

SCIEX Triple Quad™ 系统对13种杂环胺的快速测定

Rapid Identification and Quantitation of 13 Heterocyclic Amines by SCIEX Triple Quad™ System

刘蓉, 孙小杰, 刘冰洁, 郭立海
Liu Rong, Sun Xiaojie, Liu Bingjie, Guo Lihai
SCIEX Application Support Center, China

关键词: 杂环胺, 热加工, SCIEX Triple Quad™系统

引言

杂环胺 (Heterocyclic aromatic amines, HAAs) 是由含碳、氮和氢原子的烃环、氨基以及甲基结构所组成的一类杂环芳香烃类化合物。根据化学结构和形成条件的不同, 可将HAAs分成两类: 热型杂环胺类 (IQ-型, 100-300°C) 和热解型杂环胺类 (非IQ-型, 300°C以上)。IQ-型杂环胺包括吡啶类 (DMIP、PHIP等)、喹啉类 (IQx、MeIQx、7,8-DiMeIQx等) 和喹啉类 (IQ、MeIQ、IQ[4,5-b]等)^[1]; 非IQ-型杂环胺包括苯基吡啶类 (Phe-P-1)、 α -咪啉类 ($A\alpha C$ 、 $MeA\alpha C$) 和 β -咪啉类 (Harman、Norharman) 等, 对人体具有致癌性和致突变性, 长时间高量食用含有杂环胺的食物会提升人体患癌的风险, 对人们的健康造成严重威胁。

国标GB 5009.243-2016《高温烹调食品中杂环胺类物质的测定》中明确规定了杂环胺的检测范围。本方法基于SCIEX Triple Quad™系统, 建立了13种杂环胺的LC-MS/MS分析方法。

本方法具有以下特点:

- 灵敏度高:** 13种杂环胺的定量限低于国标的定量限要求。
- 方法高效:** 一针进样10.5 min即可完成对13种杂环胺的检测。

实验方法

1. 液相条件

液相: SCIEX ExionLC™系统

分析柱及流动相条件: T3 (2.1 × 100 mm, 1.8 μ m), 流速 0.3mL/min, 流动相A: 水 (0.1%乙酸); B: 乙腈 (0.1%乙酸), 梯度见表1。

柱温: 40 °C

梯度洗脱条件:

表1. 流动相洗脱程序

时间 (min)	A %	B %
0	99	1
1.5	99	1
8	60	40
8.01	1	99
9.5	1	99
9.6	99	1
10.5	99	1

2. 质谱条件

SCIEX Triple Quad™系统

离子源: ESI⁺

离子源参数:

雾化气GS1: 60 psi

气帘气CUR: 35psi

辅助加热气GS2: 60 psi

IS电压: 5500 V

源温度TEM: 600 °C

碰撞气CAD: Medium

表2. 13种杂环胺的质谱参数

化合物名称	英文缩写	母离子	子离子	去簇电压 DP, V	碰撞能量 CE, V
2-氨基-1,6-二甲基咪唑并吡啶	DMIP	163.1	147.1	176	39
		163.1	105.1	176	45
2-氨基-1-甲基-6-苯基咪唑并[4,5-b]吡啶	PHIP	225	210	222	38
		225	183	222	47
2-氨基-5-苯基吡啶	Phe-P-1	171	127	108	43
		171	77	108	57
2-氨基-3-甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	IQ	199	184	198	35
		199	157.1	198	45
2-氨基-1-甲基咪唑并[4,5-b]喹啉	IQ[4,5-b]	199	130.1	198	53
		199	184.1	162	37
2-氨基-3,4-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	MeIQ	199	142.1	162	50
		199	115	162	60
2-氨基-3,8-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	8-MeIQx	213	198.1	182	35
		213	197	182	45
2-氨基-3,7,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	7,8-DiMeIQx	200	185	170	37
		200	158.1	170	46
2-氨基-9H-吡啶并[2,3-b]吡啶	AaC	200	131	170	51
		214	199	156	35
2-氨基-3,8-二甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	8-MeIQx	214	199	156	35
		214	131	156	52
2-氨基-3,7,8-三甲基咪唑并[4,5-f]喹啉	7,8-DiMeIQx	228	213	185	35
		228	131	185	50
2-氨基-9H-吡啶并[2,3-b]吡啶	AaC	184	140	130	40
		184	167	130	30
2-氨基-3-甲基-9H-吡啶并[2,3-b]吡啶	MeAaC	184	113	130	56
		198	127	130	50
9H-吡啶并[3,4-b]吡啶	Norharman	198	128	130	51
		198	154	130	39
1-甲基-9H-吡啶并[3,4-b]吡啶	Harman	169	115	120	45
		169	89	120	62
1-甲基-9H-吡啶并[3,4-b]吡啶	Harman	183	115	144	47
		183	89.1	144	63
1-甲基-9H-吡啶并[3,4-b]吡啶	Harman	183	168.1	144	39

3. 实验结果

3.1 13种杂环胺的典型色谱图 (见图1)

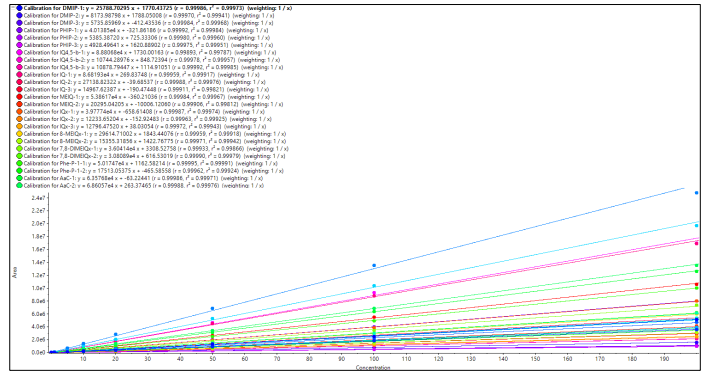


图1. 13种杂环胺的典型色谱图

3.2 标准曲线 (见图2)

采用空白溶剂加标, 配制系列标准曲线, 13种化合物线性关系良好, 见图2。DMIP、PHIP、IQ、7,8-DIMEIQx、Phe-P-1、AaC、MeAaC、Harman的线性范围为0.05-200 µg/L; IQ4,5-b、Norharman线性范围为0.01-200 µg/L, MEIQ、IQx、8-MEIQx线性范围为0.1-200 µg/L。

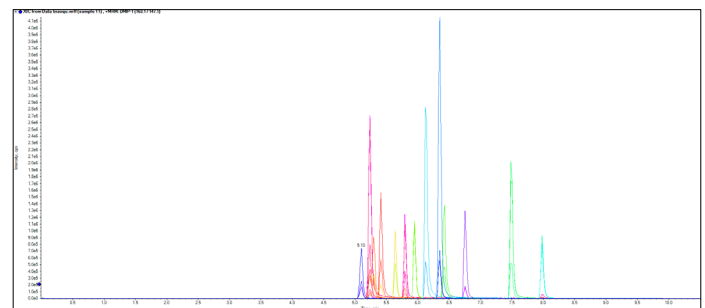


图2. 13种对杂环胺的线性关系曲线

3.3 重复性结果

针对本方法中涉及的13种化合物, 在0.5、10、50 µg/L三个浓度点的重复性试验, 所有化合物峰面积的相对标准偏差RSD在1.47%-2.81%之间, 方法及仪器的稳定性良好。

总结

本文采用高效液相色谱串联三重四极杆质谱建立了13种杂环胺的LC-MS/MS定量方法。该方法的灵敏度高，满足日常检测限量需求；各化合物均具有良好线性关系，方法重现性好。

参考文献

- [1] Gibis M. Heterocyclic aromatic amines in cooked meat products: causes, formation, occurrence, and risk assessment[J]. Comprehensive Reviews in Food Science and Food Safety, 2016, 15(2): 269-302.
- [2] Oz F, Kaya M. Heterocyclic aromatic amines in meat[J]. Journal of Food Processing and Preservation, 2011, 35(6): 739-753.
- [3] Zhou Y J , Zhang Y X , Dong X W .Determination of heterocyclic amines in braised sauce beef and the effects of different cooking conditions on the formation of heterocyclic amines[J].Journal of the Science of Food and Agriculture, 2021.

SCIEX临床诊断产品线仅用于体外诊断。仅凭处方销售。这些产品并非在所有国家地区都提供销售。获取有关具体可用信息，请联系当地销售代表或查阅<https://sciex.com.cn/diagnostics>。所有其他产品仅用于研究。不用于临床诊断。本文提及的商标和/或注册商标，也包括相关的标识、标志的所有权，归属于AB Sciex Pte. Ltd. 或在美国和/或某些其他国家地区的各权利所有人。

© 2023 DH Tech. Dev. Pte. Ltd. RUO-MKT-02-15779-ZH-A



SCIEX中国

北京分公司
北京市朝阳区酒仙桥中路24号院
1号楼5层
电话：010-5808-1388
传真：010-5808-1390
全国咨询电话：800-820-3488, 400-821-3897

上海公司及中国区应用支持中心
上海市长宁区福泉北路518号
1座502室
电话：021-2419-7201
传真：021-2419-7333
官网：sciex.com.cn

广州办公室
广州国际生物岛星岛环北路1号
B2栋501、502单元
电话：020-8842-4017

官方微信：[SCIEX-China](#)