

高效液相色谱-串联质谱法测定火腿肠制品中 11种杂环胺类化合物

张志荣, 刘裕婷, 牛晓梅, 张来颖, 王玉江*

(北京市丰台区疾病预防控制中心, 北京 100071)

摘要: **目的** 建立高效液相色谱-串联质谱法同时测定火腿肠制品中11种杂环胺类化合物含量的分析方法。**方法** 样品经5 mL水、10 mL 1%氨水乙腈(体积分数)振荡提取后, 4 g Na₂SO₄, 1 g NaCl盐析, 上清液经EMR-Lipid除脂小柱净化, 以HSS T3色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.8 μm)分离待测物, 采用电喷雾离子化, 正离子扫描和多反应监测模式检测, 以保留时间和特征离子对定性, 内标法定量。**结果** 11种目标化合物在2.5~40.0 μg/L范围内线性关系良好, 相关系数大于0.9950; 方法检出限为0.3~2.0 μg/kg, 定量限为1.0~5.0 μg/kg; 11种目标物在添加水平为5.0、10.0、20.0 μg/kg时, 平均回收率为61.7%~89.1%, 相对标准偏差为8.1%~20.4%。**结论** 该方法样品前处理步骤简单、耗时短, 准确性、精密度及灵敏度均较好, 适用于火腿肠制品中11种杂环胺类化合物含量的检测。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; 火腿肠制品; 杂环胺类化合物

Determination of 11 kinds of heterocyclic amines in ham sausage products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Zhi-Rong, LIU Yu-Ting, NIU Xiao-Mei, ZHANG Lai-Ying, WANG Yu-Jiang*

(Fengtai Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100071, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the simultaneous determination of the content of 11 kinds of heterocyclic amines in ham sausage products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The sample was shaken and extracted with 5 mL water, 10 mL 1% ammonia water in acetonitrile (volume fraction), then the extraction was salted out with 4 g Na₂SO₄ and 1 g NaCl, the supernatant was purified by EMR-Lipid degreasing cartridge, the 11 kinds of target compounds were separated on HSS T3 column (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm), and detected under positive ionization and multiple reaction monitoring mode. Eleven kinds of compounds were identified by retention time and the ratio of characteristic ions, and the eleven heterocyclic amines were quantified by using the internal standard methods. **Results** The calibration curves of 11 kinds of compounds were linear within the range from 2.5 to 40.0 μg/L. The correlation coefficients of the target compounds were more than 0.9950. The limits of detection were 0.3~2.0 μg/kg, the limits of quantification were 1.0~5.0 μg/kg. The average recoveries of ham sausage samples at spiked levels (5.0, 10.0, 20.0 μg/kg) were 61.7%~89.1%, the relative standard deviations were 8.1%~20.4%. **Conclusion** The pretreatment of sample is simple and time-saving, the method is accurate, sensitive, which can be used to determine the content of 11 kinds of heterocyclic amines in ham sausage products.

*通信作者: 王玉江, 副主任技师, 主要研究方向为卫生理化检验。E-mail: yujiangwang@126.com

*Corresponding author: WANG Yu-Jiang, Associate Chief Technician, Fengtai Center for Disease Control and Prevention, Kan Dan Health Industrial Park, Beijing 100071, China. E-mail: yujiangwang@126.com

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; ham sausage products; heterocyclic amines

0 引言

杂环胺类化合物(heterocyclic amines, HAs)是畜禽、鱼肉等富含蛋白质的食品在高温烹制过程中生成的具有一个或多个氮原子的多环芳香族化合物^[1]。迄今已经从食品中分离和鉴定出超过25种HAs,毒理学及流行病学研究表明,HAs具有潜在的致突变性及致癌性^[2-3]。国际癌症研究机构(International Agency for Research on Cancer, IARC)将2-氨基-3-甲基咪唑并(4,5-f)喹啉(quinoline, IQ)定义为2A类很可能致癌物,将2-氨基-3,4-二甲基-3H-咪唑并喹啉(2-amino-3,4-dimethyl-3H-imidazo [4,5-f] quinoline, MeIQ)、2-氨基-3,8-二甲基咪唑并喹啉(2-amino-3,8-dimethylimidazo [4,5-F] quinoxaline, MeIQx)、2-氨基-1-甲基-6-苯基咪唑并(4,5-b)吡啶(1-methyl-6-phenyl-1H-imidazo [4,5-b] pyridin-2-amine, PhIP)、2-氨基-9H-吡啶并(2,3-b)吡啶(2-amino-9H-pyrido [2,3-B] indole, AαC)、2-氨基-3-甲基-9H-吡啶并(2,3-b)吡啶(2-amino-3-methyl-9H-pyrido [2,3-B] indole, MeAαC)5种物质定义为2B类潜在致癌物^[4]。

火腿肠制品在中餐食品中较为常见,在我国食品消费中具有一定的比例,由于其烹制方式包括高温加工过程,该类食品中杂环胺含量对人群健康影响值得关注^[5]。目前我国尚未出台食品中杂环胺类化合物含量的限量标准,因此建立快速、准确的食品中杂环胺含量检测方法在整个研究工作中十分必要。有关肉类食品中杂环胺含量检测方法主要集中在液相色谱法和液相色谱-串联质谱法^[6-9],但存在检测种类少、样品前处理步骤较多等问题^[10-11]。本研究选取11种代表性杂环胺物质,采用盐析分层、EMR-Lipid除脂小柱净化等样品前处理方法,考察不同溶剂的提取效果以及不同滤膜材质对目标化合物的吸附效果,以期适用于火腿基质样品中杂环胺类化合物含量的测定,为其检测提供参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

API3200 高效液相色谱-串联质谱仪(美国 ABSciex 公司); RVC 2-33 CDplus 真空离心浓缩仪(德国 CHRIST 公司); Milli-Q 纯水机(默克密理博); Multi Reax 旋涡振荡器(德国海道夫公司); JYL-D025 料理机(九阳股份有限公司); Captiva EMR-Lipid 除脂净化柱(600 mg, 6 mL)、5982-0032 萃取盐包、再生纤维素滤膜(regenerated cellulose, RC, 0.22 μm)(美国安捷伦公司)。

标准品: 2-氨基-3-甲基咪唑并(4,5-f)喹啉(CAS: 76180-96-6)、2-氨基-3,4-二甲基-3H-咪唑并喹啉(CAS: 77094-11-2)、2-氨基-3,8-二甲基咪唑并喹啉(CAS: 77500-04-0)、2-氨基-1-甲基-6-苯基咪唑并(4,5-b)吡啶(CAS: 105650-23-5)、2-氨基-3,4,7,8-四甲基-3H-咪唑(4,5-f)喹啉(CAS: 132898-07-8)、9H-吡啶并(3,4-b)吡啶(9H-pyridino (3,4-B) indole, Nor harmane) (CAS: 244-63-3)、1-甲基-9H-吡啶并(3,4-b)吡啶[1-methyl-9H-pyridino (3,4-B) indole, Harman] (CAS: 486-84-0)、2-氨基-1,6-二甲基咪唑并(4,5-b)吡啶[2-amino-1, 6-dimethylimidazolium (4,5-b) pyridine, DMIP] (CAS: 132898-04-5)、2-氨基-9H-吡啶并(2,3-b)吡啶(CAS: 26148-68-5)、2-氨基-3-甲基-9H-吡啶并(2,3-b)吡啶(CAS: 68006-83-7)、3-氨基-1,4-二甲基-5H-吡啶并(4,3-b)吡啶[3-amino-1, 4-dimethyl-5H-pyridino (4,3-B) indole, Trp-p-1] (CAS: 68808-54-8)、3-氨基-1-甲基-5H-吡啶并(4,3-b)吡啶[3-AMINO-1-METHYL-PYRIDO (4,3-B) INDOLE, Trp-p-2] (CAS: 72254-58-1)(纯度均大于95%,加拿大 TRC 公司); 甲酸(色谱纯,北京迪马科技公司); 乙腈(色谱纯,德国默克公司); 氨水(28%,加拿大 TCI 公司)。

1.2 实验方法

1.2.1 标准溶液的配制

分别准确称取10.0 mg标准品于10 mL容量瓶中,乙腈溶解并定容至刻度,配制各分析物浓度为1.0 mg/mL的标准储备液,-18 °C保存。用乙腈稀释各储备液100倍,得到各目标物浓度为10 μg/mL的混合标准中间液。临用时,用10%乙腈水(含0.2%甲酸)将中间液稀释成浓度为100 ng/mL的混合标准使用液。

1.2.2 样品前处理

样品提取: 称取粉碎均匀的2份样品各2.0 g(1份用于平行测定)于50 mL聚丙烯离心管中,分别加入200 μL内标(浓度为100 ng/mL)、5 mL水、10 mL含1%(体积分数)氨水的乙腈溶液,混匀后涡旋振荡提取30 min。

样品净化: 将萃取盐包(4 g Na₂SO₄, 1 g NaCl)加入各管中,样品管加盖振摇1 min,在4 °C下8000 r/min离心15 min,放置30 min。取上清提取液5 mL加入1.25 mL水,混匀后过Captiva EMR-Lipid除脂净化小柱(600 mg, 6 mL),小柱无需活化,收集流出液,浓缩至近干,1 mL 10%乙腈水溶液(含0.2%甲酸)复溶,混匀后,再生纤维素滤膜(0.22 μm)过滤上机。

1.2.3 基质混合标准使用液的制备

用不含所测定的11种杂环胺类化合物的火腿肠作为基质,按照1.2.2样品前处理步骤得到空白基质作为溶剂,

吸取不同量的混合标准使用液, 基质液稀释配制不同浓度的混合标准系列, 质量浓度分别为 2.5、5.0、10.0、20.0、40.0 $\mu\text{g/L}$, 内标质量浓度为 10.0 $\mu\text{g/L}$ 。

1.2.4 仪器条件

色谱条件: 色谱柱 Waters HSS T₃ (2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μm); 有机相: 乙腈, 水相: 0.1%甲酸水; 柱温: 35 $^{\circ}\text{C}$; 流速: 0.20 mL/min; 初始流动相比例: 乙腈: 0.1%甲酸水 (1:9, V/V); 进样量: 10 μL , 流动相梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Condition of gradient elution

时间/min	乙腈/%	0.1%甲酸水/%
3	10	90
11	50	50
11.1	80	20
13	80	20
13.1	10	90
18	10	90

质谱条件: 电离方式为电喷雾正离子模式(electrospray positive ion mode, ESI⁺); 电喷雾电压: 5000 V; 离子源温度: 400 $^{\circ}\text{C}$; 载气: 氮气; 雾化器压力: 30 psi; 辅助器流速: 40 psi; 扫描方式: 多反应监测模式(multiple reaction monitoring mode, MRM), 具体参数见表 2。

2 结果与分析

2.1 质谱参数的优化

杂环胺类化合物具有胺基结构, 在正离子模式下易与质子结合形成[M+H]⁺分子离子峰。将浓度均为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的 11 种目标物及内标通过蠕动泵分别注入质谱, 在正离子模式下进行一级质谱扫描(Q1)得到母离子信息, 对准分子离子峰进行二级质谱分析(子离子扫描), 选取丰度高、干扰小的碎片离子作为特征离子。优化各离子对的去簇电压(declustering potential, DP)、碰撞能量(collision energy, CE), 确定最佳参数。Trp-p-2 与 MeA α C 具有相同的分子量, 属于同分异构体, 化合物碎裂方式相同, 但碎片离子丰度比不同, 同时在色谱分离部分保留时间相差较大。目标化合物经过优化的主要参数见表 2。

2.2 色谱柱的选择

本研究分别考察了 Waters BEH C₁₈ 色谱柱(2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μm)和 Waters HSS T₃ (2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μm) 色谱柱对 11 种目标化合物的分离效果, HSS T₃ 色谱柱对 IQ、MeIQ、DMIP 3 种杂环胺的分离效果明显优于 BEH C₁₈ 色谱柱, 3 种物质的峰形较好, 2 种色谱柱对其他几种目标物的分离效果类似。在流动相中加入 0.1%甲酸后, 所有

目标物的信号强度均增加, IQ、MeIQ、DMIP 3 种目标物的峰形也有明显改善。选用 HSS T₃ 色谱柱, 乙腈-0.1%甲酸水流动相体系可以对 11 种待测物达到理想的分离效果, 见图 1。

2.3 提取溶剂的选择

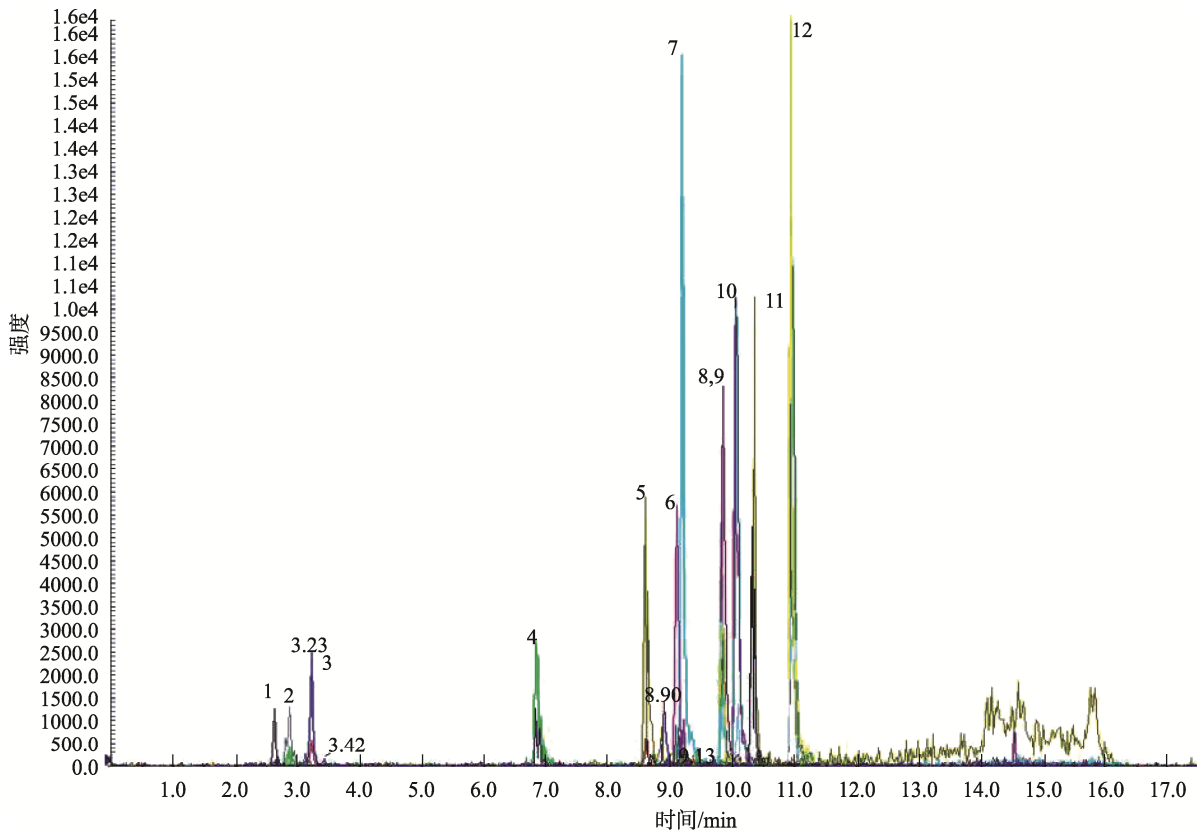
杂环胺是一类有机弱碱性化合物, 在碱性条件下易溶于有机溶剂^[1], 样品提取溶剂中加入碱性试剂来增加提取效率^[12]。本研究通过在空白火腿样品中加入 20.0 $\mu\text{g/L}$ 混合标准溶液进行提取, 比较了 1%氨水乙腈(体积分数)、3%氨水乙腈及 5%氨水乙腈的提取效果(表 3), 结果表明, 提高碱度并没有明显增加回收效果, 因此选用 1%氨水乙腈作为提取溶剂。

表 2 目标化合物主要质谱参数

Table 2 Mass spectrometric parameters of the target compounds

目标化合物	母离子 (<i>m/z</i>)	子离子 (<i>m/z</i>)	去簇电压 /V	碰撞能量 /eV
DMIP	163.2	148.1*	32.65	33.40
		105.1		50.93
Trp-p-2	198.1	181.1	54.03	31.20
		154.1*		38.98
A α C	184.1	167.1	45.91	34.07
		140.1*		41.31
Harman	183.2	168.1	22.38	38.35
		115.1*		44.70
Trp-p-1	212.1	195.1*	51.86	32.96
		168.1		39.78
MeIQ	213.1	198.1*	46.32	34.06
		145.1		38.77
PhIP	225.1	210.1*	53.32	38.96
		183.1		44.48
MeA α C	198.1	181.1*	47.03	30.79
		154.1		38.45
MeIQx	214.2	199.1	53.90	32.86
		131.1*		51.57
Nor harmane	169.1	142.1	60.12	36.18
		115.1*		47.09
IQ	199.1	184.1*	52.03	36.17
		157.1		45.42
4,7,8-TriMeIQx	242.1	227.1*	52.31	34.31
		201.2		34.01

注: *表示定量离子对; 2-氨基-3,4,7,8-四甲基-3H-咪唑(4,5-f)啉(4,7,8-TriMeIQx)为内标。



注: 图中 1~12 分别为 IQ、MeIQ、DMIP、MeIQx、Nor harmane、4,7,8-TriMeIQx、Harman、PhIP、Trp-p-2、AαC、Trp-p-1、MeAαC。

图 1 火腿空白加标样品中 11 种杂环胺类化合物 MRM 色谱图(10 µg/kg)

Fig.1 MRM chromatogram of a blank ham sample spiked with 11 kinds of Has (10 µg/kg)

表 3 不同提取溶剂下 11 种目标化合物的平均回收率($n=3$) ($\bar{x} \pm s$, %)

Table 3 Average recoveries of 11 kinds of target compounds with different extraction solvents ($n=3$) ($\bar{x} \pm s$, %)

化合物	1%氨水乙腈	3%氨水乙腈	5%氨水乙腈
DMIP	56.7±1.8	55.9±13.8	53.1±9.7
Trp-p-2	58.2±3.5	55.9±14.4	55.2±12.4
AαC	42.7±6.6	32.1±11.4	30.8±14.7
Harman	78.7±1.3	77.8±7.2	78.2±2.9
Trp-p-1	50.7±5.3	45.4±11.8	42.9±11.6
MeIQ	67.8±7.0	75.3±3.4	66.7±15.2
PhIP	77.8±16.3	66.5±14.5	61.7±4.8
MeAαC	39.9±15.0	29.7±6.8	23.7±18.3
MeIQx	80.7±14.1	73.2±18.0	70.3±4.7
Nor harmane	95.5±11.3	63.3±15.1	70.5±15.4
IQ	58.7±15.5	74.3±5.4	61.7±11.8

2.4 滤膜的选择与优化

在本研究方法优化过程中, AαC 和 MeAαC 2 种目标物的回收率较低, 通过改进提取溶剂等前处理步骤均无法提高目标物回收率。通过查阅相关文献^[13-15]以及评价净化柱、过滤膜对目标物是否有吸附后, 发现所使用的尼龙过滤膜对 AαC 和 MeAαC 有吸附, 因此需要选取更适合的滤膜材质。不同材质的滤膜与被过滤化合物之间的氢键、范德华力、电荷吸附等相互作用力不同, 因此对化合物的吸附作用不同。本研究考察了尼龙膜、聚四氟乙烯(polytetrafluoroethylene, PTFE)膜、聚醚砜(polyether sulfone, PES)膜及再生纤维素膜(regenerated cellulose membrane, RC)对 AαC 和 MeAαC 的吸附效果。用 10%乙腈水配制 10 ng/mL 的混合标准溶液, 通过比较过滤前后的峰面积, 计算滤膜对 AαC 和 MeAαC 的吸附效应(adsorption effect, AE)(%), $AE(\%) = (C_0 - C/C_0) \times 100\%$ ^[16], 其中 C 为标准溶液过滤后目标物峰面积, C_0 为标准溶液过滤前目标物峰面积(图 2)。结果显示, 相较于其他 3 种膜, RC 膜对目标物的吸附较小, 但仍有吸附, 在过滤前样品液中加入一定比例的甲酸, 可以降低膜对目标物的吸附, 通过比较不同比例的甲酸, 最终选择 RC 膜过滤样品液, 同时在样品液中加入 0.2%甲酸来降低吸附效应。

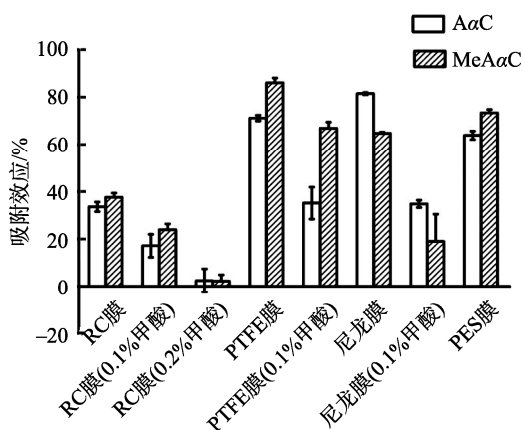


图 2 滤膜对目标物吸附效应的影响(n=3)
Fig.2 Effects of microfiltration membrane on adsorption effect of target compounds (n=3)

2.5 基质效应评价

样品检测过程中, 基质对待测物的分析产生干扰, 分为基质增强效应和基质抑制效应。通过基质匹配校正曲线斜率与标准曲线斜率的比值评估基质效应对定量结果的影响^[17], 一般认为, 斜率比值在 0.85~1.15 之间不存在基质效应^[18]。在火腿基质中, 11 种杂环胺类化合物的斜率比值在 0.47~0.97 之间, 除 MeIQx 不存在基质效应外, 其他目标物均存在不同程度的基质抑制效应 (< 0.85)。因此采用基质匹配曲线定量确保目标化合物的定量准确。

2.6 线性范围、回归方程和检出限

通过配制基质曲线, 以浓度为横坐标(X), 目标物与内标物的峰面积比值为纵坐标(Y)绘制标准曲线, 在 2.5~40 μg/L 范围内各目标物线性方程相关系数(coefficient of association, r)为 0.9950~0.9999。以目标物在空白样品中 3 倍信噪比计算检出限, 10 倍信噪比计算定量限。11 种杂环胺类化合物的回归方程、定性限及定量限见表 4。

表 4 目标化合物的回归方程、定性限及定量限
Table 4 Regression equations, limits of detection and limits of quantification of the 11 kinds of target compounds

化合物缩写	回归方程	检出限 /(μg/kg)	定量限 /(μg/kg)
DMIP	$Y=0.031X+0.001$	1.0	2.5
Trp-p-2	$Y=0.060X+0.001$	0.5	1.5
AαC	$Y=0.149X+0.001$	0.3	1.0
Harman	$Y=0.153X+0.018$	0.5	1.5
Trp-p-1	$Y=0.151X+0.002$	0.5	1.5
MeIQ	$Y=0.038X+0.021$	2.0	5.0
PhIp	$Y=0.243X+0.002$	1.0	3.0
MeAαC	$Y=0.140X+0.001$	1.2	3.5
MeIQx	$Y=0.030X+0.001$	1.0	2.5
Nor harmane	$Y=0.111X+0.083$	0.5	1.5
IQ	$Y=0.008X+0.001$	2.0	5.0

2.7 方法的回收率与精密度

对空白样品进行低、中、高 3 个浓度的添加回收率实验及精密度实验, 空白样品选取未检测到目标物的火腿样品, 按照 1.2.2 进行前处理。结果表明(表 5), 11 种杂环胺类化合物的平均回收率在 61.7%~89.1%之间, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 8.1%~20.4%之间。回收率及精密度均满足火腿肠制品中杂环胺含量的检测要求。

表 5 精密度与加标回收实验(n=6)
Table 5 Precisions and standard recoveries experiment (n=6)

化合物缩写	加标量/(μg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
DMIP	5.0	81.1	8.6
	10.0	80.5	15.1
	20.0	70.9	11.1
Trp-p-2	5.0	89.1	8.1
	10.0	84.5	8.2
	20.0	72.1	13.8
AαC	5.0	65.6	13.2
	10.0	73.4	12.0
	20.0	61.7	8.6
Harman	5.0	84.6	11.7
	10.0	87.4	13.3
	20.0	73.0	13.6
Trp-p-1	5.0	77.3	16.9
	10.0	66.2	9.7
	20.0	69.5	13.6
MeIQ	5.0	80.7	20.4
	10.0	74.8	18.7
	20.0	69.1	16.9
PhIp	5.0	65.2	16.0
	10.0	71.3	17.0
	20.0	77.8	17.1
MeAαC	5.0	63.9	16.8
	10.0	79.0	12.2
	20.0	63.3	14.1
MeIQx	5.0	80.1	14.0
	10.0	70.4	12.9
	20.0	73.3	18.3
Nor harmane	5.0	75.3	15.6
	10.0	79.6	14.1
	20.0	66.2	13.6
IQ	5.0	66.8	18.8
	10.0	81.0	13.4
	20.0	74.1	19.0

2.8 实际样品检测

应用本研究建立的方法检测 10 件市售的火腿制品, 其中 5 件检出 Nor harmane, 含量分别为 4.74、1.74、1.69、2.52、3.14 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 3 件检出 Harman, 含量为 4.30、3.25、5.07 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。其余目标物均未检出。

3 结 论

本研究建立了液相色谱-串联质谱测定火腿肠制品中 11 种杂环胺类化合物含量的分析方法, 净化步骤用 EMR-Lipid 除脂小柱代替常规固相萃取柱。EMR-Lipid 除脂小柱具有特殊填料结构, 无需活化平衡与洗脱等步骤, 可将提取液混合一定比例的水相直接加载在小柱上, 收集滤液, 浓缩过滤后直接分析, 与 ZHANG 等^[19-20]常规固相萃取方法相比, 步骤更为简便, 有机试剂消耗少。在样品前处理过程中, 提取液提取后加入盐析步骤促进提取液分层, 去除更多极性干扰物。为降低过滤膜对部分目标物的吸附效果选择在样品液中加入一定比例甲酸及使用 RC 膜过滤。通过方法学验证, 该方法准确性、精密度及灵敏度均较好, 适用于火腿制品中 11 种 HAs 含量的检测。

参考文献

- 张任春, 肖小华, 李攻科. 肉类食品中杂环胺检测的样品前处理及分析方法的研究进展[J]. 色谱, 2014, 9(32): 975-980.
ZHANG QC, XIAO XH, LI GK. Advances on sample pretreatment and analytical method for the analysis of heterocyclic amines in meat products [J]. Chin J Chromatogr, 2014, 9(32): 975-980.
- WU YL, CHEN LW, XIAN YP, *et al.* Quantitative analysis of fourteen heterocyclic aromatic amines in bakery products by a modified QuEChERS method coupled to ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC MS/MS) [J]. Food Chem, 2019, 11(298): 125048.
- 张玉霞, 周亚军, 李圣尧. 熟肉制品中杂环胺的形成与抑制研究进展[J]. 肉类研究, 2019, 8(33): 65-73.
ZHANG YX, ZHOU YJ, LI SR. Recent progress in the formation and inhibition of heterocyclic aromatic amines in cooked meat products [J]. Meat Res, 2019, 8(33): 65-73.
- MONGRAPHS ARC. The identification of carcinogenic hazards to humans [EB/OL]. [2021-03-12]. <https://monographs.iarc.who.int/list-of-classifications> [2021-04-14].
- 程轶群, 雷阳, 周兴虎, 等. 传统肉制品中杂环胺研究进展[J/OL]. 食品科学, 2021, <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.ts.20210115.1341.026.html>
CHENG YQ, LEI Y, ZHOU XH, *et al.* Heterocyclic amines in Chinese traditional meat products: A review [J/OL]. Food Sci, 2021. <http://kns.cnki.net/kcms/detail/11.2206.ts.20210115.1341.026.html>
- 戴明. 液相色谱串联质谱法测定热加工食品中杂环胺[J]. 食品研究与开发, 2016, 37(22): 123-127.
DAI M. The determination of heterocyclic aromatic amines with UPLC-MS/MS in high temperature processed food [J]. Food Res Dev, 2016, 37(22): 123-127.
- 李海霞, 黄俊源, 何昀桐, 等. 不同食品基质中杂环胺的检测技术研究进展[J]. 食品研究与开发, 2020, 41(19): 204-211.
LI HX, HUANG JY, HE YT, *et al.* Research progress of detection technologies for heterocyclic aromatic amines in various food matrices [J]. Food Res Dev, 2020, 41(19): 204-211.
- 郑多多, 张雪娇, 王南, 等. 高效液相色谱法测定烧烤制品中 5 种杂环胺含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(20): 5301-5307.
ZHENG DD, ZHANG XJ, WANG N, *et al.* Determination of 5 kinds of heterocyclic aromatic amines in grilled meat by high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(20): 5301-5307.
- YONG L. Effects of polyphosphates and sodium chloride on heterocyclic amines in roasted beef patties as revealed by UPLC-MS/MS [J]. Food Chem, 2020, 326: 127016.
- 魏晋梅, 张丹, 李雪, 等. 固相萃取-液相色谱-串联质谱法测定市售卤肉制品中 5 种杂环胺含量[J]. 食品工业科技, 2020, 41(3): 259-269.
WEI JM, ZHANG D, LI X, *et al.* Determination of 5 kinds of heterocyclic amines in stewed meat using solid phase extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Sci Technol Food Ind, 2020, 41(3): 259-269.
- 李青, 王亚南, 秦之皓, 等. 高效液相色谱-质谱串联法检测中餐中常见肉类中杂环胺含量[J]. 现代食品科技, 2020, 36(8): 354-364.
LI Q, WANG YN, QIN ZH, *et al.* Analysis of heterocyclic amines in common meat types for Chinese cuisines by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Mod Food Sci Technol, 2020, 36(8): 354-364.
- CHEVOLLEAU S, BOUVILLE A, DEBRAUWER L. Development and validation of a modified QuEChERS protocol coupled to UHPLC-APCI-MS/MS for the simple and rapid quantification of 16 heterocyclic aromatic amines in cooked beef [J]. Food Chem, 2020, 316: 126327.
- 李伟, 刘玉灿, 段晋明. 微滤膜吸附效应对液相色谱-三重四级杆质谱直接进样检测水样中农药残留的影响[J]. 分析化学, 2015, 11(43): 1761-1765.
LI W, LIU YC, DUAN JM. Effects of microfiltration Membrane adsorption on detection of pesticides in water by direct injection liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2015, 11(43): 1761-1765.
- 杨雪丽, 王猛, 肖潇, 等. 直接进样-超高效液相色谱-串联质谱法测定生活饮用水中的微囊藻毒素[J]. 中国卫生检验杂志, 2020, 30(7): 805-807, 816.
YANG XL, WANG M, XIAO X, *et al.* Determination of microcystins in drinking water by ultra high performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chin J Health Lab Technol, 2020, 30(7): 805-807, 816.
- LATH S, KNIGHT ER, NAVARRO DA, *et al.* Sorption of PFOA onto different laboratory materials: Filter membranes and centrifuge tubes [J]. Chemosphere, 2019, 222(5): 671-678.

- [16] 陈丽芳, 何孝金, 董昌平, 等. 微滤膜吸附对合成色素的检测影响[J]. 海峡药学, 2020, 5(32): 59–62.
CHEN LF, HE XJ, DONG CP, *et al.* Influence of microfiltration membrane adsorption on detection of synthetic pigments [J]. Strait Pharm J, 2020, 5(32): 59–62.
- [17] ZIYI L, FARIS K, MOSTAFA T, *et al.* Determination of heterocyclic amines in meat matrices using enhanced matrix removal-lipid extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Sci, 2019, 7(84): 1992–2002.
- [18] 马晨霞, 马宇翔, 赵天培, 等. 超高效液相色谱-三重四级杆质谱法检测油脂和油炸食品中 7 种杂环胺类物质[J]. 色谱, 2020, 2(38): 224–231.
MA CX, MA YX, ZHAO TP, *et al.* Determination of seven heterocyclic aromatic amines in oils and fried foods by ultra performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2020, 2(38): 224–231.
- [19] ZHANG Y, WU WJ, WU W, *et al.* Determination of 14 heterocyclic aromatic amines in meat products using solid-phase extraction and supercritical fluid chromatography coupled to triple quadrupole mass spectrometry [J]. J Sep Sci, 2020, 43(7): 1372–1381.
- [20] YANG D, HE Z, GAO D, *et al.* Effects of smoking or baking procedures during sausage processing on the formation of heterocyclic amines measured using UPLC-MS/MS [J]. Food Chem, 2019, 276(3): 195–201.

(责任编辑: 王欣郑丽)

作者简介



张志荣, 主管技师, 主要研究方向为食品安全质量检测。

E-mail: zhangzhirongxxx@126.com



王玉江, 副主任技师, 主要研究方向为卫生理化检验。

E-mail: yujiangwang@126.com