DOI:10.12161/j.issn.1005-6521.2026.17.022

IC与LC-MS/MS分析烤鳕鱼片加工过程中*N*-二甲基亚硝胺及前体胺的动态变化

潘俊安[1],刘智禹[2],陈小娥[1*],汤水粉[2],陈财珍[2],钱卓真[2*]
(1. 浙江海洋大学 食品与药学学院,浙江 舟山 316022;2. 福建省水产研究所,福建省海洋生物增养殖与高值化利用重点实验室,福建 厦门 361013)

摘　要:该研究建立可同步测定二甲胺、三甲胺、氧化三甲胺的非抑制型离子色谱法。试样经质量浓度为1%的三氯乙酸溶液提取,三氯甲烷净化,结合超声辅助提取和高速冷冻离心去除蛋白干扰,采用Dionex Ionpac CS 17阳离子交换色谱柱进行分离,以3.08 mmol/L甲烷磺酸为流动相,在0.8 mL/min流速下于15 min内实现3种目标胺的完全分离。该方法的二甲胺、三甲胺和氧化三甲胺的定量限分别为0.17、0.21、0.25 mg/g。进一步结合液相色谱-质谱法,构建了适用于水产品及干制品中*N*-二甲基亚硝胺及其前体物的多目标物检测分析体系。基于上述检测分析体系,系统监测鳕鱼片生产加工过程中氧化三甲胺、二甲胺、三甲胺和*N*-二甲基亚硝胺的含量,探究前体物质与*N*-二甲基亚硝胺间二者的变化规律,以期为阐明干制水产品加工过程中*N*-二甲基亚硝胺的形成机制及关键控制点提供方法学依据与理论支撑。

关键词:离子色谱法;鳕鱼片;*N*-二甲基亚硝胺;生物胺;液相色谱-串联质谱法

Dynamic Changes of *N*-Nitrosodimethylamine and Its Precursor Amines in the Processing of Roasted Cod Fillets Analyzed by IC and LC-MS/MS

PAN Jun′an[1], LIU Zhiyu[2], CHEN Xiao′e[1*], TANG Shuifen[2], CHEN Caizhen[2], QIAN Zhuozhen[2*]
(1. School of Food and Pharmacy, Zhejiang Ocean University, Zhoushan 316022, Zhejiang, China; 2. Fujian Fisheries Research Institute, Fujian Provincial Key Laboratory of Marine Fishery Resources and Eco-Environment, Xiamen 361013, Fujian, China)

Abstract: This study established a non-suppressed ion chromatography method capable of simultaneously measuring dimethylamine, trimethylamine, and trimethylamine N-oxide. The sample was extracted with a 1% trichloroacetic acid solution, purified with chloroform, and subjected to ultrasonic-assisted extraction and high-speed refrigerated centrifugation to remove protein interference. Separation was performed on a Dionex Ionpac CS 17 cation exchange column using 3.08 mmol/L methanesulfonic acid as the mobile phase at a flow rate of 0.8 mL/min, achieving complete separation of the three target amines within 15 min. The limits of quantification for dimethylamine, trimethylamine, and trimethylamine N-oxide were 0.17, 0.21, and 0.25 mg/g, respectively. Furthermore, combined with liquid chromatography-mass spectrometry, a multi-target detection and analysis system suitable for *N*-nitrosodimethylamine and its precursors in aquatic products and dried products was established. Based on this detection system, the contents of trimethylamine N-oxide, dimethylamine, trimethylamine, and N-nitrosodimethylamine in cod fillets during processing were systematically monitored, and the variation patterns between the precursors and *N*-nitrosodimethylamine were explored. This provides a methodological basis and theoretical support for elucidating the formation mechanism and key control points of *N*-nitrosodimethylamine during the processing of dried aquatic products.

Key words: ion chromatography (IC); cod fillet; *N*-nitrosodimethylamine; biogenic amines; liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS)

基金项目:福建省自然科学基金(2023J011322);厦门市自然科学基金(3502Z202374095);福建省促进海洋与渔业产业高质量发展专项资金项目(FJHYF-L-2023-27)

作者简介:潘俊安(2000—),女(汉),硕士研究生,研究方向:水产品加工与综合利用。
*通信作者:陈小娥(1968—),女,教授,博士,研究方向:海洋生物资源综合利用;钱卓真(1981—),女,副研究员,博士,研究方向:水产品质量安全与控制。

引文格式：
潘俊安，刘智禹，陈小娥，等. IC 与 LC-MS/MS 分析烤鳕鱼片加工过程中 *N*-二甲基亚硝胺及前体胺的动态变化[J]. 食品研究与开发，2026，47(17)：183-192.
PAN Jun′an, LIU Zhiyu, CHEN Xiao′e, et al. Dynamic Changes of *N*-Nitrosodimethylamine and Its Precursor Amines in the Processing of Roasted Cod Fillets Analyzed by IC and LC-MS/MS[J]. Food Research and Development，2026，47(17)：183-192.

狭鳕（*Gadus chalcogrammus*）属鳕形目鳕科狭鳕属，是一种高经济价值的寒冷水域海洋鱼类[1]。以狭鳕为原料生产的各类加工产品（如鳕鱼片、腌制品、鱼油等）因其高蛋白、低脂肪且富含多不饱和脂肪酸及多种矿物质等营养特性，备受消费者青睐[2-3]。这些营养成分对于促进大脑发育、维护心血管健康、预防炎症和调节免疫功能等方面均具有积极作用[4]。然而，鳕鱼体内含有的氧化三甲胺（trimethylamine N-oxide，TMAO）在内源酶或微生物作用下可降解为三甲胺（trimethylamine，TMA）和二甲胺（dimethylamine，DMA）[5]。其中，TMA 的产生主要源于微生物所分泌的氧化三甲胺还原酶，因此常被作为评估水产品新鲜度的关键指标[6]；而 DMA 则具有明显的种属特异性，多在鳕科鱼类和一些头足类水产品冷冻贮藏和加工过程中生成[7]。在多种 N-亚硝胺类化合物形成机制的研究中，DMA 被认为是 *N*-二甲基亚硝胺（*N*-nitrosodimethylamine，NDMA）形成的关键前体物质[7-9]。N-亚硝胺类化合物是一类在弱酸性环境中由亚硝酸盐和胺类物质反应产生的致癌物[9]，根据分子量和蒸汽压的不同，可分为挥发性和非挥发性两大类[10]。NDMA 作为常见的挥发性 N-亚硝胺类化合物，因其毒性显著，已被国际癌症研究机构列为 2A 级致癌物[11]。研究表明，NDMA 的生成受加热温度、pH 值、微生物群落结构等多种因素影响[9-10]，亦可因高温煎炸过程中脂质氧化产物（如丙二醛）的参与而加速[12]，对人体构成潜在的健康威胁，长期摄入可导致肝硬化和多器官损伤[13-14]。

目前食品中 DMA、TMA 与 TMAO 的测定方法可采用分光光度法[15-16]、气相色谱法[17]、气相色谱-质谱联用法[18-20]、离子色谱法[21-22]、液相色谱法[23-25]和毛细管电泳法[26-27]等多种技术。其中，非抑制型离子色谱法因能同步测定 DMA、TMA 与 TMAO，在复杂基质样品中展现出良好的适用性。尽管已有对烤鳕鱼片成品中 NDMA 的残留情况进行了分析，但在其完整的加工链条中，针对 NDMA 及其前体物质（包括 DMA、TMA 与 TMAO）的动态转化规律及关键控制点的系统性研究仍较为缺乏。烤鳕鱼片加工过程涵盖原料解冻、调味浸渍、热风烘干，冷风干燥和高温烤制等工序，这些环节涉及复杂的理化与微生物变化，为 NDMA 的生成提供了潜在条件。因此，系统阐明从 TMAO 至 DMA，进而转化为 NDMA 的路径与调控机制，对有效抑制该类致癌物的形成至关重要。

本研究拟针对水产体系，系统优化色谱柱类型、提取剂与净化剂种类及用量等关键参数，旨在建立一种能够同时测定 DMA、TMA 与 TMAO 的非抑制型离子色谱分析方法，以准确捕获 NDMA 关键前体物质的含量信息。在此基础上，结合液相色谱-质谱技术，全程追踪系鳕鱼片加工全过程中 DMA、TMA、TMAO 及 NDMA 的动态变化，系统揭示其转化规律，以期为明晰 NDMA 生成机制并建立关键控制点提供方法支撑与科学依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

狭鳕、烤鳕鱼片加工全流程样品：福建嘉荣食品有限公司；鱿鱼丝、鳕鱼片、干虾皮、虾仁干：市售；水合氧化三甲胺（纯度 99%）、三甲胺盐酸盐（纯度 98%）：美国 Sigma 公司；二甲胺盐酸盐（纯度 99%）、甲磺酸（纯度 99.9%）、异辛烷（色谱纯）：上海麦克林生化科技有限公司；NDMA、NDMA-D_6（纯度均为 98%~99.5%）：曼哈格（北京）生物科技有限公司；三氯甲烷（纯度 99.9%）：美国 Tedia 公司；三氯乙酸（trichloroacetic acid，TCA）（纯度 99%）、浓硫酸（优级纯）、氯化钠（优级纯）、无水硫酸钠（色谱纯）：西陇科学股份有限公司；二氯甲烷（色谱纯）：国药集团化学试剂有限公司；试验用水为超纯水，由 Milli-Q 超纯水系统制备。

1.2 仪器与设备

ICS-600 离子色谱仪、TSQ Altis Plus 液相色谱-质谱联用仪：美国赛默飞世尔科技公司；MS 3 basic 涡旋振荡器、RV-10digital 旋转蒸发仪：德国 IKA 公司；KQ-600DB 数控超声波清洗器：昆山市超声仪器有限公司；3-16R 台式高速冷冻离心机：湖南恒诺仪器设备有限公司；K9840 自动凯氏定氮仪：海能未来技术集团股份有限公司；WS-1 分液漏斗振荡器：德国 Wlggens 公司；MFV-24 智能氮吹仪：广州得泰仪器科技有限公司；GM200 刀式研磨仪：德国 Retsch 公司；FJ200-S 组织匀浆机：上海力辰邦西仪器科技有限公司；HYCD-282C 医用冷藏冰箱：青岛海尔电冰箱有限公司；FD8-6 型冻干机：金西盟（北京）仪器有限公司；AR2130 电子天平：奥豪斯国际贸易（上海）有限公司；Milli-Q 型实验室超纯水系统：美国 Millipore 公司；有机相微孔滤膜（0.22 μm）：

天津津腾实验设备有限公司。

1.3 标准溶液配制

1.3.1 离子色谱(ion chromatography,IC)法

分别准确称取0.073 9 g二水合氧化三甲胺、0.080 9 g三甲胺盐酸盐及0.090 4 g二甲胺盐酸盐,用超纯水溶解并定容至100 mL,混匀后制得TMAO、TMA与DMA浓度均为500 mg/L(以游离胺计)的单一组分标准储备液,于4 ℃避光密封保存。

1.3.2 液相色谱-质谱(liquid chromatography-tandem mass spectrometry,LC-MS/MS)法

精确移取NDMA标准溶液(1 000 μg/mL)及NDMA-D_6标准溶液(1 000 μg/mL)各1 mL,分别用二氯甲烷稀释并定容至1 000 mL,混匀后制得NDMA标准中间液(1 μg/mL)与NDMA-D_6内标中间液(1 μg/mL),于4 ℃避光密封保存。

1.4 离子色谱法条件优化

1.4.1 色谱柱的选择

以甲烷磺酸溶液为淋洗液,分别考察盛瀚CP-1、盛瀚CC-3L、盛瀚CC-9及Dionex Ionpac CS 17 4款阳离子交换色谱柱对DMA、TMA及TMAO的分离度、峰形对称性及分析时间,以确定最优色谱柱及其对应的色谱参数。

1.4.2 样品前处理条件优化

1.4.2.1 提取溶剂的选择

称取鳕鱼样品,分别加入质量分数为1%、2%、4%的三氯乙酸溶液及纯水作为提取溶剂,测定实际鳕鱼基质和加标鳕鱼样品中DMA、TMA、TMAO含量(目标物)。以目标物的测定值与回收率为评价指标,确定最优提取溶剂及其质量浓度,观察基质干扰程度及样品稳定性。加标回收率计算公式如下。

$$X = \frac{C_1 - C_0}{M} \times 100$$

式中:X为目标物回收率,%;C_1为由标准曲线计算得到的加标样品中目标物质量浓度,mg/L;C_0为由标准曲线计算得到的空白样品中目标物质量浓度,mg/L;M为目标物加标质量浓度,mg/L。

1.4.2.2 提取体积与次数的优化

在确定最佳提取溶剂基础上,固定每次提取液体积为5 mL,分别考察提取1、2、3、4次对实际鳕鱼基质和加标鳕鱼样品中DMA、TMA、TMAO测定结果的影响。以其回收率为标准,确定最佳提取体积与次数。

1.4.2.3 净化试剂种类与净化体积优化

考察正己烷、二氯甲烷及三氯甲烷对实际鳕鱼基质和加标鳕鱼样品提取液的净化效果。以DMA、TMA、TMAO回收率为指标,筛选最优净化试剂。进一步考察1、2、4 mL三氯甲烷对加标及实际样品中DMA、TMA、TMAO回收率的影响,以回收率趋于稳定证明其净化充分,确定最佳净化体积。

1.5 样品处理

狭鳕取其可食肌肉组织,不经水洗,使用组织匀浆机搅碎至均质状态;干制水产品(烤鳕鱼片加工全流程样品、鱿鱼丝、鳕鱼片、干虾皮、虾仁干)则使用研磨仪粉碎至均匀。均质后将其分装至洁净的自封袋中密封,并贴上样品名称和处理日期,于-18 ℃避光保存。试验前将样品转移至室温(25 ℃)条件下自然解冻。

1.6 样品前处理

1.6.1 DMA、TMA、TMAO提取与净化

准确称取0.2 g均质样品于50 mL离心管中,依次加入2 mL三氯甲烷及5 mL提前预冷至4 ℃质量分数为1%的三氯乙酸溶液,涡旋混匀后,于4 ℃冰箱静置20 min,3 000 r/min涡旋30 s,并立即转移至超声波清洗器(预冷至12 ℃)中超声辅助提取10 min。提取结束后,于6 000 r/min、4 ℃条件下离心5 min,收集上清液至15 mL离心管中;在残渣中再次加入5 mL预冷的质量浓度为1%的三氯乙酸溶液,重复上述提取步骤,合并两次上清液,充分混匀。取2 mL合并后的上清液,在10 000 r/min、4 ℃条件下离心10 min,所得上清液过0.22 μm水相微孔滤膜,并用离子色谱检测。

1.6.2 NDMA提取与净化

NDMA的前处理方法参照GB 5009.26—2023《食品安全国家标准 食品中N-亚硝胺类化合物的测定》中的第三法(水蒸气蒸馏-液相色谱-质谱/质谱法)[28]。准确称取20.0 g试样于蒸馏瓶中,依次加入40 μL NDMA-D_6内标中间液、100 mL超纯水及50 g氯化钠,充分混匀。将50 mL二氯甲烷与0.5 mL异辛烷加入250 mL三角烧瓶中,冷凝管出口浸入二氯甲烷液面下,并将三角烧瓶置于冰浴中。持续加热蒸馏8 min,收集含50 mL二氯甲烷的冷凝液(200~250 mL)。向冷凝液中加入15 g氯化钠和2 mL硫酸溶液(硫酸与水的体积比为1∶3),搅拌至氯化钠完全溶解,再转移至500 mL分液漏斗中,以230 r/min振荡5 min,静置分层,收集下层(二氯甲烷相)。随后用120 mL二氯甲烷分3次振荡萃取水相,合并4次二氯甲烷萃取液(约170 mL),经10 g无水硫酸钠脱水后,在20 ℃水浴中旋转蒸发浓缩至体积为5~10 mL。浓缩液转移至10 mL试管,氮吹至0.8 mL,用二氯甲烷溶解并准确定容至1 mL,经0.22 μm滤膜过滤后,用液相色谱-串联质谱法检测。

1.7 仪器条件

1.7.1 离子色谱条件

采用Dionex Ionpac CS 17分析柱(4 mm×250 mm)与Dionex Ionpac GS 17保护柱(4 mm×50 mm);以3.08 mmol/L甲烷磺酸溶液为流动相,流速为0.8 mL/min;柱温控制在15 ℃;进样体积为10 μL;采用非抑制型电

导检测器进行检测，数据采集频率为 5.0 Hz，程序总体运行时间为 15 min。

1.7.2　液相色谱-质谱条件

色谱条件：采用 CNW Athena C18 色谱柱（150 mm×4.6 mm，3.0 μm）；以 0.1% 甲酸水溶液（A 相）和甲醇（B 相）为流动相；流速 0.6 mL/min；柱温 40 ℃；进样体积 5 μL。梯度洗脱程序如下（流动相比例均为体积分数）：0.00~4.00 min，A 相由 92% 线性降至 5%；4.00~5.00 min，保持 5% A 相；5.00~6.00 min，A 相由 5% 上升至 92%；6.00~11.00 min，保持 92% A 相。

质谱条件：大气压化学电离（atmospheric pressure chemical ionization，APCI）离子源，鞘气流速 45 Arb，辅气流速 10 Arb，吹扫气流速 2 Arb，离子传输管温度 300 ℃，蒸发室温度 400 ℃，选择反应监测模式，NDMA 母离子为 75.1、子离子为 43.1 和 58.1，NDMA-D_6 母离子为 81.0、子离子为 46.0。

1.8　水产品中 DMA、TMA 与 TMAO 含量测定

取 0.2 g 水产品冻干样加入 10 mL 1% 质量浓度 TCA 提取液进行前处理，DMA、TMA 与 TMAO 含量计算公式如下。

$$X_i = \frac{C_i \times V}{m}$$

式中：X_i 为样品中第 i 种待测物的实测含量，mg/g；C_i 为由标准曲线计算得到的第 i 种待测物质量浓度，mg/L；V 为样品提取液的最终体积，L；m 为样品质量，g。

1.9　数据处理

所有试验均独立重复 3 次，结果以平均值±标准差表示。

2　结果与分析

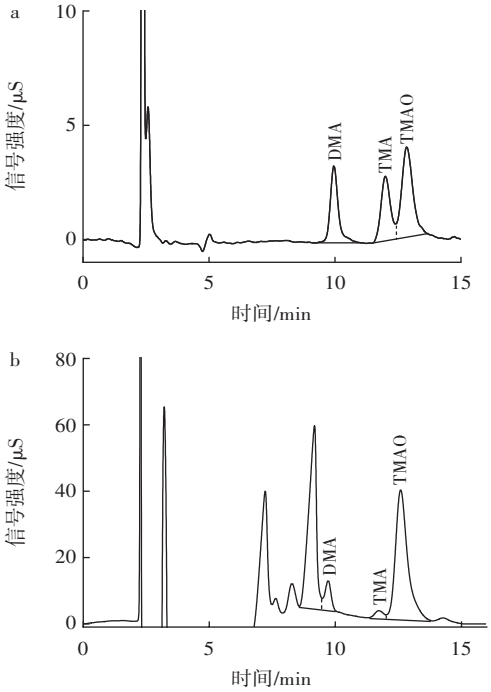
2.1　离子色谱法条件优化

2.1.1　不同色谱柱性能比较

DMA、TMA 与 TMAO 均属低分子量、高水溶性含氮化合物[29-31]。这些化合物的高水溶性与强极性决定了其在色谱分离中具有相近的物理化学行为。然而，在阳离子交换色谱分析中，它们与样品基质中普遍存在的无机阳离子（如 Li^+、Na^+、NH_4^+、K^+、Mg^{2+}、Ca^{2+}）的保留时间容易重叠，造成严重干扰。特别是 DMA 和 TMA 的 pKa 值均大于 9，在常规酸性或近中性淋洗液条件下完全质子化，呈现阳离子形态，其色谱行为与无机阳离子相似。因此，为实现目标物的有效分离，必须选用具备高交换容量和优异选择性的阳离子交换色谱柱，以提供充分的保留与分离能力，确保各组分实现基线分离。

基于上述考量，本研究系统比较了 4 款高性能阳离子交换色谱柱，包括盛瀚 CP-1、盛瀚 CC-3L、盛瀚 CC-9 色谱柱及 Dionex Ionpac CS 17 色谱柱，旨在筛选出对 DMA、TMA 与 TMAO 分离效果最佳的分析柱，并以甲烷磺酸溶液为淋洗液，综合评价其对 DMA、TMA、TMAO 及 6 种常见无机阳离子的分离性能。TMAO 的检测需要在非抑制模式下进行。盛瀚 CP-1 色谱柱在 35 ℃和 3 mmol/L 甲烷磺酸溶液条件下，虽可实现 DMA、TMA 与 TMAO 的完全分离，但 DMA 与 K^+ 保留时间接近，无法达到基线分离；将条件优化为 30 ℃和 1 mmol/L 甲烷磺酸溶液后，DMA 与 K^+ 分离度提升至 0.8，但分析时间延长至 1 h。盛瀚 CC-9 色谱柱在 35 ℃和 4 mmol/L 甲烷磺酸溶液条件下，TMA 与 TMAO 无法分离；调整至 30 ℃和 2 mmol/L 甲烷磺酸溶液条件后，TMA 与 TMAO 分离度为 0.83，DMA 与 K^+ 可实现分离，但分析时间需 40 min。盛瀚 CC-3L 色谱柱在 30 ℃和 3 mmol/L 甲烷磺酸溶液条件下，对 K^+、DMA、TMA、TMAO 综合分离效果最佳，其中 TMA 与 TMAO 分离度为 0.81，但分析时间仍需 1 h。

Dionex Ionpac CS 17 色谱柱的离子色谱如图 1 所示。



a. 标准溶液离子色谱；b. 鳕鱼肉样加标离子色谱。

图 1　离子色谱

Fig.1　Ion chromatogram

图 1a 展示了 Dionex Ionpac CS 17 色谱柱在 15 ℃和 3.08 mmol/L 甲烷磺酸溶液条件下，DMA、TMA 与 TMAO 混合标准溶液的色谱图。DMA、TMA 与 TMAO 基本能到达基线分离，峰形对称尖锐，虽然 TMA 与 TMAO 的分离度为 0.85，但总体分析时间缩短至 15 min，证实了该方法对目标胺类物质的高效分离能力；图 1b 描述了 Dionex Ionpac CS 17 色谱柱在相同色谱条件下

的鳕鱼肉样加标离子色谱图。在大量共存物质的干扰下，DMA、TMA 与 TMAO 基本能到达基线分离，进一步证明了本方法在实际应用中的可靠选择性。综上，基于分离效果和分析时间作为评价标准，最终选用 Dionex Ionpac CS 17 色谱柱用于后续分析。

2.1.2 离子色谱法样品前处理条件的优化

2.1.2.1 提取溶剂的选择

参考文献[32]，选择三氯乙酸溶液作为 DMA、TMA 与 TMAO 的提取溶剂。然而，高浓度的三氯乙酸可能引入离子背景干扰，影响色谱分离与定量准确性。为优化提取效率并最大限度降低基质干扰，系统考察了不同质量浓度三氯乙酸溶液（1%、2%、4%）及纯水对加标鳕鱼样品及实际鳕鱼基质中目标物含量的影响，测定结果如表 1 和表 2 所示。

由表 1 和表 2 可知，纯水作为提取溶剂时，3 种目标物的测定结果均偏低；此外，纯水在常温下更易发生微生物降解或化学变化，样品稳定性较差。相比之下，质量浓度为 1%~4% 的三氯乙酸溶液对 DMA、TMA 与 TMAO 的提取效率均明显优于纯水。综合考量，质量浓度为 1% 的三氯乙酸溶液在确保高效提取目标物的同时，能最大程度降低共提取杂质与离子干扰，表现出最佳的基质适应性与色谱兼容性。因此，最终选用 1% 三氯乙酸溶液作为前处理提取试剂。

表 1 不同提取试剂对实际鳕鱼样品测定结果的影响

Table 1 Effects of different extraction reagents on the determination results of actual cod samples

mg/g

提取试剂	烤鳕鱼片			鳕鱼肉样		
	DMA 含量	TMA 含量	TMAO 含量	DMA 含量	TMA 含量	TMAO 含量
纯水	2.24±0.03	0.00±0.00	7.64±0.03	0.94±0.04	0.00±0.00	23.54±0.13
1%TCA	2.48±0.01	0.00±0.00	8.10±0.01	1.15±0.05	0.00±0.00	24.29±0.14
2%TCA	2.53±0.05	0.00±0.00	8.02±0.05	1.18±0.04	0.00±0.00	24.05±0.11
4%TCA	2.51±0.03	0.00±0.00	8.12±0.05	1.25±0.01	0.00±0.00	24.16±0.07

表 2 不同提取试剂对加标鳕鱼样品测定结果的影响

Table 2 Effects of different extraction reagents on the determination results of spiked cod samples

提取试剂	烤鳕鱼片						鳕鱼肉样					
	DMA 含量/（mg/g）	DMA 回收率/%	TMA 含量/（mg/g）	TMA 回收率/%	TMAO 含量/(mg/g)	TMAO 回收率/%	DMA 含量/（mg/g）	DMA 回收率/%	TMA 含量/（mg/g）	TMA 回收率/%	TMAO 含量/(mg/g)	TMAO 回收率/%
纯水	3.18±0.04	57.57	0.74±0.05	74.14	9.91±0.05	52.57	1.68±0.06	55.10	0.52±0.04	48.95	28.66±0.06	63.13
1%TCA	3.88±0.04	99.86	1.06±0.01	106.33	11.02±0.05	80.86	2.25±0.04	86.30	0.91±0.05	85.45	30.10±0.16	89.96
2%TCA	3.88±0.02	94.17	1.04±0.02	103.76	10.96±0.00	82.45	2.24±0.04	81.88	0.96±0.02	89.97	29.86±0.11	93.49
4%TCA	3.90±0.01	98.70	1.04±0.01	103.90	11.05±0.02	81.41	2.22±0.04	71.43	0.92±0.02	86.08	30.12±0.13	98.05

2.1.2.2 提取溶剂体积的优化

在确定 1% 三氯乙酸溶液为最优提取试剂的基础上，固定每次提取体积为 5 mL，系统考察了提取次数（1~4 次）对加标鳕鱼样品及实际鳕鱼样品中 DMA、TMA 与 TMAO 含量的影响，结果如表 3 和表 4 所示。

由表 3 和表 4 可知，当提取次数为 1 次时，3 种目标物的回收率均未达到理想水平，表明单次提取未能实现从复杂基质中的完全释放。当提取次数增加至 2 次时，所有目标物的回收率均显著提升并趋于稳定，表明萃取过程已达到动力学平衡，进一步增加提取次数（3、4 次）并未带来回收率的统计学显著提高，反而导

表 3 提取体积对实际鳕鱼样品测定结果的影响

Table 3 Effect of extraction volume on the determination results of actual cod samples

mg/g

提取次数	烤鳕鱼片			鳕鱼肉样		
	DMA 含量	TMA 含量	TMAO 含量	DMA 含量	TMA 含量	TMAO 含量
1	2.27±0.02	0.00±0.00	7.52±0.01	0.97±0.08	0.00±0.00	23.66±0.09
2	2.48±0.01	0.00±0.00	8.10±0.01	1.15±0.05	0.00±0.00	24.29±0.14
3	2.45±0.03	0.00±0.00	8.04±0.07	1.19±0.05	0.00±0.00	24.52±0.24
4	2.41±0.07	0.00±0.00	8.05±0.17	1.20±0.08	0.00±0.00	24.72±0.21

表 4　提取体积对加标鳕鱼样品测定结果的影响

Table 4　Effect of extraction volume on the determination results of spiked cod samples

提取次数	烤鳕鱼片						鳕鱼肉样					
	DMA 含量/(mg/g)	DMA 回收率/%	TMA 含量/(mg/g)	TMA 回收率/%	TMAO 含量/(mg/g)	TMAO 回收率/%	DMA 含量/(mg/g)	DMA 回收率/%	TMA 含量/(mg/g)	TMA 回收率/%	TMAO 含量/(mg/g)	TMAO 回收率/%
1	3.62±0.01	62.71	0.71±0.05	71.36	10.69±0.04	38.06	1.75±0.04	44.62	0.45±0.08	45.13	29.65±0.08	22.84
2	3.88±0.04	99.86	1.06±0.01	106.33	11.02±0.05	80.86	2.25±0.04	86.30	0.91±0.05	85.45	30.10±0.16	89.96
3	3.85±0.03	114.25	0.97±0.02	96.86	10.91±0.11	100.37	2.11±0.04	73.59	0.86±0.03	80.25	29.68±0.17	119.33
4	3.81±0.03	120.49	0.97±0.05	96.55	10.98±0.14	114.08	2.18±0.05	83.38	0.91±0.04	85.23	29.28±0.25	120.76

致提取液总体积增大、目标物被过度稀释，且显著增加了试剂消耗与后续浓缩净化的负担。因此，本研究最终确定 1% 三氯乙酸溶液的提取次数为 2 次，总提取体积为 10 mL。

2.1.2.3　净化试剂种类的选择

针对水产品（尤其是鳕鱼）基质成分复杂、脂质含量高、易在前处理过程中发生乳化或形成浑浊体系，从而导致目标物回收率偏低（通常低于 60%）的问题，本研究系统优化了净化步骤，以在去除干扰物的同时保证 DMA、TMA、TMAO 的高回收率。为筛选适宜的净化溶剂，对比考察了正己烷、二氯甲烷和三氯甲烷对鳕鱼样品的净化效果及目标物回收率的影响；在此基础上，为进一步优化净化溶剂用量，系统考察了 1、2、4 mL 三氯甲烷对加标鳕鱼样品及实际鳕鱼样品中目标物回收率的影响，如表 5 和表 6 所示。

由表 5 和表 6 可知，添加 2 mL 三氯甲烷即可有效分离脂质并澄清提取液，其净化效果与回收率均优于其余两种溶剂；当净化试剂三氯甲烷为 1 mL 时，3 种目标物的回收率略低，表明净化不充分，基质干扰仍较明显；当净化试剂增至 2 mL 时，各目标物回收率均显著提升并趋于稳定，说明此时净化效果良好；继续增加至 4 mL，回收率并未明显提高，反而增加了有机溶剂消耗与前处理时间。因此，综合净化效率与经济性，确定 2 mL 三氯甲烷为最佳净化试剂。

表 5　净化试剂对实际鳕鱼样品测定结果的影响

Table 5　Effect of purification reagents on the determination results of actual cod samples

mg/g

净化试剂	烤鳕鱼片			鳕鱼肉样		
	DMA 含量	TMA 含量	TMAO 含量	DMA 含量	TMA 含量	TMAO 含量
无	2.10±0.03	0.00±0.00	7.15±0.02	0.95±0.02	0.00±0.00	22.51±0.05
2 mL 正己烷	2.27±0.06	0.00±0.00	6.94±0.23	1.01±0.02	0.00±0.00	22.78±0.15
2 mL 二氯甲烷	2.18±0.06	0.00±0.00	7.26±0.16	0.92±0.07	0.00±0.00	22.98±0.16
2 mL 三氯甲烷	2.48±0.01	0.00±0.00	8.10±0.01	1.15±0.05	0.00±0.00	24.29±0.14
1 mL 三氯甲烷	2.36±0.02	0.00±0.00	7.54±0.03	1.02±0.04	0.00±0.00	23.69±0.09
4 mL 三氯甲烷	2.50±0.01	0.00±0.00	8.06±0.17	1.12±0.03	0.00±0.00	24.11±0.21

表 6　净化试剂对加标鳕鱼样品测定结果的影响

Table 6　Effect of purification reagents on the determination results of spiked cod samples

净化试剂	烤鳕鱼片						鳕鱼肉样					
	DMA 含量/(mg/g)	DMA 回收率/%	TMA 含量/(mg/g)	TMA 回收率/%	TMAO 含量/(mg/g)	TMAO 回收率/%	DMA 含量/(mg/g)	DMA 回收率/%	TMA 含量/(mg/g)	TMA 回收率/%	TMAO 含量/(mg/g)	TMAO 回收率/%
无	3.03±0.01	58.75	0.58±0.05	57.81	9.68±0.02	69.26	1.74±0.04	59.18	0.60±0.02	55.66	27.15±0.22	48.64
2 mL 正己烷	3.50±0.05	87.07	0.82±0.03	82.22	9.90±0.02	92.56	1.75±0.03	53.49	0.65±0.02	60.42	27.77±0.20	62.58
2 mL 二氯甲烷	3.12±0.06	58.90	0.72±0.01	72.00	9.97±0.09	77.39	1.66±0.05	55.44	0.60±0.06	55.89	28.09±0.21	67.07
2 mL 三氯甲烷	3.88±0.04	99.86	1.06±0.01	106.35	11.02±0.05	80.86	2.25±0.04	86.30	0.91±0.05	85.45	30.10±0.16	89.96
1 mL 三氯甲烷	3.60±0.05	86.59	0.88±0.08	88.39	10.67±0.07	95.89	1.95±0.05	71.28	0.87±0.03	81.40	29.53±0.14	96.01
4 mL 三氯甲烷	3.86±0.05	95.39	1.00±0.00	99.99	11.11±0.02	87.76	2.21±0.05	85.38	0.90±0.03	83.94	30.35±0.23	111.72

此外，考虑到水产品基质的高蛋白特性，样品中的水溶性蛋白可能影响色谱柱效与系统稳定性。本研究

在净化后进一步通过高速离心(如 10 000 r/min,10 min)去除残留蛋白性杂质,该步骤不仅能有效净化样品,还可显著降低色谱柱污染风险,延长仪器使用寿命,保障分析方法的长期重现性。

2.2 方法学评价

2.2.1 线性范围和灵敏度

分别移取适量标准储备液,采用超纯水逐级稀释,依次配制一系列不同浓度梯度的 DMA、TMA 与 TMAO 混合标准溶液。以各目标物质量浓度为自变量,以各目标物的峰面积为因变量,建立标准曲线回归方程,结果显示,3 种目标物在各自线性范围内均呈现良好的线性关系,相关系数(R)均大于 0.999,DMA 与 TMA 线性范围为 2.5~50.0 mg/L,TMAO 线性范围为 5.0~100.0 mg/L。方法的定量限以信噪比(S/N)≥10 对应的浓度进行估算,此方法的 DMA、TMA 和 TMAO 的定量限分别为 0.17、0.21、0.25 mg/g。

2.2.2 方法正确度与精密度

采用加标回收率试验对方法的正确度与精密度进行评价。为考察方法的重复性,分别向鳕鱼肉样(冻干样 0.2 g,复水后为 1.0 g)与烤鳕鱼片(0.2 g)基质中添加低、中、高 3 个浓度水平的混合标准溶液,按前述方法处理并测定,每个浓度水平进行 6 次独立试验;为考察方法再现性,在 30 d 内进行每个浓度水平 6 次独立试验,结果如表 7 所示。

表 7 方法正确度和精密度

Table 7 Accuracy and precision of the method

目标物	添加量/(mg/g)	鳕鱼肉样(以冻干样计)					烤鳕鱼片				
		本底值/(mg/g)	日内平均回收率/%	日内相对标准偏差/%	日间平均回收率/%	日间相对标准偏差/%	本底值/(mg/g)	日内平均回收率/%	日内相对标准偏差/%	日间平均回收率/%	日间相对标准偏差/%
DMA	0.25	1.11±0.03	64.77	5.95	71.62	2.79	1.64±0.01	63.83	1.82	69.66	1.93
	1.00	1.18±0.05	66.60	4.40	69.18	2.58	1.68±0.02	77.24	3.53	75.74	2.19
	2.50	1.08±0.03	66.00	4.99	65.06	1.94	1.68±0.01	72.26	1.57	71.63	1.99
TMA	0.25	0.00±0.00	61.77	7.65	64.92	4.52	0.14±0.04	81.54	6.07	90.52	5.58
	1.00	0.00±0.00	71.45	7.15	69.05	10.76	0.13±0.06	92.39	3.86	91.68	2.79
	2.50	0.00±0.00	68.13	4.59	67.64	2.58	0.12±0.06	89.35	3.87	86.86	3.69
TMAO	0.50	24.24±0.19	94.24	3.03	101.17	1.12	5.45±0.19	78.86	2.32	75.52	1.52
	2.00	23.63±1.25	119.71	0.54	112.62	0.61	5.42±0.22	73.98	2.45	73.31	1.74
	5.00	23.33±0.28	87.91	0.45	85.48	0.41	5.36±0.22	79.70	1.10	77.86	1.34

由表 7 可知,目标物日内平均回收率为 61.77%~119.71%,日内相对标准偏差为 0.45%~7.65%;目标物日间平均回收率为 64.92%~112.62%,日间相对标准偏差为 0.41%~10.76%。综上所述,所建立的离子色谱方法对于复杂鳕鱼基质中 DMA、TMA 及 TMAO 的测定具有较高的正确度与重现性,能够满足实际样品分析的要求。

2.3 实际样品的测定结果

为验证本研究建立的分析方法在实际复杂基质中的适用性与可靠性,选取市售 4 种典型干制水产品(鱿鱼丝、鳕鱼片、干虾皮、虾仁干)作为检测对象。在样品测定过程中,同步设置 3 个浓度水平加标质控样进行方法学验证,结果如表 8 所示。

由表 8 可知,所有加标样品中目标物的平均回收

表 8 4 种干制水产品加标试验

Table 8 Spike recovery test for four types of dried aquatic products

目标物	添加量/(mg/g)	鱿鱼丝			鳕鱼片		
		本底值/(mg/g)	$AR_{重复性}$/%	$RSD_{重复性}$/%	本底值/(mg/g)	$AR_{重复性}$/%	$RSD_{重复性}$/%
DMA	1.00	0.18±0.01	76.41	3.75	0.22±0.01	81.52	4.09
TMA	1.00	0.04±0.00	73.23	3.66	0.03±0.00	62.04	4.71
TMAO	2.00	0.97±0.01	99.85	5.19	4.77±0.01	79.94	2.32
目标物	添加量/(mg/g)	干虾皮			虾仁干		
		本底值/(mg/g)	$AR_{重复性}$/%	$RSD_{重复性}$/%	本底值/(mg/g)	$AR_{重复性}$/%	$RSD_{重复性}$/%
DMA	1.00	0.04±0.00	75.73	2.47	0.32±0.01	75.21	2.47
TMA	1.00	0.04±0.00	69.25	4.00	0.05±0.01	62.14	1.27
TMAO	2.00	5.81±0.01	80.48	1.92	5.33±0.03	76.31	1.43

率为 62.04%~99.85%，重复测定的相对标准偏差为 1.27%~5.19%。该结果符合分析方法学对准确度与精密度的基本要求，表明本方法在不同种类干制水产品基质中均具备良好的适用性与可靠性。

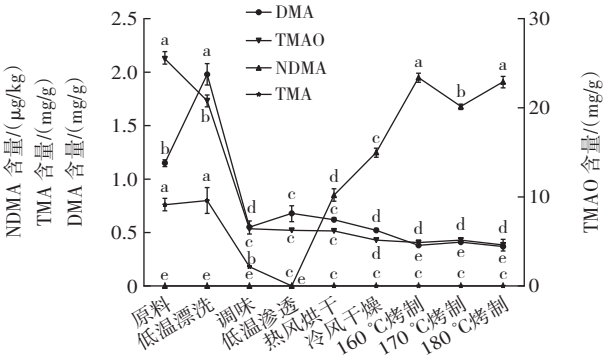
2.4 烤鳕鱼片加工过程中胺类物质与 NDMA 的动态关联分析

为明确 NDMA 在烤鳕鱼片加工过程中的生成规律及其与前体物的动态关联，本研究跟踪了完整的工艺流程：原料解冻-去皮去骨-漂洗-调味浸渍-低温渗透-热风烘干-冷风干燥-高温烤制-碾压-包装贮藏。选取同批次狭鳕鱼原料及其在上述关键工序后代表性样品，利用所建立的离子色谱法（同步测定 DMA、TMA、TMAO）与液相色谱-质谱法（测定 NDMA），系统监测了各阶段目标化合物含量的变化，由于各加工阶段样品含水率不同，为了有效比较各加工阶段样品的 NDMA 含量，所有样品均冻干后测定，结果如表 9 和图 2 所示。

表 9 烤鳕鱼片加工全流程中 NDMA 及 3 种前体物含量

Table 9 Content of *N*-nitrosodimethylamine and three precursors in the whole processing of roasted cod fillets

加工流程	DMA 含量/(mg/g)	TMA 含量/(mg/g)	TMAO 含量/(mg/g)	NDMA 含量/(μg/g)
原料	1.15±0.03	0.76±0.06	25.50±0.82	0.00±0.00
低温漂洗	1.98±0.10	0.80±0.12	20.78±0.67	0.00±0.00
调味	0.55±0.01	0.18±0.01	6.43±0.88	0.00±0.00
低温渗透	0.68±0.07	0.00±0.00	6.26±0.11	0.00±0.00
热风烘干	0.62±0.02	0.00±0.00	6.19±0.03	0.85±0.06
冷风干燥	0.52±0.02	0.00±0.00	5.15±0.16	1.25±0.04
160 ℃烤制	0.38±0.00	0.00±0.00	4.87±0.26	1.95±0.04
170 ℃烤制	0.41±0.00	0.00±0.00	5.16±0.25	1.68±0.02
180 ℃烤制	0.37±0.01	0.00±0.00	4.62±0.62	1.91±0.05



同一指标不同小写字母表示差异显著（$p<0.05$）。

图 2 烤鳕鱼片加工全流程中 NDMA 及 3 种前体物变化趋势

Fig.2 Trends in NDMA and three precursors throughout the processing of roasted cod fillets

由表 9 和图 2 可知，在非热加工阶段，漂洗过程中 TMAO 含量下降伴随 DMA 与 TMA 含量的同步上升，符合经典的 TMAO 酶催化还原路径，这与 Lee 等[33]的研究结果一致。然而，调味阶段 TMAO 含量急剧降低，但其典型还原产物 DMA 与 TMA 含量非但没有增加，反而显著减少，这与常规微生物酶还原路径存在根本性偏离。可能是调味工艺创造的特定微环境（如特定 pH 值、盐度及辛香料中的抗菌成分）有效抑制了微生物代谢活性，从而阻断了 TMAO 向 DMA 与 TMA 的常规转化途径。后续低温渗透阶段 TMA 的消失与 DMA 含量的上升，则提示可能存在 TMA 向 DMA 转化过程。原料中 TMAO 含量最高（25.50 mg/g）。经离子色谱法精准追踪发现，调味后其含量显著下降至约 6.43 mg/g，这主要归因于水溶性流失及可能发生的非酶降解。在后续热风干燥及烘烤阶段，TMAO 含量呈现缓慢下降趋势，但未出现急剧减少，表明高温在促进其部分降解为 DMA 的同时，可能也抑制了其他分解途径。DMA 含量在调味后显著降低，但在热风干燥及其后的热处理阶段观察到其持续存在。本方法对 DMA 的单独准确定量，发现其含量变化与 NDMA 的生成量呈现出明显的关联性，表明在热加工条件下，DMA 是 NDMA 形成的主要直接前体物质。NDMA 在漂洗、调味等低温工序中均未检出，而仅在热风干燥（引入热效应）及后续更高温度的烘烤阶段开始出现并逐渐积累。时间和温度关联性证实，高温是启动并加速 NDMA 生成的关键诱导因子，其形成存在一个明确

的温度依赖动力学阈值。

3 结论

本研究通过优化前处理方法与色谱条件，建立并验证了同步测定水产品中 DMA、TMA 与 TMAO 的非抑制型离子色谱法。方法学评价结果表明，DMA、TMA 与 TMAO 的定量限分别为 0.17、0.21 mg/g 与 0.25 mg/g。在不同加标水平下，3 种目标物在鳕鱼基质中的平均回收率为 61.77%~119.71%，相对标准偏差为 0.41%~10.76%，表明该方法具有良好的正确度与精密度，能满足复杂基质中目标物的定量分析要求。该方法与液相色谱-质谱法技术相结合，构建了适用于水产品及干制水产品中 NDMA 及其前体物的多目标物检测分析体系。应用该体系对烤鳕鱼片加工全流程进行跟踪监测，系统揭示了 DMA、TMA、TMAO 与 NDMA 的动态变化规律。结果表明，DMA 与 NDMA 的生成呈现显著相关性，证实 DMA 是 NDMA 形成的直接前体物质；同时，NDMA 仅在热风干燥及后续烘烤阶段被检出，说明高温是触发并促进 NDMA 生成的关键工艺因子。本研究不仅为水产品中 NDMA 及其前体物的同步检测提供了可靠方法，也为阐明加工过程中 NDMA 的生成机制及关键控制点提供了实证依据。

参考文献：

[1] 冉全, 徐玉成, 邢洁, 等 . 白令海黄线狭鳕的生活史特征及资源利用状态[J]. 动物学杂志, 2021, 56(2): 229-239.
RAN Quan, XU Yucheng, XING Jie, et al. The life-history traits and utilization status of *Gadus chalcogrammus* in the Bering Sea[J]. Chinese Journal of Zoology, 2021, 56(2): 229-239.

[2] 徐永霞, 曲诗瑶, 白旭婷, 等 . 菌菇狭鳕鱼汤加工工艺优化及核苷酸含量的变化[J]. 中国食品学报, 2021, 21(8): 200-207.
XU Yongxia, QU Shiyao, BAI Xuting, et al. Optimization of processing technology and nucleotide content changes of mushroom cod soup[J]. Journal of Chinese Institute of Food Science and Technology, 2021, 21(8): 200-207.

[3] 赵洪雷, 李鑫晰, 徐永霞, 等 . 微波熬制鳕鱼汤的加工工艺优化[J]. 中国调味品, 2023, 48(12): 98-102, 116.
ZHAO Honglei, LI Xinxi, XU Yongxia, et al. Optimization of processing technology of cod soup cooked by microwave[J]. China Condiment, 2023, 48(12): 98-102, 116.

[4] NEGARA B F S P, BASHIR K M I, PARK Y, et al. Alaska pollock (*Gadus chalcogrammus*) proteins and hydrolysed polypeptides: A systematic review of their potential bioactivities[J]. International Journal of Food Science and Technology, 2023, 58(4): 1695-1711.

[5] 杨美竹, 王慧森, 刘璇, 等 . 热处理对鱿鱼上清液中氧化三甲胺降解的影响[J]. 中国调味品, 2022, 47(1): 55-59.
YANG Meizhu, WANG Huisen, LIU Xuan, et al. Effect of heat treatment on TMAO degradation in squid supernatant[J]. China Condiment, 2022, 47(1): 55-59.

[6] 霍霞飞, 张德权, 苏媛媛, 等 . 三甲胺和二甲胺表征冷鲜羊肉新鲜度[J]. 肉类研究, 2022, 36(7): 13-19.
HUO Xiafei, ZHANG Dequan, SU Yuanyuan, et al. Potential of trimethylamine and dimethylamine to characterize the freshness of chilled mutton[J]. Meat Research, 2022, 36(7): 13-19.

[7] 王晓礼, 孙永, 刘楠, 等 . 加工水产品中 N-亚硝胺的形成和控制技术研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2022, 13(21): 6799-6807.
WANG Xiaoli, SUN Yong, LIU Nan, et al. Research progress on formation and control technology of N-nitrosamines in processed fishery products[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2022, 13(21): 6799-6807.

[8] KIM S H, KANG K H, KIM S H, et al. Lactic acid bacteria directly degrade N-nitrosodimethylamine and increase the nitrite-scavenging ability in kimchi[J]. Food Control, 2017, 71: 101-109.

[9] 李亚慧, 李建兵, 韩建敏, 等 . 水产制品中 N-亚硝胺类物质的检测与控制研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(13): 1-7.
LI Yahui, LI Jianbing, HAN Jianmin, et al. Research progress on detection and control of N-nitrosamines in aquatic products[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(13): 1-7.

[10] 杨姗姗, 王兆琦, 王晓雯, 等 . 水产品中 N-亚硝胺形成和控制的研究进展[J]. 食品工业, 2022, 43(4): 228-233.
YANG Shanshan, WANG Zhaoqi, WANG Xiaowen, et al. Research progress of formation and control of N-nitrosamines in aquatic products[J]. The Food Industry, 2022, 43(4): 228-233.

[11] LYNCH A M, HOWE J, HILDEBRAND D, et al. N-Nitrosodimethylamine investigations in Muta™Mouse define point-of-departure values and demonstrate less-than-additive somatic mutant frequency accumulations[J]. Mutagenesis, 2024, 39(2): 96-118.

[12] KURECHI T, KIKUGAWA K, KATO T. Effect of alcohols on nitrosamine formation[J]. Food and Cosmetics Toxicology, 1980, 18(6): 591-595.

[13] KANG D W, KIM J H, CHOI G W, et al. Physiologically-based pharmacokinetic model for evaluating gender-specific exposures of N-nitrosodimethylamine (NDMA)[J]. Archives of Toxicology, 2024, 98(3): 821-835.

[14] SHI Z W, LEI Z Q, ZHU W M, et al. Endogenous formation of N-nitrosodimethylamine (NDMA) from dietary nitrite and nitrate intake and its association with cancer risk[J]. Food and Chemical Toxicology, 2026, 212: 116032.

[15] 黄国霞, 赖春华, 李军生, 等 . 6 种水产动物中氧化三甲胺的提取与含量测定[J]. 食品科技, 2012, 37(7): 305-307.
HUANG Guoxia, LAI Chunhua, LI Junsheng, et al. The extract and determined of trimethylamine N-oxide in six sort aquatic animals[J]. Food Science and Technology, 2012, 37(7): 305-307.

[16] 陈锦文, 崔燕芒, 赵燕 . 三甲胺、二甲胺及氧化三甲胺含量测定方法的研究进展[J]. 西北药学杂志, 2015, 30(2): 216-219.
CHEN Jinwen, CUI Yanmang, ZHAO Yan. Research progress of content determination methods of trimethylamine, dimethylamine and trimethylamine-N-oxide[J]. Northwest Pharmaceutical Journal, 2015, 30(2): 216-219.

[17] 曹方方, 石敬华, 解鑫, 等 . 顶空-气相色谱法测定海水中三甲胺的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2023, 59(11): 1327-1331.
CAO Fangfang, SHI Jinghua, XIE Xin, et al. Determination of trimethylamine in seawater by gas chromatography with headspace[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Chemical Analysis), 2023, 59(11): 1327-1331.

[18] 张露, 胡红美, 刘奇鹰, 等 . 气质联用测定海洋沉积物中 15 种邻苯二甲酸酯的含量[J]. 浙江海洋大学学报(自然科学版), 2018, 37(1): 30-36.
ZHANG Lu, HU Hongmei, LIU Qiying, et al. Determination of 15 phthalic acid esters in marine sediments by gas chromatography-mass spectrometry detection[J]. Journal of Zhejiang Ocean University (Natural Science), 2018, 37(1): 30-36.

[19] 郑耀林, 卢贵婷, 林秋凤, 等 . 顶空气相色谱-串联质谱法测定水

产品中三甲胺的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2024, 60(12): 1257-1262.
ZHENG Yaolin, LU Guiting, LIN Qiufeng, et al. Determination of trimethylamine in aquatic products by headspace-gas chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Chemical Analysis), 2024, 60(12): 1257-1262.

[20] 邹阅超, 李伟芳, 刘绿叶 . 顶空-气相色谱-质谱法同时测定土壤中 6 种有机胺的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2022, 58(7): 836-840.
ZOU Yuechao, LI Weifang, LIU Lüye. Simultaneous determination of 6 organic amines in soil by gas chromatography-mass spectrometry after headspace[J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Chemical Analysis), 2022, 58(7): 836-840.

[21] 孙永, 周德庆, 柳淑芳, 等 . 非抑制离子色谱法测定水产品中氧化三甲胺及其分解产物的方法[J]. 渔业科学进展, 2012, 33(6): 118-122.
SUN Yong, ZHOU Deqing, LIU Shufang, et al. Determination of trimethylamine-N-oxide and its decomposition in fishery products by non-suppressed ion chromatography[J]. Progress in Fishery Sciences, 2012, 33(6): 118-122.

[22] 罗全迁, 霍世欣 . 离子色谱法同时测定高纯试剂中痕量甲胺、二甲胺、三甲胺和 6 种阳离子[J]. 化学分析计量, 2022, 31(3): 48-52.
LUO Quanqian, HUO Shixin. Simultaneous determination of trace monomethylamine, dimethylamine, trimethylamine and six cations in high purity reagents by ion chromatography[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2022, 31(3): 48-52.

[23] ROX K, RATH S, PIEPER D H, et al. A simplified LC-MS/MS method for the quantification of the cardiovascular disease biomarker trimethylamine-N-oxide and its precursors[J]. Journal of Pharmaceutical Analysis, 2021, 11(4): 523-528.

[24] 钱卓真, 王丽娟, 位绍红, 等 . 高效液相色谱-串联质谱法测定双壳类动物中溴代阻燃剂[J]. 渔业研究, 2017, 39(6): 476-484.
QIAN Zhuozhen, WANG Lijuan, WEI Shaohong, et al. Multi-residue determination method for the determination of brominated flame retardants in bivalves[J]. Journal of Fisheries Research, 2017, 39(6): 476-484.

[25] 汤水粉, 钱卓真, 位绍红, 等 . 高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中硝基咪唑类药物残留量[J]. 渔业研究, 2022, 44(1): 60-68.
TANG Shuifen, QIAN Zhuozhen, WEI Shaohong, et al. Determination of nitroimidazole drug residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry(HPLC-MS)[J]. Journal of Fisheries Research, 2022, 44(1): 60-68.

[26] TIMM M, JØRGENSEN B M. Simultaneous determination of ammonia, dimethylamine, trimethylamine and trimethylamine- n-oxide in fish extracts by capillary electrophoresis with indirect UV-detection[J]. Food Chemistry, 2002, 76(4): 509-518.

[27] KONOP M, RYBKA M, WARAKSA E, et al. Electrophoretic determination of trimethylamine (TMA) in biological samples as a novel potential biomarker of cardiovascular diseases methodological approach[J]. International Journal of Environmental Research and Public Health, 2021, 18(23): 12318.

[28] 国家市场监督管理总局 . GB 5009.26-2023. 食品安全国家标准 食品中 N-亚硝胺类化合物的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2023.
State administration for market regulation. GB 5009.26-2023. National food safety standard: Determination of N-nitrosamines in Food[S]. Beijing: China Standards Press, 2023.

[29] 张野, 时景, 张明 . 氧化三甲胺测定方法的研究进展[J]. 广州化工, 2022, 50(16): 24-25, 32.
ZHANG Ye, SHI Jing, ZHANG Ming. Research progress on determination of trimethylamine oxide[J]. GuangZhou Chemical Industry, 2022, 50(16): 24-25, 32.

[30] 戚勃, 杨少玲, 杨贤庆, 等 . 分光光度法测定水产品中的二甲胺[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(5): 208-213.
QI Bo, YANG Shaoling, YANG Xianqing, et al. Spectrophotometry detection of dimethylamine in aquatic products[J]. Food and Fermentation Industries, 2017, 43(5): 208-213.

[31] LENT-SCHOCHET D, SILVA R, MCLAUGHLIN M, et al. Changes to trimethylamine-N-oxide and its precursors in nascent metabolic syndrome[J]. Hormone Molecular Biology and Clinical Investigation, 2018, 35(2): 20180015.

[32] 姜城子, 崔洁, 周苗苗, 等 . 青岛地区部分水产品中氧化三甲胺含量的测定[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(1): 41-46.
JIANG Chengzi, CUI Jie, ZHOU Miaomiao, et al. Determination of trimethylamine-N-oxide content in common aquatic products in Qingdao[J]. Journal of Food Safety and Quality, 2014, 5(1): 41-46.

[33] LEE J, PARK J W. Pacific whiting frozen fillets as affected by post-harvest processing and storage conditions[J]. Food Chemistry, 2016, 201: 177-184.

加工编辑:李文欣
收稿日期:2026-01-06