

基于 QuEChERS-高效液相色谱法测定 油炸食品中丙烯酰胺含量

Determination of acrylamide in fried foods by high performance liquid chromatography based on QuEChERS

董文静 戴尽波 聂荣荣 沈洁 叶彩平 蔡智涛

DONG Wenjing DAI Jinbo NIE Rongrong SHEN Jie YE Caiping CAI Zhitao

(梅州市食品药品监督管理局, 广东 梅州 514071)

(Meizhou Institute for Food and Drug Control, Meizhou, Guangdong 514071, China)

摘要:目的:简化油炸食品中丙烯酰胺含量检测的前处理过程及对昂贵检测仪器的依赖。方法:使用 C_{18} 和 Z-Sep⁺ 作为净化材料,甲醇作为提取溶剂,采用 C_{18} 色谱柱进行分离,以甲醇—水为流动相进行等度洗脱,于 197 nm 下进行检测。结果:试验方法的丙烯酰胺含量在 0.1~2.0 mg/L 范围内具有良好的线性关系($R^2 > 0.999$),检出限为 0.007 mg/kg,对质控样品进行 6 次平行测定,相对标准偏差为 0.66%,对丙烯酰胺进行 0.2, 0.5, 1.0 mg/L 3 个水平的加标试验,回收率为 91.5%~94.4%,RSD 为 0.62%~1.88%,日内精密度的 1.00%,日间精密度的 0.14%。结论:该方法前处理操作简单,对仪器要求低,可以满足传统油炸小吃中丙烯酰胺含量的分析。

关键词: QuEChERS; 高效液相色谱; 油炸食品; 丙烯酰胺; Z-Sep⁺

Abstract: Objective: This study aimed to popularize the detection capability of acrylamide in fried foods and optimize the pre-treatment process and the reliance on expensive instruments. **Methods:** The acrylamide in fried foods were extracted by methanol as extraction solvent and used C_{18} and Z-Sep⁺ as clean up materials. Then separated it with C_{18} liquid chromatography column by using water as mobile phase for isocratic elution and detected at wavelength 197 nm. **Results:** This method showed a good linearity ($R^2 > 0.999$) of acrylamide in the range of 0.1~2.0 mg/L and the limits of detection was 0.007 mg/kg. Six parallel replicate determinations of the quality control material showed the relative standard deviation (RSD) was 0.66%. The recoveries obtained at three concentration levels 0.2, 0.5, and

1.0 mg/L were between 91.5%~94.4% and RSDs ranged from 0.62% to 1.88%. The intra-day precision was 1.00% and the inter-day precision was 0.14%. **Conclusion:** Compared with traditional methods, this method had both simple operation steps for pretreatment and low cost requirement of instruments, which could meet the daily screening and monitoring work for acrylamide detection in fried foods. The established method was successfully applied to the analysis of acrylamide content in some traditional fried snacks.

Keywords: QuEChERS; high performance liquid chromatography (HPLC); fried food; acrylamide; Z-Sep⁺

丙烯酰胺(acrylamide)为不饱和酰胺^[1],其单体具有多种毒性及潜在致癌性^[2-3]。丙烯酰胺暴露量 0.000 5 mg/kg 为常人每天允许的最大暴露量。世界卫生组织(WHO)指出,丙烯酰胺对神经系统有明显的损伤作用^[4],具有神经毒性^[5]。国际肿瘤机构(IARC)将其认定为 2A 类致癌物^[6]。

丙烯酰胺广泛存在于各种食品中,尤其是经高温加工的富含淀粉类食品,其含量远远超过饮用水中规定的限量(0.5 $\mu\text{g/kg}$)^[7]。2002 年瑞典国家食品管理局与斯德哥尔摩大学研究人员^[8]在一些油炸和烧烤的淀粉类食品中检测到丙烯酰胺,之后英国、挪威、美国、澳大利亚、新西兰、加拿大等国家也报道了类似检测结果^[9-10]。2019 年 5 月,国家食品安全风险评估中心将丙烯酰胺的风险监测纳入 2020 年食品安全风险监测计划之中^[11]。油炸食品中丙烯酰胺含量最高^[12],一般在加工温度高于 100 $^{\circ}\text{C}$ 时才会产生丙烯酰胺,且随着高温烹饪时间的延长丙烯酰胺的生成量逐渐增多^[13]。

食品中丙烯酰胺的检测方法通常有液相色谱法、液相色谱—质谱法、气相色谱法、气相色谱—质谱法、光谱

基金项目:广东省市场监督管理局科技项目(编号:2020CS07)

作者简介:董文静(1988—),女,梅州市食品药品监督管理局检验所工程师,硕士。E-mail: dongwenjingjane@sina.com

收稿日期:2022-12-19 **改回日期:**2023-06-01

法等。气相色谱及质谱联用技术需对分析物进行衍生化处理,前处理操作复杂,相对费时,不适宜大批量的处理分析。液相色谱—串联质谱法可有效排除检测物中杂质的影响,回收率较高,但对仪器要求高。液相色谱在传统反相吸附柱中选择性略低,适用于油炸、烘烤等丙烯酰胺含量高的食品检测^[14-21]。QuEChERS法是一种快速、简便,对试验器材和试剂要求不高的前处理方法。林涛等^[22]使用 QuEChERS 结合超高效液相色谱—串联质谱法测定了咖啡中丙烯酰胺含量;欧阳小艳等^[23]使用 QuEChERS 结合超高效液相色谱—电喷雾串联四极杆质谱测定了焙烤蛋糕中的丙烯酰胺含量。研究拟将新型材料碳十八碳键合硅胶(Z-Sep⁺)与 C₁₈应用于油炸食品中丙烯酰胺测定的前处理中,建立一种采用 QuEChERS 方法进行前处理,高效液相色谱和二极阵列检测器进行测定的检测方法,以期对油炸食品中丙烯酰胺的筛查监测工作提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

乙腈、丙酮、甲醇:色谱纯,美国 ACS 恩科化学;
C₁₈:40~60 μm,天津博纳艾杰尔科技有限公司;
PSA:天津博纳艾杰尔科技有限公司;
Z-Sep⁺:美国 Supelco 公司;
丙烯酰胺标准品:1 000 μg/mL,农业部环境保护科研监测所;
饼干中丙烯酰胺分析质控样品:MRM0276,北京美正检测技术有限公司;
炸薯片:乐事薯片有限公司;
炸芋圆、炸馓子、炸南瓜圆:市售。

1.2 主要仪器设备

高效液相色谱仪:LC-20AT 型,配备 SPD-M20A 二极管阵列检测器,日本岛津公司;
电子分析天平:AUW220 型,日本岛津公司;
全自动平行浓缩仪:AutoEVA-60 型,睿科集团股份有限公司;
高速冷冻离心机:ST16R 型,美国 Thermo Fisher 公司;
调速多用振荡器:HY-4 型,金坛市宏华仪器厂;
超纯水系统:Milli Q 型,美国 Millipore 公司。

1.3 样品前处理

油炸食品经高速粉碎机粉碎后过 40 目筛,于-18 ℃贮藏备用。称取 2 g 经粉碎后的油炸食品,加入 10 mL 正己烷脱脂,7 000 r/min 离心 5 min,弃去上层清液,待样品中残余正己烷完全挥发后加入 10 mL 甲醇,振摇 30 min,7 000 r/min 离心 5 min,吸取 8 mL 上清液,加入 150 mg Z-Sep⁺及 200 mg C₁₈,涡旋净化 1 min,7 000 r/min

离心 5 min,吸取 7 mL 上清液,室温氮吹至干,用 1 mL 超纯水复溶,过 0.45 μm 尼龙 66 滤膜,上机待测。

1.4 色谱条件

色谱柱为 Capcell PAK C₁₈ 色谱柱(250 mm × 4.6 mm,5 μm);流动相 A 为甲醇,流动相 B 为超纯水;柱温 25 ℃;流速 1 mL/min;进样量 10 μL;检测波长 197 nm;等度洗脱比例:5% A+95% B。

2 结果与分析

2.1 净化材料的选择

采用 Plackett-Burman 试验(n=12),考察 PSA 用量、C₁₈用量、Z-Sep⁺用量 3 个因素在 QuEChERS 前处理方法中的净化效果,试验因素水平见表 1,试验设计及结果见表 2。

由表 2 可知,单独使用 PSA 净化时,回收率最低,甚至低于未使用净化材料的对照组,随着 Z-Sep⁺和 C₁₈的加入,回收率有不同程度的上升,Z-Sep⁺和 C₁₈配合使用的回收率高于单独使用时的。为了更直观地体现 3 种净化材料的使用对回收率的影响,运用 Minitab 18 软件对表 2 数据进行分析处理,以回收率作为响应值,结果用标准化帕累托图表示(见图 1)。

表 1 Plackett-Burman 试验设计因素与水平

Table 1 Coded levels and corresponding actual levels of independent variables used for Plackett-Burman design

水平	A PSA 用量/mg	B Z-Sep ⁺ 用量/mg	C C ₁₈ 用量/mg
-1	0	0	0
1	200	150	200

表 2 Plackett-Burman 试验设计与试验结果

Table 2 Plackett-Burman design and results

试验号	A	B	C	回收率/%
1	-1	1	1	93.5
2	1	-1	1	70.1
3	-1	-1	-1	51.7
4	-1	1	1	94.7
5	1	1	1	81.2
6	-1	-1	-1	52.0
7	1	-1	1	68.3
8	-1	1	-1	88.2
9	1	-1	-1	45.1
10	1	1	-1	72.1
11	1	1	-1	68.9
12	-1	-1	1	91.4

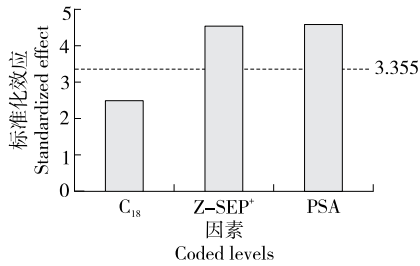


图 1 Plackett-Burman 试验的标准化效应帕累托图
Figure 1 Standardized main effect Pareto chart for the Plackett-Burman design

由图 1 可知, C_{18} 和 $Z\text{-Sep}^+$ 的标准化效应值超过了基准参照线, 表明这两个因素对回收率影响显著, 影响丙烯酸酰胺回收率因素显著性为 $C_{18} > Z\text{-Sep}^+$ 。与未使用 $Z\text{-Sep}^+$ 的处理组相比, 使用 $Z\text{-Sep}^+$ 处理后的色谱图杂质峰更小; 而使用 PSA 处理后, 在紧挨着丙烯酸酰胺色谱峰的位置之后出现了一个巨大的杂质峰, 可能是 PSA 本身引入的杂质, 导致信噪比与回收率降低。后续试验以 C_{18} 和 $Z\text{-Sep}^+$ 两种因素作为主要因素进行优化。

2.2 净化材料比例与提取溶剂的选择

在单因素试验基础上, 对 C_{18} 用量、 $Z\text{-Sep}^+$ 用量、提取溶剂的选择进行正交试验设计。由于丙烯酸酰胺属于食品中内源性污染物^[24], 为充分考察待优化因素的真实提取效率和净化效果, 使用丙烯酸酰胺分析质控样品作为试验样品, 以测量值与质控样品真实值间的误差准确度, 误差越小, 代表准确度越高。试验因素水平见表 3, 试验设计及结果见表 4。

由表 4 可知, 以乙腈作为提取溶剂时误差普遍偏高, 说明以丙酮或甲醇作为提取溶剂更合适。当 C_{18} 用量提高时, 误差的变化趋势逐渐减小; 当 $Z\text{-Sep}^+$ 用量变化时, 误差的变化趋势不易直观看出。为了更直观地体现两种净化材料在不同用量时对误差的影响, 以及不同提取溶剂对试验结果影响的优劣程度, 使用 SPSS 软件对试验结果进行方差分析, 以准确度的估算边际均值为纵坐标, 单因素变量为横坐标, 绘制方差的单变量分析图如图 2 所示。

表 3 正交试验设计因素与水平
Table 3 Coded levels and corresponding actual levels of independent variables used for orthogonal experimental design

水平	A 提取溶剂	B $Z\text{-Sep}^+$ 用量/mg	C C_{18} 用量/mg
-2	/	/	0
-1	丙酮	75	50
0	甲醇	/	100
1	乙腈	150	150
2	/	/	200

表 4 正交试验设计与结果
Table 4 Orthogonal experimental design and results

试验号	A	B	C	准确度/%
1	-1	-1	-2	46.4
2	-1	-1	-1	25.4
3	-1	-1	0	37.9
4	-1	-1	1	15.3
5	-1	-1	2	42.9
6	-1	1	-1	57.4
7	-1	1	0	20.3
8	-1	1	1	31.0
9	-1	1	2	3.0
10	0	-1	-2	44.3
11	0	-1	-1	52.0
12	0	-1	0	47.0
13	0	-1	1	7.5
14	0	-1	2	2.2
15	0	1	-2	34.2
16	0	1	0	25.4
17	0	1	1	17.9
18	0	1	2	2.5
19	1	-1	0	42.4
20	1	-1	1	11.4
21	1	-1	2	22.5
22	1	1	-2	53.6
23	1	1	-1	67.2

由图 2 可知, 当 $Z\text{-Sep}^+$ 用量增大时, 误差反而升高, 可能是由于过量 $Z\text{-Sep}^+$ 吸附了部分待测物使结果偏离真值。当 C_{18} 用量为 50~200 mg 时, 误差随 C_{18} 用量的增加而减小, 说明 C_{18} 对油炸食品中杂质的吸附效果较好, 在此范围内增加 C_{18} 用量可以有效减少结果误差。 C_{18} 和 $Z\text{-Sep}^+$ 吸附的杂质种类不同, 配合使用时可净化样品中大部分杂质, 净化效果优于单独使用。使用甲醇作为提取溶剂时, 提取效率最高, 误差最小, 丙酮其次, 乙腈的提取效率最低。因此, 最佳提取条件为甲醇为提取溶剂, $Z\text{-Sep}^+$ 用量 75 mg, C_{18} 用量 200 mg。

2.3 流动相比比例的选择

预试验发现, 甲醇—水、乙腈—水均有较好的分离效果, 试验选择甲醇—水为流动相, 通过考察不同体积比 ($V_{\text{甲醇}} : V_{\text{水}}$ 为 30 : 70, 20 : 80, 10 : 90, 5 : 95, 2 : 98) 下甲醇—水的分离效果来确定最佳的流动相比比例。

由图 3 可知, 随着流动相中水所占比例的升高, 丙烯酸酰胺的保留时间也逐渐后移, 当 $V_{\text{甲醇}} : V_{\text{水}}$ 为 30 : 70~10 : 90 时, 丙烯酸酰胺的保留时间为 2~4 min; 当 $V_{\text{甲醇}} : V_{\text{水}}$ 上升至 5 : 95 时, 丙烯酸酰胺的保留时间为 4.302 min; 当 $V_{\text{甲醇}} : V_{\text{水}}$ 为 2 : 98 时, 丙烯酸酰胺的保留时间为

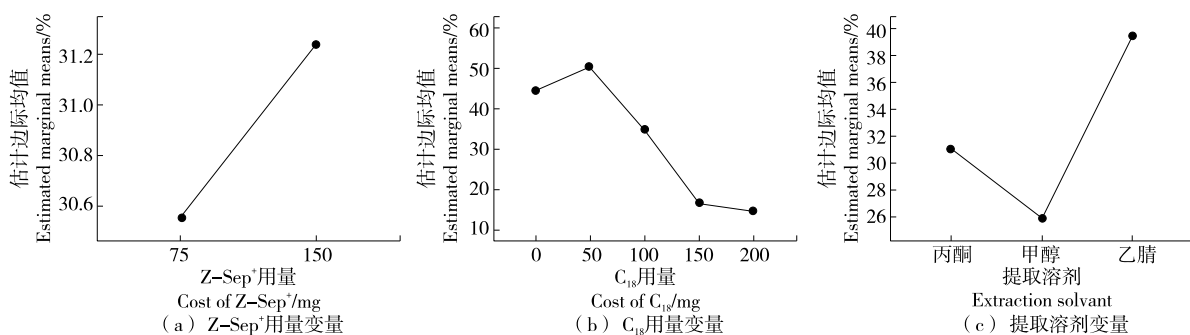
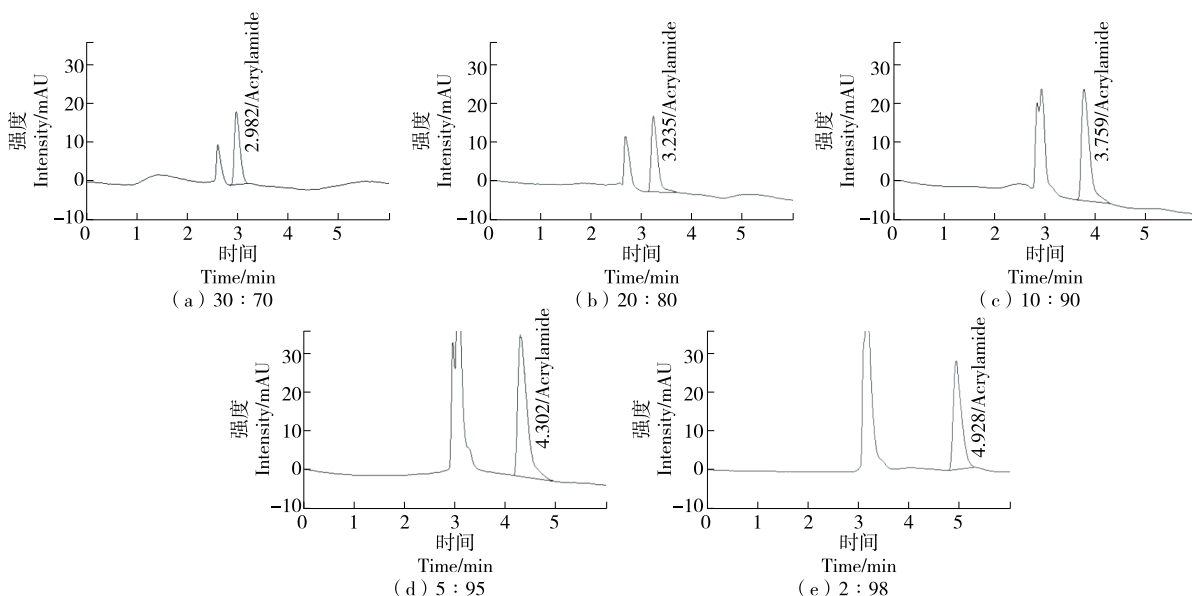
图2 准确度与提取溶剂、C₁₈用量、Z-Sep⁺用量的方差分析图Figure 2 Analysis of variance diagram of accuracy with extraction solvent, C₁₈ dosage and Z-Sep⁺ dosage

图3 不同流动相比例下液相色谱图

Figure 3 High performance liquid chromatogram of acrylamide in different mobile phase ratio

4.928 min。由图4可知,样品中的杂质峰主要集中在2~4 min,丙烯酰胺保留时间若晚于4 min有利于待测物与杂质更好的分离。当V_{甲醇}:V_水为5:95时,丙烯酰胺峰面积最大,响应值最高。常立伟等^[25]采用高效液相色谱

法测定薯条中的丙烯酰胺,所用流动相V_{甲醇}:V_水为0.5:99.5,与试验结果接近。但试验发现,水的比例并非越高越好,结合保留时间与响应值,选择V_{甲醇}:V_水为5:95作为丙烯酰胺检测的流动相。

2.4 检测波长的选择

由图5可知,丙烯酰胺在190~250 nm处均有吸收,最大吸收波长为197.56 nm。通过不同波长下标准曲线的响应值与信噪比也可看出,197 nm下丙烯酰胺的峰面积与信噪比最大。因此,选用197 nm作为丙烯酰胺的检测波长。

2.5 方法学验证

2.5.1 线性关系、检出限和定量限 配制质量浓度为0.1~2.0 mg/L的一系列丙烯酰胺标准溶液,按1.4的色谱条件进行测定。以丙烯酰胺峰面积为纵坐标,质量浓度为横坐标,绘制丙烯酰胺的标准曲线方程为 $Y = 92\,039.8X + 1\,068.39$, $R^2 = 0.999\,4$,检出限为0.007 mg/kg,

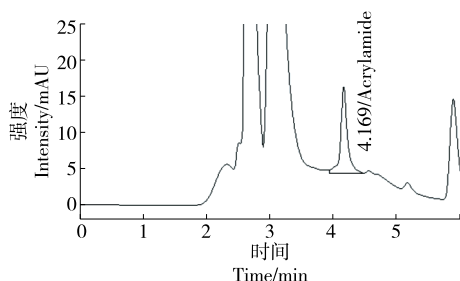


图4 QuEChERS法提取炸芋圆中丙烯酰胺的高效液相色谱图

Figure 4 High performance liquid chromatogram of acrylamide in fried shredded taro by QuEChERS extraction

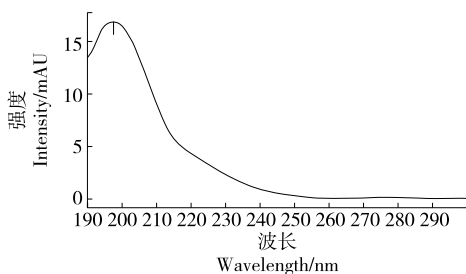


图 5 丙烯酰胺在 190~300 nm 的吸收光谱图
Figure 5 Absorption spectrogram of acrylamide between 190~300 nm

定量限为 0.02 mg/kg, 与 GB 5009.204—2014 中规定的定量限(0.01 mg/kg)接近, 且大大简化了使用仪器和前处理过程, 可以满足日常油炸食品中丙烯酰胺含量的筛查与监测。

2.5.2 精密度和稳定性 称取 6 份丙烯酰胺质控样, 按 1.3 的方法进行前处理, 结果表明, 该方法相对标准偏差为 0.66%, 重复性良好。

选取一份待测样品, 分别在制备后的 0, 2, 4, 6, 8, 10, 12, 14, 16, 18, 20, 22, 24 h 时进样测定, 结果显示丙烯酰胺的日内精密度为 1.00%, 表示样品溶液在 24 h 内基本稳定。选取一份待测样品, 分别在制备后的 0, 1, 2 d 进样测定, 结果显示丙烯酰胺的日间精密度为 0.14%, 表示样品溶液可在 3 d 内保持稳定。

2.5.3 回收率 在丙烯酰胺质控样中添加丙烯酰胺标准溶液, 根据国家食品安全风险评估中心发布的《食品中丙烯酰胺的危险性评估》中列出的不同食品的丙烯酰胺含量可知, 大部分油炸食品的丙烯酰胺含量为 0.2~1.0 mg/L。试验在 0.2, 0.5, 1.0 mg/L 3 个水平下进行加标回收试验, 结果见表 5。

由表 5 可知, 当加标量为 0.2~1.0 mg/L 时, 样品回收率均>90%, RSD 均<2%, 说明试验方法回收率良好, 精密度高, 结果稳定。

2.6 实际样品测定

由表 6 可知, 4 种不同食品基质的油炸食品中, 以土豆片为基质的炸薯片中的丙烯酰胺含量最高, 其次是以南瓜丝为基质的炸南瓜圆, 两种炸品的丙烯酰胺含量均>0.5 mg/kg。以芋头丝为基质的炸芋圆中的丙烯酰胺

表 5 丙烯酰胺的回收率和相对标准偏差

Table 5 Recoveries and relative standard deviations of acrylamide ($n=3$)

本底值/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	加标量/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	测得值/ ($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	回收 率/%	RSD/ %
0.395	0.2	0.582	93.3	1.39
0.395	0.5	0.853	91.5	1.88
0.395	1.0	1.339	94.4	0.62

表 6 不同油炸食品中丙烯酰胺含量

Table 6 Content of acrylamide in different fried foods

食品种类	丙烯酰胺含量/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)
炸薯片	0.72
炸芋圆	0.43
炸馓子	0.20
炸南瓜圆	0.62

含量相对较低, 含量最低的为以小麦粉面团为基质的炸馓子。食品原料对油炸食品中丙烯酰胺含量的影响为土豆片>芋丝>南瓜丝>面团。由于南瓜含有天然色素, 导致炸南瓜圆的样品提取液颜色较黄, 经净化后颜色变浅, 并未影响试验结果, 说明试验方法对含有一定量色素的样品同样具备较好的检测能力, 可以适应多种不同油炸食品中丙烯酰胺含量的检测。

3 结论

研究采用新型材料碳十八键合硅胶(Z-Sep^+)结合 C_{18} 作为净化材料应用于油炸食品中丙烯酰胺含量的测定, 建立了一种简便、高效的 QuEChERS 前处理方法。与传统方法相比, 试验方法打破了丙烯酰胺检测中使用 QuEChERS 前处理必须配备质谱检测器的固定模式, 在简化前处理过程的同时, 降低了对仪器的要求, 可以满足日常对油炸食品中丙烯酰胺的筛查监测工作, 尤其适合仪器条件有限的基层检测单位和一些经费有限的研究机构进行油炸食品中丙烯酰胺含量的科研监测工作。后续可以此为延伸, 对净化材料进行更多的调整, 为其他食品中丙烯酰胺含量的测定提供依据。

参考文献

- [1] 汪安利, 诸力, 章宇. 丙烯酰胺体内暴露生物标志物解析和风险评估研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(16): 355-361.
WANG A L, ZHU L, ZHANG Y. Research progress in biomarker analysis and risk assessment of acrylamide exposure in vivo[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2020, 11(16): 355-361.
- [2] 励天佳, 杨元喆, 汪安利, 等. 丙烯酰胺的毒性及其作用机制研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(11): 3416-3422.
LI T J, YANG Y Z, WANG A L, et al. Research progress on the toxicity and mechanism of acrylamide[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2022, 13(11): 3416-3422.
- [3] DI FRANCESCO A, MARI M, UGOLINI L, et al. Reduction of acrylamide formation in fried potato chips by Aureobasidium pullulans L1 strain[J]. Int J Food Microbiol, 2019, 289: 168-173.
- [4] 苗雨田. 复合薯片丙烯酰胺形成预测模型的建立及天然抗氧化剂对低湿模拟体系中丙烯酰胺的抑制作用研究[D]. 长春: 吉林大学, 2014: 3.
MIAO Y T. Forecast model of acrylamide in potato chips and effect

- of natural antioxidants on acrylamide formation in low-moisture model system[D]. Changchun: Jilin University, 2014: 3.
- [5] MURRAY S M, WADDELL B M, WU C W. Neuron-specific toxicity of chronic acrylamide exposure in *C. elegans* [J]. *Neurotoxicology and Teratology*, 2019, 77: 106848.
- [6] 刘冬梅, 周若雅, 王勇, 等. 煎炸及烤制食品中危害物的形成与控制研究进展[J]. *食品工业科技*, 2021, 42(17): 405-412.
- LIU D M, ZHOU R Y, WANG Y, et al. Research progress on formation mechanism and control technology of hazards in fried and roasted foods [J]. *Science and Technology of Food Industry*, 2021, 42(17): 405-412.
- [7] 张文娟. 煎炸、烤制食品中丙烯酰胺形成与控制[J]. *扬州大学烹饪学报*, 2006(4): 41-44.
- ZHANG W J. The formation and control of acrylamide in baked, fried and roasted food [J]. *Culinary Science Journal of Yangzhou University*, 2006(4): 41-44.
- [8] STADLER R H, BLANK I, VARGA N, et al. Acrylamide from Maillard reaction products[J]. *Nature*, 2002, 419: 449-450.
- [9] 周宇, 朱圣陶. 食品中丙烯酰胺污染的研究进展[J]. *中华预防医学杂志*, 2004, 38(5): 348-350.
- ZHOU Y, ZHU S T. Research progress of acrylamide contamination in food [J]. *Chinese Journal of Preventive Medicine*, 2004, 38(5): 348-350.
- [10] AHN J S, CASTLE L, CLARKE D B, et al. Verification of the findings of acrylamide in heated foods [J]. *Food Additives and Contaminants: Part A*, 2002, 19(12): 1 116-1 124.
- [11] 周萍萍. 丙烯酰胺的膳食风险评估研究进展[J]. *食品安全导刊*, 2019(31): 54-57.
- ZHOU P P. Research progress of dietary risk assessment of acrylamide [J]. *China Food Safety Magazine*, 2019(31): 54-57.
- [12] 管玉格. 食品原料及加工方式对丙烯酰胺形成的影响[D]. 大连: 大连工业大学, 2016: 7-8.
- GUAN Y G. Effects of food materials and processing methods on the formation of acrylamide [D]. Dalian: Dalian Polytechnic University, 2016: 7-8.
- [13] TAREKE E, RYDBERG P, KARLSSON P, et al. Analysis of acrylamide, a carcinogen formed in heated foodstuffs [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2002, 50(17): 4 998-5 006.
- [14] GALUCH M B, MAGON T, SILVEIRA R, et al. Determination of acrylamide in brewed coffee by dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) and ultra-performance liquid chromatography tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) [J]. *Food Chemistry*, 2019, 282: 120-126.
- [15] DEMETRIS K, GEORGIOS S, MARIA C, et al. Determination of acrylamide in food using a UPLC-MS/MS method: Results of the official control and dietary exposure assessment in Cyprus [J]. *Food Additives and Contaminants: Part A*, 2018(35): 1 928-1 939.
- [16] NAIL A, ADIL E, RAMAZAN G. Extraction and reliable determination of acrylamide from thermally processed foods using ionic liquid based ultrasound-assisted selective microextraction combined with spectrophotometry [J]. *Food Additives and Contaminants: Part A*, 2018(35): 222-232.
- [17] NEMATOLLAHI A, KAMANKESH M, HOSSEINI H, et al. Investigation and determination of acrylamide in the main group of cereal products using advanced microextraction method coupled with gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Journal of Cereal Science*, 2019(87): 157-164.
- [18] ANTUN J, BOJAN Š, DURDICA A, et al. Simultaneous determination of acrylamide and hydroxymethylfurfural in extruded products by LC-MS/MS method [J]. *Molecules*, 2019(24): 1 971-1 983.
- [19] MOHAMMAD S, SALMAN J. Single-drop microextraction combined with gas chromatography-electron capture detection for the determination of acrylamide in food samples [J]. *Food Chemistry*, 2019, 274: 55-60.
- [20] 郭红英, 阚旭辉, 谭兴和, 等. 食品中丙烯酰胺的研究进展[J]. *粮食与油脂*, 2017, 30(3): 33-36.
- GUO H Y, KAN X H, TAN X H, et al. Research progress on acrylamide in food [J]. *Cereals and Oils*, 2017, 30(3): 33-36.
- [21] 程劼, 韩彩芹, 谢建春, 等. SERS 的煎炸食品中丙烯酰胺速测方法研究 [J]. *光谱学与光谱分析*, 2020, 40(4): 1 087-1 092.
- CHENG J, HAN C Q, XIE J C, et al. Rapid and sensitive detection of acrylamide in fried food based on surface-enhanced Raman spectroscopy [J]. *Spectroscopy and Spectra Analysis*, 2020, 40(4): 1 087-1 092.
- [22] 林涛, 李茂萱, 邹艳虹, 等. QuEChERS 结合超高效液相色谱—串联质谱法测定咖啡中丙烯酰胺 [J]. *分析科学学报*, 2020, 36(2): 309-312.
- LIN T, LI M X, ZOU Y H, et al. Determination of acrylamide in coffee by QuEChERS-UPLC-MS/MS [J]. *Journal of Analytical Science*, 2020, 36(2): 309-312.
- [23] 欧阳小艳, 陆东, 覃庆, 等. QuEChERS 法结合超高效液相色谱—电喷雾串联四极杆质谱测定焙烤蛋糕中丙烯酰胺残留量 [J]. *现代食品*, 2020, 64(9): 194-198.
- OUYANG X Y, LU D, QIN Q, et al. Determination of the acrylamide residue in baked cakes by the method of QuEChERS combination with the UPLC-MS/MS [J]. *Modern Food*, 2020, 64(9): 194-198.
- [24] 陈冬妍, 刘黄友, 汪恩婷, 等. 丙烯酰胺和环氧丙酰胺的毒性及大蒜素对其毒性的保护作用研究进展 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(1): 238-243.
- CHEN D Y, LIU H Y, WANG E T, et al. Toxicity of acrylamide and glycidamide and the protective effects of allicin on them [J]. *Journal of Food Safety and Quality*, 2016, 7(1): 238-243.
- [25] 常立伟, 康优, 宋志峰, 等. 一种利用高效液相色谱测定油炸薯条中丙烯酰胺方法的研究 [J]. *东北农业科学*, 2019, 44(5): 123-128.
- CHANG L W, KANG Y, SONG Z F, et al. A method for the determination of acrylamide in fries by using high performance liquid chromatography [J]. *Journal of Northeast Agricultural Sciences*, 2019, 44(5): 123-128.