

固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定 蜂蜜中高氯酸盐

杨志伟, 刘晓茂, 裴 岗, 李 响*, 崔宗岩, 张进杰, 李学民, 曹彦忠

(秦皇岛出入境检验检疫局检验检疫技术中心, 秦皇岛 066004)

摘 要: **目的** 建立一种固相萃取-高效液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中高氯酸盐的含量。**方法** 样品用酸化甲醇水提取, WAX 固相萃取柱净化, 经 Phenyl-hexyl 色谱柱分离, 以电喷雾离子源在负离子多反应监测模式下进行测定, 内标法定量。**结果** 高氯酸盐的检出限和定量限分别为 0.33 $\mu\text{g/kg}$ 和 1 $\mu\text{g/kg}$, 高氯酸盐在 1~10 $\mu\text{g/kg}$ 的加标水平内的回收率为 91.6%~108.3%, 相对标准偏差为 2.81%~3.47%。**结论** 该方法准确、灵敏, 适用于蜂蜜中高氯酸盐的测定。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱法; 固相萃取; 高氯酸盐; 蜂蜜

Determination of perchlorate in honey using solid-phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

YANG Zhi-Wei, LIU Xiao-Mao, PEI Gang, LI Xiang*, CUI Zong-Yan, ZHANG Jin-Jie,
LI Xue-Min, CAO Yan-Zhong

(Inspection and Quarantine Centre, Qinhuangdao Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Qinhuangdao 066004, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for determination of perchlorate in honey by solid-phase extraction-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The samples were extracted with acidified methanol water, purified by WAX solid phase extraction column, separated by phenyl-hexyl chromatographic column, determined by electrospray ion source in the mode of anion multi-reaction monitoring, and quantified by internal standard method determination. **Results** The limit of detection for perchlorate was 0.33 $\mu\text{g/kg}$, and the limit of quantitation was 1 $\mu\text{g/kg}$. The recoveries of perchlorate were 91.6%-108.3% in the range of 1-10 $\mu\text{g/kg}$, with relative standard deviations of 2.81%-3.47%. **Conclusion** The method is accurate and sensitive, which is suitable for the determination of perchlorate in honey.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; solid-phase extraction; perchlorate; honey

基金项目: 国家重点研发计划(2017YFC1601700)、河北省科技计划项目(17275503D)

Fund: Supported by the National Key Research and Development Program of China (2017YFC1601700) and Hebei Science and Technology Project (17275503D)

*通讯作者: 李响, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。E-mail: lixiangqhd@126.com

*Corresponding author: LI Xiang, Ph.D, Senior Engineer, Qinhuangdao Customs, No.1 Liupanshan Road, Haigang District, Qinghuangdao 066004, China. E-mail: lixiangqhd@126.com

1 引 言

蜂蜜作为天然保健品被广泛食用, 而当前随着工业化程度的不断提高, 环境受到严重污染, 所以蜂蜜的质量安全也受到一定的威胁。高氯酸盐作为新型的环境痕量污染物^[1], 能在大气中存在, 并且在土壤和地下水中沉积, 水、土壤和肥料是食品中高氯酸盐污染的源头之一^[2]。高氯酸盐毒性主要体现在阻碍甲状腺激素的分泌, 同时还影响人体的正常生理机能等, 具有潜在致癌性^[3]。蜂蜜为天然食品, 可能受到环境中高氯酸盐的污染, 随生物链进入人体, 因此有必要对其质量安全进行监测。

测定高氯酸盐含量方法主要有离子色谱法^[4-10]、离子色谱-串联质谱法^[11-15]和液相色谱-质谱法^[16-22]。离子色谱法定性不准, 灵敏度较低, 无法满足出口蜂蜜的限量要求; 而离子色谱串联质谱仪普及率不高。目前国内对水、化肥、土壤等基质中高氯酸盐含量的测定方法研究较多, 但对蜂蜜中高氯酸盐含量测定方法的研究较少。2015 年颁布实施了检验检疫行业标准“SN/T 4089-2015 进出口食品中高氯酸盐的测定”^[22], 但该行业标准仅针对于进出口食品, 且未包含蜂蜜样品的测定。欧盟参考方法“植物源性食品中高极性农药残留量快速检测方法 版本 8.1 中的方法 1.3”^[23]测定蜂蜜中高氯酸盐的方法是直接用酸化甲醇水稀释提取后过膜进样测定, 但是蜂蜜基质中含有大量糖分等杂质, 既容易污染质谱仪, 又会降低色谱柱的寿命。

本文根据目前国内外与蜂蜜中高氯酸盐的相关法规和要求, 结合国际最新研究进展, 依据蜂蜜基质特点和高氯酸盐理化性质, 采用弱阴离子交换反相吸附复合固相萃取小柱(WAX 固相萃取柱, weak-anion exchange chromatography)净化, 高效液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)检测, 有效减少了对仪器的污染, 增加色谱柱的寿命。研究建立了蜂蜜中高氯酸盐的快速、简便、准确的检测方法, 方法的灵敏度、适用性及确证可靠性等方面符合国际通用质量控制要求^[23], 为蜂蜜生产企业和食品安全执法部门提供了技术支持。

2 材料与amp;方法

2.1 仪器与试剂

Nexera 30A 超高效液相色谱仪(日本岛津公司); Qtrip 6500 三重四极杆质谱仪, 配有电喷雾离子源(美国 Applied Biosystems 公司); Phenyl-Hexyl 色谱柱(150 mm × 2.1 mm, 3 μm, 美国 Waters 公司); C₁₈ 色谱柱(150 mm × 2.1 mm, 3 μm, 美国 Waters 公司); Hypercarb 色谱柱(100 mm × 2.1 mm, 5 μm, 美国热电公司); WAX 固相萃取柱(60 mg/3 mL)、GHP 滤膜(0.20 μm)(美国 Waters 公司); SA300 振荡器(日本 Yamato 公司); 涡旋混匀器(美国 Scientific

Industries 公司)。

甲醇、甲酸(色谱纯, 中国迪马科技公司); 高氯酸钠标准品(98%, 美国 Sigma 公司); 高氯酸盐内标标准品(1 mg, 英国 Cambridge Isotope laboratories Inc 公司); 所用水为超纯水。

标准溶液的配制: 准确称取高氯酸钠标准品 12.63 mg 于 10 mL 容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度, 配制成 1000 mg/L 储备液, 于 4 °C 条件下保存。

内标溶液的配制: 用水溶解高氯酸盐内标标准品配制成 500 mg/L 储备液, 于 4 °C 条件下保存。

标准工作溶液: 根据需要用水逐级稀释高氯酸钠标准溶液储备液, 配制成适当浓度的标准工作溶液。

内标工作溶液: 取 500 mg/L 储备液 20 μL 于 10 mL 容量瓶中, 用水溶解并定容至刻度, 配制成 1 mg/L 内标工作液, 于 4 °C 条件下保存。

2.2 样品的提取与净化

2.2.1 提 取

称取 5 g(精确至 0.01 g)样品至 25 mL 塑料离心管中, 加入适量内标工作溶液, 加入 5 mL 水和 5 mL 甲醇, 再加入 100 μL 甲酸, 涡旋混合, 用振荡器剧烈振荡 15 min, 待净化。

2.2.2 净 化

依次用 3 mL 甲醇和 6 mL 水活化 WAX 固相萃取柱, 将上述样液通过活化好的 WAX 小柱, 弃去全部流出液, 再依次用 3 mL 水和 3 mL 甲醇淋洗 WAX 小柱, 减压抽干 WAX 小柱, 最后使用 6 mL 氨水-甲醇(1:99, V:V)溶液洗脱, 收集洗脱液, 50 °C 氮气吹干, 使用 1 mL 50% 的甲醇水溶液(含 1% 的甲酸)溶解残渣, 过膜待测。

2.3 液相色谱与质谱条件

2.3.1 液相色谱条件:

色谱柱: Phenyl-hexyl 色谱柱(150 mm × 2.1 mm, 3.5 μm); 进样量: 5 μL; 柱温: 30 °C; 流动相 A: 5% 甲醇溶液(含 1% 甲酸); 流动相 B: 1% 甲酸甲醇溶液, 流速: 0.2 mL/min; 梯度洗脱, 梯度条件见表 1。

表 1 流动相洗脱梯度表
Table 1 Mobile phase elution gradient table

时间/min	A/%	B/%
0	70	30
3.0	70	30
3.5	30	70
7.5	30	70
8.0	70	30
13.0	70	30

2.3.2 质谱条件:

离子源: 电喷雾离子源; 电离方式: 负离子模式; 检测方式: 多反应监测; 电喷雾电压: 4000 V; 雾化气压力: 0.5 MPa; 气帘气压力: 0.35 MPa; 辅助气压力: 0.7 MPa; 辅助气温度: 550 °C; 碰撞室出口电压: 13 V; 监测离子对、定量离子对、保留时间、去簇电压和碰撞能量见表 2。

3 结果与讨论

3.1 质谱条件的优化

高氯酸盐及分子结构中含有 1 个氯原子, 且存在 ³⁵Cl 与 ³⁷Cl 2 种同位素, 使得高氯酸盐具有不同质量数的母离子峰簇; 由于分子结构中含有 ClO₄⁻, 因此高氯酸盐及内标在 ESI 上表现为负离子模式([M-H]⁻)。母离子峰如图 1, 再分别优化相应质谱参数, 得到 MS2 图, 如图 2。

3.2 色谱条件的选择

色谱柱的选择在整个实验过程中非常关键, 由于高

氯酸盐具有较大极性, 普通 C₁₈ 色谱柱很难保留, 先后用 Waters 公司的 C₁₈ 色谱柱、热电公司的 Hypercarb 色谱柱、Waters 公司的 Phenyl-hexyl 色谱柱进行了测试比对, 经测试得知,高氯酸盐在 Phenyl-hexyl 色谱柱上具有最好的保留, 峰形最好, 如图 3, 因此本文最终选择了 Waters 公司的 Phenyl-hexyl 色谱柱。

3.3 滤膜的选择

实验中发现不同材质的滤膜对高氯酸盐的吸附不同, 比较了本实验室已有的 2 种滤膜对高氯酸盐的吸附效果, 配制 3 mL 10 μg/mL 50%的甲醇水溶液(含 1%的甲酸)的高氯酸盐标准, 其中 1 mL 作为标准直接进样, 另外 2 mL 中其中 1 mL 过尼龙膜进样, 另 1 mL 过 GHP 膜进样, 所得峰面积如图 4。由图得知经过前处理的样液在尼龙膜上有很强的吸附, 而 GHP 膜对样液的吸附很少, 因此确定使用 GHP 膜过滤。

表 2 质谱参数
Table 2 Parameters of mass spectra

组分名称	监测离子对(m/z)	定量离子对 (m/z)	保留时间/min	去簇电压(DP)/V	碰撞气能量(CE)/eV
高氯酸盐	98.8/82.9	98.8/82.9	6.79	-45	-36
	100.9/84.9			-45	-36
高氯酸盐-D3	106.9/88.9	106.9/88.9	6.79	-45	-37
	106.9/70.8			-45	-56

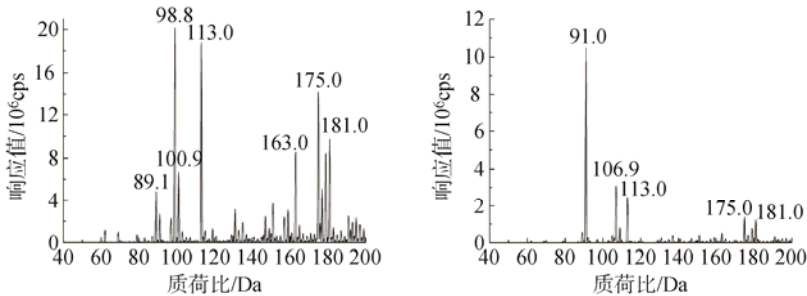


图 1 高氯酸盐及内标的母离子质谱图
Fig.1 Proton ion mass spectrum of perchlorate and internal standard

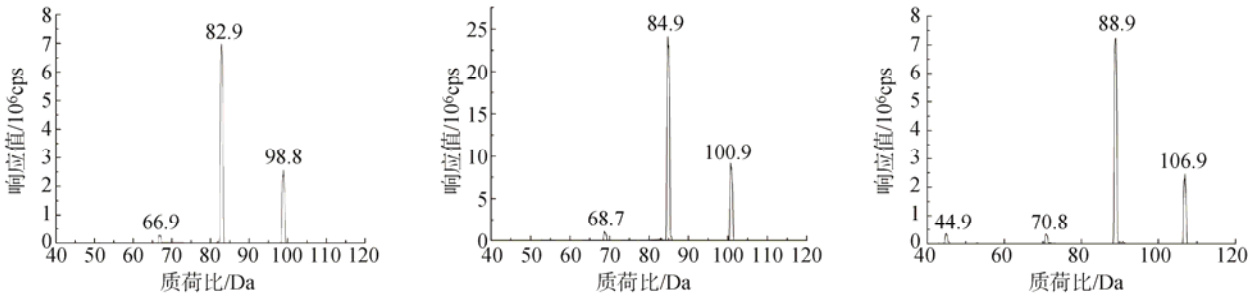


图 2 高氯酸盐及内标的 MS2 质谱图
Fig.2 Secondary mass spectrum of perchlorate and internal standard

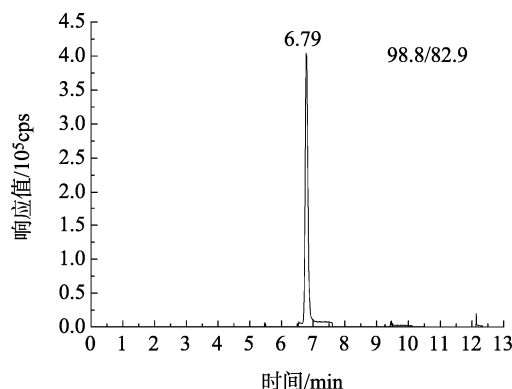


图3 高氯酸盐的色谱图

Fig.3 Chromatogram of perchlorate

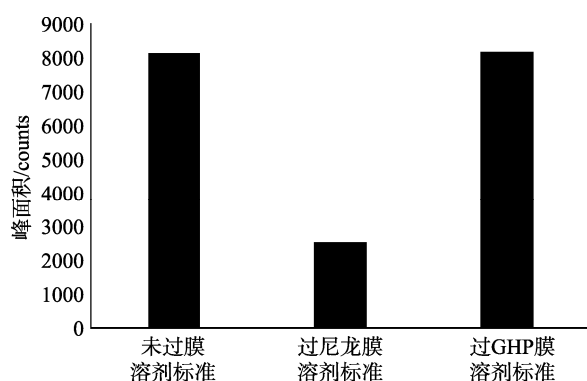


图4 2种不同材质的滤膜对高氯酸盐溶液的影响

Fig.4 Effects of 2 different filter membranes on perchlorate solution

3.4 样品前处理方式的选择

固相萃取(solid phase extraction, SPE)是近年来发展迅速的样品前处理方法,固相萃取技术就是利用固体吸附剂将液体样品中的目标待测物吸附,与样品中的基体和干扰化合物分离,然后再用洗脱液洗脱,达到分离和富集目标待测物的目的,可以大大增强对待测物特别是痕量待测物的检出能力,提高对目标待测物的检测灵敏度。WAX柱的填料是一种混合型弱阴离子交换吸附剂,具有水可浸润性,对含强酸基团的化合物具有高度的选择性和灵敏度。高氯酸盐中含有强酸性基团,因此本实验选择了WAX固相萃取柱作为前处理的固相萃取柱。蜂蜜经1%甲酸甲醇溶液酸化后,高氯酸根以离子化的形式吸附在弱阴离子交换点,基质中的蛋白质和糖类不被吸附,再用水和甲醇洗脱除去碱性及中性干扰物。用阴性样品按2.2部分的方法制作成为空白基质,配制质量浓度分别为1、2、5、10、20、50 ng/mL的基质标准,用定容液配制以上相同浓度的溶剂标准,对比了基质标准与溶剂标准,如图5所示,数据表明经WAX柱净化后基质干扰小。

3.5 方法的检出限、线性范围

在优化条件下,用阴性样品按2.2部分的方法制作成

为空白基质,配制质量浓度分别为1、2、5、10、20、50 $\mu\text{g/L}$ 的标准工作液,向其加入25 μL 100 ng/mL内标,上机测试。结果表明,高氯酸盐的色谱峰面积(Y)与质量浓度(X, $\mu\text{g/L}$)呈线性,线性回归方程 $Y=0.0795 X+0.0118$,线性范围为0.5~100 ng/mL,相关性系数 r 为0.9997。根据6个空白样品的基线噪音值求其平均值,按信噪比 $S/N=3$ 计算方法检出限(limit of detection, LOD),信噪比 $S/N=10$ 计算方法的定量限(limit of quantitation, LOQ),计算得到高氯酸盐的LOD为0.33 $\mu\text{g/kg}$,LOQ为1 $\mu\text{g/kg}$ 。

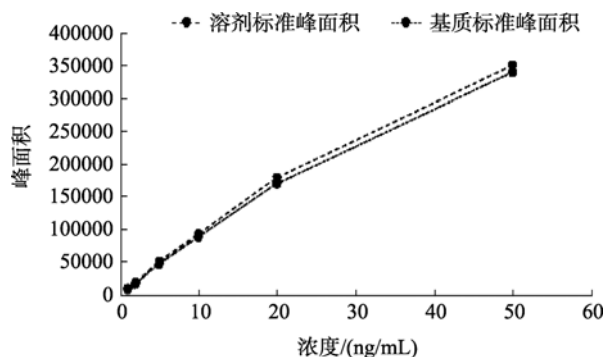


图5 基质标准与溶剂标准比较

Fig.5 Comparison of matrix standards and solvent standards

3.6 方法的回收率和精密度实验

用阴性样品按2.2部分的方法添加1、2、10 $\mu\text{g/kg}$ 3个添加水平的高氯酸盐标准溶液,每个添加水平做10次平行测试,测得方法的回收率为91.6%~108.32%,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为2.81%~3.47%,见表3。

3.7 方法的适用性

采用本方法对洋槐蜜、油菜蜜、枣花蜜、葵花蜜、荞麦蜜等5个不同蜜种,在1、2、10 $\mu\text{g/kg}$ 3个添加水平的高氯酸盐进行添加回收率实验,测得回收率为90.8%~107.3%,相对标准偏差为1.81%~4.36%,见表4,方法适用于洋槐蜜、油菜蜜、枣花蜜、葵花蜜、荞麦蜜等5个不同蜜种中高氯酸盐含量的测定。

4 结论

本文建立了固相萃取净化-高效液相色谱-串联质谱(solid phase extraction purification-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, SPE-HPLC-MS/MS)测定蜂蜜中高氯酸盐含量的分析方法。该方法实用、准确、灵敏、高效,在前处理中应用固相萃取净化样品,有效去除了基质干扰,提高了灵敏度,降低了方法检出限,方法适用于蜂蜜中高氯酸盐的检测,方法的灵敏度、适用性及确证可靠性等方面符合国际通用质量控制要求。

表 3 蜂蜜中高氯酸盐加标回收率及 RSD (n=10)
Table 3 Standard recovery rate and RSD of perchlorate in honey (n=10)

测试次数	添加水平					
	1 μg/kg		2 μg/kg		10 μg/kg	
	测定值/(μg/kg)	回收率/%	测定值/(μg/kg)	回收率/%	测定值/(μg/kg)	回收率/%
1	0.962	96.2	1.899	94.95	9.862	98.62
2	0.933	93.3	1.832	91.6	9.731	97.31
3	0.986	98.6	1.99	99.5	10.518	105.18
4	1.053	105.3	1.973	98.65	10.832	108.32
5	0.977	97.7	1.954	97.7	9.876	98.76
6	0.974	97.4	1.978	98.9	9.876	98.76
7	1.005	100.5	1.965	98.25	9.899	98.99
8	0.968	96.8	1.899	94.95	10.155	101.55
9	1.022	102.2	2.033	101.65	9.879	98.79
10	0.961	96.1	1.978	98.9	9.695	96.95
RSD(n=10)	3.32	3.32	2.81	2.81	3.47	3.47

表 4 不同蜜种中高氯酸盐加标回收率及 RSD(n=6)
Table 4 Standard recovery and RSD of perchlorate in different honey species (n=6)

蜜种	添加水平					
	1 μg/kg		2 μg/kg		10 μg/kg	
	回收率/%	RSD(n=6)	回收率/%	RSD(n=6)	回收率/%	RSD(n=6)
洋槐蜜	91.0~103.0	2.13	95.5~103.5	1.98	91.9~108.2	1.81
油菜蜜	90.8~105.0	2.92	91.5~100.5	2.69	91.8~101.8	2.09
枣花蜜	91.5~102.0	3.18	92.5~99.0	2.93	92.0~101.5	2.29
葵花蜜	92.0~98.0	2.92	96.5~101.5	2.75	92.7~98.5	2.67
荞麦蜜	91.6~107.3	4.36	93.0~104.0	3.91	92.7~109.3	3.03

参考文献

[1] Kirk AB. Environmental perchlorate: Why it matters [J]. Anal Chim Acta, 2006, 567(1): 4–12.

[2] 方齐乐. 新型环境污染物高氯酸盐的环境化学行为、食品安全及健康风险[J]. 科学通报, 2013, 58(26): 2626–2642

Fang QL. Environmental chemical behavior, food safety and health risks of new environmental pollutants perchlorate [J]. Chin Sci Bull, 2013, 58(26): 2626–2642.

[3] 王昌钊, 方悦, 付聘宇. 环境和食品样品中高氯酸盐检测方法进展 [J]. 化学分析计量, 2018, (1): 115–119.

Wang CZ, Fang Y, Fu CY. Advances in dertermination of perchlorate in environmental and food samples [J]. Chem Anal Meter, 2018, (1): 115–119.

[4] 孟维伟. 茶叶中高氯酸盐的检测——离子色谱法[J]. 轻工科技, 2016, (11): 12–13.

Meng WW. Detection of perchlorate in tea——ion chromatography [J]. Light Ind Sci Technol, 2016, (11): 12–13.

[5] 王会霞. 离子色谱法测定水中亚氯酸盐、氯酸盐和高氯酸盐[J]. 中国卫生检验杂志, 2015, (19): 3250–3252.

Wang HX. Determination of chlorite, chlorate and perchlorate in water by ion chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2015, (19): 3250–3252.

[6] 黄雨榴, 李小倩, 方玲, 等. 改进离子色谱法测定水样中高氯酸盐、氯酸盐和亚氯酸盐[J]. 环境科学与技术, 2017, (5): 126–130.

Huang YL, Li XQ, Fang L, et al. Improved ion chromatography for determination of perchlorate, chlorate and chlorite in water samples [J]. Environ Sci Technol, 2017, (5): 126–130.

[7] 颜金良, 王立. 离子色谱法测定饮用水中高氯酸盐含量研究[J]. 中国卫生检验杂志, 2011, 21(6): 1347–1348, 1351.

Yan JL, Wang L. Determination of perchlorate in drinking water by ion chromatography [J]. Chin J Health Lab Technol, 2011, 21(6): 1347–1348,

- 1351.
- [8] 彭银仙, 吴春筠, 盛建国, 等. 离子色谱法测定城市污水中的高氯酸盐[J]. 中国给水排水, 2010, 26(24): 97-99.
- Peng YX, Wu CD, Sheng JG, *et al.* Determination of perchlorate in municipal wastewater by ion chromatography [J]. Chin Water Wastewater, 2010, 26(24): 97-99.
- [9] 杨静. 离子色谱法测定高离子强度肥料萃取物中的高氯酸盐[C]. 第13届离子色谱学术报告会, 2010.
- Yang J. Determination of perchlorate in high ionic strength fertilizer extract by ion chromatography [C]. The 13th Ion Chromatography Academic Conference, 2010.
- [10] 王飞, 高飞, 崔宗岩, 等. 离子色谱法测定奶粉中的高氯酸盐[J]. 中国无机分析化学, 2017, 7(3): 8-11.
- Wang F, Gao F, Cui ZY, *et al.* Determination of perchlorate in milk powder by ion chromatography [J]. Chin J Inorg Anal Chem, 2017, 7(3): 8-11.
- [11] 赵露. 离子色谱-质谱在碳酸饮料亚氯酸盐、氯酸盐与高氯酸盐检测中的效果[J]. 食品安全导刊, 2016, (8X): 77-78.
- Zhao L. Effect of ion chromatography-mass spectrometry on detection of carbonate drinks chlorite, chlorate and perchlorate [J]. Chin Food Saf Mag, 2016, (8X): 77-78.
- [12] 杨佳佳. 离子色谱-串联质谱同时测定蔬菜中的溴酸盐和高氯酸盐[J]. 卫生研究, 2012, 41(2): 105-110.
- Yang JJ. Simultaneous determination of bromate and perchlorate in vegetables by ion chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Hyg Res, 2012, 41(2): 105-110.
- [13] 钱蜀, 谢永洪, 杨坪, 等. 离子色谱-串联质谱测定地表水中高氯酸盐[J]. 中国环境监测, 2014, 30(3): 125-131.
- Qian S, Xie YH, Yang P, *et al.* Determination of perchlorate in surface water by ion chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Environ Monitor China, 2014, 30(3): 125-131.
- [14] Jiang S, Li YS, Sun B. Determination of trace level of perchlorate in Antarctic snow and ice by ion chromatography coupled with tandem mass spectrometry using an automated sample on-line preconcentration method [J]. Chin Chem Lett, 2013, 24(4): 311-314.
- [15] 刘小芳. 离子色谱-串联质谱法检测茶叶中的高氯酸盐[J]. 色谱, 2016, 34(10): 986-988.
- Liu XF. Determination of perchlorate in tea by ion chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2016, 34(10): 986-988.
- [16] 吴映璇. 高效液相色谱-串联质谱法测定乳制品中高氯酸盐[J]. 中国食品卫生杂志, 2017, 29(2): 160-164.
- Wu YX. Determination of perchlorate in dairy products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Food Hyg, 2017, 29(2): 160-164.
- [17] 陈东, 范赛, 沙博郁, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中高氯酸盐[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(4): 925-929.
- Chen D, Fan S, Sha BY, *et al.* Determination of perchlorate in tea by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(4): 925-929.
- [18] 贺巍巍. 超高效液相色谱-串联质谱法测定食品中高氯酸盐[J]. 中国食品卫生杂志, 2017, 29(4): 438-444.
- He WW. Determination of perchlorate in food by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Food Hyg, 2017, 29(4): 438-444.
- [19] 毕瑞锋. 高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中的高氯酸盐和氯酸盐[J]. 中国乳品工业, 2018, (2): 49-51.
- Bi RF. Determination of perchlorate and chlorate in milk by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. China Dairy Ind, 2018, (2): 49-51.
- [20] 王骏. 液相色谱-质谱测定饮用水中的溴酸盐和高氯酸盐[J]. 食品科学, 2010, 31(10): 244-246.
- Wang J. Determination of bromate and perchlorate in drinking water by liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci, 2010, 31(10): 244-246.
- [21] 张峰. 液相色谱串联质谱法测定污染土壤中高氯酸盐含量的不确定度评定[J]. 环境科学导刊, 2015, 34(4): 102-105.
- Zhang F. Evaluation of uncertainty in determination of perchlorate content in contaminated soil by liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Environ Sci Surv, 2015, 34(4): 102-105.
- [22] SN/T 4089-2015 进出口食品中高氯酸盐的测定[S].
- SN/T 4089-2015 Determination of perchlorate in foods for import and export [S].
- [23] 胡征然, 姚逸胜, 汪静. 按 ISO/IEC 17025 国际标准建立大型检测、校准实验室管理体系[J]. 世界标准化与质量管理, 2007, (11): 51-53.
- Hu ZR, Yao YS, Wang J. Establishing a large-scale testing and calibration laboratory management system in accordance with ISO/IEC 17025 international standards [J]. World Stand Qual Manag, 2007, (11): 51-53.

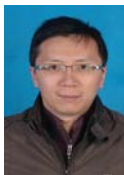
(责任编辑: 韩晓红)

作者简介



杨志伟, 工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: muyishixinrenwei@163.com



李响, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量与安全。

E-mail: lixiangqhd@126.com