

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4140—2015

---

### 出口鱼肉香肠和香精中多种 杂环胺的测定 液相色谱-质谱/质谱法

Determination of heterocyclic amines in fish sausage and essence for export—  
LC-MS/MS method

2015-02-09 发布

2015-09-01 实施

---

中 华 人 民 共 和 国 发 布  
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵善贞、周瑶、伊雄海、曹晨、曲栗、郭德华、邓晓军、李锋格、苏敏。

## 出口鱼肉香肠和香精中多种 杂环胺的测定 液相色谱-质谱/质谱法

### 1 范围

本标准规定了出口食品和食品添加剂中 1-甲基-9*H*-吡啶[4,3-*b*]吲哚(Harman)、9*H*-吡啶[4,3-*b*]吲哚(Norharman)、2-氨基-9*H*-吡啶[2,3-*b*]吲哚(AaC)、2-氨基-3-甲基-9*H*-吡啶[2,3-*b*]吲哚(MeAaC)、2-氨基-1,6-二甲基咪唑-[4,5-*b*]吡啶(DMIP)、3-氨基-1,4-二甲基-5*H*-吡啶并[4,3-*b*]吲哚(Trp-P-1)、3-氨基-1-甲基-5*H*-吡啶[4,3-*b*]吲哚(Trp-P-2)、2-氨基-3-甲基咪唑-[4,5-*f*]喹啉(IQ)、2-氨基-3,4-二甲基咪唑-[4,5-*f*]喹啉(MeIQ)、2-氨基-3-甲基咪唑-[4,5-*f*]喹啉(IQ<sub>x</sub>)、2-氨基-3,8-二甲基咪唑-[4,5-*f*]喹啉(8-MeIQ<sub>x</sub>)、2-氨基-3,7,8-三甲基咪唑-[4,5-*f*]喹啉(7,8-DiMeIQ<sub>x</sub>)、2-氨基-3,4,8-三甲基咪唑-[4,5-*f*]喹啉(4,8-DiMeIQ<sub>x</sub>)、2-氨基-1-甲基-6-苯基咪唑-[4,5-*b*]吡啶(PhIP)等 14 种杂环胺的制样和液相色谱-质谱/质谱测定方法。

本标准适用于鱼肉香肠、肉脯以及柠檬香精、咸味香精中 14 种杂环胺的测定。

### 2 方法提要

试样中的杂环胺类物质用乙腈提取,正己烷除去部分脂质杂质;香精中的杂环胺类物质用甲醇提取,调节至 pH 5.5~6.5。提取液以固相萃取小柱净化,液相色谱-质谱/质谱检测和确证,内标法定量。

### 3 试剂材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为去离子水。

- 3.1 乙腈:高效液相色谱级。
- 3.2 甲醇:高效液相色谱级。
- 3.3 正己烷:高效液相色谱级。
- 3.4 甲酸:高效液相色谱级。
- 3.5 浓盐酸:浓度 36%~38%。
- 3.6 氨水:浓度 25%~28%。
- 3.7 氢氧化钠。
- 3.8 甲酸铵:高效液相色谱级。
- 3.9 0.1 mol/L 盐酸溶液:准确量取 9 mL 浓盐酸(3.5),水稀释定容至 1 L。
- 3.10 0.1 mol/L 氢氧化钠溶液:精确称取 4.0 g 氢氧化钠(3.7),水稀释定容至 1 L。
- 3.11 10<sup>-4</sup> mmol/L 甲酸铵溶液:精确称取 0.63 g 甲酸铵(3.8),水稀释定容至 1 L。
- 3.12 含 0.1%甲酸的乙腈:准确量取 1 mL 甲酸(3.4),乙腈稀释定容至 1 L。
- 3.13 甲醇-氨水(90+10,体积比):量取 90 mL 甲醇(3.2),加入 10 mL 氨水(3.6),混匀。现用现配。
- 3.14 标准品:见附录 A。
- 3.15 标准储备溶液:取适量标准品(3.14),分别用甲醇溶解定容至终浓度为 500 μg/mL, -18 °C 避光冷冻保存。
- 3.16 标准中间溶液:用甲醇分别稀释标准储备溶液(3.15)至终浓度为 10 μg/mL,于 4 °C 避光冷藏