基于 QuEChERS-HPLC 法检测油炸食品中丙烯酰胺的含量

刘燕伟"陈奇丹"马彤梅"*

("华南理工大学化学与化工学院 广州 510640; ^h吉林大学珠海学院化学与药学系 珠海 519041)

摘 要 建立了基于 QuEChERS (quick,easy,cheap,effective,rugged and safe)-HPLC 测定油炸食品中丙烯酰胺 含量的方法。该方法的优势在于:改进的 QuEChERS 前处理方法中没有引入有机溶剂而直接采用纯水消除样品基底的影响。研究中,使用纯水超声提取丙烯酰胺,丙基乙二胺 (PSA) 吸附剂分散净化提取液,乙腈和水 (体积比 1:99) 作为流动相,水系 C_{18} 色谱柱分离,208 nm 紫外波长条件下检测丙烯酰胺的含量。结果表明,丙烯酰胺在 $0.020 \sim 0.800$ $\mu g/g$ 浓度范围内与出峰面积呈线性关系,相关系数 r=0.9994;检测限为0.005 $\mu g/g$;加标回收率为 $83.96\% \sim 89.43\%$,相对标准偏差 (RSD) 为 $2.13\% \sim 5.87\%$ 。该方法具有操作简单、快速、可靠和灵敏度高等特点,成功应用于方便面等油炸食品中丙烯酰胺含量的测定。

关键词 丙烯酰胺,QuEChERS-HPLC,丙基乙二胺吸附剂,油炸食品

中图分类号:0655

文献标识码:A

文章编号:1000-0518(2014)04-0489-07

DOI:10.3724/SP. J. 1095.2014.30336

丙烯酰胺(acrylamide, AAM)是在富含碳水化合物的食品中经过烘烤、油炸等热加工操作过程中形成的一种具有潜在致癌性的化合物。1994年国际癌症研究机构(IARC)对其致癌性进行了评价,将丙烯酰胺列为2A类致癌物,即人类可能致癌物^[1-2]。大量动物实验也证明 AAM 具有潜在的致癌性、神经毒性、遗传毒性和生殖毒性。研究表明,除职业暴露外,人们还可以通过食物、饮用水、烟草和化妆品等主要途径接触 AAM。

2002 年 4 月,瑞典国家食品管理局和斯德哥尔摩大学联合发表了从薯条、薯片和饼干等食品中检出了较高含量 AAM 的报道^[3],引起了世界各国的关注。人们开始把目光集中到研究食品中 AAM 的一系列问题,从毒理学、生成机理、性状及代谢、食品中含量和分析方法等方面进行了广泛的研究。研究表明,在一些煎炸和烘烤的淀粉类食品如炸薯条、炸薯片等中检出的 AAM 含量超过饮水中允许最大限量的 500 多倍^[4]。迄今,大量文献报道了食品中 AAM 的定量检测方法。最早使用的方法是将丙烯酰胺衍生化,采用气相色谱-质谱法(GC-MS)^[5-6]检测番茄和蘑菇中 AAM 的含量;随后,Rosén 和 Hellenäs^[7]首次报道了使用同位素稀释液相色谱-串联质谱法(LC-MS)分析不同热加工食品中 AAM 的含量。质谱法具有较高检测灵敏度,但仪器昂贵,限制其广泛应用;随着食品安全问题的愈加严重性和普遍性,开发低成本、快速、可靠和灵敏的食品检测方法提到日程上来。近几年,Gökmen 等^[8]使用反相高效液相色谱光电二极管(HPLC-DVD), Zhang等^[9]使用气相色谱-电子捕获(GC-ECD)等快速、低成本的方法成功地检测了薯片中的 AAM。

由于色谱分析过程中色谱柱易受到污染,因此在检测分析前必须对样品进行净化。目前,普遍采用的净化方法是用不同填充料的固相萃取柱,固相萃取柱有较高的净化效果,但需要活化、淋洗、洗脱等繁琐步骤,尤其是对大量样品的处理比较耗时。为了解决这个问题, Anastassiades 等^[10] 首次报道了"QuEChERS净化方法"(quick, easy, cheap, effective, rugged and safe), QuEChERS 方法能够快速、简便、有效地对蔬菜中的农药残留进行提取。此方法使用乙腈提取蔬菜中的农药,同时加入硫酸镁(除去水分)和氯化钠(提高提取效率),利用丙基乙二胺(PSA)吸附剂除去提取液中的基质。PSA中含有伯胺和

²⁰¹³⁻⁰⁷⁻⁰⁸ 收稿,2013-08-19 修回,2013-11-14 接受

国家自然科学青年基金项目(21107026)和教育部留学生回国人员科研启动基金项目资助

通讯联系人: 马彤梅, 副教授; Tel:020-87112900; Fax:020-87113735; E-mail:tongmei@scut.edu.cn; 研究方向:环境分析,食品污染物分析等

仲胺基团,具有弱的阳离子交换能力,对食品中脂肪酸、其它有机酸、糖及色素的保留能力好,其浄化效果优于中性氧化铝,活性碳等吸附剂。

QuEChERS 法是近年来国际上普遍采用用于农药残留检测的前处理净化技术^[10-12]。该技术具有操作简单,快速,适用范围广等一系列优点;该技术还应用于兽药检测领域,但尚处于探索阶段^[13-15]。本文对 QuEChERS 前处理方法进行了改进,没有引入有机溶剂,采用纯水替代乙腈提取油炸食品中的 AAM,消除样品基底的影响;并与高效液相色谱-紫外检测法(HPLC-UV)联用,对油炸食品中 AAM 进行快速测定。基于 QuEChERS 方法对样品前处理无需衍生化,直接使用纯水提取 AAM,同时使用 PSA 吸附剂取代传统的固相萃取柱净化提取液,具有快速、简便、可靠、廉价和无污染等特点。

1 实验部分

1.1 试剂和仪器

丙烯酰胺标准品(99.9%,美国 Alfa Aesar);乙腈(HPLC级,天津科密欧化学试剂有限公司);PSA 吸附剂(上海全岛公司);正己烷试剂、氯化钠均为分析纯试剂;水为超纯水;各类油炸食品购于当地超市。

丙烯酰胺标准储备液:准确称取 10 mg 丙烯酰胺标准品于 100 mL 容量瓶中,用超纯水定容,配成浓度为 $100 \mu g/g$ 标准储备液,储存于 4 % 冰箱中。

Summit 680 型高效液相色谱仪(紫外检测器,美国 Dionex Inc);Pyramid 水系 C_{18} 色谱柱(250 mm × 4.6 mm i. d. ,5 μ m,北京振翔公司);TDL-80-2B 型离心机(上海安亭科学仪器厂);Vortex-2 genie 型涡旋振荡器(美国 Scientific Industries Inc);TAISITE 型粉碎机(天津市泰斯特仪器有限公司);RE-52AA 型旋转蒸发仪(上海亚荣生化仪器厂);超声清洗机(SB-5200-DTD,宁波新芝生物科技股份有限公司);过滤膜(Nylon66 0. 22 μ m,上海全岛公司)。

1.2 实验方法

- 1.2.1 样品的前处理 准确称取 4.000 g 粉碎匀质的样品于 50 mL 的离心管中,加入 10 mL 正己烷脱脂,用涡旋振荡器振荡 1 min 弃去上层正己烷。再加入 40 mL 的超纯水提取 AAM,超声 10 min,然后在离心机上以 4000 r/min 的转速离心 5 min,从中间移取 2 mL 提取液,加入 0.1000 g 的 PSA,4000 r/min 离心 5 min,经 0.22 μm 过滤膜过滤,进液相色谱仪测定。
- 1.2.2 色谱检测条件 Pyramid 水系 C_{18} 色谱柱(250 mm × 4.6 mm i. d. ,5 μm);柱温 25 $^{\circ}$ C;流动相:乙 腈和水(体积比 1:99);流速 0.4 mL/min;检测波长 208 nm;进样量 20 μL。

1.3 标准溶液的配制

将 AAM 标准储备液用超纯水进行稀释配制成浓度分别为 0.020、0.050、0.100、0.500 和 0.800 μg/g的标准溶液。

2 结果与讨论

2.1 样品处理方法的选择

- 2.1.1 提取液的选择 AAM 是极性化合物,因此常用水、极性有机溶剂(例如,甲醇、乙腈、乙酸乙酯和二氯甲烷等)进行提取,但其在水中溶解度较大,为2155 g/L,因此本实验选择纯水作为溶剂,既可以去除油炸食品中大量的有机物,还可以有效提取样品中的 AAM。实验证明,超声过程可大大提高萃取效率,缩短萃取时间;另外,离心过程可以使一些小分子干扰物絮结在一起,从而沉淀下来,有利于提取液的纯化。
- 2.1.2 检测样品量的选择 本实验选用不同的样品量以得到最佳检测样品量。分别对不同量的样品 按 1.2.1 节所述方法处理后进行液相色谱分析,得到液相色谱图如图 1 所示。图中 $A \setminus B \setminus C \setminus D \setminus E$ 分别对 应的是样品量为 $1 \setminus 2 \setminus 3 \setminus 4$ 和 5 g 样品的色谱图,图中星号对应 AAM 的吸收峰。色谱图表明,1 和 2 g 目 标峰的面积较小;3 和 5 g 相对于 4 g 样品,基质对目标峰的干扰较大。其中,样品图 D 中 4 g 的目标峰 反而比 E 中 5 g 的目标峰大,可能的原因是随着样品量的增大,超声过程产生的糊化现象影响了对目标

物的提取效率。因此,通过对目标峰的峰型、峰面积和基质对目标峰的干扰等综合分析,最终选择4g作为最佳检测样品量。

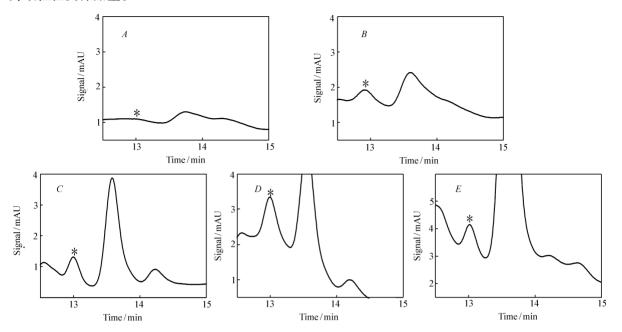


图 1 不同样品量的液相色谱图

Fig. 1 Liquid chromatograms of different quantities of the samples A. 1 g sample; B. 2 g sample; C. 3 g sample; D. 4 g sample; E. 5 g sample

2.2 液相色谱分析仪检测条件的优化

2.2.1 检测波长的确定 本实验选取不同检测波长进行对比分析以得到最佳检测波长。对样品按 1.2.1 节所述方法处理后进行液相色谱分析,在不同检测波长处得到液相色谱图如图 2 所示。图中曲线 $a \ b \ c$ 分别对应波长为 206、208 和 210 nm 的液相色谱图,星号对应 AAM 的吸收峰。当检测波长为 208 nm时,AAM 的色谱峰形最为理想,且受基质的影响最小,故最终选择208 nm作为检测波长。

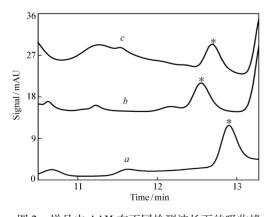


图 2 样品中 AAM 在不同检测波长下的吸收峰 Fig. 2 Liquid chromatograms of AAM in samples at different detection wavelengths

 λ/nm ; a. 206; b. 208; c. 210

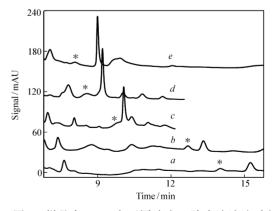


图 3 样品中 AAM 在不同浓度乙腈水溶液流动相中的液相色谱图

Fig. 3 Liquid chromatograms of AAM in samples with different concentration of acetonitrile aqueous solution as mobile phase

w(acetonitrile)/%;a.0; b.1; c.4; d.10; e.15

2.2.2 流动相及流速的选择 本实验分别选取不同比例乙腈和水作为流动相进行对比以得到最佳流动相比例。对样品按1.2.1 节所述方法处理后进液相色谱仪,以不同比例的乙腈和水作为流动相,得到

液相色谱图如图 3 所示。图中曲线 $a \ b \ c \ d$ 和 e 对应的乙腈比例依次为 0%、1%、4%、10% 和 15%,图中星号对应 AAM 的吸收峰。经比较,图 3 曲线 $c \ d$ 不能将目标峰与干扰峰很好的分离,图 3 曲线 $a \ b \ e$ 可以将目标物有效的分离,而图 3 曲线 e 的峰型较差。最终选用 1%的乙腈,因为其出峰时间比 0%的乙腈快;同时流动相中的有机溶剂可对色谱柱起到一定的冲洗作用。在我们的实验中,所选用的有机相比例较低,而普通 C_{18} 色谱柱一般流动相中的有机相大于 5%时才对色谱柱损害较小,因此选用水系色谱柱,可以承受较大比例的水相而不会对色谱柱带来损害。

本实验分别选取不同的流动相流速进行对比以得到最佳流速。以不同流动相流速,得到液相色谱图如图 4 所示。图中 4 谱线 a 、b 、c 、d 和 e 分别对应 0. 2、0. 3、0. 4、0. 5 和 0. 6 mL/min 的流速对样品中 AAM 进行分离的色谱图,图中星号对应 AAM 的吸收峰。实验结果表明,流速较高时分离效果不佳(如图 4 谱线 d 和 e);流速较低时分离效果较理想(如图 4 谱线 a 、b 和 c),但出峰时间较长(如图 4 谱线 a 和 b)。综合考虑,当流速为 0. 4 mL/min,AAM 的分离效果、峰型和出峰时间较为理想,因此选用流速 0. 4 mL/min 对样品中 AAM 进行分离。

综上所述,液相色谱仪检测条件确定为:波长 208 nm、流动相比例为 1% 乙腈和 99% 水、流速 0.4 mL/min。

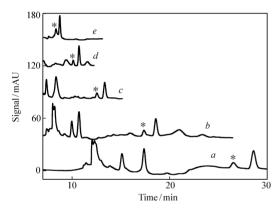


图 4 不同流速下样品中 AAM 的液相色谱图 Fig. 4 Liquid chromatograms of AAM in samples with different flow rates

Flow rate/ $(mL \cdot min^{-1})$; a. 0. 2; b. 0. 3; c. 0. 4; d. 0. 5; e. 0. 6

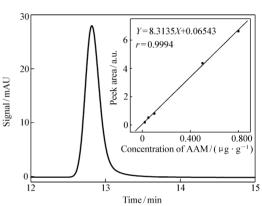


图 5 最优条件下 AAM 标准溶液 (0.800 μg/g) 的 液相色谱图和 AAM 标准溶液的标准曲线(插图) Fig. 5 Liquid chromatogram of standard solution of AAM (0.800 μg/g) under the optimal conditions and calibration curve of standard AAM solutions (inset)

2.3 标准曲线

在最优实验条件下,分别由浓度为 $0.020 \, 0.050 \, 0.100 \, 0.500 \, 和 \, 0.800 \, \mu g/g$ 的标准溶液得到相应的液相色谱图,图 5 展示的为 $0.800 \, \mu g/g$ 标准溶液的液相色谱图。图 5 中的插图是以 AAM 浓度 $(\mu g/g)$ 为横坐标,以对应浓度的峰面积为纵坐标,由 5 个浓度的标准溶液得到标准曲线,其拟合线性回归方程为 Y=8.3135X+0.06543,相关系数 r 为 0.9994。结果表明,该方法在 $0.020 \sim 0.800 \, \mu g/g$ 的浓度范围内线性相关性良好;由 3 倍信噪比(S/N=3),得到该方法的 AAM 最低检测限(LOD)为 $0.005 \, \mu g/g$ 。

2.4 添加回收率和精密度

准确添加不同浓度的 AAM 标准溶液至方便面样品中,按照 1.2.1 节所述对样品进行处理,在优化的实验条件下进液相色谱仪测定,考察方法的精密度(RSD)和回收率,得到方法的回收率在 83.96% ~ 89.43%之间,RSD 为 2.13% ~ 5.87%之间。结果如表 1 所示,每个添加水平做 6 次平行实验。本实验加标回收率偏低,可能的原因之一是采用纯水提取 AAM,其效果不及乙腈理想,但是纯水无毒、廉价等特性增加了使用纯水提纯的吸引力。

将本研究采用的基于 QuEChERS-HPLC 方法与已经报道的一些常用检测油炸食品中 AAM 方法的最低检测限(LOD)和相对标准偏差(RSD)进行比较,如表 2 所示。通过对比表明本实验方法具有较低

的 LOD 和较好的 RSD,适用于食品中含量较低的 AAM 的检测。

表 1 不同添加水平下方便面中丙烯酰胺的回收率及 RSD(n=6)

Table 1 Recoveries and RSD of AAM in instant noodle samples with different amounts (n = 6)

Spiking level/(μg⋅g ⁻¹)	Concentration of AAM(µg·kg -1)	Recovery/%	RSD/%
0.400	0.388	89.43	5.87
0.500	0.540	85.57	2.13
0.800	0.672	83.96	5.25

表 2 本实验与已有文献检测方法的比较

Table 2 Comparison of the presented method with some previously reported works

AAM extraction	Detection method	$LOD/(\mu g^{\raisebox{3.5pt}{\text{\circle*{1.5}}}}g^{-1})$	RSD/%	Reference
Acetonitrile	GC-FID	0.017	1.8~4.2	[16]
Water	HPLC-DAD	0.010	3.40 ~ 5.34	[17]
Water	HPLC-UV	0.006	2.1 ~ 10.9	[18]
Water	GC/MS(EI)	0.010	6.60	[19]
Acetone	HPLC-UV	0.002	4.01	[20]
Water	HPLC-UV	0.005	2.13 ~ 5.87	This work

2.5 实际样品的测定

在最优实验条件下,将处理好的实际样品进行液相色谱分析,图 6 给出方便面样品的完整色谱图。通过加标样品和标准溶液进液相色谱,从而确定该方便面样品色谱图中目标峰的出峰时间为12.90 min,如虚线框部分所示。将虚线框部分放大得到图 6a,更清楚显示了样品 AAM 目标峰;图 6b是浓度为 0.050 μg/g 的 AAM 标准溶液的液相色谱图。

为考察本研究建立的方法,检测分析了几种不同类型油炸样品,每个样品做6次平行实验,检测结果见表3。实验结果表明,方便面等样品中 AAM 的检测含量在 $0.032\% \sim 0.634~\mu g/g$ 之间, RSD 为 $2.19\% \sim 5.02\%$ 之间。

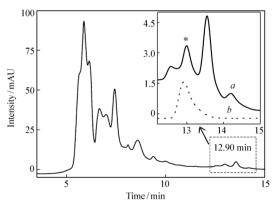


图 6 实际样品方便面的液相色谱图和目标峰放大液相色谱图(a)及 0.050 μ g/g 的 AAM 标准溶液液相色谱图(b)

Fig. 6 Liquid chromatogram of instant noodle sample, amplified target peak(a) and standard AAM solution of 0.050 $\mu g/g(b)$

表 3 各类油炸样品的分析结果 (n=6)

Table 3 Analytical results of several different kinds of fried samples (n = 6)

Sample	AAM level/($\mu g \cdot g^{-1}$)	RSD/%
Instant noodle	0.032	3.07
Shrimp chip	0.160	5.02
Biscuit	0.112	4.25
Potato chip	0.634	2.19

3 结 论

在 QuEChERS 方法的基础上,采用无毒、廉价的纯水取代乙腈作为提取液,对油炸样品中添加 AAM 的回收率和精密度进行了考察。实验结果表明,对于油炸样品中 AAM 的提取液,使用 PSA 吸附剂净化,操作简单且快速,省去了传统的固相萃取法中对小柱进行活化、淋洗、洗脱等繁琐步骤。由于 PSA 可以

有效去除基质中的干扰成分,因此,PSA 直接加入提取液中大大减少样品前处理的时间和操作上繁琐的程序从而缩短了样品强处理时间,适用于大量样品的净化。实验联用 HPLC-UV 检测方法定量分析油炸食品中 AAM 的含量。AAM 在 $0.020 \sim 0.800~\mu g/g$ 浓度范围内线性关系良好,相关系数 r=0.9994;样品加标回收率为 $83.96\% \sim 89.43\%$,RSD 为 $2.13\% \sim 5.87\%$;LOD 为 $0.005~\mu g/g$ 。该方法具有操作简单、可靠、灵敏度高和污染小等特点,成功用于方便面等油炸食品中 AAM 的快速测定。实践表明,QuEChERS前处理方法不仅能够对蔬菜中的农药残留进行提取,而且可快速、简便地对油炸食品中的AAM 进行有效提取,QuEChERS 方法在食品污染物前处理中具有潜在能力,有待进一步研究。

参考文献

- [1] Weisshaar R. Acrylamide in Heated Potato Products-analytics and Formation Routes [J]. Eur J Lipid Sci Technol, 2004, 106:786-792.
- [2] IARC. Monographs on the Evaluation of Carcinogen Risk to Humans[J]. Some Ind Chem, 1994, 60: 389-433.
- [3] Tareke E, Rydberg P, Karlsson P, et al. Analysis of Acrylamide, a Carcinogen Formed in Heated Foodstuffs [J]. J Agric Food Chem, 2002, 50:4998-5006.
- [4] GB/T 5750-2006, Standard Examination Methods for Drinking Water[S](in Chinese). GB/T 5750-2006, 生活饮用水标准检验方法[S].
- [5] Castle L, Campos M J, Gilbert J. Determination of Acrylamide Monomer in Hydroponically-grown Tomatoes by Capillary Gas-chromatography Mass Spectrometry [J]. J Sci Food Agric, 1991, 54:549-555.
- [6] Castle L. Determination of Acrylamide Monomer in Mushrooms Grown on Polyacrylamide Gel[J]. *J Agric Food Chem*, 1993, 41:1261-1263.
- [7] Rosén J, Nyman A, Hellenäs K E. Retention Studies of Acrylamide for the Design of a Robust Liquid Chromatographytandem Mass Spectrometry Method for Food Analysis [J]. *J Chromatogr A*, 2007, 1172:19-24.
- [8] Gökmen V, Senyuva H Z, Acar J, et al. Determination of Acrylamide in Potato Chips and Crisps by High-performance Liquid Chromatography [J]. J Chromatogr A, 2005, 1088:193-199.
- [9] Zhang Y, Dong Y, Ren Y P, et al. Rapid Determination of Acrylamide Contaminant in Conventional Fried Foods by Gas Chromatography with Electron Capture Detector [J]. J Chromatogr A, 2006, 1116;209-216.
- [10] Anastassiades M, Lehotay S J, tajinbaher D, et al. Fast and Easy Multi-residue Method Employing Acetonitrile Extraction/Partitioning and "Dispersive Solid-Phase Extraction" for the Determination of Pesticide Residues in Produce[J]. J AOAC Int., 2003, 86:412-431.
- [11] Hou X, Han M, Dai X H, et al. A Multi-residue Method for the Determination of 124 Pesticides in Rice by Modified QuEChERS Extraction and Gas Chromatography-tandem Mass Spectrometry [J]. Food Chem, 2013, 138:1198-1205.
- [12] Malhat F M. Simultaneous Determination of Spinetoram Residues in Tomato by High Performance Liquid Chromatography Combined with QuEChERS Method[J]. Bull Environ Contam Toxicol, 2013, 90:222-226.
- [13] Mastovska K, Lehotay S J. Rapid Sample Preparation Method for LC-MS/MS or GC-MS Analysis of Acrylamide in Various Food Matrices [J]. J Agric Food Chem, 2006, 54:7001-7008.
- [14] Dunovská L, Čajka T, Hajšlová J, et al. Direct Determination of Acrylamide in Food by Gas Chromatography-high-resolution Time-of-flight Mass Spectrometry [J]. Anal Chim Acta, 2006, 578:234-240.
- [15] Fernandes P J, Barros N, Câmara J S. A Survey of the Occurrence of Ochratoxin A in Madeira Wines Based on a Modified QuEChERS Extraction Procedure Combined with Liquid Chromatography-triple Quadrupole Tandem Mass Spectrometry [J]. Food Res Int, 2013, 54:293-301.
- [16] TANG Jing, YANG Xiupei, SHI Bingfang. Rapid Determination of Acrylamide in Fried Bread Stick by QuEChERS Cleanup and Gas Chromatography[J]. Food Sci, 2008, 29(9):458-460(in Chinese).

 唐婧, 杨秀培, 史兵方. QuEChERS-气相色谱法快速测定油条中的丙烯酰胺[J]. 食品科学, 2008, 29(9):458-460.
- [17] LI Honghe, CHEN Chunxiao, LIU Qifang, et al. Determination of Acrylamide in Starch Food by Solid Phase Extraction and High Performance Liquid Chromatography [J]. Chinese J Health Lab Technol, 2004, 14(6):691-693 (in Chinese). 刘红河, 陈春晓, 柳其芳, 等. 高效液相色谱法测定淀粉类食品中丙烯酰胺研究 [J]. 中国卫生检验杂志, 2004, 14(6):691-693.
- [18] Wang H Y, Lee A W M, Shuang S M, et al. SPE/HPLC/UV Studies on Acrylamide in Deep-fried Flour-based Indigenous Chinese Foods [J]. Microchem J, 2008, 89:90-97.
- [19] Ölmez H, Tuncay F, Özcan N, et al. A Survey of Acrylamide Levels in Foods from the Turkish Market [J]. J Food Compos Anal, 2008, 21:564-568.

[20] Khoshnam F, Zargar B, Pourreza N, et al. Acetone Extraction and HPLC Determination of Acrylamide in Potato Chips [J]. J Iran Chem Soc, 2010, 7(4):853-858.

Determination of Acrylamide in Fried Foods Based on QuEChERS-HPLC Method

LIU Yanwei^a, CHEN Qidan^b, MA Tongmei^a*

(^a School of Chemistry and Chemical Engineering, South China

University of Technology, Guangzhuo 510640, China;

^b Department of Chemistry and Pharmacy, Zhuhai College, Jilin University, Zhuhai 519041, China)

Abstract A simple and rapid method based on QuEChERS (quick, easy, cheap, effective, rugged and safe)-HPLC technology for the determination of acrylamide (AAM) in fried food was developed. The advantage of this method lies in that the pure water is used directly to eliminate the interference of sample base without introducing organic solvents in the modified QuEChERS method. With this method, AAM in samples was extracted with pure water using ultrasonic bath and cleaned up by primary secondary diamine (PSA). To determine the content of AAM, a C_{18} column with water-acetonitrile (V/V=1:99) as eluent and a UV detector adjusted at 208 nm were employed in HPLC. Under the optimal experiment conditions, there is a good linear relationship (r=0.9994) in the concentration range of 0.020 ~0.800 μ g/g and the detection limit of AAM is 0.005 μ g/g. The recoveries of AAM in samples are in the range of 83.96% ~89.43%, with relative standard deviations (RSD) of 2.13% ~5.87%. The developed method is proved to be simple, reliable and sensitive for fast determination of AAM in fried food such as instant noodles.

Keywords acrylamide, QuEChERS-HPLC, primary secondary diamine adsorbent, fried food

Reveived 2013-07-08; Revised 2013-08-19; Accepted 2013-11-14

Supported by the National Natural Science Foundation of China (No. 21107026) and the Scientific Research Foundation for the Returned Overseas Chinese Scholars, State Education Ministry

Corresponding author: MA Tongmei, associate professor; Tel:020-87112900; Fax:020-87113735; E-mail:tongmei@scut.edu.cn; Research interests:environment analysis, food contamination analysis