

气相色谱-负化学源质谱法测定河蟹中五氯苯酚及其钠盐的残留量

朱晓华^{1,2*}, 梁倩³, 王凯^{1,2}, 宋新成⁴, 夏丽萍^{1,2}, 王静^{1,2}

(1. 江苏省水产质量检测中心, 南京 210017; 2. 江苏省淡水水产研究所, 南京 210017; 3. 谱尼测试集团股份有限公司, 北京 100080; 4. 连云港市海洋环境监测预报中心, 连云港 222001)

摘要: **目的** 测定河蟹可食部分中五氯苯酚及其钠盐的残留量。**方法** 样品在酸性介质中经正己烷提取, HLB固相萃取柱净化后, 用甲醇洗脱, 吹干后用碳酸钾溶液溶解, 经衍生化反应生成的衍生物由正己烷提取, 采用选择离子监测模式进行质谱测定。选择 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ 作为内标物, 通过对离子源及其温度、定性离子和定量离子的选择, 建立气相色谱-负化学源质谱法测定河蟹可食部分中五氯苯酚及其钠盐残留量的检测方法。**结果** 五氯苯酚乙酸酯在 0.2~20.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内的线性关系良好, 相关系数 $r=0.999$, 五氯苯酚在添加水平为 5.0、10.0 和 50.0 $\mu\text{g/kg}$ 时的平均回收率在 87.2%~96.9%之间, 测定相对标准偏差($n=6$)在 2.8%~6.3%之间, 方法检测限为 1.0 $\mu\text{g/kg}$ 。**结论** 该方法的检测准确度和精密度良好, 能够用于河蟹样品中五氯苯酚及其钠盐残留的定性定量测定。**关键词:** 河蟹; 五氯苯酚; 五氯酚钠; 残留; 气相色谱-质谱法

Determination of the residue amount of pentachlorophenol and its sodium salt in *Eriocheir sinensis* by gas chromatography-negative chemical ionization/mass spectrometry

ZHU Xiao-Hua^{1,2*}, LIANG Qian³, WANG Kai^{1,2}, SONG Xin-Cheng⁴, XIA Li-Ping^{1,2}, WANG Jing^{1,2}

(1. Aquatic Products Quality Inspection Center of Jiangsu Province, Nanjing 210017, China; 2. Freshwater Fisheries Research Institute of Jiangsu Province, Nanjing 210017, China; 3. PONY Test Group Co., Ltd, Beijing 100080, China; 4. The Marine Environment Monitoring and Prediction Center of Lianyungang City, Lianyungang 222001, China)

ABSTRACT: Objective To detect the residue amount of pentachlorophenol and its sodium salt in the eatable part of *Eriocheir sinensis*. **Methods** The samples were extracted by n-hexane in an acidic medium, purified by HLB solid phase extraction column, and eluted with methanol. The product was dissolved with K_2CO_3 after being concentrated by drying, and the derivative of above product was extracted by n-hexane which was analyzed by mass spectrometry using selected ion monitoring mode. A gas chromatography-negative chemical ionization/mass spectrometry method was established through the selection of ion source and its temperature, qualitative ion and quantitative ion when using $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ as an internal standard substance, which could realize the determination of the residue amount of pentachlorophenol and its sodium salt in the eatable part of *Eriocheir sinensis*. **Results** The

基金项目: 江苏省自然科学基金项目(BK20141500)、江苏省创新能力建设计划(BM2015018)、江苏省农业科技自主创新资金(CX(15)1011)

Fund: Supported by Natural Science Foundation of Jiangsu Province (BK20141500), Innovation Ability Construction Plan of Jiangsu Province (BM2015018) and Fund of Independent Innovation in Agricultural Science and Technology of Jiangsu Province (CX(15)1011)

*通讯作者: 朱晓华, 高级工程师, 主要研究方向为水产品质量安全检测与研究。E-mail: xhz824@sina.com

*Corresponding author: ZHU Xiao-Hua, Senior Engineer, Aquatic Products Quality Inspection Center of Jiangsu Province, Freshwater Fisheries Research Institute of Jiangsu Province. E-mail: xhz824@sina.com

working curve of PCP-OAc had a good linearity when the concentration was between 0.2 $\mu\text{g/L}$ and 20.0 $\mu\text{g/L}$, and the correlation coefficient (r) was 0.999. The average recoveries were in the range of 87.2%~96.9% when the additive amounts of pentachlorophenol were 5.0, 10.0 and 50.0 $\mu\text{g/kg}$, respectively. The relative standard deviations ($n=6$) were in the range of 2.8%~6.3%, and the limit of detection was 1.0 $\mu\text{g/kg}$. **Conclusion** The method is accurate and precise, which can be used to the qualitative and quantitative determination of the residue amount of pentachlorophenol and its sodium salt in the eatable part of *Eriocheir sinensis*.

KEY WORDS: *Eriocheir sinensis*; pentachlorophenol; sodium pentachlorophenate; residue; gas chromatography-mass spectrometry

1 引言

五氯苯酚(pentachlorophenol, PCP)是一种有毒农药,曾在全球范围内被广泛用作除草剂、木材防腐剂和生物杀伤剂等^[1],其钠盐形式-五氯酚钠(PCP-Na)在我国曾作为血吸虫病疫区的常用药物使用,它能够杀灭血吸虫的中间宿主钉螺^[2],也曾作为水产养殖过程中的清塘药物大量使用。PCP 为环境荷尔蒙,微量即对人体有害,具有很强的“三致”(致畸、致癌、致突变)效应,可通过食物链最终危害人体健康。美国环境保护署(the environmental protection agency, EPA)、欧盟和加拿大相继限制其使用^[3-5]。我国农业部于 2002 年发文明确规定了食品动物生产中禁用 PCP-Na^[6]。

虽然我国已明确将 PCP 及其钠盐列入禁用药物的范围,但以往施用的 PCP-Na 在环境中的残留还会持续相当长的一段时间^[2],同时,张彤晴等^[3]的调查报告显示,在渔业生产中仍有部分渔民使用五氯酚钠杀灭杂鱼进行清塘。在近年来的监测过程中也时有检出,表明 PCP 及其钠盐的残留对水产品的食用安全性仍存在一定的威胁。

目前,国内外生物样品中 PCP 及其钠盐的主要检测方法有:气相色谱法^[7-11]、气质联用法^[12-13]、高效液相色谱法^[14]和液质联用法^[15],其中水产品中 PCP 及其钠盐的主要检测方法是气相色谱法。但在实际检测过程中发现,因河蟹基质成分比较复杂,目标峰处常有干扰。本研究通过对离子源及其温度、定性离子和定量离子的选择,首次建立了河蟹可食部分中五氯苯酚及其钠盐残留量的气相色谱-质谱检测法,该方法使用负化学离子源,用五氯苯酚的同位素($^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$)作为内标物定量,对河蟹中的五氯苯酚及其钠盐残留进行定性定量分析。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

TSQ-45000 Quantun 气相色谱-串联质谱仪(美国 Thermo Fisher 公司); 12 通道固相萃取装置(德国 CNW 公司); Oasis[®] HLB 固相萃取小柱(3 mL/60 mg, 美国 Waters

公司); AE200 电子天平(感量 0.0001 g, 瑞士梅特勒-托利多公司); JY5002 电子天平(感量 0.01 g, 上海精天电子仪器有限公司); Allegra[™] 21R 台式高速冷冻离心机(美国 Beckman 公司); XW-80A 微型涡旋混合仪(上海沪西分析仪器厂); DK-8D 数显恒温水浴锅(金坛市医疗仪器厂)。

PCP 标准品、 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ 标准品(纯度 99.0%, 德国 Dr.Ehrenstorfer 公司); 正己烷和环己烷(色谱纯, 美国 Tedia 公司); 乙酸酐(分析纯, 上海凌峰化学试剂有限公司); 硫酸(分析纯, 南京化学试剂一厂); 碳酸钾(分析纯, 中国医药上海化学试剂公司); 无水硫酸钠(分析纯, 南京化学试剂一厂)。

2.2 实验方法

2.2.1 样品前处理

样品制备: 河蟹去壳去鳃, 取所有可食部分, 使用高速万能试样粉碎机打成匀浆, $-20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 冷冻贮存。

样品提取: 室温解冻制备好的样品, 准确称取 1.00 g 于 50 mL 具塞离心管中, 加入 100 μL 浓度为 500 $\mu\text{g/L}$ 的 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ 作为内标(添加浓度为 50.0 $\mu\text{g/kg}$); 加入 8 mL 硫酸水溶液(1:1, V:V), 涡旋混匀, $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴 30 min; 冷却至室温后加入 10 mL 正己烷, 涡旋 2 min, 8000 r/min 离心 10 min; 吸取正己烷层, 剩余部分加入 10 mL 正己烷重复提取 1 次, 将得到的正己烷层合并。

净化: 使用 HLB 固相萃取小柱净化, 依次用 3 mL 乙酸乙酯和 3 mL 乙酸乙酯-正己烷溶液(1:19, V:V)活化小柱; 将样品提取液转移至柱子中, 待上样液流出后, 用 3 mL 乙酸乙酯-正己烷溶液(1:19, V:V)淋洗, 3 mL 甲醇洗脱, 洗脱液接收至 15 mL 玻璃管中; 于 $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下用氮气吹干, 用 5 mL 碳酸钾溶液溶解; 将待衍生溶液于 $40\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 水浴中加热 10 min, 加入 0.2 mL 乙酸酐, 取出, 涡旋 3 min 并不断放气, 加 2.5 mL 正己烷萃取; 将正己烷萃取液移至 5 mL 容量瓶中, 在衍生溶液中再加入 2.0 mL 正己烷重复萃取 1 次, 合并正己烷萃取液, 定容至 5 mL, 再加入约 2 g 无水硫酸钠脱水, 将溶液转移至进样瓶, 待测。

2.2.2 标准曲线的绘制

标准溶液的配制: 准确称取 PCP 标准品 0.0100 g, 用 0.1 mol/L 的 K_2CO_3 溶液溶解并定容至 100 mL, 配制成 100

μg/mL 的标准储备液; 准确称取 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ 标准品 0.0100 g, 用 0.1 mol/L 的 K_2CO_3 溶液溶解并定容至 100 mL, 配制成 100 μg/mL 的标准储备液, 置于 4 ℃ 冰箱中保存。

分别称取 6 份制好的样品, 每份 1.00 g, 分别添加 1、5、10、20、50 和 100 ng 的 PCP 和 50 ng 的 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$, 按照“2.2.1”和“2.2.3”中的方法进行样品前处理、色谱及质谱测定, 以 PCP 及 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ 标准品的衍生物定量离子峰面积比(Y)对进样溶液浓度(X)做标准曲线, 并考察基质标准曲线的线性关系。

2.2.3 仪器分析条件

(1) 色谱条件

色谱柱: TR-5 MS(30 m×0.25 mm, 0.25 μm); 进样口温度: 260 ℃; 柱温: 采用程序升温, 初温 140 ℃(2 min), 升温速率: 10 ℃/min, 升温至 240 ℃(保持 2 min), 再以 35 ℃/min 的升温速率升温至 280 ℃(保持 5 min); 载气: 高纯氦气(99.999%); 流速: 1.0 mL/min; 进样量: 1 μL; 不分流进样。

(2) 质谱条件

离子源: NCI 源; 离子源温度: 250 ℃; 灯丝电流: 100 μA; 传输线温度: 250 ℃; 反应气: CH_4 ; 检测方式: 选择离子监测(selected ion monitoring, SIM)。

3 结果与分析

3.1 固相萃取净化方法的优化

本研究使用的样品提取剂正己烷的极性相对较小, 因此提取出的脂类和未沉淀的蛋白相对较多。已有研究^[7,8,10,11]中采用碳酸钾溶液萃取净化, 两相性质差异较大, 河蟹等高脂、高蛋白的样品会在两相间形成严重的乳化, 而乳化程度的高低直接影响五氯苯酚及其钠盐检测的回收率, 增加了实际样品定量检测的不稳定性, 同时乳化严重时从底部吸出碳酸钾溶液操作困难。基于此, 本

研究比较了中性氧化铝小柱、弗罗里硅小柱和 HLB 3 种小柱的净化效果。对于中性氧化铝小柱和弗罗里硅小柱来说, 小柱不能完全负载所有药物, 对于高脂样品的除脂效果不理想。本研究确定采用 HLB 净化小柱, 并进一步比较了采用不同淋洗液和不同洗脱液体积对回收率的影响。

在空白河蟹样品的正己烷提取液中加入标准工作液, 使样品中的 PCP 含量分别为 5.0、10.0 和 20.0 μg/kg, 依次用 3 mL 乙酸乙酯溶液、3 mL 乙酸乙酯-正己烷(1:19, V:V) 溶液(淋洗液 1)或乙酸乙酯-正己烷(1:9, V:V)(淋洗液 2)溶液活化小柱, 用吸管吸取提取液到小柱, 再分别用 3 mL 淋洗液 1 和淋洗液 2 淋洗, 用甲醇洗脱, 分两段收集洗脱液, 每段收集流出液 3 mL。采用文献^[10]报道的气相色谱外标法定量, 结果见表 1, 由表中可以看出, 采用淋洗液 1 时的标准品回收率和测定相对标准偏差均优于淋洗液 2, 因此选用 3 mL 的乙酸乙酯-正己烷(1:19, V:V)作为淋洗液, 3 mL 甲醇作为洗脱液。

3.2 质谱条件的建立

本研究比较了电子轰击源(electron impact ionization source, EI)与负化学源(negative chemical ionization, NCI)下化合物离子的响应, 结果表明, 使用 NCI 离子源时 PCP 的衍生物 PCP-OAc 的响应值比 EI 离子源高数十倍, 且抗干扰能力强, 因此本研究选用 NCI 离子源进行测定。

取 200 μg/L 衍生化后的 PCP 和 $^{13}\text{C}_6\text{-PCP}$ 标准溶液在“2.2.3”中所述的色谱和质谱条件下, 首先用全扫描方式进行分析, 根据得到的质谱图选择 4 个峰度高的特征离子进行 SIM 模式检测。选定的 PCP-OAc 的检测离子的质荷比(m/z)为: 265.5、305.7、307.7、309.7, 定量离子为响应值最高的离子峰对应的离子, m/z 为 307.7; $^{13}\text{C}_6\text{-PCP-OAc}$ 的检测离子的 m/z 为: 271.3、273.2、313.8、315.8, 定量离子的 m/z 为 313.8。河蟹加标样品的 SIM 总离子流图见图 1, 质谱图见图 2。

表 1 SPE 小柱淋洗与洗脱条件比较(n=6)
Table 1 Comparison of leaching and elution conditions of SPE column (n=6)

项 目	添加浓度/(μg/kg)					
	5.0		10.0		20.0	
	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%	回收率/%	RSD/%
淋洗液 1	ND	ND	ND	ND	ND	ND
洗脱液 第一段	95.0	12.0	94.5	4.0	92.5	4.5
洗脱液 第二段	ND	ND	ND	ND	ND	ND
淋洗液 2	31.2	17.4	14.5	15.2	20.6	6.3
洗脱液 第一段	66.2	16.4	83.1	10.3	73.9	8.9
洗脱液 第二段	ND	ND	ND	ND	ND	ND

注: ND 表示未检出。

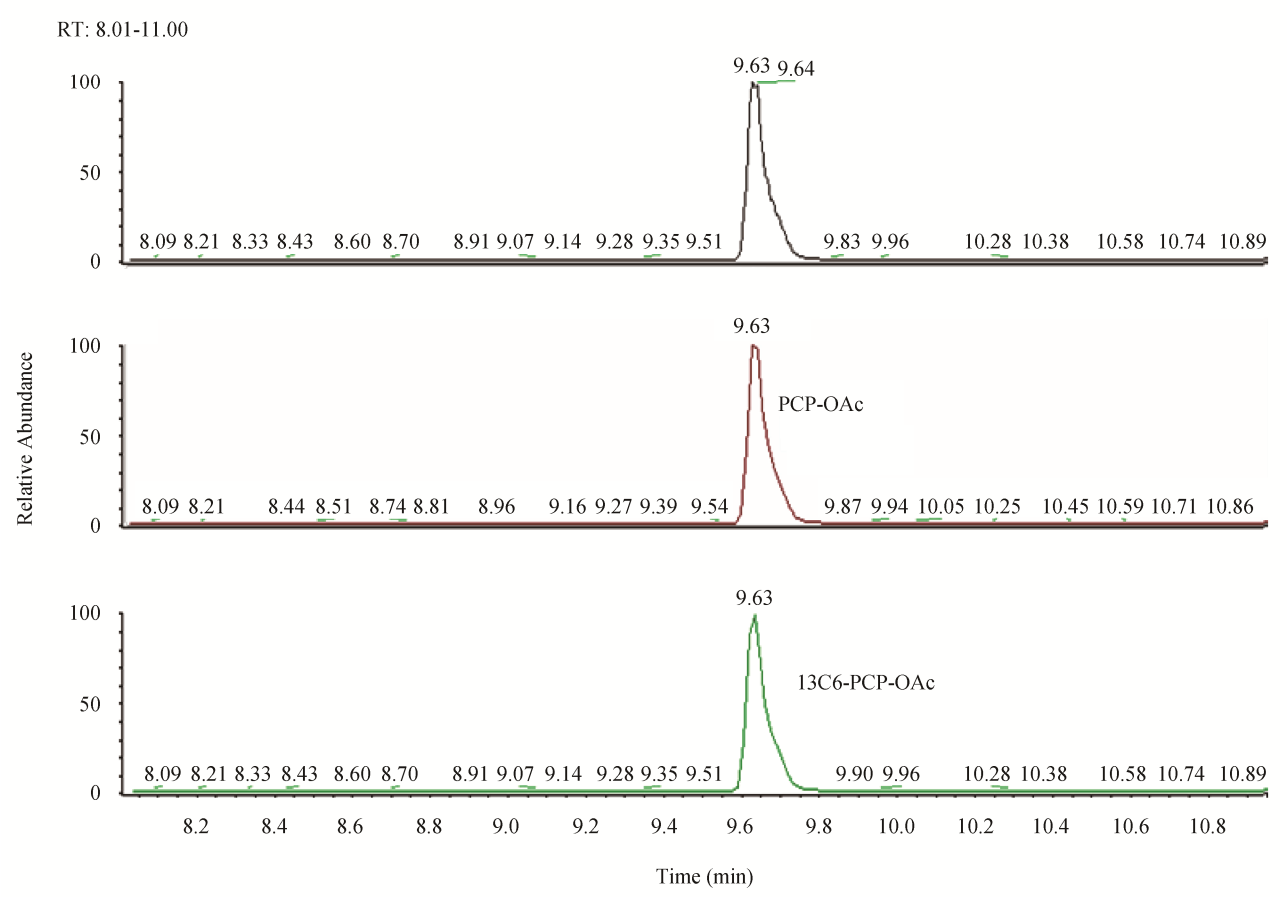


图 1 PCP-OAc 和 ¹³C₆-PCP-OAc 的 SIM 总离子流图

Fig. 1 Total ion chromatograms of PCP-OAc and ¹³C₆-PCP-OAc by SIM

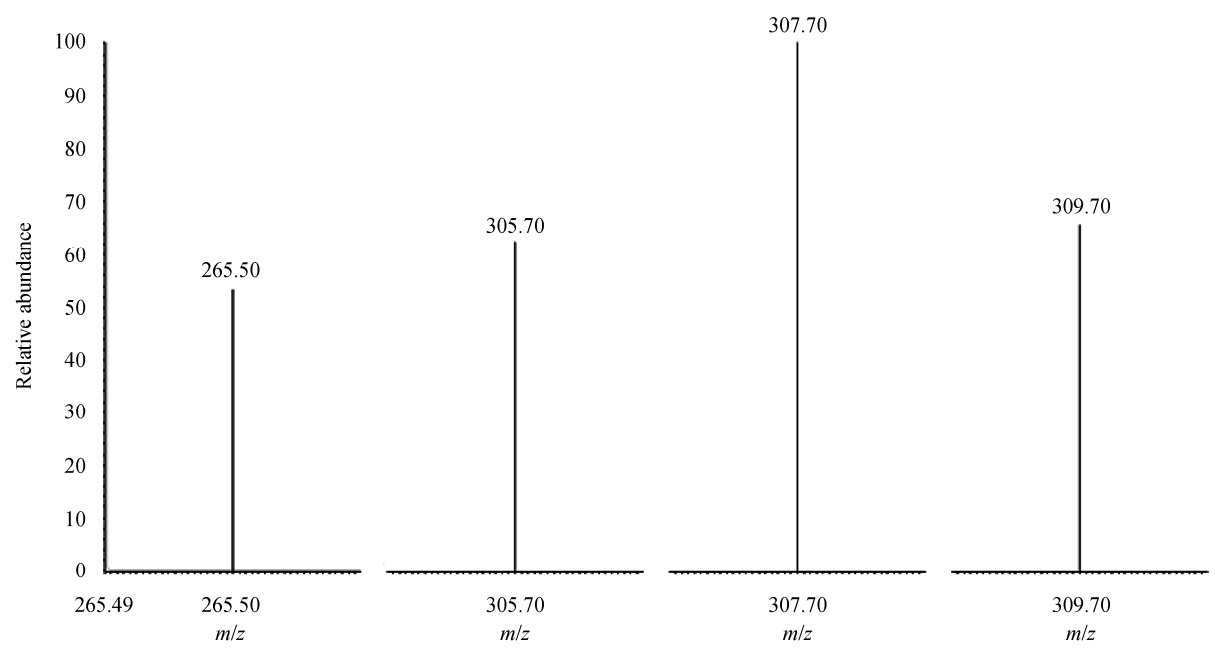


图 2 PCP-OAc 的质谱图

Fig. 2 Mass spectrogram of PCP-OAc

NCI 离子源的适宜温度为 100~300 ℃, 温度太低容易对离子源造成污染, 而温度过高则容易对离子源及仪器造成损坏。本研究比较了 PCP-OAc 和 $^{13}\text{C}_6$ -PCP-OAc 在离子源温度为 150、175、200 及 250 ℃ 下各检测离子对应的离子丰度情况。结果表明, 离子源温度在 250 ℃ 时, 选定的定性离子的相对强度(与基峰的比例)较高, 均大于 50%(见图 2), 能更好地保证方法定性的准确性, 因此, 本试验选择的离子源温度为 250 ℃。

方法的定性: 在样品的质谱图中, PCP-OAc 的 4 个特征离子 265.5、305.7、307.7、309.7(m/z , 相对丰度分别为 52%、61%、100%和 66%)均应出现, 同时各选择离子的相对强度与相应标准物质的相对强度之差不大于允许相对标准偏差($\pm 20\%$), 并且样品峰与标准物质的保留时间之差不大于 0.10 min。

3.3 方法的线性范围和检出限

将 PCP 及 $^{13}\text{C}_6$ -PCP 的基质标准工作液衍生化后, 按“2.2.3”中所述的色谱和质谱条件进行测定, 以 PCP 标准品与 $^{13}\text{C}_6$ -PCP 标准品的定量离子峰面积比(Y)对标样浓度(X)做标准曲线, 得线性回归方程: $Y=0.095X+0.015$, 相关系数 $r=0.999$ 。PCP-OAc 在 0.2~20.0 $\mu\text{g/L}$ 范围内的线性关系良好, 方法的检出限为 1.0 $\mu\text{g/kg}$ (信噪比 ≥ 3)。

3.4 方法的回收率和精密度

在 1.00 g 空白河蟹样品中分别添加 50、100 μL 浓度为 100 $\mu\text{g/L}$ 的 PCP 标准液及 100 μL 浓度为 500 $\mu\text{g/L}$ 的 PCP 标准液(添加水平分别相当于 PCP 的浓度为 5.0、10.0 和 50.0 $\mu\text{g/kg}$), $^{13}\text{C}_6$ -PCP 的添加浓度均为 50.0 $\mu\text{g/kg}$, 每个添加水平重复测定 6 次, 按照“2.2”中所述的方法进行样品前处理、色谱及质谱测定, 内标法定量, 计算 PCP 的平均回收率和相对标准偏差(表 2)。由表 2 可知, 在河蟹中添加 3 个水平的 PCP 的平均回收率在 87.2%~96.9%之间, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)在 2.8%~6.3%之间, 说明方法具有较好的准确度和精密度。内标法定量也进一步增加了检测的稳定性。

表 2 PCP 的加标回收率和 RSD($n=6$)
Table 2 Average recoveries and RSDs of PCP ($n=6$)

添加浓度 ($\mu\text{g/kg}$)	检测浓度 ($\mu\text{g/kg}$)	平均回收率 (%)	RSD(%)
5.0	4.4 $\pm$ 0.3	87.2 $\pm$ 5.5	6.3
10.0	9.5 $\pm$ 0.3	95.1 $\pm$ 2.8	2.9
50.0	48.4 $\pm$ 1.3	96.9 $\pm$ 2.7	2.8

3.5 样品测定

对江苏的 11 个河蟹样品进行抽样检测, 其中 3 个样品检出 PCP 残留, 检测值为 5.1~31.9 $\mu\text{g/kg}$, 其余样品均

未检出。

4 结 论

本研究通过对离子源及其温度、定性离子和定量离子的选择, 建立了气相色谱-负化学源质谱法测定河蟹可食部分中五氯苯酚及其钠盐残留量的方法。前处理中使用 HLB 固相萃取柱净化, 避免了前处理过程中因样品乳化而造成检测回收率低的现象, 选择 $^{13}\text{C}_6$ -PCP 作为内标物, 进一步增强了检测的稳定性, 采用 GC-MS-NCI-SIM 模式进行质谱测定, 有效地排除了基质干扰, 且方法的检测准确度和精密度良好, 能够实现对河蟹中五氯苯酚残留的定性定量分析。

参考文献

[1] Agency for toxic substances and disease registry (ATSDR). Toxicological profile for pentachlorophenol(update): Report of department of health and human services [R]. Atlanta: Public Health Service, 2001: 152-163.

[2] 张兵, 郑明辉, 刘芑岩, 等. 五氯酚在洞庭湖环境介质中的分布[J]. 中国环境科学, 2001, 21(2): 165-167.

Zhang B, Zhen MH, Liu PY, *et al.* Distribution of pentachlorophenol in Dongting Lake environmental medium [J]. China Environ Sci, 2001, 21(2): 165-167.

[3] 张彤晴, 蒋丽娟, 葛家春, 等. 五氯苯酚对渔业环境的危害与对策研究进展[J]. 江苏农业科学, 2007, 35(4): 256-259.

Zhang TQ, Jiang LJ, Ge JC, *et al.* Research progress on the damage to fishery environment caused by pentachlorophenol and its strategy [J]. Jiangsu Agric Sci, 2007, 35(4): 256-259.

[4] 史雅娟, 吕永龙, 任鸿昌, 等. 持久性有机污染物研究国际发展动态[J]. 世界科技研究与发展, 2003, 25(2): 73-78.

Shi YJ, Lv YL, Ren HC, *et al.* Recent progress in scientific research on persistent organic pollutants [J]. World Sci-Tech Res Dev, 2003, 25(2): 73-78.

[5] 余刚, 黄俊, 张彭义. 持久性有机污染物: 倍受关注的全球性环境问题[J]. 环境保护, 2001, (4): 37-39.

Yu G, Huang J, Zhang PY. Persistent organic pollutants: one of the important global environmental problems [J]. Environ Prot, 2001, (4): 37-39.

[6] 中华人民共和国农业部. NY 5071-2002 无公害食品 渔用药物使用准则[S].

Ministry of Agriculture of the People's Republic of China. NY 5071-2002 Pollution-free food application guideline of fishery drug [S].

[7] 费志良, 葛家春, 吴军, 等. 气相色谱测定青虾、草鱼肌肉中五氯苯酚及其钠盐残留总量的方法[J]. 南京师大学报, 2004, 27(3): 70-73.

Fei ZL, Ge JC, Wu J, *et al.* Determination of total amount of pentachlorophenol and its sodium salt's residues in muscle tissues of *Macrobrachium nipponensis* and *Ctenopharyngodon idellus* by gas chromatography [J]. J Nanjing Norm Univ, 2004, 27(3): 70-73.

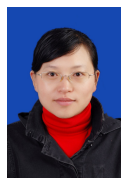
[8] 薛辉利, 张晓辉, 杜建明, 等. 虾类中五氯苯酚残留的气相色谱分析[J]. 福建分析测试, 2009, 18(3): 64-65.

Xue HL, Zhang XH, Du JM, *et al.* Determination of the

- pentachlorophenol residue in shrimps by gas chromatography [J]. *Fujian Anal Test*, 2009, 18(3): 64–65.
- [9] 池绵萍. 固相微萃取气相色谱法测定水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量[J]. *分析实验室*, 2007, 12(26): 321–323.
- Chi DP. Determination of total amount of pentachlorophenol and its sodium salt's residues in fishery products by SMPE-GC [J]. *Chin J Anal Lab*, 2007, 12(26): 321–323.
- [10] 朱晓华, 吴燕如, 王凯, 等. 气相色谱法测定水产品中五氯苯酚及其钠盐残留量[J]. *江苏农业学报*, 2011, 27(1): 188–194.
- Zhu XH, Wu YR, Wang K, *et al.* Determination of total amount of pentachlorophenol and its sodium salt's residues in aquatic product by gas chromatography [J]. *Jiangsu J Agric Sci*, 2011, 27(1): 188–194.
- [11] 梁倩, 朱晓华, 王凯, 等. 水产品中五氯苯酚及其钠盐含量的气相色谱内标测定法[J]. *水产学报*, 2012, 36(5): 779–786.
- Liang Q, Zhu XH, Wang K, *et al.* Determination of total amount of pentachlorophenol and its sodium salt's residues in aquatic product by gas chromatography using internal standard method [J]. *J Fish China*, 2012, 36(5): 779–786.
- [12] Lacorte S, Guillamon M. Validation of a pressurized solvent extraction and GC-NCI-MS method for the low level determination of 40 polybrominated diphenylethers in mothers' milk [J]. *Chemosphere*, 2008, 1(73): 70–75.
- [13] 史玉坤, 杨梅桂, 杨清华, 等. 气相色谱-质谱法快速检测水产品中五氯酚[J]. *中国食品卫生杂志*, 2015, 27(1): 19–21.
- Shi YK, Yang MG, Yang QH, *et al.* Rapid determination of pentachlorophenol in aquatic products by GC-MS [J]. *Chin J Food Hyg*, 2015, 27(1): 19–21.
- [14] 廖林川, 颜有仪, 林岚, 等. 高效液相色谱法检测生物样品中五氯酚[J]. *四川大学学报*, 2004, 35(3): 427–428.
- Liao LC, Yan YY, Lin L, *et al.* Detection of pentachlorophenol in biomaterial using HPLC [J]. *J Sichuan Univ*, 2004, 35(3): 427–428.
- [15] Jin MC, Zhu Y. Ion chromatography-atmospheric pressure chemical ionization mass spectrometry for the determination of trace chlorophenols in clam tissues [J]. *J Chromatogr A*, 2006, 1118(1): 111–117.

(责任编辑: 刘 丹)

作者简介



朱晓华, 高级工程师, 主要研究方向
为水产品质量安全检测与研究。
E-mail: xhz824@sina.com