

基于SCIEX三重四极杆质谱系统对食品接触材料中丙烯酰胺迁移量的测定

Determination of the Migration Content of Acrylamide in Food Contact Materials by SCIEX Triple Quad LC-MS/MS system

程龙¹, 林洁², 赵祥龙¹, 李立军¹, 郭立海¹

Cheng Long¹, Lin Ji², Zhao Xianglong¹, Li Lijun¹, Guo Lihai¹

¹ SCIEX应用支持中心 广州; ² 云南省疾病预防控制中心 云南省昆明市

¹ SCIEX China, Guangzhou ² Yunnan Provincial Center for Disease Control and Prevention Kunming City, Yunnan Province

Keywords: acrylamide; food contact materials; LC-MS/MS

引言

丙烯酰胺是一种公认的神经毒素和准致癌物，动物实验和体外细胞实验都证明丙烯酰胺还可导致遗传物质发生改变，早在2005年国际癌症研究机构就将其列为2A级致癌物质^[1-2]。它是一种无色、无臭、透明片状晶体。可溶于水、醇、丙酮、醚和三氯甲烷，微溶于甲苯，不溶于苯和庚烷。相对分子质量为71.08，结构式如图1所示。人体与丙烯酰胺接触的途径主要通过饮用水、食品、美容产品、包装材料、化妆品、纸盒厚纸板等^[3]，其中，对食品接触材料中丙烯酰胺迁移量的监控对保障人体健康安全尤为重要。

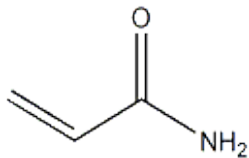


图1. 丙烯酰胺的结构式

本文运用SCIEX Triple Quad™系统对食品接触材料接触纸和纸板中丙烯酰胺迁移量的测定。其原理是食品接触纸和纸板采用食品模拟物接触，丙烯酰胺迁移到浸泡液中，根据不同的模拟物进

行预处理后，经液相色谱质谱法测定，在一定浓度范围内，可以对样品中的丙烯酰胺迁移量进行外标法定量检测并确证。

实验方法特点：

1. 建立LC-MS/MS方法，2.5 min内完成食品接触材料中丙烯酰胺迁移量的检测，快速高效。
2. 灵敏度高，线性范围0.01 mg/L¹ mg/L，各浓度点的准确度均在80-120%之间，且r均大于0.999，线性相关性良好，定量准确。
3. 方法的定量限高于欧盟法规中对食品接触材料中丙烯酰胺迁移量的限量要求。

液质检测平台：SCIEX ExionLC™ + SCIEX Triple Quad™ 系统：



SCIEX ExionLC™系统 + SCIEX Triple Quad™ 4500系统

实验方法

1. 色谱条件

- a) 色谱柱: Phenomenex Kinetex C18 (100 × 3.0 mm, 2.6 μm), 或性能相当者。
- b) 流动相: A为 0.1%甲酸水溶液;
B为乙腈, 等梯度 (A:B=30:70) 洗脱程序。
- c) 流速: 400 μL/min。
- d) 柱温: 40 °C。
- e) 进样量: 10 μL。

2. 质谱方法

扫描方式: MRM

离子源: ESI+源

离子源参数:

电压 IS: 5500 V (+) 源温度 TEM: 550 °C
 气帘气 CUR: 25 psi 碰撞气CAD: Medium
 雾化气 GS1: 55 psi 辅助气GS2: 55 psi

丙烯酰胺的MRM参数列表1:

Q1	Q3	Dwell Time (ms)	ID	DP	CE
72	55.1	200	Acylamide-1	20	15
72	44	200	Acylamide-2	20	20

3. 样品前处理

样品迁移试验: 按照 GB5009.156-2016和 GB31604.1-2015规定的迁移试验方法及试验条件进行迁移试验。水基、酸性、酒精类食品模拟物试液: 将食品模拟物试液通过0.22 μm微孔滤膜过滤后供测定用。油基食品模拟物: 称取10 g (精确至0.01 g) 油基食品模拟物试液至比色管中, 加入10.0 mL水, 剧烈振荡1 min, 静置分层。取下层水溶液, 通过0.22 μm滤膜过滤后供测定用。

实验结果

1. 丙烯酰胺的提取离子流色谱图:

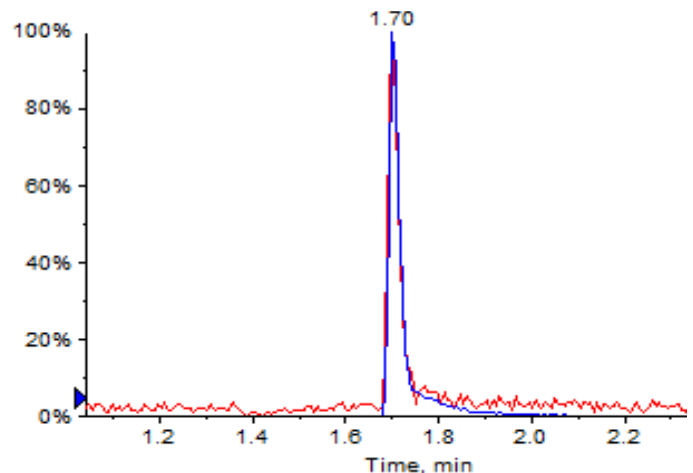


图2. 丙烯酰胺提取离子流图。

2. 线性范围、回归方程、回归系数以及检出限:

丙烯酰胺在0.01~1 mg/L均具有良好的线性, 其回归系数 $r > 0.999$, 详见表2。

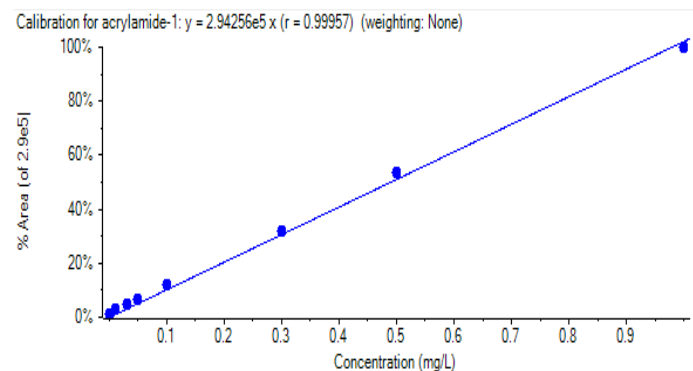


图3. 丙烯酰胺的标准曲线。

表2. 丙烯酰胺线性范围、回归曲线、回归系数以及检出限。

化合物名称	线性范围 (mg/L)	回归方程	回归系数 r	检出限 (mg/L, S/N=3)
丙烯酰胺	0.01-1	$y = 294.25356 x$	$r = 0.99955$	0.005

3. 方法重现性：使用不同空白基质考察实验的重现性，添加浓度0.03 mg/L，连续进样6针，所有化合物RSD值均小于3%，表明样品在Turbo V™离子源作用下，在复杂基质中，仍然具有良好的重现性。

化合物名称	RSD%(n=6)
丙烯酰胺	2.8

实际样品的检测：

对某地区内食品包装材料一次性纸板、纸盒进行抽查检测，其中某牌一次性纸盒在95%乙醇作为食品模拟物、温度60 °C、迁移试验2 h，接触面积与所接触食品体积比 $S/V=6 \text{ dm}^2/\text{kg}$ ，测出食品模拟物中丙烯酰胺迁移量为0.012 mg/L。纸盒试样中丙烯酰胺的迁移量为0.002 mg/dm²。其色谱图见图4。

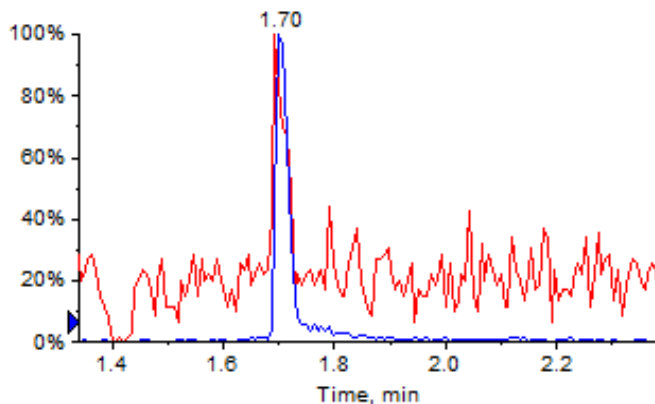


图4. 某品牌一次性纸碗中检测出丙烯酰胺的色谱图

总结

1. 本文基于SCIEX Triple Quad™系统，建立食品接触材料中丙烯酰胺迁移量的测定的LC-MS/MS方法。2.5 min，简便快速，省时省力。
2. 灵敏度高，线性范围0.01~1 mg/L各浓度点准确度均在80-120%之间，且 $r > 0.999$ ，线性相关性良好，定量准确。方法的定量限高于欧盟法规中对食品接触材料中丙烯酰胺迁移量的限量要求。
3. SCIEX的Turbo V™离子源，可实现最高750 °C离子源温度设计和主动排废气功能带来高离子化效率和极强的抗污染能力。在日常工作中，大批量样本检测过程，仍可以保证稳定的高灵敏度和重现性。

参考文献

1. 马世昌,主编.有机化合物辞典.西安:陕西科学技术出版社.1988:112.
2. 安家驹,主编;包文淦,王伯英,李顺平,合编.实用精细化工辞典.北京:中国轻工业出版社.2000:307.
3. 吴世敏,印德麟,主编.简明精细化工大辞典.沈阳:辽宁科学技术出版社.1999:217.

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。© 2020 DH Tech. Dev. Pte. Ltd.

RUO-MTK-02-12324-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7200
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州分公司
广州市天河区珠江西路15号
珠江城1907室
电话：020-8510-0200
传真：020-3876-0835
官方微信：[ABSciex-China](https://www.absciex.com.cn)