

## 1、适用范围

适用于肉及肉制品、水产动物及其制品中 N-亚硝胺的测定。（本实验样品为鱼肉、猪肉）

参考标准《GB 5009.26-2023 食品安全国家标准 食品中 N-亚硝胺类化合物的测定（征求意见稿） 第二法 QuEChERS—气相色谱-质谱/质谱法》

## 2、溶液的配制

- 1) 标准储备液：精确吸取 1mL 浓度为 1mg/mL 准品用乙腈溶解并定容至 10mL，即 0.1mg/mL 储备液，-18℃避光保存。
- 2) 标准工作液：精确吸取 1mL 标准储备液用乙腈溶解并定容至 10mL，即 10μg/mL 储备液。

## 3、提取步骤

精确称取样品 10.00g 置于 50mL 的螺口尖底离心管，加入 5mL 水，准确加入 10mL 乙腈，涡旋振荡 2min，置于-20℃冰箱冷冻 20min，加入陶瓷均质子 1 粒以及 4g 硫酸镁和 1g 氯化钠，涡旋振荡 2min，置于冷冻离心机中，9000r/min，10℃离心 5min，上清液待净化。

## 4、净化步骤

称取 150mg BRP 粉末（鱼肉）/1g PLR（猪肉等油脂多的样品）于 15mL 离心管中，加入 5mL 水涡旋振荡，立即加入 5mL 上清液涡旋振荡 1min，置于冷冻离心机中，9000r/min，10℃离心 5min.

声明：除非另有说明，此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可，不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编：321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

称取 1.6g 硫酸镁和 0.4g 氯化钠于另一 15mL 离心管，加入净化液旋振荡 2min，置于冷冻离心机中，9000r/min，10℃离心 5min。取上层有机相经 0.22μm 微孔滤膜过滤后，上机测定。

## 5、注意事项

加标水平：在 10g 样中加入 40μL 10μg/mL 的 N-亚硝胺标准工作液，至 10mL 乙腈中，加标水平 0.04mg/kg，机读数 40μg/L。

## 6、色谱条件

### 6.1 气相色谱条件

色谱柱	WM-INOWAX30m*0.25mm, 0.25μm
进样口温度	220℃
升温程序	初始温度为 40℃；以 10℃/min 升温至 80℃；再以 1℃/min 升温至 100℃；再以 20℃/min 升温至 240℃保持 2min；
载气	高纯氦气（纯度>99.999%）
进样方式	不分流进样
恒流模式	1mL/min
进样量	2μL

### 6.2 质谱条件

电离方式	电子轰击电离源（EI）
电离能量	70eV
传输线温度	250℃
离子源温度	230℃
四极杆温度	150℃
监测方式	选择离子扫描（SIM） 1

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

溶剂延迟	5min
------	------

## 7、色谱图或者加标回收率结果

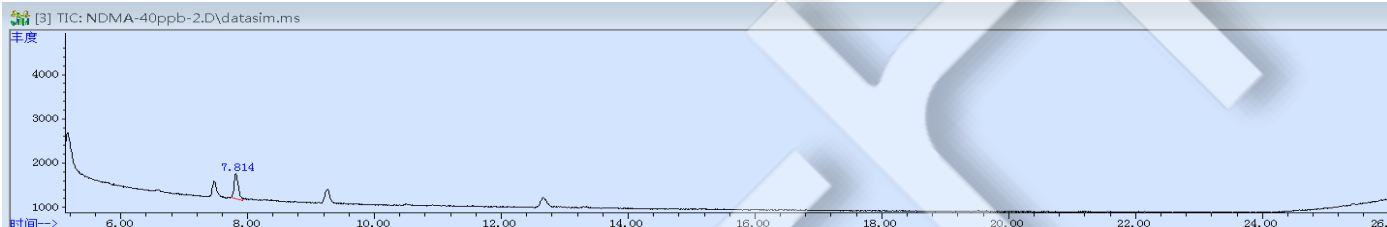


图 1. 40 $\mu$ g/L 标准图谱

峰名称	保留时间	类型	峰宽	面积	开始时间	结束时间
N-亚硝酸胺	7.814	M	0.072	23678	7.744	7.889

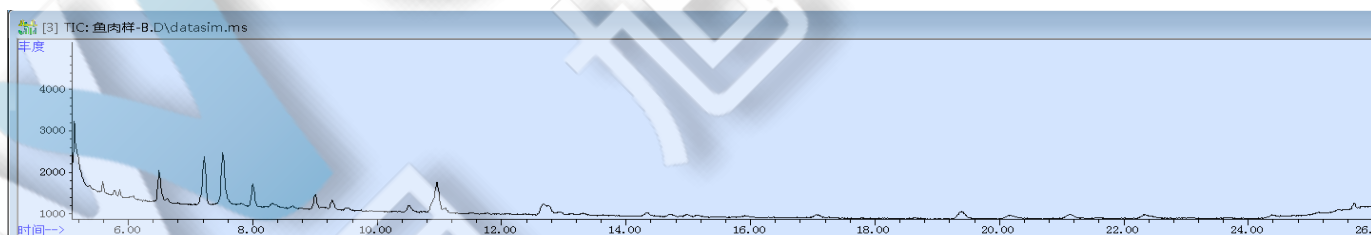


图 2. 鱼肉样品图谱

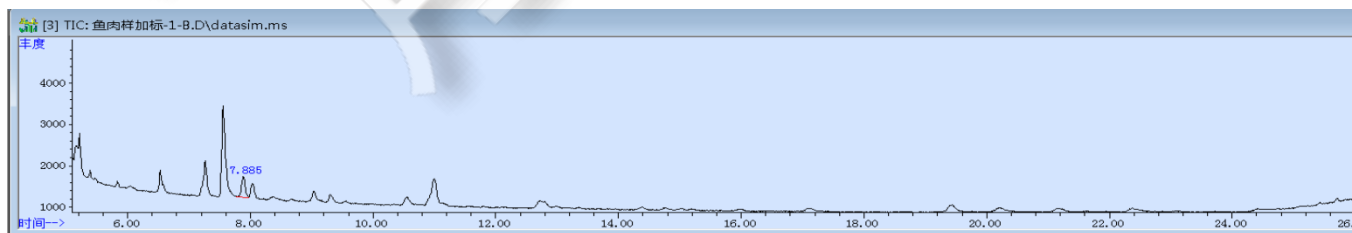


图 3. 鱼肉样加标 0.04mg/kg 图谱

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000 E-mail: lingyuyu@welchmat.com

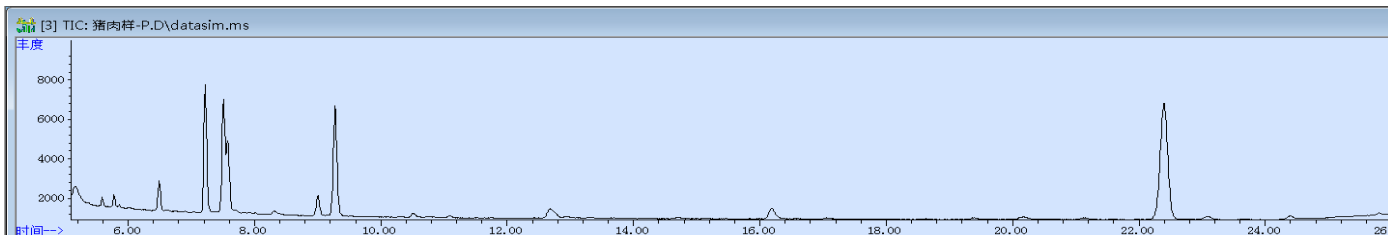


图 4.猪肉样品图谱

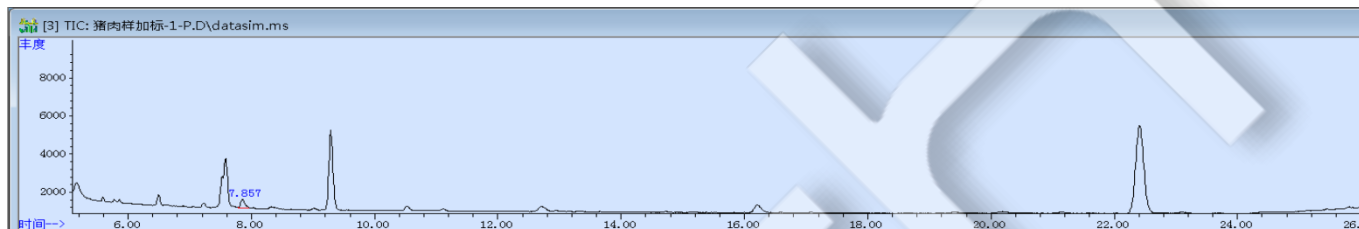


图 5.猪肉样加标 0.04mg/kg 图谱

表 1.加标回收表

样品	名称	加标水平 mg/kg	平均回收率%	RSD (N=2)
猪肉	N-亚硝胺	0.04	92	4.71%
鱼肉			94	1.01%

声明:除非另有说明,此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可,不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

## 8、相关产品信息

货号	名称	规格
00530-20000	盐析包	4g 硫酸镁和 1g 氯化钠
00522-20021	净化管	150mg BRP 粉末 (鱼肉)
005PM-187-50	净化管	1g PLR 粉末 (猪肉等油脂多的样品)
005PM-186-50	盐析包	1.6g 硫酸镁和 0.4g 氯化钠
00837-05006	50mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg, 袋装,未灭菌, 50mL, 50/包
00824-31001	Welch 固相萃取装置	12 位方缸
00821-32291	盖子+垫片	预切口红色特氟龙/白色硅胶隔垫, 9mm 蓝色短螺纹开口盖 中心孔 6mm 100pk
00821-40927	样品瓶	2mL 透明短螺纹广口样品瓶 带书写处 11.6*32mm 一级水解玻璃 100pk
03909-22001	气相色谱柱	WM-InoWAX 30m×0.25mm,0.25μm
00837-05002	15mL 螺口尖底离心管	离心管 一次性离心管, 平盖, 锥形底,RCF12000xg,袋装,未灭菌, 15mL, 50/包

声明:除非另有说明, 此报告结果仅对该测试样品负责。本报告未经公司许可, 不可复制。

Add:浙江省金华市婺城区双林南街 168 号 Tel:400-810-6969

邮编: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com