302	15682	15788	15370	14955	16063	2.55

3.4 实际样品与加标回收率

取 2 g 粉碎后的方便面样品，在样品中添加目标组分标准溶液，添加浓度为 1.0 μg/kg，平行处理 3 份，该样品色谱图见图 5，样品加标测定结果及加标回收率结果见表 4。

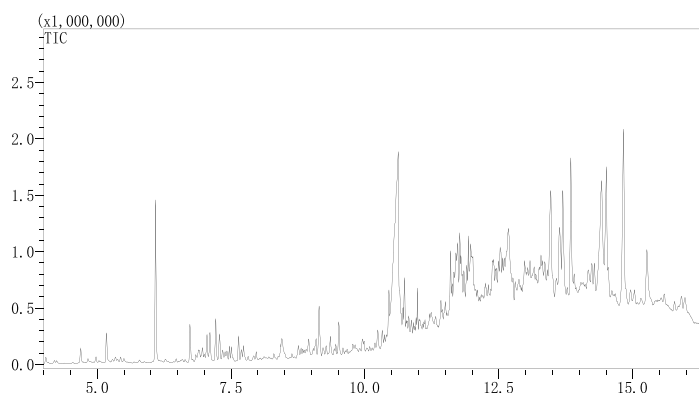


图 5 样品色谱图

表 4 加标回收率结果

No.	化合物名称	样品浓度 (µg/kg)	加标样测定浓度 (µg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	丙烯酰胺衍生物	N.D.	1.01	0.870	0.985	95.5

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本方法采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪检测食品中丙烯酰胺的含量。在 10~1000 µg/L 浓度范围内，丙烯酰胺衍生物的标准曲线线性良好，相关系数 R 为 0.9998，检出限为 0.18 µg/L。取标准曲线最低浓度点的标准溶液连续进样 6 针，丙烯酰胺衍生物峰面积 RSD 小于 3%，精密度良好。在 1.0 µg/kg 的实际样品加标水平下，回收率为 95.5%。本方法参考标准 GB 5009.204-2014，灵敏度高，能够有效检测食品中丙烯酰胺的含量。

岛津应用云

