

食品中 N-二甲基亚硝胺的测定 (QuEChERS 结合 GC-MS/MS 外标法)

一、适用范围

适用于肉及肉制品、水产动物及其制品中 N-二甲基亚硝胺 (NDMA) 的测定。

二、仪器和试剂

气相色谱 - 串联质谱仪: Agilent 8890-7000D, EI 源;
多管涡旋混匀仪 (货号: SDC-3000-D);
离心机: TGL-16A; 乙腈: 色谱纯;
均质子 (货号: 009903B);
QuEChERS 萃取盐包 (货号: COQ050335);
QuEChERS 净化管 (货号: COQ015335)。

三、样品前处理

准确称取经粉碎的样品 10 g (精确至 0.001g), 置于 50 mL 离心管中, 加入 10.0 mL 乙腈, 再加入均质子和 QuEChERS 萃取盐包, 涡旋震荡提取 15 min, 9000 r/min 离心 2.0 min。转移上清液 5.0 mL 于 QuEChERS 净化管中, 涡旋震荡 15 min, 以 9000 r/min 离心 2.0 min, 取上清液过 0.22 μm 有机滤膜, 滤液上 GC-MS/MS 测定。

四、仪器条件

仪器设备: 气相色谱 - 串联质谱仪 Agilent 8890-7000D

气相条件

- 4.1 色谱柱: Agilent HP-INNOWAX(30.0 m*0.25mm*0.25 μm);
- 4.2 程序柱温: 初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$, 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 80 $^{\circ}\text{C}$, 再以 2 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 100 $^{\circ}\text{C}$, 再以 40 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率升温到 240 $^{\circ}\text{C}$, 保持 2 min;
- 4.3 载气: 氦气 ($\geq 99.999\%$), 速率 1.0 mL/min;
- 4.4 进样口温度: 220 $^{\circ}\text{C}$;
- 4.5 进样方式: 不分流进样, 1.0 min 后开阀;
- 4.6 进样量: 2.0 μL ;

质谱条件

- 4.7 电离方式: EI, 电压 70 eV;
- 4.8 离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$, 四级杆温度: 150 $^{\circ}\text{C}$;
- 4.9 传输线温度: 250 $^{\circ}\text{C}$;
- 4.10 测定方式: 反应监测模式 (SRM);
- 4.11 碰撞气: 氮气 ($\geq 99.999\%$);
- 4.12 溶剂延迟: 8.0 min;

对应监测参数如下表

表 1 NDMA 监测参数表 (* 为定量离子)

化合物名称	保留时间 RT/min	监测离子对 (m/z)	碰撞能量 (CE)/eV
NDMA	10.27	74.1- > 42.1	15
		74.1- > 44.1*	5

订购信息

货号	描述	包装
COQ050335	QuEChERS 萃取盐包 +50 mL 离心管	50 支 / 盒
COQ015335	QuEChERS 净化管	50 支 / 盒
SDC-3000-D	多管涡旋混匀仪	1 台 / 箱
009903B	均质子	100 个 / 瓶
SF130-22-NL	尼龙针式过滤器, 直径 13 mm, 孔径 0.22 μm , 有机系	100 个 / 盒
SC2-1	2 mL 蓝色聚丙烯盖, 白色 PTFE/红色硅胶垫, 9-425	100 个 / 盒
V2-AL	2 mL 螺纹棕色样品瓶, 带书写处 11.6*32 mm, 9-425	100 个 / 盒

数据处理结果

表 2 NDMA 加标回收实验结果

样品	加标浓度 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 (%)	平均回收率 (%)	RSD (%)
干河鱼	3.99	93.5	94.8	1.42
	3.99	96.2		
	4.00	94.7		
腊肠	3.97	99.9	98.3	1.39
	3.99	97.7		
	3.99	97.4		
干鱿鱼	3.96	94.9	90.0	4.71
	3.99	87.6		
	4.01	87.5		
鲜虾	3.99	90.5	89.2	1.33
	3.99	88.2		
	4.00	88.8		

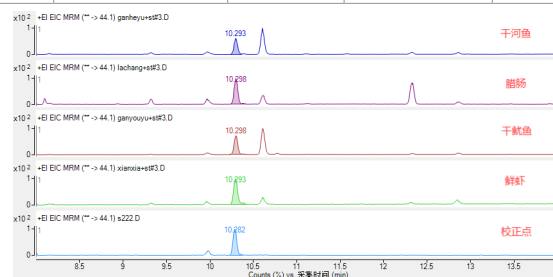


图 1 NDMA 校正点 (浓度 2.00 $\mu\text{g}/\text{L}$) 及基质加标的提取离子 (m/z 74.1->44.1) 色谱图

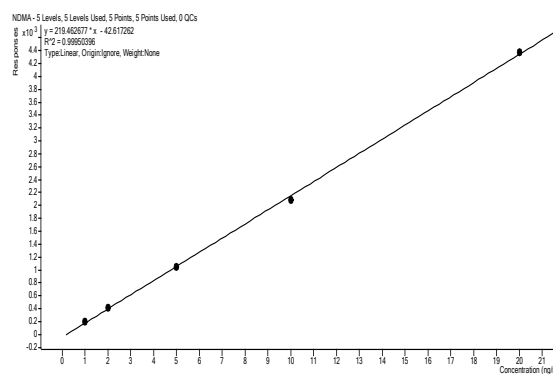


图 2 校正曲线

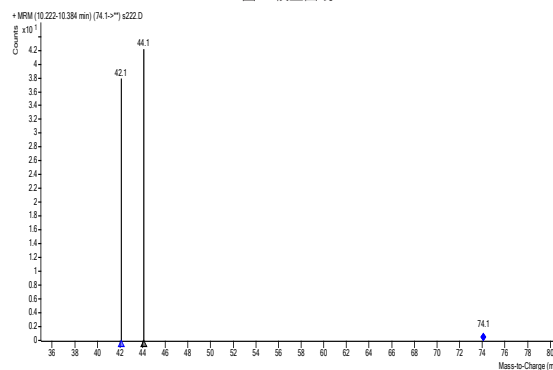


图 3 NDMA 质谱图