

## 实验技术与方法

微波消解-碰撞反应池技术电感耦合等离子体质谱法  
测定粮食中硒的方法研究

殷忠

(贵州省疾病预防控制中心, 贵州 贵阳 550004)

**摘要:**目的 建立测定粮食硒的微波消解-碰撞反应池技术电感耦合等离子体质谱法,为准确定量粮食含硒量提供新的可靠方法。方法 样品经微波消化后直接采用碰撞反应池电感技术结合耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)进行测定。用锆( $^{90}\text{Zr}$ )内标校正基体干扰和漂移,用高性能Xs接口降低非质谱干扰,用碰撞反应池技术(CRCT模式)消除质谱干扰。结果 方法的标准曲线最佳线性范围为0~100  $\mu\text{g/L}$ ,相关系数为0.999 8。方法检出限0.002 5 mg/kg,最低检出浓度为0.007 5 mg/kg,相对标准偏差1.6%~4.5%,回收率为94.0%~104.0%。对3个标准参考物质小麦粉(GBW08503)、大米(GBW10010)、小麦(GBW10011)的测定值(0.059、0.073、0.048 mg/kg)均在标准值(0.049  $\pm$  0.014) mg/kg、(0.061  $\pm$  0.015) mg/kg、(0.053  $\pm$  0.007) mg/kg范围内,分析结果令人满意。结论 本法不仅检出限低、操作简便、快速,同时又有良好的重复性、较高的回收率,对样品的测定结果与仲裁法(氢化物原子荧光法)一致,能用于粮食硒的准确测定。

**关键词:**微波;碰撞反应池电感耦合等离子体质谱法;粮食;硒

中图分类号:O613.52 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2012)05-0441-05

**Research on determination of selenium in foods by inductively coupled plasma mass spectrometry based on collided reaction cell technology with microwave digestion**

Yin Zhong

(Guizhou Provincial Center for Disease Prevention and Control, Guizhou Guiyang 550004, China)

**Abstract: Objective** To establish a new and reliable method for the accurate determination of selenium (Se) contents in foods by inductively coupled plasma mass spectrometry based on collided reaction cell technology with microwave digestion. **Methods** After microwave digestion, samples were directly determined by inductively coupled plasma mass spectrometry based on collided reaction cell technology. Internal standard element of zirconium ( $^{90}\text{Zr}$ ) was used to correct matrix interferences and signal drifting, high-performance Xs (X sensitive) interface was used to reduce non-mass spectrum interferences, and the collided reaction cell technology (CRCT mode) was used to eliminate mass spectrum interferences. **Results** The optimal linear range of the standard curve was 0 - 100  $\mu\text{g/L}$  with a correlation coefficient of 0.999 8. The detection limit, the lowest quantitative limit, the relative standard deviation and the recovery rate were 0.002 5 mg/kg, 0.007 5 mg/kg, 1.6% - 4.5% and 94.0% - 104.0%, respectively. The results on three reference material, Wheat flour (GBW08503), Rice (GBW10010) and Wheat (GBW10011), were 0.059 mg/kg, 0.073 mg/kg, 0.048 mg/kg, met the scope of the standard value (0.049  $\pm$  0.014) mg/kg, (0.061  $\pm$  0.015) mg/kg and (0.053  $\pm$  0.007) mg/kg, respectively. The results were satisfactory. **Conclusion** The results showed that the method had many advantages such as sensitive, simple, rapid, accurate, good repeatability and recovery rate. It was consistent with arbitral method (HG-AFS), thus available for the accurate quantitative analysis of selenium in foods.

**Key words:** Microwave; ICP-MS with collided reaction cell; food; selenium

硒是生物体不可缺少的微量元素,具有重要的生理功能及广泛的药理作用<sup>[1-2]</sup>。硒的营养学研究发现,硒是阻止大鼠食饵性肝坏死的第3因子的主要组分;硒的生物活性是谷胱甘肽过氧化物酶

(glutathione peroxidase, GPX)的必需组分;补硒可有效预防克山病<sup>[3]</sup>。因此,硒对人体健康及生命质量具有重要意义<sup>[4]</sup>。目前,硒的分析方法主要有氢化物原子荧光光谱法、荧光法<sup>[5]</sup>。国标法测定食品中痕量硒存在操作繁琐、样品预处理过程中易损失、化学干扰因素多、速度较慢、且接触有毒有害的化学试剂(硼氢化钠、铁氰化钾和2,3-二氨基萘),对

收稿日期:2012-05-26

作者简介:殷忠 男 主任技师 研究方向为食品及环境卫生理化  
检验和毒物化学检验 E-mail:yinzhong2006@163.com

人体产生较大危害。

近年来,电感耦合等离子体质谱技术(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS),成为痕量元素分析的重要手段,它将 ICP 的高温(10000K)电离特性与四极杆质谱计的灵敏快速扫描的优点相结合而形成一种新型的元素分析技术。该技术因较低的检出限、较宽的动态线性范围、谱线简单、干扰少、分析精密度高、准确性好、分析速度快、样品消耗量小等优点正在被广大检测工作者所接受<sup>[6]</sup>。

硒共有 6 种同位素,其质量数和天然丰度分别为<sup>80</sup>Se49.8%、<sup>78</sup>Se23.7%、<sup>82</sup>Se 9.40%、<sup>76</sup>Se8.64%、<sup>77</sup>Se7.50%、<sup>74</sup>Se0.96%。尽管 ICP-MS 分析能力十分突出,但在分析痕量元素硒(<sup>80</sup>Se,天然丰度为 49.8%)时,面临强烈氩的二聚物(<sup>40</sup>Ar<sup>40</sup>Ar)质谱干扰,传统的方法是选择同位素<sup>82</sup>Se 进行检测分析,但<sup>82</sup>Se 的天然丰度仅为 9.40%,采用<sup>82</sup>Se 作为响应信号会对分析方法的灵敏度产生较大的影响<sup>[7]</sup>。同位素<sup>78</sup>Se(天然丰度为 23.7%)同样也面临严重多原子离子(<sup>40</sup>Ar<sup>37</sup>Cl、<sup>40</sup>Ar<sup>38</sup>Ar<sup>+</sup>、<sup>40</sup>Ca<sup>38</sup>Ar<sup>+</sup>)的质谱干扰,如使用动态反应池(DRC)模式去除质谱干扰测定,强反应气体(氧气等)与样品基体反应,在碰撞池中形成新的干扰物,它与分析物或内标离子反应并引起它们的信号损失;通过在 X Series2 型 ICP-MS 中引入 8% 氢气(H<sub>2</sub>)/92% 氦气(He)混合气的碰撞反应池技术(CRCT)去除干扰,同时辅以简单易用的动能歧视技术,有望更加准确地进行痕量硒的检测分析,而不必在普通模式(default 模式)下编辑复杂的校正方程或使用动态反应池模式去除质谱干扰。目前应用碰撞反应池 ICP-MS 技术测定多元素(包括硒)已有报道<sup>[8-9]</sup>,但对粮食类基体较复杂的硒的测定未见报道,本法所用的碰撞气类型和内标元素与前人方法均不同。本文拟对采用微波消化进行样品前处理,并应用碰撞反应池技术(CRCT)结合电感耦合等离子体质谱法测定粮食中硒进行方法学研究,为粮食中硒的准确定量提供新方法。

## 1 材料和方法

### 1.1 主要仪器与试剂

X Series2 型四极杆电感耦合等离子体质谱仪(带半导体制冷雾化器、等离子体屏蔽装置、高性能 Xs 接口和四极杆碰撞池,美国赛默飞世尔科技公司);微波消化炉(意大利 Milestone 公司)。德国 Eppendorf 移液器。

硝酸(优级纯,德国 Merck 公司);盐酸(优级

纯,重庆川东化工集团公司);双氧水(优级纯,上海国药集团公司);1 000 mg/L 硒单元素标准溶液(标样号为 GSB04-1751-2004,国家标准物质研究中心);硒标准使用溶液 1 000 μg/L;锆(<sup>90</sup>Zr)内标元素(1 000 mg/L,国家标准物质研究中心),测试用锆(<sup>90</sup>Zr)内标元素质量浓度为 50 μg/L;超纯水(电导率 < 0.05 μs/cm);高纯硝酸和双氧水(优级纯)混合液(4:1)。

### 1.2 仪器工作条件

内标液管与进样液管通过三通阀 1:1 在线加入。萃取电压为 -146 V,透镜 1 电压为 -1.5 V,透镜 2 电压为 -24.5 V,透镜 3 电压为 -196.8 V,极偏压为 0 V,采样深度为 129 mm,炬箱水平位置为 16 mm,炬箱垂直位置为 540 mm,冷却气(99.999% 高纯氩气)流量为 14 L/min,辅助气(99.999% 高纯氩气)流量为 0.59 L/min,雾化气流量为 0.82 L/min,功率为 1 300 W,模拟检测器电压为 2 100 V,总电压为 3 300 V,D1 电压为 -45.2 V,聚焦电压为 0 V,D2 电压为 -150 V,四极杆偏压为 -30 V,8% 氢气(H<sub>2</sub>) + 92% 氦气(He)混合气流量为 6.0 ml/min。

### 1.3 微波消解条件

采用微波消解进行样品前处理,微波消解条件优化后的程序见表 1<sup>[10]</sup>。

表 1 微波消解程序

步数	升温时间(min)	功率(W)	温度(°C)	保持时间(min)
1	3	600	160	3
2	2	700	180	3
3	2	800	210	12

### 1.4 样品处理

称取样品 0.5 g(精确至 0.1 mg)放入聚四氟乙烯消化罐中,加入 5 ml 浓硝酸和 2 ml 双氧水。然后按表 1 步骤进行微波消化,冷却,打开容器,将聚四氟乙烯消化罐放在电热板上 200 °C 赶酸至近干,用超纯水冲洗消化罐内壁,转移至 25 ml 容量瓶中定容待测,同步做空白实验。

### 1.5 标准系列配制

用移液器吸取硒标准使用溶液(1 000 μg/L)0、0.1、0.5、1、5、10,分别置于 100 ml 容量瓶中,用 3% 盐酸定容至刻度,摇匀,其含量分别为 0.0、1.0、5.0、10.0、50.0、100.0 μg/L。

### 1.6 测定方法

样品经微波消化定容至 25 ml 容量瓶中,按 1.2 的条件进行测定,采用标准曲线法定量,用<sup>90</sup>Zr 内标校正基体干扰和漂移。

### 1.7 统计学方法

用 SPSS13.0 软件进行统计学配对比较资料的

差数秩和检验。

## 2 结果与讨论

### 2.1 仪器测定条件最佳化

用 1.0 μg/L 的锂 (Li)、钴 (Co)、铟 (In)、铀 (U) 混合标准溶液 (调谐液) 调试仪器, 调整仪器参数进行最佳化, 使灵敏度最高、信号最强和稳定、RSD 最小, 同时氧化物 (156CeO/140Ce) 和双电荷 (140Ce<sup>++</sup>/140Ce) 产率最低。

### 2.2 标准系列线性范围

ICP-MS 线性范围很宽, 线性动态范围高达 9 个数量级 (ppt ~ ppm 级检测)。考虑到粮食样品中硒含量情况, 选用 0 ~ 100 μg/L 线性工作范围作标准曲线, 以浓度值为横坐标, 信号强度值 (ICPS) 为纵坐标的线性回归方程为:  $y = 560.13x + 15.97$ ,  $r = 0.9998$ 。根据标准系列线性范围、样品称样量和定容体积, 对应的样品检测范围为: 0.007 5 ~ 5.0 mg/kg。

### 2.3 方法的检出限和定量限

90% 置信度的方法检出限按照如下方法测定和计算:

在与分析实际样品完全相同的条件下, 分析 11 个代表性空白样品, 算出空白测量值的平均值  $X_b$  和标准差  $S_b$ , 在一定置信概率下,  $X_{LOD}$  按下式计算:

$$X_{LOD} = X_b + KS_b$$

式中,  $K$ —根据一定置信度水平确定的系数; 在 90% 置信度下,  $K = 3$ 。  $X_{LOD}$  为样品溶液浓度, μg/L。

当取样量为 0.50 g, 定容体积为 25 ml 时, 计算出检出限值, 单位为 mg/kg; 定量限依据  $LOQ = 3 \times LOD$  计算。

则  $X_{LOD} = 0.05 \mu\text{g/L}$ 。本法检出限为 0.002 5 mg/kg, 定量下限为 0.007 5 mg/kg。比较 3 种检测方式检出限, 可以得知应用碰撞反应池 (CRCT) 技术测硒的方法检出限最低, 见表 2。

表 2 3 种检测方式检出限比较

Table 2 The comparison of detection limit with three kinds of determinating methods

检测方式	硒元素 质量数	硒元素天然 丰度 (%)	检出限 (mg/kg)
普通模式 (default) 技术	<sup>82</sup> Se	9.40	0.0091
动态反应池 (DRC) 技术	<sup>78</sup> Se	23.70	0.0052
碰撞反应池 (CRCT) 技术	<sup>78</sup> Se	23.70	0.0025

### 2.4 硒元素同位素和内标的选择

硒元素同位素有多个, 需要选择干扰小、丰度大、灵敏度高的同位素。本文选择硒的分析同位素为 <sup>78</sup>Se。在 ICP-MS 分析过程中, 分析信号会随进样时间而发生漂移。基体干扰是由于食品样品和纯标准在黏度、电离平衡、传输效率等方面存在一定

差别, 使被测物信号受到抑制或增强, 需采用内标进行校正。选用内标元素, 不仅能改善精密度, 而且补偿了随基体浓度变化的干扰。因此在选择内标元素时, 根据选用与待测元素质量数和电离能接近的原则, 考虑到粮食中含有少量的钇 (<sup>89</sup>Y)、钼 (<sup>96</sup>Mo) 和锗 (<sup>72</sup>Ge), 而锆 (<sup>90</sup>Zr) 几乎没有, 因此用 <sup>90</sup>Zr 作为内标元素来校正分析过程中的基体干扰和质量数漂移。

### 2.5 干扰及其消除

#### 2.5.1 非质谱干扰及其排除

相邻元素间的异序素有相同的质荷比, 不能被四极质谱分辨, 可能引起异序素严重干扰。但 ICP-MS 仪器操作软件能辨别所有的异序素干扰, 并进行自动校正。丰度较大的同位素会产生拖尾峰, 影响相邻质量峰的测定, 可调整质谱计的分辨率以减少这种干扰。易电离元素如钠、钾、钙等的浓度增加将大大增加电子数量而引起等离子体平衡转变, 是基体干扰的形式之一。用内标法可以校正基体干扰。另外在进行粮食中痕量元素硒检测时, 采用高性能 Xs 接口可大大降低背景强度和背景等效浓度 (background equivalent concentration, BEC)。背景强度从一百万降低到五千以下, 这样就方便采用 <sup>78</sup>Se 同位素进行测定, 并且可很好地保护检测器不接受高强度的信号, 延长检测器的寿命。

#### 2.5.2 质谱干扰及其排除

多原子 (分子) 离子干扰是由两个或三个原子组成的多原子离子, 并且具有和某待测痕量离子相同的标称质荷比所引起的干扰。由于粮食基体复杂, ICP 等离子体中大量存在的载气 (<sup>40</sup>Ar)、H、O 等离子与样品消化溶液基体中的 N、Cl、S、P、C、K、Na、Ca、Fe、Cu 等离子构成的复合离子的质谱干扰, 同位素 <sup>78</sup>Se (天然丰度为 23.7%) 同样也面临严重的多原子离子 (<sup>40</sup>Ar<sup>37</sup>Cl、<sup>40</sup>Ar<sup>38</sup>Ar<sup>+</sup>、<sup>40</sup>Ca<sup>38</sup>Ar<sup>+</sup>) 的质谱干扰, 所以用 ICP-MS 测定时, 多原子离子 (<sup>40</sup>Ar<sup>37</sup>Cl、<sup>40</sup>Ar<sup>38</sup>Ar<sup>+</sup>、<sup>40</sup>Ca<sup>38</sup>Ar<sup>+</sup>) 比被干扰的离子 <sup>78</sup>Se 有更大的碰撞截面, He/H<sub>2</sub> 与多原子离子碰撞频率更高, 多原子离子的动能降低, 远低于 <sup>78</sup>Se 的动能。通过屏蔽炬的能量聚焦和四极杆的能量选择效应使只有 <sup>78</sup>Se 进入四极杆, 而多原子离子完全无法进入的原理, 引入 8% 氢气 (H<sub>2</sub>)/92% 氦气 (He) 混合气的碰撞反应池技术去除多原子离子干扰, 屏蔽或防止碰撞室内金属氧化物的形成。同时辅以简单易用的动能歧视效应 (KED) 技术: 在调谐时改变六极杆偏压, 使它比四极杆更负一些, 形成一种动能栅栏使一些动能低的多原子离子无法通过, 降低干扰背景, 可以使一些干扰水平更低, 而灵敏度的损失却

很小。这个简单但极为有效的8%氢气(H<sub>2</sub>)/92%氦气(He)混合气碰撞模式比动态反应池(DRC)模式具有许多重要的分析优点:应用强反应气体模式(氧气等)来消除干扰时,必须针对不同的目标元素,以及不同的样品基体分别建立不同的消除干扰的反应条件,使操作参数相当复杂;与反应池气相比,He是惰性气体,因此不与样品基体反应,在碰撞池中不形成新的干扰物,它不与分析物或内标离子反应并引起它们的信号损失,所有干扰(基于等离子体本身的和基于样品基体的)均可被清除或极大减弱,而少量的氢气(8%)主要用于消除ICP等离子体本身的分子离子干扰。

2.6 共存离子干扰试验

粮食中含有离子种类很多,配制20μg/L硒溶液,加入K<sup>+</sup>、Na<sup>+</sup>、Mg<sup>2+</sup>、Ca<sup>2+</sup>、Ba<sup>2+</sup>、Cu<sup>2+</sup>、Fe<sup>3+</sup>、As<sup>3+</sup>、Zn<sup>2+</sup>、Cd<sup>2+</sup>、Pb<sup>2+</sup>作干扰实验,观察相对信号强度值(%)=(有共存离子硒的信号强度值)÷(无共存离子硒的信号强度值)×%。由表3可以看出共存离子对测定结果无影响。

表3 共存离子对硒的信号强度值的影响

Table 3 The influence of coexistent ions on signal intensity values of selenium

共存离子(加入物质)	浓度(μg/L)	相对信号强度值(%)
K <sup>+</sup> (KNO <sub>3</sub> )	2000	97.82
Na <sup>+</sup> (NaCl)	2000	98.11
Mg <sup>2+</sup> (MgCl <sub>2</sub> ·6H <sub>2</sub> O)	500	98.69
Ca <sup>2+</sup> (CaCO <sub>3</sub> )	500	98.01
Ba <sup>2+</sup> (BaCl <sub>2</sub> )	500	99.14
Cu <sup>2+</sup> (CuSO <sub>4</sub> )	300	98.87
Fe <sup>3+</sup> (高纯铁)	500	99.73
As <sup>3+</sup> (As <sub>2</sub> O <sub>3</sub> )	300	98.86
Zn <sup>2+</sup> (高纯锌)	300	99.07
Cd <sup>2+</sup> (高纯镉)	100	99.45
Pb <sup>2+</sup> (高纯铅)	200	99.68

2.7 样品的精密度和回收率试验

分别准确称取实际样品(大米、富硒大米、面粉、玉米和土豆)各两份,一份不加标、另一份加标,按1.4进行前处理。每种样品共平行消解7份,按本法测定后计算精密度和回收率。结果见表4。方法的RSD为1.6%~4.5%,回收率为94.0%~104.0%。

表4 粮食中硒的精密度和加标回收测定结果

Table 4 The measured results of precision and recovery of selenium in foods(n=7)

样品类型	加标前		加入量 (mg/kg)	加标后		回收率(%)
	测定值(mg/kg)	RSD(%)		测定值(mg/kg)	RSD(%)	
大米1	0.082	4.2	0.10	0.184	3.4	102.0
大米2	0.086	3.7		0.187	3.7	101.0
富硒大米1	6.82	1.6	6.0	12.67	1.8	97.5
富硒大米2	6.57	2.2		12.35	2.8	96.3
面粉1	0.057	3.3	0.050	0.105	3.6	96.0
面粉2	0.062	3.6		0.114	3.2	104.0
玉米1	0.042	2.8		0.094	3.2	104.0
玉米2	0.036	3.1		0.083	2.8	94.0
土豆1	0.186	4.5	0.20	0.387	3.6	100.5
土豆2	0.178	1.9		0.375	2.3	98.5

2.8 标准物质的分析

为进一步验证本方法的准确性,对GBW08503小麦粉、GBW10010大米、GBW10011小麦标准参考物质中硒进行了分析,结果见表5。

表5 标准参考物质检测结果

Table 5 The analysis result of standard reference material(mg/kg)

标准参考物质名称	参考值	测定值
GBW08503 小麦粉	0.049 ± 0.014	0.059
GBW10010 大米	0.061 ± 0.015	0.073
GBW10011 小麦	0.053 ± 0.007	0.048

2.9 方法对照实验

用本法与国标方法氢化物原子荧光法(HG-AFS)同时测定10份样品中的硒含量,结果见表6。对于配对比较的资料用差数秩和检验,P>0.05,两

种方法测定结果的差别无显著性。

表6 两种方法测定结果对比(以下测定值均为均值)

Table 6 The measured results compared with two kinds of methods(the following measured results is average value)

样品名称	(mg/kg)	
	本法测定值	氢化物原子荧光法测定值
大米1	0.082	0.078
大米2	0.086	0.089
富硒大米1	6.82	6.74
富硒大米2	6.57	6.66
面粉1	0.057	0.052
面粉2	0.062	0.068
玉米1	0.042	0.045
玉米2	0.036	0.031
土豆1	0.186	0.175
土豆2	0.178	0.184

### 3 结论

本实验建立用微波消解-碰撞反应池技术电感耦合等离子体质谱法测定粮食硒的方法。和仲裁法相比,本法操作简便、快速、干扰消除完全、分析结果稳定、准确度好以及不使用有毒有害试剂;提高了测定样品的灵敏度、降低了检出限,而精密度(相对标准偏差)、准确度(回收率)的结果和仲裁法一致,经统计学配对资料差数秩和检验分析没有显著性差异,对3个标准参考物质的分析结果与参考值相符。

### 参考文献

- [1] 白燕,秦碧霞,刘莺,等. 含硒含硫氨基酸清除超氧阴离子自由基的研究[J]. 营养学报,2009,31(1):407-408.
- [2] 裴俊瑞,王铜,周令望,等. 硒和维生素E对甲状腺及其激素代谢的影响[J]. 营养学报,2009,31(4):381-384.

- [3] 夏舜明. 中国人体硒营养研究回顾[J]. 营养学报,2011,33(4):329-334.
- [4] 安利峰. 硒的功能及其相关疾病[J]. 国外医学医学地理分册,2005,26(2):56-57.
- [5] 中华人民共和国卫生部. GB 5009.93—2010 食品安全国家标准食品中硒的测定[S]. 北京:中国标准出版社,2010.
- [6] 刘虎生,邵宏翔. 电感耦合等离子体质谱技术与应用[M]. 北京:化学工业出版社,2005.
- [7] 铁梅,臧树良,张威,等. ICP-MS测定食用菌中硒的方法研究[J]. 光谱学与光谱分析,2006,26(3):551-553.
- [8] 何毅,孙鹤,陈玉红,等. 带八极杆碰撞反应池的电感耦合等离子体质谱(ORS-ICP/MS)法直接测定血清中的痕量硒和碘[J]. 环境化学,2011,30(9):1680-1682.
- [9] 谢建滨,张慧敏,黎雪慧,等. 直接进样碰撞池ICP-MS技术测定全血中二十种元素[J]. 中国热带医学,2009,9(8):1455-1456.
- [10] 意大利 milestone 公司微波消解仪 ETHOS 1/A 系列操作手册[M]. 2010:25-28.

## 实验技术与方法

# 固相萃取-高效液相色谱法检测油炸薯条中丙烯酰胺

王吉,李彧娜

(苏州赛分科技有限公司应用技术研究中心,江苏苏州 215123)

**摘要:**目的 建立了一种采用固相萃取-高效液相色谱(SPE-HPLC)测定油炸薯条中丙烯酰胺的方法。方法 样品用2.0 mol/L氯化钠溶液进行提取,使用Styre Screen H2P固相萃取柱(200 mg/3 ml)净化,然后用Sapphire C<sub>18</sub>反相色谱柱进行分析,流动相为甲醇/水(5:95),流速为1.0 ml/min,检测波长为200 nm。结果 在1.0~10.0 μg/g的添加水平范围内,样品中丙烯酰胺的平均回收率为66.2%~80.9%,相对标准偏差为1.6%~2.1%,最低检测限和最低定量限分别为0.025和0.080 μg/g。结论 该方法操作简单、快速、准确,可用于油炸薯条中丙烯酰胺的快速测定。

**关键词:**固相萃取; 高效液相色谱; 油炸薯条; 丙烯酰胺; 食品污染物; 食品安全

中图分类号:O658 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2012)05-0445-04

## Determination of acrylamide in French fries using solid phase extraction and high performance liquid chromatography

Wang Ji, Li Yuna

(Application Technology Research Center, Suzhou Sepax Technologies, Ltd, Jiangsu Suzhou 215123, China)

**Abstract: Objective** To develop a method for determination of acrylamide in French fries using solid phase extraction (SPE) and high performance liquid chromatography (HPLC). **Methods** The sample was extracted with aqueous solution of 2.0 mol/L sodium chloride, and cleaned up by a Styre Screen H2P SPE cartridge (200 mg/3 ml), then analyzed by a Sapphire C<sub>18</sub> reverse phase column with methanol/water (5:95, V/V) as mobile phase at the flow rate of 1.0 ml/min and the wavelength of 200 nm. **Results** The result showed that the average recoveries were between 66.2% and 80.9% in the range of 1.0 - 10.0 μg/g, and the relative standard deviations (RSDs) were between 1.6% and 2.1%, with a LOD (limit of detection) of 0.025 μg/g and LOQ (limit of quantification) of 0.080 μg/g. **Conclusion** This method was simple, fast, precise and could be used for rapid determination of acrylamide in French fries.

**Key words:** Solid phase extraction (SPE); high performance liquid chromatography; French fries; acrylamide; food contaminants; food safety

收稿日期:2012-05-22

作者简介:王吉 男 硕士 研究方向为固相萃取和液相色谱应用技术开发 E-mail:wangji182000@163.com