

GC-MS/MS 法测定食品中丙烯酰胺含量

GCMSMS-207

摘要： 本文使用岛津气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪 GCMS-TQ8050 NX，建立了食品中丙烯酰胺含量的检测方法。在 1~100 $\mu\text{g/L}$ 浓度范围内，丙烯酰胺线性相关系数在 0.9998 以上。取浓度为 1 $\mu\text{g/L}$ 的标准溶液，连续进样 6 次，峰面积 RSD 小于 3%。在 5 $\mu\text{g/kg}$ 和 100 $\mu\text{g/kg}$ 加标水平下，丙烯酰胺的加标回收率在 90.2~108.7% 之间。本方法适用于对食品中丙烯酰胺的测定。

关键词： 气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪 食品 丙烯酰胺

丙烯酰胺是一种神经毒素和生殖毒素，也是一种潜在的致癌物。食品中有多种形成丙烯酰胺的途径，其中最主要的是由天冬酰胺和还原糖在高温条件下发生的美拉德反应。油炸食品或焙烤食品，在制作过程中往往会发生美拉德反应，从而生成较高浓度的丙烯酰胺，这两类食品也是人体摄入的丙烯酰胺的主要来源。

现有的丙烯酰胺测试方法包括气相色谱法、液相色谱法、气质联用法和液质联用法。其中前两者用作

筛选方法。虽然气质联用法灵敏度较高，但是常用的溴化衍生法操作较复杂，硅烷化衍生法中目标物受基质干扰较严重；液质联用法虽然不需要衍生，但是需要通过多次固相萃取净化，前处理操作过程繁琐。

本文利用岛津 GCMS-TQ8050 NX 气质联用仪，建立了食品中丙烯酰胺的检测方法。与国标中的溴化衍生法相比，硅烷化衍生法操作简单，灵敏度高，专属性强，串联质谱 MRM 方法有效增强了食品中丙烯酰胺测定时的抗基质干扰能力。

■ 实验部分

1.1 仪器

GCMS-TQ8050 NX 气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪

1.2 分析条件

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 $^{\circ}\text{C}$

载气控制方式：恒线速度，38.2 cm/s

进样方式：不分流进样

进样量：1 μL

离子化方式：EI

离子源温度：230 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度：250 $^{\circ}\text{C}$

检测器电压：调谐电压 +0.6 kV

采集模式：MRM，离子信息见表 1

■ 样品前处理

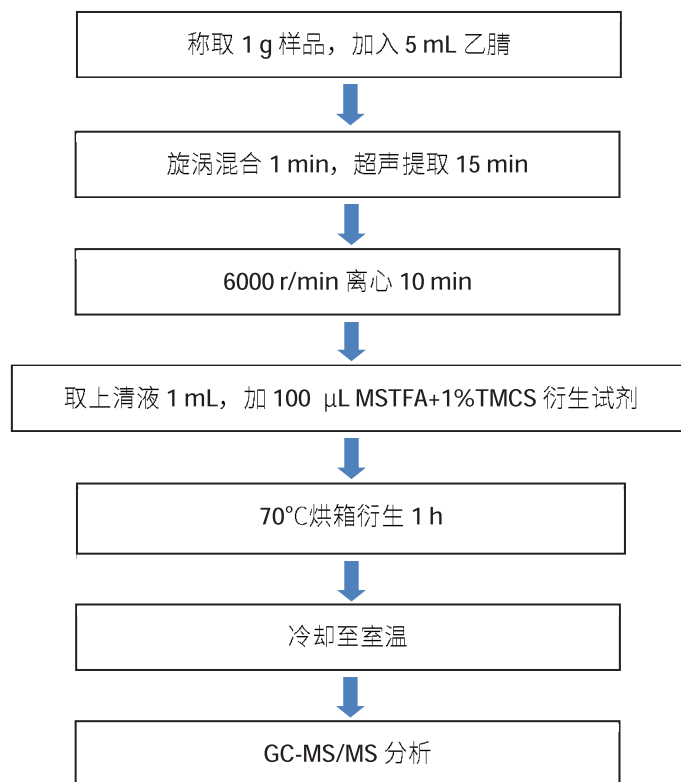


图 1 样品前处理流程图

■ 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 20 μg/L），采用 GCMS-TQ8050 NX 检测，得到丙烯酰胺色谱图见图 2。标准曲线最低点（浓度为 1 μg/L）MRM 图见图 3，化合物信息见表 1。

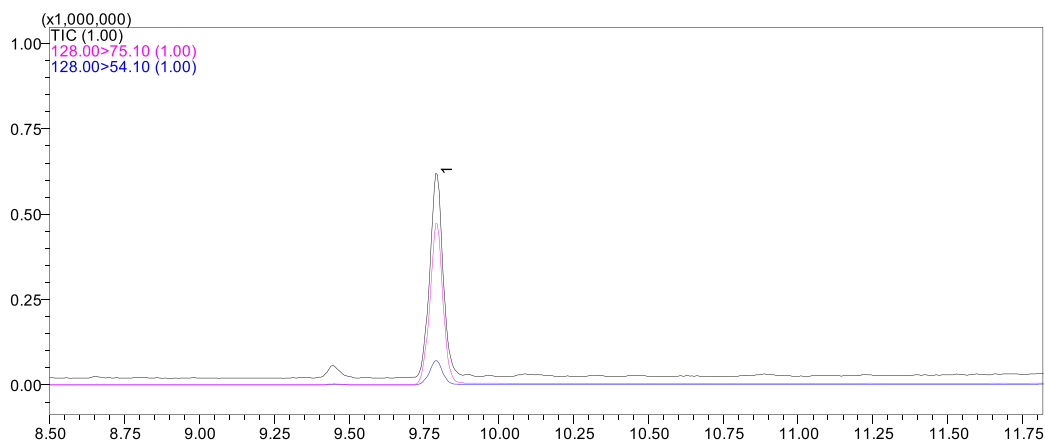


图 2 丙烯酰胺色谱图 (20 μg/L)

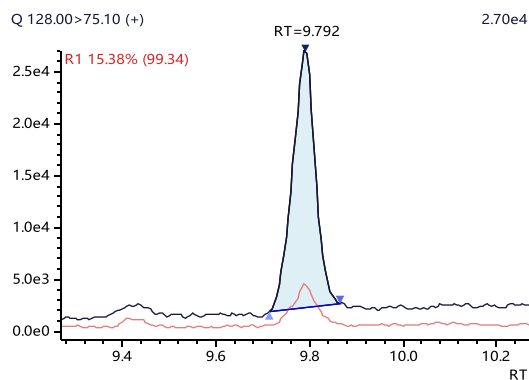


图3 丙烯酰胺 MRM 质量色谱图 (1 µg/L)

表1 丙烯酰胺信息

No.	化合物名称	英文名称	CAS 号	保留时间 (min)	特征离子对	碰撞电压 (V)
1	丙烯酰胺	Acrylamide	79-06-1	9.77	128.0>75.1 128.0>54.1	10 20

3.2 标准曲线及检出限

用乙腈作溶剂，配制浓度为 1、5、20、50、100 µg/L 的标准曲线溶液，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。

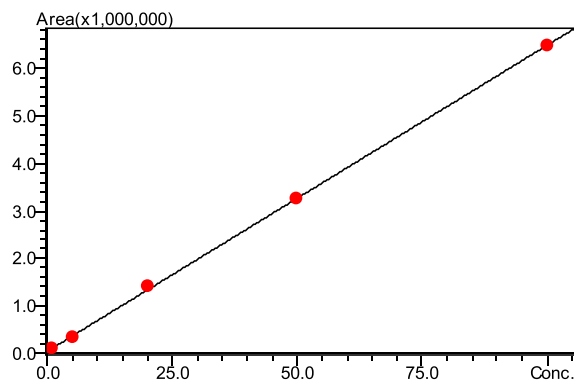


图4 丙烯酰胺标准曲线

表2 丙烯酰胺标准曲线信息和检出限

No.	化合物名称	相关系数 R	S/N (1 µg/L)	检出限 (µg/L)
1	丙烯酰胺	0.9998	22.83	0.13

3.3 重复性

取浓度为 1 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 (1 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	84130	82299	81667	82637	82603	86244	2.01

3.4 样品测定及回收率考察

对某薯片样品进行加标回收实验，加标量为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，按图 1 进行前处理，每个浓度做 3 个平行样。薯片样品中测得丙烯酰胺，浓度为 3.98 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ，色谱图见图 5。加标回收率结果见表 4。

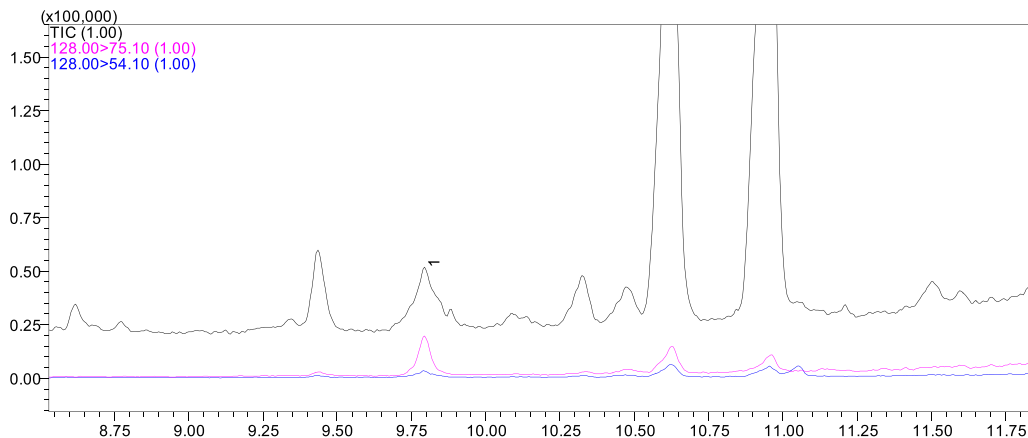


图 5 薯片样品色谱图

表 3 丙烯酰胺标准溶液 (1 $\mu\text{g}/\text{L}$) 重复性结果

No.	添加浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	样品含量 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	加标样测得值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	5	3.98	9.42	9.31	9.26	107.0
2	100		94.14	98.32	99.46	93.3

■ 结论

采用岛津公司气相色谱 - 三重四极杆质谱联用仪 GCMS-TQ8050 NX 建立了食品中丙烯酰胺的检测方法。在 1~100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 浓度范围内，线性相关系数在 0.9998 以上。取浓度为 1 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准溶液重复进样 6 次，峰面积的相对标准偏差在 3% 以下。在 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 100 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 的加标水平下，丙烯酰胺的加标回收率均在 90.2%~108.7% 之间。与现有丙烯酰胺测试方法相比，本方法操作简便，灵敏度高，串级质谱抗干扰能力强，适用于食品中微量丙烯酰胺的测定。

岛津应用云

