



使用便携式 FTIR 分析仪检测薯片中的丙烯酰胺

应用简报

食品

作者

Alan Rein¹

Luis Rodriguez-Saona 教授²

¹ 安捷伦科技公司
美国康乃狄克州丹伯里

² 食品科学与技术系，
俄亥俄州立大学，美国



前言

薯条、薯片、麦片、面包和咖啡在煎烤或烘焙的过程中会生成一种叫做丙烯酰胺的化合物。丙烯酰胺的生成依赖于加工条件，例如，薯片在高温下长时间煎炸中会产生大量的丙烯酰胺。丙烯酰胺由食物中糖和氨基酸相互作用生成，对人类是一种可能的致癌物，因此全世界范围内正考虑对食品中的丙烯酰胺含量进行监管。该化合物被列入美国加利福尼亚州 65 提案的致癌物名单中，规定含有过高丙烯酰胺的食物需要贴有警示标签。加利福尼亚州的主要薯片生产商遵循该州的法律，承诺在未来几年里将薯片中丙烯酰胺的含量降至 275 ppb。食品中丙烯酰胺的含量同样受到欧盟国家的关注，在过去两年里已经纳入监管。



Agilent Technologies

目前 GC-MS 和 LC-MS/MS 法广泛用于食品中丙烯酰胺含量的测定，但需要进行大量的样品前处理，并且必须由经验丰富的分析人员使用专用分析仪进行检测。因此，食品生产商通常借助第三方实验室测定丙烯酰胺的含量。综上所述，在食品加工过程中急需一种快速、准确和实时的丙烯酰胺检测法来监测和控制丙烯酰胺的生成。

最近有论文指出 [1]，相比传统的实验室 FTIR 和 NIR 光谱仪，便携式 FTIR 分析仪同样可以测定丙烯酰胺的含量，甚至在某些情况下更具优势。该方法与 LC-MS/MS 法相比，仅需进行少量的样品前处理。在本应用简报中，我们对这项工作的研究结果进行概述，同时证明简单便携的 FTIR 分析仪测定丙烯酰胺含量可以媲美质谱法，同时仅需进行更少的样品前处理。



图 1a. 装配有钻石晶体 ATR 采样接口的 Agilent 5500 FTIR 分析仪，用于丙烯酰胺的实验室原位检测



图 1b. 带蓄电池的 Agilent 4500 FTIR 分析仪，用于实验室外丙烯酰胺的检测

这一技术与方法学的有效结合实现了快速、现场测定丙烯酰胺，为控制加工条件提供了有效信息。FTIR 法还为测定出厂食品中丙烯酰胺的含量提供了简单快捷的质量控制方法。

使用便携式 FTIR 系统开发并实施丙烯酰胺检测法

便携式 FTIR 分析仪对食品行业具有重要价值。随着食品来源愈加全球化，食品的质量和安全性对消费者、监管机构、原料生产和食品加工公司至关重要。便携式 FTIR 分析仪的优势在于：

- 可随时随地识别并验证食品成分
- 淘汰假冒伪劣或不合格原料
- 检验、识别并测定食品和原料中的污染物
- 可在原料采摘、接收和加工场所以及农场或田间进行现场检测
- 可在出厂前及时检测出有害或不合格的原料和食品
- 有助于对积极提高食品质量、安全性和生产效率做出切实可行的现场决策

安捷伦推出了一系列超级紧凑的 FTIR 光谱分析仪（图 1a 和 1b），这些仪器都采用相同的光学器件、软件和采样技术。如果是进行多功能方法开发和 QA/QC，那么 Cary 630 FTIR 光谱仪（无图）无疑是最佳选择。Agilent 5500 FTIR 分析仪适用于现场实验室对丙烯酰胺进行 FTIR 分析。带有蓄电池的 Agilent 4500 FTIR 分析仪更适用于非实验室环境下丙烯酰胺的检测。对于丙烯酰胺的 FTIR 检测法，这些仪器都使用了钻石晶体 ATR 附件分析技术。

实验部分

通过红外光谱法和质谱法对 64 个不同薯片样品中的丙烯酰胺含量进行分析。为了制备红外分析样品，需要将薯片经过液压压片制成“薯片饼”。经过这一工序，薯片中过多的油脂被挤出，降低了植物油对红外光谱的强吸收带。每 10 g 薯片样品可以制备 3 个薯片饼，得到 3 个光谱图。将薯片饼研磨成粉末，放在装有单反射钻石晶体 ATR 附件的便携式 Agilent FTIR 分析仪上。最终在 $4000\text{--}700\text{ cm}^{-1}$ 光谱范围内得到了叠加 64 次，分辨率为 4 cm^{-1} 的干涉谱图。

仪器的控制和数据采集是通过安捷伦的 MicroLab 软件完成的，采集到的谱图输入到 Pirouette 软件（Infometrix Inc., Woodville WA）中进行多变量分析。谱图归一化，经 Savitsky-Golay 二阶多项式滤波器 25 点加窗二阶导数变换，随后进行偏最小二乘回归分析（图 2）。

与作为参比的 LC-MS/MS 法类似，将红外谱图与丙烯酰胺浓度进行关联，可以得到定量检测结果。对普通薯片（非调味薯片或甜薯片）进行独立验证研究时，75% 的样本用于建模，其余样本作为独立的验证集。

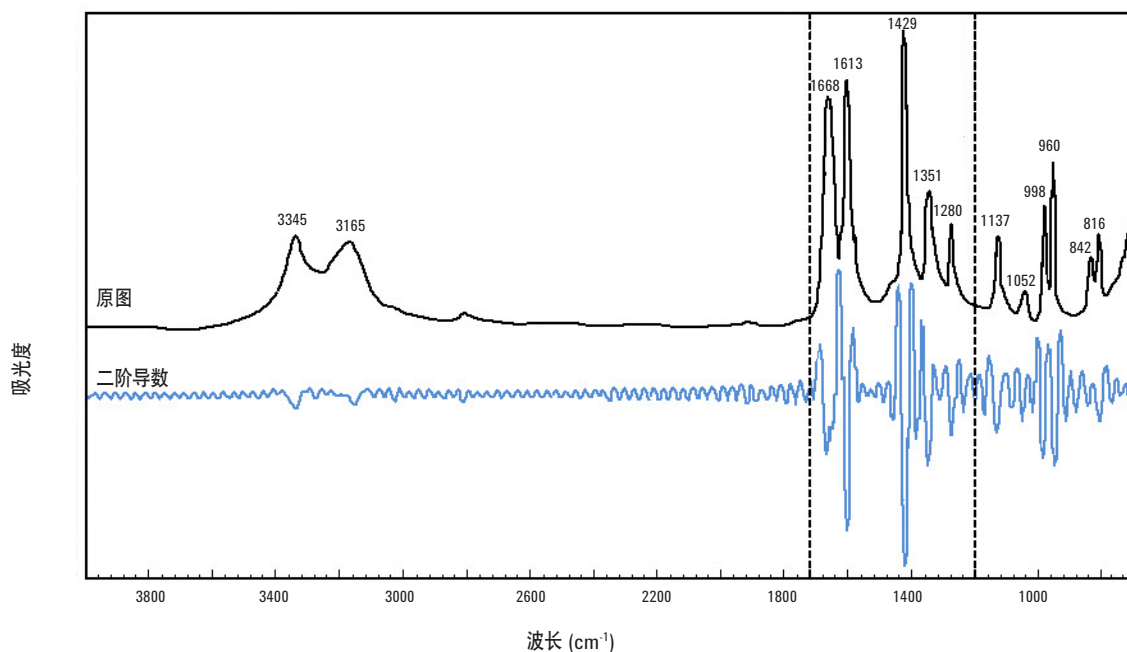


图 2. 中红外光谱图和丙烯酰胺的二阶导数图

结果与讨论

通过参比的 LC-MS/MS 方法检测薯片中丙烯酰胺含量为 169~2453 $\mu\text{g}/\text{kg}$ (169~2453 ppb)。质谱法的检测限和定量限浓度分别为 18 和 55 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

光谱和浓度的最小二乘法相关表明, 在 1201~1699 cm^{-1} 光谱范围内丙烯酰胺含量的建模数据具有很好的相关系数。

谱图中 1730 cm^{-1} 处的强吸收峰来自于薯片饼中的脂肪(图 3), 在偏最小二乘回归模型中已滤除。

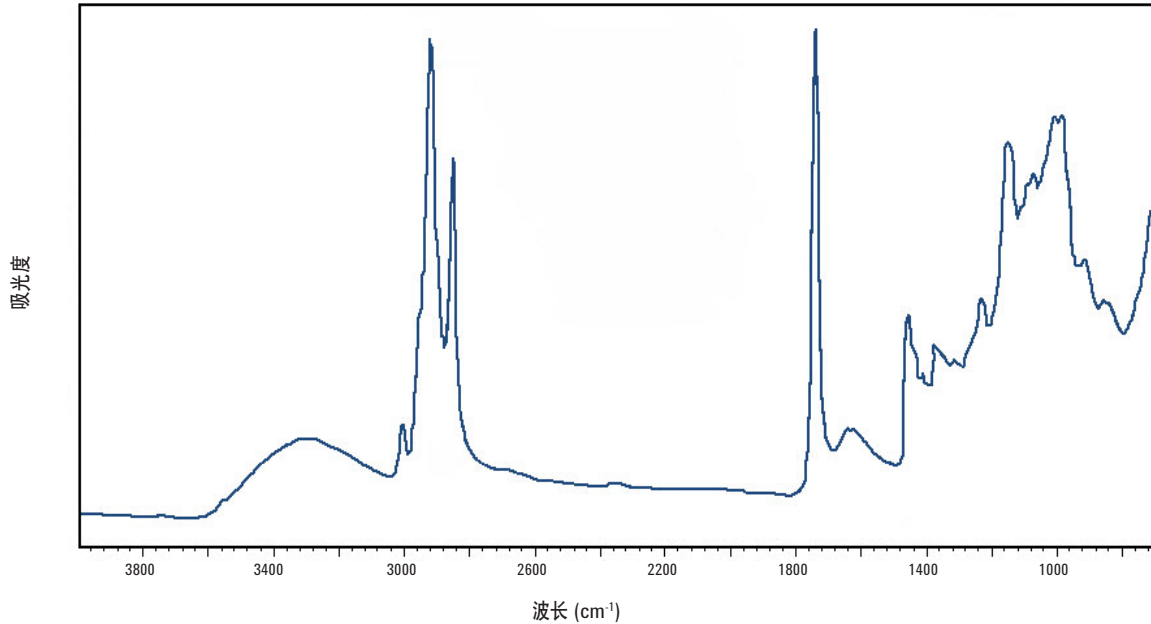


图 3. 装有单反射钻石晶体 ATR 采样接口的便携式 FTIR 分析仪测得的普通薯片饼的谱图

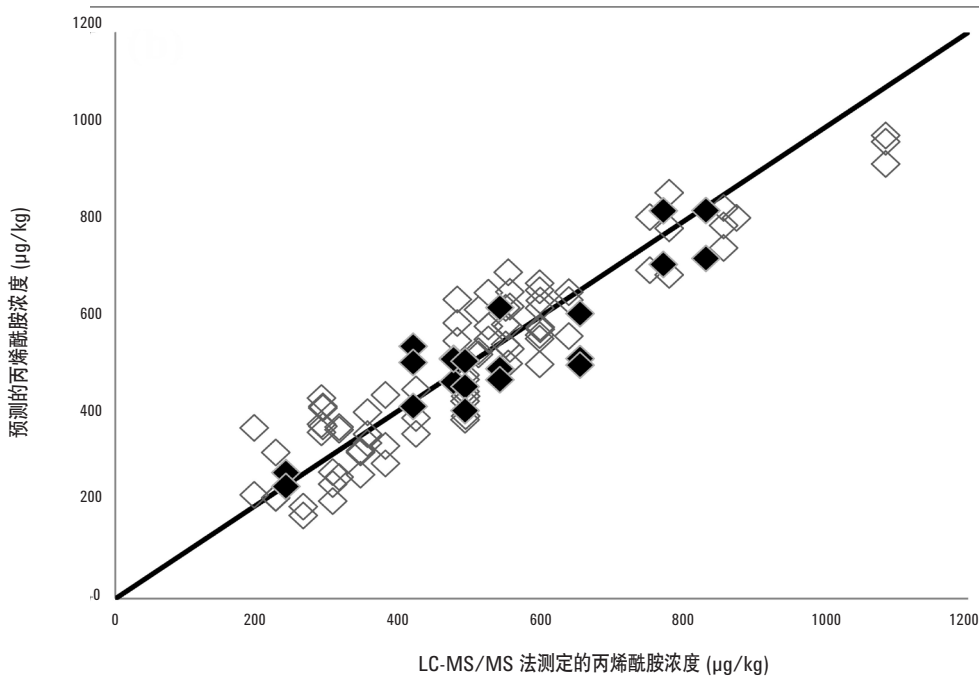


图 4. 丙烯酰胺的红外法测定值与参考值的相关性。白色方块代表建模组样品; 黑色方块代表验证组样品

表 1. 中红外光谱 PLSR 模型的校正值、交叉验证值和预测值

仪器	薯片类型	因子	SE ($\mu\text{g/L}$)	相关系数	
便携式 Cary 630 MIR	^a 普通	标准值	7	65	0.95
		交叉验证值	7	74	0.93
		预测值*	7	75	0.90
	^b 调味	标准值	7	59	0.96
		交叉验证值	7	75	0.92
	^c 甜味	标准值	7	74	0.99
交叉验证值		7	98	0.98	

^a “普通”表示只含有马铃薯、植物油和盐的薯片

^b “调味”表示添加有其它成分的薯片

^c “甜味”表示甜味薯片

* 只针对普通薯片的自变量预测

装有单反射钻石晶体 ATR 采样接口的便携式 FTIR 分析仪性能优异（图 4 和表 1），普通薯片的 SEP 值为 $75 \mu\text{g/kg}$ （普通薯片只含有马铃薯、植物油和盐）。

调味薯片和甜薯片组的 SECV 分别为 $75 \mu\text{g/kg}$ 和 $98 \mu\text{g/kg}$ 。
ppb 级的检测限能够满足目前对薯片中丙烯酰胺含量的测定。

结论

安捷伦便携式 FTIR 分析仪可以定量测定薯片中丙烯酰胺的含量，其灵敏度相当于甚至优于传统的台式中红外或近红外光谱仪。使用 FTIR 法测定薯片中具有安全隐患的丙烯酰胺，比目前广泛使用的质谱法更为便捷。FTIR 法无需使用溶剂、小柱、色谱柱等消耗品，并且远比质谱法更为高效。此外，无论用户的专业知识水平如何，均能获得可信的结果。更为重要的是，它可以随时进行现场测量，例如实验室、薯片加工厂，或是消费品的现场抽查。

致谢

本应用简报中的数据和实验结果由俄亥俄州立大学食品科学与技术系的 Luis Rodriguez-Saona 教授研究组提供。

参考文献

[1] Ayvaz, H. and Rodriguez-Saona, L., Application of Handheld and Portable Spectrometers for Screening Acrylamide Content in Commercial Potato Chips, submitted for publication to the Journal of Agricultural and Food Chemistry (2013).

[2] 安捷伦 FTIR 系列产品 — 无论何地均能提供实验室级结果，安捷伦出版物 5991-1405CHCN，2012 年 10 月 26 日

www.agilent.com/cn

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本资料中的信息、说明和指标如有变更，恕不另行通知。

© 安捷伦科技（中国）有限公司，2013

2013年6月21日，中国印刷

出版号：5991-2532CHCN



Agilent Technologies