

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-xxxx 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°C 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 10 μ g/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°C 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°C 离心 5min，上清液待净化。

4、净化步骤

称取 150mg PSA 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°C 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: 321000 E-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-亚硝酸胺标准工作液，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-INOWAX 30m*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

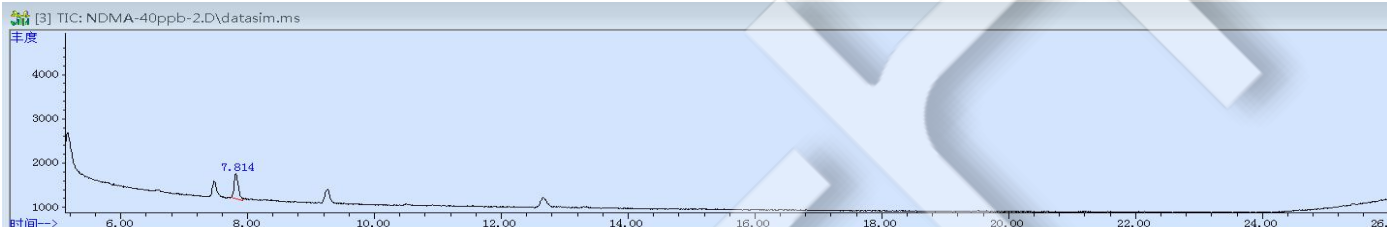


图 1. 40 μ g/L 标准图谱

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

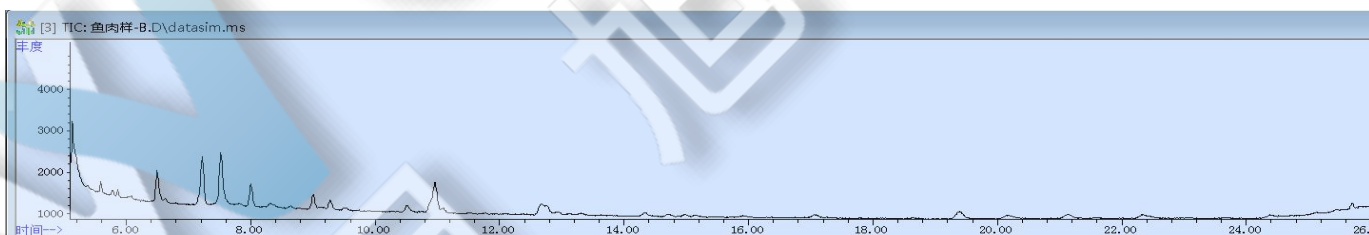


图 2. 鱼肉样品图谱

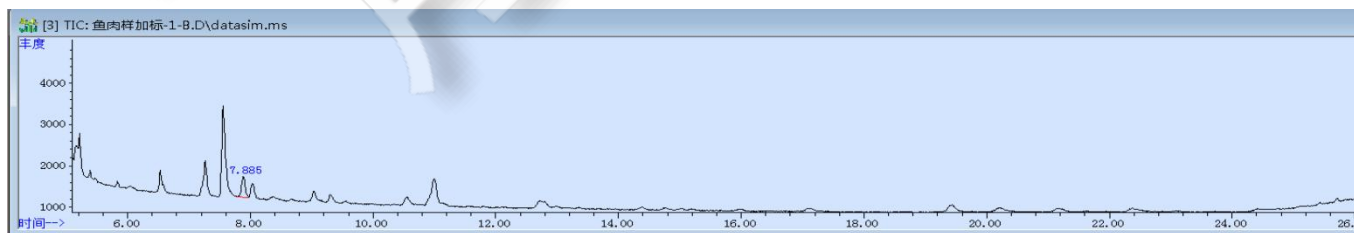


图 3. 鱼肉样加标 0.04mg/kg 图谱

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: 321000E-mail:lingyuyu@welchmat.com

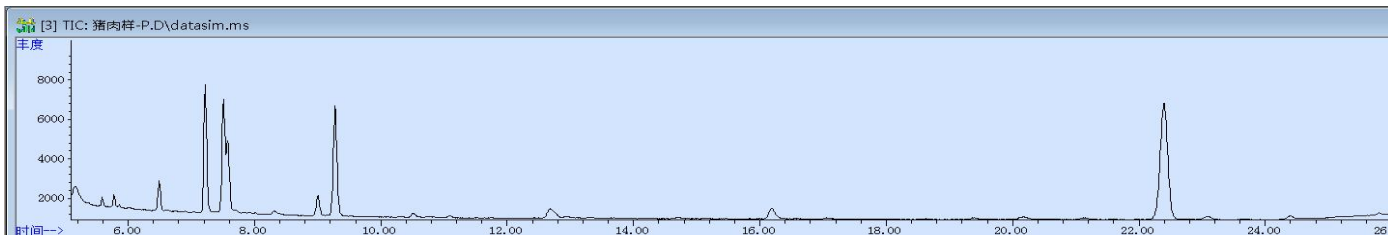


图 4.猪肉样品图谱

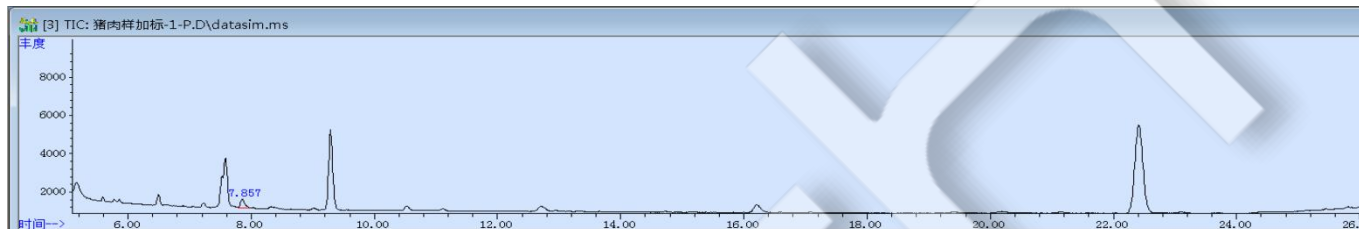


图 5.猪肉样加标 0.04mg/kg 图谱

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
00837-05006	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 50ml, 50/pk
00824-31001	固相萃取装置	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, 100/pk
00821-40927	进样瓶	2ml 透明短螺纹广口进样瓶带书写处 9-425 11.6*32mm 新包装 一级水解玻璃, 100/pk
03909-22001	气相色谱柱	WM-InoWAX 30m*0.25mm*0.25 μ m
00837-05002	离心管	一次性离心管, 平盖, 锥形底, RCF12000xg, 袋装, 未灭菌, 15ml, 50/pk

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