

即食水产制品N-亚硝胺类化合物检测的样品 处理方法优化研究

陈婧, 王立媛, 胡争艳, 汤蓓, 吴平谷

浙江省疾病预防控制中心理化与毒理检验所, 浙江 杭州 310051

摘要: **目的** 优化即食水产制品中N-亚硝胺类化合物的前处理方法。**方法** 采集市售即食水产制品样品, 均质后经水蒸气蒸馏, 取蒸馏液加入乙醇(分散剂)、三氯甲烷(萃取剂)和3.0 g氯化钠进行分散液液微萃取(DLLME), 萃取时间为10 min。离心后取下层有机相, 采用气相色谱-三重四极杆质谱法(GC-MS/MS)多反应监测模式测定6种N-亚硝胺类化合物, 以内标法定量。**结果** 6种N-亚硝胺类化合物在10.0~500 $\mu\text{g/L}$ 线性范围较好, 相关系数均 >0.999 ; 方法检出限为0.05~0.6 $\mu\text{g/kg}$, 定量限为0.15~1.6 $\mu\text{g/kg}$; 平均加标回收率为71.8%~108.9%, 相对标准偏差(RSD)为1.4%~8.6%。检测市售即食水产制品样品20份, N-二甲基亚硝胺检出率最高, 为90%; N-亚硝胺吡咯烷、N-二乙基亚硝胺和N-二丁基亚硝胺检出率分别为15%、10%和10%。**结论** 采用水蒸气蒸馏联合DLLME优化即食水产制品中N-亚硝胺类化合物的前处理方法, 可满足检测要求。

关键词: N-亚硝胺类化合物; 即食水产制品; 水蒸汽蒸馏提取; 液液微萃取; 气相色谱-三重四极杆质谱

中图分类号: R155.5 **文献标识码:** A **文章编号:** 2096-5087 (2023) 08-0726-06

Optimization of pretreatment methods for N-nitrosamine compounds in ready-to-eat aquatic products

CHEN Jing, WANG Liyuan, HU Zhengyan, TANG Jun, WU Pinggu

Department of Physicochemical and Toxicology, Zhejiang Provincial Center for Disease Control and Prevention, Hangzhou, Zhejiang 310051, China

Abstract: Objective To optimize the pretreatment method of N-nitrosamine compounds in ready-to-eat aquatic products. **Methods** Market-sold ready-to-eat aquatic products were collected, homogenized and distilled by steam. The samples were extracted for 10 minutes using dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) with ethanol, trichloromethane and sodium chloride (3.0 g). After centrifugation, the organic phase in the lower layer was collected and subjected to gas chromatography-tandem mass spectrometry (GC-MS/MS). The six common N-nitrosamine compounds were determined in ready-to-eat aquatic products using multiple reaction monitoring mode (MRM) and quantified by the internal standard method. **Results** The optimized method exhibited a good linear relationship at concentrations of 10.0 to 500 $\mu\text{g/L}$ for determination of 6 N-nitrosamine compounds (correlation coefficient of greater than 0.999), with 0.05 to 0.60 $\mu\text{g/kg}$ limit of detection, 0.15 to 1.60 $\mu\text{g/kg}$ limit of quantitation, mean spiked recovery rates of 71.8% to 108.9%, and relative standard deviations of 1.4% to 8.6%. N-Nitrosodimethylamine showed the highest detection rate in 20 market-sold ready-to-eat aquatic products (90%), and the detection rates of N-Nitrosopyrrolidine, N-Nitrosodiethylamine and N-dibutyl nitrosamine were 15%, 10% and 10%, respectively. **Conclusion** Steam distillation combined with DLLME may optimize the pretreatment method of N-nitrosamine compounds in ready-to-eat aquatic products and meet the measurement requirements.

DOI: 10.19485/j.cnki.issn2096-5087.2023.08.018

基金项目: 2019年广东省重点领域研发计划项目(2019B020212001)

作者简介: 陈婧, 硕士, 技师, 主要从事食品理化检测技术研究
工作

通信作者: 吴平谷, E-mail: pgwu@cdc.zj.cn

Keywords: N-nitrosamine compound; ready-to-eat aquatic product; steam distillation extraction; liquid-liquid microextraction; gas chromatography-tandem mass spectrometry

N-亚硝胺类化合物具有较强的毒性、致癌、致畸和致突变作用^[1]。我国现行标准 GB 2762—2022《食品安全国家标准 食品中污染物限量》规定, N-二甲基亚硝胺 (NDMA) 在水产制品和干制水产品中的含量不得超过 4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ^[2]。目前有多篇报道提示水产制品检出 N-亚硝胺类化合物, 甚至有含量超标情况发生^[3-5]。

水产制品经过腌制、热加工等程序后, 由于丰富的蛋白质、油脂和色素等杂质干扰, 前处理难度增大。目前水产制品中 N-亚硝胺类化合物的前处理方法有水蒸气蒸馏法、液液萃取法、固相萃取法和基质分散固相萃取法等。GB 5009.26—2016《食品安全国家标准 食品中 N-亚硝胺类化合物的测定》推荐使用水蒸气蒸馏法分离提取 NDMA, 再采用大体积二氯甲烷进行分次液液萃取以达到萃取和净化的目的^[6], 然而这种蒸馏装置每次只能处理 1 个样品, 空白控制困难。近年来, 分散液液微萃取法 (dispersive liquid-liquid microextraction, DLLME) 广泛应用于食品中微量污染物的检测, 具有体系小、易操作、有机试剂用量少、集除杂和浓缩于一体等优点^[7-10]。另外, N-亚硝胺类化合物相对分子量小、易分解、响应灵敏度低, 采用气相色谱-三重四极杆质谱法 (gas chromatography-tandem mass spectrometry, GC-MS/MS) 检测可保证灵敏度和准确度。本研究采用一体化水蒸气蒸馏仪快速蒸馏, 优化 DLLME 处理条件, 结合 GC-MS/MS 检测常见即食水产制品中的 6 种 N-亚硝胺类化合物。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

气相色谱-三重四极杆质谱联用仪 (7890A-7000, 美国 Agilent 公司); 密封型摇摆式粉碎机 (CLF-04C, 浙江省温岭市创力药材器械厂); 全玻璃一体化水蒸气蒸馏仪 (ST109D, 济南盛泰电子科技有限公司); 多位点涡旋振荡器 (德国 Heidolph 公司); 高速离心机 (HC-3018, 安徽中科中佳科学仪器有限公司); 分析天平 [GB/T 5374—1991, 梅杜勒-托利多仪器 (上海) 有限公司]; 超纯水仪 (MILLI-Q IN TEGERAL 5, 杭州景元科技有限公司); HP-INNOWax Polyethylene Glyco 19091N-133 毛细管柱 (30 m \times 0.25 mm, 0.25 μm , 美国 Agilent

公司); 甲醇中 6 种 N-亚硝胺类化合物混合标准溶液, 包括 NDMA、N-二乙基亚硝胺 (NDEA)、N-二丙基亚硝胺 (NDPA)、N-二丁基亚硝胺 (NDBA)、N-亚硝胺哌啶 (NPIP) 和 N-亚硝胺吡咯烷 (NPYR) (1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 美国 O2Si 公司); 甲醇中 N-二甲基亚硝胺- d_6 内标标准溶液 (NDMA- d_6 , 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, BePure 公司); 甲醇中 N-二乙基亚硝胺- d_4 内标标准溶液 (NDEA- d_4 , 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, BePure 公司); 甲醇中 N-二丙基亚硝胺- d_{14} 内标标准溶液 (NDPA- d_{14} , 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, BePure 公司); 甲醇中 N-亚硝胺吡咯烷- d_8 内标标准溶液 (NPYR- d_8 , 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, BePure 公司); 甲醇、乙腈、乙醇、丙酮 (色谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 四氯化碳、三氯甲烷、二氯甲烷、氯苯、四氯乙烯 (色谱纯, 上海阿拉丁试剂有限公司); 超纯水 (18.2 $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$)。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液配制

吸取 6 种 N-亚硝胺类化合物混合标准溶液 1 mL, 用甲醇定容至 10 mL, 配制为 N-亚硝胺类化合物混合标准储备液 (100 $\mu\text{g}/\text{mL}$), 用甲醇稀释 100 倍作为 N-亚硝胺类化合物混合标准应用液 (1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。吸取 NDMA- d_6 、NDEA- d_4 、NDPA- d_{14} 和 NPYR- d_8 内标标准溶液各 1 mL, 用甲醇定容至 100 mL, 配制为 N-亚硝胺类化合物混合内标应用液 (1.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$)。分别吸取混合标准应用液 10、20、50、100、200、500 μL 和混合内标应用液 80 μL , 用三氯甲烷定容至 1 mL, 配制得到 6 种 N-亚硝胺类化合物浓度为 10、20、50、100、200 和 500 $\mu\text{g}/\text{L}$ 的标准及内标混合系列工作液, 内标浓度均为 80 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

1.2.2 样品采集

从杭州市大型超市购买产自浙江、山东、福建、上海等多个沿海省份的 20 份即食水产制品, 包括 8 份烤鳕鱼片、3 份烤鱿鱼片/丝、1 份烤鳗鱼片、1 份烤安康鱼片、1 份烤小黄鱼片、1 份烤龙头鱼片、1 份烤红娘鱼、1 份烤带鱼、1 份丁香鱼酥、1 份熟鱼片和 1 份虾皮。即食水产制品样品经研磨均质制得, 每份样品重复测定 2 次, 取平均值报告为该样品 6 种 N-亚硝胺类化合物的含量。

1.2.3 样品前处理

称取均质后的即食水产制品样品各 20.00 g, 加入 N-亚硝胺类化合物混合内标应用液 80 μL 、水

50 mL、浓度为 1 mol/L 的氢氧化钠溶液 1 mL 和氯化钠 20 g 于蒸馏瓶中，充分混匀。通过一体化水蒸气蒸馏仪进行加热蒸馏（蒸馏功率 300 W），收集冷凝液 100 mL 后停止蒸馏。离心管中加入蒸馏液 10 mL、乙醇 1 mL，涡旋混匀，加入氯化钠 3.0 g，涡旋 5 min 至彻底溶解。吸取三氯甲烷 100 μ L 入离心管中，涡旋 10 min，以离心半径 8 cm，10 000 r/min 离心 3 min，弃去部分上清液，吸取下层有机相转移至进样瓶中待测。

使用加标浓度 1.00 μ g/L 的水溶液，以各待测物的峰面积作为考察指标，在固定其他因素水平的情况下进行单因素优化，探索最佳前处理条件。(1) 分散剂-萃取剂组合：考察 4 种分散剂（甲醇、乙醇、乙腈和丙酮）和 5 种萃取剂（氯苯、四氯化碳、三氯甲烷、二氯甲烷和四氯乙烯）的组合提取效果，其他条件为分散剂体积 1.00 mL、萃取剂体积 200 μ L、氯化钠用量 0.5 g，DLLME 萃取时间 10 min，并在试验过程中保持不变；(2) 萃取剂体积：以甲醇和乙醇作为分散剂分别与萃取剂三氯甲烷组合，其他条件不变，选取 100、200、300 和 400 μ L 考察三氯甲烷最佳用量；(3) 氯化钠浓度：以乙醇作为分散剂、三氯甲烷作为萃取剂，其他条件不变，选取 0.5、2.0、3.0 和 3.5 g 考察氯化钠最佳用量；(4) 萃取时间：氯化钠用量为 3.0 g，其他条件不变，选取 5、10、20 和 30 min 考察萃取时间。

1.2.4 GC-MS/MS 仪器条件

色谱条件：HP-INNOWax Polyethylene Glyco 19091N-133 毛细管柱（30 m \times 0.25 mm，0.25 μ m）；进样口温度为 230 $^{\circ}$ C；载气为氦气，纯度 \geq 99.999%；流速 1 mL/min；进样方式为不分流进样；进样量为 1 μ L；升温程序中，初始温度为 40 $^{\circ}$ C，保持 3 min，以 8 $^{\circ}$ C/min 升至 170 $^{\circ}$ C，后运行温度为 240 $^{\circ}$ C，保持 3 min。

三重四极杆质谱条件：色谱与质谱接口温度为 230 $^{\circ}$ C；电子轰击源；电离能量为 70 eV；溶剂延迟 10.0 min；离子源温度为 230 $^{\circ}$ C；四级杆温度为 150 $^{\circ}$ C；多反应监测模式。

1.2.5 方法学评价

将标准及内标混合系列工作液进样 GC-MS/MS 分析，以待测物及其对应内标的浓度比值为横坐标、峰面积比值为纵坐标，绘制标准曲线，拟合回归方程，计算相关系数；选择未检出 N-亚硝胺类化合物的样品在定量限水平加标，以 3 倍信噪比计算方法检出限，以 10 倍信噪比计算方法定量限；未检出

N-亚硝胺类化合物的烤鱼片样品中分别加入 1、4、10 μ g/kg 的混合标准应用液，按照样品前处理步骤处理，每个水平重复测定 3 次，计算加标回收率和相对标准偏差（relative standard deviation, RSD）。

2 结果

2.1 前处理条件优化结果

2.1.1 分散剂-萃取剂组合

以氯苯、四氯化碳和四氯乙烯作为萃取剂，较难提取 NDMA、NMEA、NPYR。在考察条件下，分别使用二氯甲烷和三氯甲烷作为萃取剂，待测物 NDMA 和 NPYR 的响应值未见明显差异。使用二氯甲烷时，NDMA 监测时间段的离子谱图杂峰较多，且离心后得到的底层体积不足 50 μ L；而三氯甲烷在离心后体积几乎不变，对各个待测物的提取效果均较为优良，更利于后续萃取体积优化、提高响应值及样品的批量处理效果。在分散剂的选用中，相较于甲醇和乙醇，丙酮作分散剂时各待测物的响应值整体较低，回收效果和方法灵敏度较差，乙腈对 NPIP 和 NPYR 的提取响应峰面积值明显偏低。故采用甲醇、乙醇与三氯甲烷组合进行萃取剂体积优化试验。

2.1.2 萃取剂体积

2 种组合中所有待测物响应值均随三氯甲烷使用体积增大而降低，因此选择 100 μ L 作为萃取剂体积。甲醇作为分散剂时，离心后仅能得到 30 μ L 下层样液，不利于批量样品长时间待机检测；而以乙醇作为分散剂时能得到约 80 μ L 下层样液，且 NDMA 和 NPYR 的响应值比甲醇作为分散剂时分别高 4% 和 10%，其余待测物峰面积相近。因此，确定分散剂为乙醇，三氯甲烷用量为 100 μ L。

2.1.3 氯化钠用量

氯化钠用量在 0.5~3.0 g 范围内，所有待测物的萃取效果均随氯化钠浓度提升而提高。当用量达到 3.5 g 时，氯化钠过饱和，但响应值并无进一步增加趋势。基于操作效率和提取效果的考量，确定 3.0 g 为氯化钠最佳用量。

2.1.4 萃取时间

5 min 时，NDPA、NDBA、NPIP 的峰面积响应值明显较低，10~30 min 每个待测物的提取响应值并无明显提升。考虑到批量处理的效率，选择 10 min 作为萃取时间。

2.2 GC-MS/MS 测定条件和结果

6 种 N-亚硝胺类化合物及其对应的 4 种内标均峰形良好，分离效果优良。各待测物及内标的基本信

息、保留时间、监测离子对等参数见表 1。

2.3 方法学指标评价结果

标准曲线浓度范围为 10.0~500 μg/L, 相关系数>

0.999。方法检出限为 0.05~0.60 μg/kg, 定量限为 0.15~1.60 μg/kg, 见表 2。平均加标回收率为 71.8%~108.9%, RSD 为 1.4%~8.6%, 见表 3。

表 1 待测物及内标的基本信息和参考监测条件

Table 1 Basic information and recommended conditions of the analytes and internal standards

化合物	CAS号	保留时间/min	定量离子对/ (m/z)	定量离子对 碰撞能量/eV	定性离子对/ (m/z)	定性离子对 碰撞能量/eV	对应内标
NDMA	62-75-9	11.10	74.0→44.0	5	74.0→42.1	20	NDMA-d ₆
NDEA	55-18-5	12.30	102.0→85.0	3	102.0→44.0	12	NDEA-d ₄
NDPA	621-64-7	14.58	131.0→113.0	3	131.0→43.0	10	NDPA-d ₁₄
NDBA	924-16-3	17.34	116.0→84.0	5	116.0→99.0	5	NDPA-d ₁₄
NPIP	100-75-4	17.78	114.0→84.0	5	114.0→42.0	20	NDPA-d ₁₄
NPYR	930-55-2	18.24	100.0→55.0	5	100.0→43.0	10	NPYR-d ₈
NDMA-d ₆	17829-05-9	11.10	80.0→50.1	5	80.0→46.1	20	-
NDEA-d ₄	1346603-41-5	12.30	106.0→46.4	20	106.0→31.0	5	-
NDPA-d ₁₄	93951-96-3	14.50	144.0→126.0	3	144.0→50.0	10	-
NPYR-d ₈	1219802-09-1	18.28	108.0→78.0	5	108.0→50.0	15	-

表 2 待测物的线性度和灵敏度

Table 2 Linearity and sensitivity of analytes

待测物	线性范围/ (μg/L)	回归方程	相关系数	检出限/ (μg/kg)	定量限/ (μg/kg)
NDMA	10.0~500	y=1.389x+0.014	0.999 7	0.20	0.58
NDEA	10.0~500	y=1.398x+0.032	0.999 7	0.05	0.15
NDPA	10.0~500	y=1.127x+0.022	0.999 8	0.06	0.19
NDBA	10.0~500	y=2.956x+0.045	0.999 3	0.08	0.24
NPIP	10.0~500	y=2.537x+0.104	0.999 8	0.08	0.24
NPYR	10.0~500	y=1.243x+0.014	0.999 7	0.60	1.60

2.4 实际样品检测结果

检测即食水产制品样品 20 份, 检出 N-亚硝胺类化合物 18 份, 检出率为 90% (仅虾皮样品和 1 份烤鱿鱼丝样品未检出)。18 份样品均检出 NDMA, 含量为 0.58~100 μg/kg, 检出率为 90%。2 份烤鳕鱼片样品检出 NDEA, 含量低于其定量限, 检出率为 10%。1 份烤鱿鱼片和 1 份烤小黄鱼片样品检出 NDBA, 检出率为 10%, 含量分别为 0.71 和 0.52 μg/kg。3 份烤鱼片样品检出 NPYR, 含量低于其定量限, 检出率为 15%。未检出 NDPA 和 NPIP。

3 讨论

本研究优化了即食水产制品中 N-亚硝胺类化合物的前处理方法, 采用水蒸气蒸馏联合 DLLME 提

取、除杂、浓缩待测 N-亚硝胺类化合物, 并结合 GC-MS/MS 测定了 20 份常见即食水产制品中 NDMA 等 6 种 N-亚硝胺类化合物含量。

在 DLLME 体系中, 分散剂、萃取剂的种类和用量的选择至关重要。在前处理条件优化中, 氯苯、四氯化碳和四氯乙烯作为萃取剂对待测物的提取效率整体较低, 这可能是由于大多数 N-亚硝胺类化合物的相对分子量较小, 且具有一定极性, 对水和分散剂相的亲和力远超氯苯、四氯化碳和四氯乙烯等非极性有机溶剂^[11]。乙腈对 NPIP 和 NPYR 的提取响应值较低, 可能是由于其极性较大, 与水相互溶后提高了待测物在上层的溶解度, 使其难以在萃取过程中转移到下层有机相^[12]。进一步优化后, 选取乙醇为分散剂、100 μL 三氯甲烷为萃取剂和氯化钠作为 DLLME 体系, 能在保证准确度、精密度和灵敏度的条件下, 大

表3 方法的加标回收率和精密度 ($n=3$)Table 3 Spiked recovery rate and precision of the method ($n=3$)

待测物	加标浓度/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	回收率 ($\bar{x}\pm s$) /%	RSD/%
NDMA	1	74.0 \pm 6.4	8.6
	4	77.9 \pm 3.1	3.9
	10	82.7 \pm 5.9	7.2
NDEA	1	108.9 \pm 6.6	6.1
	4	104.2 \pm 5.0	4.8
	10	105.7 \pm 2.0	1.9
NDPA	1	105.2 \pm 5.0	4.7
	4	99.3 \pm 2.0	2.0
	10	100.3 \pm 1.6	1.6
NDBA	1	78.6 \pm 3.8	4.8
	4	93.5 \pm 6.7	7.2
	10	105.0 \pm 2.1	2.0
NPIP	1	95.1 \pm 7.4	7.8
	4	80.3 \pm 4.7	5.9
	10	71.8 \pm 1.7	1.4
NPYR	1	88.6 \pm 5.0	5.7
	4	87.4 \pm 6.0	6.8
	10	89.2 \pm 3.6	4.1

大提高批量处理效率。在氯化钠用量优化实验的过程中,发现 1 mL 乙醇分散剂与 10 mL 水蒸馏液混合后,氯化钠用量为 3.0 g 时刚好达到饱和,若再增加氯化钠用量则会导致过饱和。为了避免过量氯化钠颗粒在底部沉积,影响三氯甲烷层的吸取,需将溶液转移至另一离心管再加入三氯甲烷,这可能造成待测物损失和操作时间延长,实验结果亦表明此时 DLLME 的萃取效果并未提高。因此,本研究选择将氯化钠用量控制为 3.0 g。

这 6 种 N-亚硝胺类化合物具有沸点较低 (< 250 $^{\circ}\text{C}$)、相对分子量较小 (<170) 和易溶于水等理化性质^[13]。在 GC-MS/MS 测定条件方面,根据各待测物的沸点,以 230 $^{\circ}\text{C}$ 为进样口温度。由于 $\mu\text{g}/\text{L}$ 浓度级别的 N-亚硝胺类化合物在仪器上响应灵敏度较低,采取不分流进样模式。参考既往研究和我国检测标准,选择强极性毛细管柱 HP-INNOWax 分离,待测物峰形尖锐且对称^[14-15]。考虑到离心后萃取剂体积的变化,以及某些基质复杂样品处理后仍存在干扰,采用内标法可极大提高定性与定量的准确度。

本方法的线性范围、相关系数、回收率、精密度和检出限均满足国家标准关于化学分析方法确认和验

证指南^[16]的要求。并且,相比国家标准检测方法,本方法有如下优点:(1) 仅需 20 g 样品即可达到 NDMA 检出限 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 低于国标方法的 0.3 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 灵敏度满足检测要求;(2) 水蒸气蒸馏效率为 0.5 h 每 6 个样品, DLLME 萃取效率为 1 h 每 10 个样品,且无需额外浓缩步骤,平均每个样品用时仅约 15 min, 处理效率高;(3) 整个前处理过程的有机试剂用量仅有 DLLME 过程中的 1 mL 乙醇和 100 μL 三氯甲烷,比国标方法大大减少,对操作人员的健康和环境更友好;(4) DLLME 过程均使用一次性塑料离心管,减少高浓度样品的残留干扰,空白控制更容易;(5) 操作简便,方便批量样品的处理。

抽检结果显示 NDMA 检出率为 90%, 超标率高达 60%, 提示即食水产制品生产企业应采取积极的控制手段规避 N-亚硝胺类化合物超标风险,提高 N-亚硝胺类化合物监测能力,为饮食健康保驾护航。本研究提供了 N-亚硝胺类化合物的快速筛选和定量方法,可为 N-亚硝胺类化合物的长期监测和污染调查提供技术基础,为进一步开展健康风险评估、市场监管和生产控制提供理论依据。

参考文献

- [1] MEY E D, MAERE H D, PAELINCK H, et al. Volatile N-nitrosamines in meat products: potential precursors, influence of processing, and mitigation strategies [J]. Crit Rev Food Sci Nutr, 2015, 57 (13): 2909-2923.
- [2] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准 食品中污染物限量: GB 2762—2022 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
- [3] QIU Y, CHEN J H, YU W, et al. Contamination of Chinese salted fish with volatile N-nitrosamines as determined by QuEChERS and gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Chem, 2017, 232: 763-769.
- [4] 夏日耀, 梁棋, 杜莲朵, 等. GC-FID 法同时测定腌制鱼干中 9 种 N-亚硝胺类化合物 [J]. 食品工业科技, 2020, 41 (10): 213-223.
- [5] 翟孟婷, 王宗义, 徐芮, 等. 碱液处理-活性炭柱固相萃取结合 GC-MS/MS 法检测鱼干、虾皮和虾仁中 8 种 N-亚硝胺 [J]. 质谱学报, 2018, 39 (3): 351-359.
- [6] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会, 国家食品药品监督管理总局. 食品安全国家标准食品中 N-亚硝胺类化合物的测定: GB 5009.26—2016 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [7] ALMEIDA C, FERNANDES J O, CUNHA S C. A novel dispersive liquid-liquid microextraction (DLLME) gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS) method for the determination of eighteen biogenic amines in beer [J]. Food Control, 2012, 25 (1): 380-388.
- [8] LI F, LUO J W, ZHU B Q, et al. Pretreatment methods for the

- determination of antibiotics residues in food samples and detected by liquid chromatography coupled with mass spectrometry detectors: a review [J]. *J Chromatogr Sci*, 2022, 60 (10): 991-1003.
- [9] MUHAMMAD S. Dispersive liquid-liquid microextraction: evolution in design, application areas, and green aspects [J/OL]. *Trac-Trend Anal Chem*, 2022, 152 [2023-07-20]. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2022.116636>.
- [10] 刘方征, 任雨鑫, 张丽萍, 等. 饱和盐辅助-分散液液微萃取-气相色谱-串联质谱法快速筛查啤酒中氨基甲酸乙酯与9种挥发性亚硝胺 [J]. *食品安全质量检测学报*, 2022, 13 (12): 3945-3952.
- [11] 孔祥一, 林鹏, 方恩华, 等. 食品中亚硝胺类化合物分析技术研究进展 [J]. *分析科学学报*, 2020, 36 (4): 597-605.
- [12] RAMEZANI H, HOSSEINI H, KAMANKESH M, et al. Rapid determination of nitrosamines in sausage and salami using microwave-assisted extraction and dispersive liquid-liquid microextraction followed by gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Eur Food Res Technol*, 2015, 240 (2): 441-450.
- [13] JUNG-EUN S, JONG-EUN P, LEE Y, et al. Effect of cooking method on the concentrations of volatile N-nitrosamines in various food products [J/OL]. *J Food Process Pres*, 2022, 46 (7) [2023-07-20]. <https://doi.org/10.1111/jfpp.16590>.
- [14] 王艳丽, 梁秀清, 陈倩倩, 等. 通过式固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中11种N-亚硝胺类化合物 [J]. *肉类研究*, 2023, 37 (3): 33-39.
- [15] 陈丽香, 陈嘉敏, 陈燕敏, 等. QuEChERS-气相色谱-三重四极杆串联质谱法测定水产干制品中9种N-亚硝胺类化合物 [J]. *现代食品科技*, 2021, 37 (8): 295-301, 257.
- [16] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 合格评定化学分析方法确认和验证指南: GB/T 27417-2017 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
- 收稿日期: 2023-06-05 修回日期: 2023-07-20 本文编辑: 刘婧出

(上接第720页)

晓率未达到“十三五”结核病防治规划目标, 农村、高龄、文化程度较低者全部知晓率偏低, 建议因地制宜地制定健康促进策略, 利用网络平台和信息技术, 提高居民结核病防治核心信息知晓率, 助力江西省结核病防治工作。

参考文献

- [1] World Health Organization. Global tuberculosis report 2022 [R]. Geneva: WHO, 2022.
- [2] 胡嘉, 黄钦, 黄文辉, 等. 2015—2020年江西省结核病防治规划实施效果分析 [J]. *疾病监测*, 2023, 38 (2): 157-162.
- [3] 王前, 李涛, 杜昕, 等. 2015—2019年全国肺结核报告发病情况分析 [J]. *中国防痨杂志*, 2021, 43 (2): 107-112.
- [4] 中华人民共和国国务院. 关于实施健康中国行动的意见 [EB/OL]. [2023-05-26]. http://www.gov.cn/zhengce/content/2019-07/15/content_5409492.htm.
- [5] OKETHWANGU D, BIRUNGI D, BIRIBAWA C, et al. Multi-drug-resistant tuberculosis outbreak associated with poor treatment adherence and delayed treatment: Arua District, Uganda, 2013-2017 [J]. *BMC Infect Dis*, 2019, 19 (1): 387-397.
- [6] 中华人民共和国国务院办公厅. “十三五”全国结核病防治规划 [EB/OL]. [2023-05-26]. http://www.gov.cn/xinwen/2017-02/16/content_5168549.htm.
- [7] 中华人民共和国国家卫生健康委员会. 关于开展“十三五”全国结核病防治规划终期评估的通知 [EB/OL]. [2023-05-26]. <https://www.doc88.com/p-98539710715706.html>.
- [8] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会办公厅. 关于印发百千万志愿者结核病防治知识传播活动工作方案和结核病防治核心信息及知识要点的通知 [EB/OL]. [2023-05-26]. <http://www.nhc.gov.cn/jkj/s3589/201604/2dd6a74584d34a6ba0dd863544e83416.shtml>.
- [9] 于兰, 吕青, 夏愔愔, 等. 2010年全国结核病防治核心信息全民知晓率调查分析 [J]. *中国防痨杂志*, 2013, 35 (1): 60-64.
- [10] 张梦娴, 周丽平, 叶建君, 等. 2020年湖北省公众结核病防治核心信息知晓情况调查分析 [J]. *中国健康教育*, 2022, 38 (8): 713-717.
- [11] 李运葵, 李京, 夏岚, 等. 2020年四川省15岁以上常住居民结核病防治核心信息知晓情况及其影响因素分析 [J]. *预防医学情报杂志*, 2022, 38 (3): 319-324.
- [12] 卢春容, 车晓玲, 李明珍, 等. 深圳市公众结核病防治核心信息知晓情况分析 [J]. *结核病与肺部健康杂志*, 2019, 8 (4): 259-264.
- [13] 叶佳庆, 胡嘉, 袁辉, 等. 江西省公众结核病防治知识知晓率影响因素分析 [J]. *中国现代医学杂志*, 2012, 22 (17): 78-82.
- [14] 黄文辉, 郭益祥. 2015年江西省6县区公众结核病防治知晓情况调查结果分析 [J]. *安徽预防医学杂志*, 2017, 23 (6): 430-433.
- [15] 魏倩, 王仕昌, 曹传兵. 2020年山东省公众结核病核心信息知晓率调查结果分析 [J]. *中国防痨杂志*, 2021, 43 (7): 741-746.
- [16] 郝晓刚, 王炜, 陈忠兵. 农村居民结核病防治知识调查 [J]. *预防医学*, 2017, 29 (3): 320-321, 324.
- [17] 叶佳庆, 胡嘉, 江友桥. 2018年抚州市高中生结核病健康教育干预效果分析 [J]. *江西医药*, 2020, 55 (12): 1894-1897.
- [18] 王友军, 胡文宏. “互联网+”在健康教育与健康促进中的应用初探 [J]. *疾病预防控制通报*, 2018, 33 (2): 90-91.
- 收稿日期: 2023-02-28 修回日期: 2023-05-26 本文编辑: 吉兆洋