

高效液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿米粉中 12 种全氟烷基化合物

冷桃花*, 王 亮, 郑 翌

(上海市质量监督检验技术研究院/国家食品质量监督检验中心(上海), 上海 200233)

摘 要: **目的** 建立了高效液相色谱-串联质谱(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)测定婴幼儿辅食米粉中 12 种全氟烷基化合物(perfluorinated compounds, PFCs)的方法。**方法** 样品经酸化乙腈提取, 加入乙二胺-*N*-丙基硅烷(ethylenediamine-*n*-propylsilane, PSA), C₁₈, 石墨化碳黑(Graphitized carbon black, GCB)3 种吸附剂后, 涡旋振荡对样品进行净化。利用 C₁₈ 反相色谱柱对婴幼儿辅食米粉中 12 种 PFCs 进行分离, 负离子模式电喷雾电离, 配合多级反应离子扫描(multiple reaction monitoring, MRM)定性定量分析目标化合物。考察了流动相和色谱柱对分离检测的影响, 优化了主要影响因素和实验条件, 在条件优化过程中采用外标法进行定量分析。**结果** 12 种 PFCs 标准曲线的线性相关系数大于 0.995, 检出限为 0.07~0.15 μg/kg, 在 0.2、0.5、1.0 μg/kg 加标水平下, 样品的加标回收率为 68.8%~115.4%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为 1.25%~15.6% (*n*=6)。**结论** 该方法操作简便, 分离效果好, 检出限低, 适用于婴幼儿辅食米粉中 PFCs 的检测。

关键词: 高效液相色谱-串联质谱; 全氟烷基化合物; 婴幼儿米粉

Determination of 12 perfluorinated compounds in rice powder for infants and young children by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

LENG Tao-Hua*, WANG Liang, ZHENG Yi

(Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research/National Food Quality Supervision and Inspection Center (Shanghai), Shanghai 200233, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method of determination of 12 perfluorinated compounds (PFCs) in infant food supplements by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS/MS). **Methods** The sample was extracted with acidified acetonitrile, and after adding three kinds of adsorbents, ethylenediamine-*n*-propylsilane (PSA), C₁₈, and graphitized carbon black (GCB), the sample was vortexed and purified. The 12 PFCs in infant food supplement rice flour were separated by C₁₈ reversed-phase chromatography column, negative ion mode electrospray ionization, and multi-stage reactive ion scanning (MRM) qualitative and quantitative analysis of target compounds. The effects of mobile phase and column on separation detection were investigated. The main influencing factors and experimental conditions were optimized. The external standard method was used for quantitative analysis in the condition optimization process. **Results** The linear correlation

*通讯作者: 冷桃花, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品化妆品分析。E-mail: length@sqi.org.cn

*Corresponding author: LENG Tao-Hua, Senior Engineer, Shanghai Institute of Quality Inspection and Technical Research, No.381, Cangwu Road, Xuhui District, Shanghai 200233, China. E-mail: length@sqi.org.cn

coefficient of the 12 PFCs standard curves was more than 0.995, and the detection limit was 0.07–0.15 $\mu\text{g}/\text{kg}$. At the spiked levels of 0.2, 0.5, 1.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, the spiked recoveries of the samples were 68.8%–115.4%. The relative standard deviation (RSD) was between 1.25% and 15.6% ($n=6$). **Conclusion** The method is simple in operation, good in separation effect and low in detection limit, which is suitable for detecting PFCs in infant food supplement rice flour.

KEY WORDS: high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; perfluorinated compounds; rice powder for infants and young children

1 引言

全氟化合物(perfluorinated compounds, PFCs)是人工合成的一类新型持久性有机污染物,广泛应用于纺织品、皮革、纸张包装、食品包装材料和含氟表面活性剂等诸多民用和工业生产领域。研究表明,PFCs难以被新陈代谢、水解、光解、生物降解,具有持久性、生物积累性、难降解性等特点,是一类具有全身多脏器毒性的环境污染物^[1,2],已引起了欧盟、美国、日本等各国环境学家、病毒理学家以及政府相关部门的关注。联合国经济合作和发展组织提出了关于限制使用全氟辛烷磺酸(盐)(sodium perfluoro-1-octanesulfonate, PFOS)和全氟辛酸(perfluoro-*n*-octanoic acid, PFOA)的导则,美国国家环保局也将 PFOA 定义为人类可能致癌物。2009年5月,在日内瓦召开的公约缔约方第四届大会将 PFOS 及全氟辛基磺酰氟(Perfluoro-1-octanesulfonyl fluoride, PFPA)列入《斯德哥尔摩公约》优控名单。2010年3月17日,欧盟委员会发布 2010/161/EU 号议案,提议开展食品中特别是鱼、肉等能够反映消费习惯的各类动物源性食品中的 PFCs 监控^[3]。

目前,国内外关于食品中 PFCs 的检测技术主要有气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)^[4]、液相色谱法^[5]、离子色谱法^[6]、高效液相色谱-质谱法(high performance liquid chromatography-mass spectrometry, HPLC-MS)^[7,8]以及超高压液相色谱-串联质谱法(high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS)^[9-16]。Luque 等^[7]采用液相色谱-离子阱质谱仪研究水产品中的 PFCs; Haukas 等^[8]采用液相色谱-飞行时间质谱监测海水产品中 13 种 PFCs。虽然液相色谱与单级质谱联用也能在较短的时间内检测 PFCs,但其选择性较差,对复杂基质进行检测时容易出现基质干扰,因此,HPLC-MS/MS 成为了 PFCs 检测的首要技术方法。Lin 等^[9]采用 WAX 柱净化后,用 HPLC-MS/MS 分析了亚洲母乳和美国婴儿奶粉中的 PFCs,发现母乳中 PFOA 有检出;近几年,采用 HPLC-MS/MS 的方法检测牛奶^[10]、水产品^[11,12]、蔬菜水果^[13]、动物肝脏^[14]、鸡蛋^[15]、蜂蜜^[16]等技术均有报道,但针对婴幼儿辅食米粉中 PFCs 的检测方法尚未见报道。

本研究利用 QuEChERS(quick, easy, cheap, effective,

rugged, safe)样品前处理技术,通过优化色谱分离条件和质谱检测参数,建立了婴幼儿辅食米粉中 12 种 PFCs 的 HPLC-MS/MS 的分离检测方法,以期为我国制定婴幼儿辅食米粉中 PFCs 的限量标准提供重要依据,为婴幼儿辅食中 PFCs 的风险监测提供技术支持。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

超高效液相色谱仪 Waters Acquity UPLC 系统,配 Xevo 串联四级杆质谱仪,Atlantis T₃-C₁₈(2.1 mm × 100 mm, 3 μm) (美国 Waters 公司); CAPCELL AQ-C₁₈ 反相色谱柱(4.6 mm × 100 mm, 3 μm) (日本 SHISEIDO FINF CHEMICALS 公司); ZORBAX SB C₁₈(2.1 mm × 100 mm, 3.5 μm), Poroshell 120 EC-C₁₈(2.1 mm × 100 mm, 2.7 μm) (美国 Agilent 公司); AL204 型万分位电子分析天平(梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司); Sigma 4-16K 离心机(美国 Sigma 公司); 超声波清洗仪(上海科导超声仪器有限公司)。

全氟丙酸(perfluoropropionic acid, PFB)(纯度>98%, 美国 sigma 公司); 全氟丁酸(perfluorobutyric acid, PFBA)、全氟戊酸(perfluoropentanoic acid, PFPA)、全氟己酸(perfluorohexanoic acid, PFHxA)、全氟庚酸(perfluoroheptanoic acid, PFHpA)、全氟辛酸(perfluorooctanoic acid, PFOA)、全氟壬酸(perfluorodecanoic acid, PFNA)、全氟癸酸(perfluorodecanoic acid, PFDA)、全氟十一酸(perfluoroundecanoic acid, PFUnDA)、全氟十二酸(perfluorododecanoic acid, PFDoDA)、全氟丁烷磺酸钾(potassium perfluorobutane sulfonate, PFBS)、全氟辛烷磺酸钠(sodium perfluorooctane sulfonate, PFOS)混合标准溶液(2 mg/L), ¹³C₄-全氟丁酸(¹³C₄-PFBA)、¹³C₂-全氟己酸(¹³C₂-PFHxA)、¹³C₄-全氟辛酸(¹³C₄-PFOA)、¹³C₅-全氟壬酸(¹³C₅-PFNA)、¹³C₂-全氟癸酸(¹³C₂-PFDA)、¹³C₂-全氟十一酸(¹³C₂-PFUnDA)、¹³C₂-全氟十二酸(¹³C₂-PFDoDA)、¹³C₄-全氟辛烷磺酸钠(¹³C₄-PFOS)混合内标标准溶液(2 mg/L)(加拿大 Wellington 公司); 甲醇、乙腈(HPLC 级, 德国 Fisher 公司); 乙二胺-*N*-丙基硅烷(ethylenediamine-*N*-propylsilane, PSA, 40–60 μm)、C₁₈ 填料(50 μm)、石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)(天津博纳艾杰尔公司); 超纯水(电阻率 \geq 18.2 M Ω ·cm)(美国 Millipore 公司); 实验过程避免使用聚四

氟乙烯材质的器皿和色谱管路。

2.2 仪器工作参数

色谱分离条件: ZORBAX SB C₁₈ (2.1 mm×100 mm, 3.5 μm); 流动相 A: 5 mmol/L 乙酸铵水溶液; 流动相 B: 乙腈; 流速: 200 μL/min; 流动相 C: 水; 进样量: 20 μL。洗脱梯度: 0~2 min, 90% C; 2~11 min, 90% A~30% A; 11~13 min, 30% A~0% A; 13~14 min, 0% A~90% A; 14~20 min, 90% A。柱温: 35 °C。

质谱条件: 质谱仪所用气体为氮气。电喷雾电离(ESI)负离子模式, 离子源温度: 550 °C; 扫描模式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式; 毛细管电压: -3 kV; 去溶剂气流: 900 L/H; 去溶剂温度: 400 °C; 锥孔气流: 150 L/H; 碰撞气压: 7.0 MPa。19 种 PFCs 的子离子、母离子、去簇电压和碰撞能量见表 1。

2.3 样品前处理方法

称取约 2 g 左右已经粉碎完全的米粉样品于 50 mL 聚丙烯离心管中, 依次加入 5 μL 2 mg/L 混合内标标准溶液和 10 mL 水, 使固液相完全分散, 加入 10 mL 30 mmol/L 盐酸的乙腈溶液, 振荡 10 min, 加入 2 g 氯化钠, 涡旋 2 min, 以 10000 r/min 离心 10 min。移取 7 mL 乙腈上层至装有 100 mg PSA 吸附剂、80 mg C₁₈、40 mg GCB 吸附剂的 15 mL 聚丙烯离心管中, 充分振荡 10 min 后以 10000 r/min 离心 10 min, 取 4 mL 上清于玻璃氮吹管中吹干, 用 1 mL 乙腈定容后, 过 0.22 μm 滤膜, 待分析用。

3 结果与分析

3.1 色谱条件选择

3.1.1 色谱柱的选择

PFCs 是一类同时具有亲水和亲脂基团, 并具有一定的表面活性和极性的化合物, 文献多采用 C₁₈ 色谱柱分析全氟烷基化合物^[12-16]。本研究考察了不同色谱柱 Atlantis T₃-C₁₈ 色谱柱、CAPCELL AQ-C₁₈ 反相色谱柱、ZORBAX SB C₁₈ 反相色谱柱、Poroshell 120 EC-C₁₈ 反相色谱柱对 PFCs 的分离性能。结果表明, 12 种 PFCs 在 CAPCELL AQ-C₁₈ 反相柱、Poroshell 120 EC-C₁₈ 反相柱和 ZORBAX SB C₁₈ 反相色谱柱上均有较好的分离度, 但在 AQ-C₁₈ 和 EC-C₁₈ 上全部 PFCs 出峰时间较长(全部洗脱时间 > 15 min), 这可能与 CAPCELL AQ-C₁₈ 反相色谱柱和 Poroshell 120 EC-C₁₈ 反相色谱柱键合相的官能团碳链较长, 短链 PFCs 与键合相相互作用强, 导致难以洗脱。PFCs 在 SB C₁₈ 反相色谱柱上也能够得到较好的峰形, 且出峰相比前两根色谱柱更快。而采用 T₃-C₁₈ 色谱柱分离时, 因为 T₃ 色谱柱具有较强的亲水性, 而 PFCs 的长链基团较长, 导致分离过程中出现前伸峰。考虑到色谱分离的分离度及检测时间, 本研究选择 ZORBAX SB C₁₈ 反相色谱柱作为分离柱, 12 种 PFCs 的标准谱图见图 1。

3.1.2 流动相体系的选择

文献中有关 PFCs 检测分离的流动相多采用甲醇-乙酸铵或乙腈-乙酸铵体系^[14-16]。本研究分别考察了甲醇-乙

表 1 12 种 PFCs 的质谱检测条件

Table 1 Experimental conditions of mass spectrometry for the 12 PFCs

序号	化合物	母离子	子离子	保留时间 t/min	去簇电压/V	碰撞能量 CE/eV
1	PFB	163	119	1.50	25	10
2	PFBA	213	169	3.07	23	12
3	PFPA	263	219	5.07	23	10
4	PFBS	299	80/99	6.18	25	32/25
5	PFHxA	313	269	6.19	25	10
6	PFHpA	363	319/169	7.02	25	8/16
7	PFOA	413	369/169	7.73	25	10/20
8	PFNA	463	419/219	8.37	25	10/18
9	PFOS	499	80/99	9.05	25	42/42
10	PFDA	513	469/219	8.98	25	12/20
11	PFUnDA	563	519/269	9.60	25	12/18
12	PFDoDA	613	569	10.21	25	12
13	¹³ C ₄ -PFBA	217	172	3.06	25	10
14	¹³ C ₂ -PFHxA	315	270	6.19	25	10
15	¹³ C ₄ -PFOA	417	372	7.73	25	10
16	¹³ C ₅ -PFNA	468	423	8.37	25	10
17	¹³ C ₄ -PFOS	503	80	9.05	25	40
18	¹³ C ₂ -PFDA	515	470	8.98	25	12
19	¹³ C ₂ -PFUdA	565	520	9.60	25	12
20	¹³ C ₂ -PFDoDA	615	570	10.21	25	12

酸铵体系和乙腈-乙酸铵体系对 PFCs 的分析性能。结果(图 2)表明,无论是甲醇-乙酸铵体系还是乙腈-乙酸铵体系,PFCs 的分离均能取得较好的分离度。同样有机相占比和流速时,PFCs 在甲醇-乙酸铵体系和乙腈-乙酸铵体系中出峰时间存在差异。甲醇-乙酸铵体系对 PFCs 的洗脱力更强,出峰时间较乙腈-乙酸铵体系更快。相较于甲醇-乙酸铵体系,乙腈-乙酸铵体系可增加 PFCs 的质谱峰面积响应,尤其对低分子量的 PFB 影响最大,达到 3 倍之多。考虑到灵敏度问题,本研究采用乙腈-乙酸铵体系为流动相。

在 ESI 负离子模式下,流动相中加入乙酸铵有助于提高 PFCs 的离子化效率。本实验比较了 0、5、10 mmol/L 乙酸铵浓度对分离的影响。PFB 在 0 mmol/L 乙酸铵浓度下洗脱基本没有保留,在 1 min 左右出峰,且峰形较好,但对大分子量的化合物分离度较差;相比而言,PFCs 在 5 mmol/L 乙酸铵浓度下分离度最好,与文献报道基本一致^[15],但 PFB 的洗脱出现肩峰;PFCs 在 10 mmol/L 乙酸铵浓度下分离度较差,且 PFB

的洗脱出现肩峰。因此,本研究采用梯度洗脱,在 2 min 内采用水-乙腈体系,随后换成 5 mmol/L 乙酸铵-乙腈体系来进行分离。

3.2 样品前处理条件的选择

近年来在国际上发展起来的 QuEChERS 方法利用吸附剂填料与基质中的杂质相互作用达到净化除杂的目的。与传统方法相比较,QuEChERS 方法简单、快速、经济、便捷。PSA 含有伯胺和仲胺基团,具有类似于 WAX 小柱的功能,即有弱的阴离子交换能力,可以吸附糖类、脂肪酸、有机酸、碳水化合物、酚类等。本研究考察了 PSA 用量分别为 50、100、150、200、300 mg 时对 12 种 PFCs 加标回收率的影响,结果如图 3 所示。在 PSA 用量为 100 mg 时,各化合物的回收率均比较好。仅有 PFDA、PFOS、PFNA 等化合物随着 PSA 用量的增加回收率略有上升,其余的 PFCs 的回收率反而下降,实验结果与文献报道^[14]结果一致。

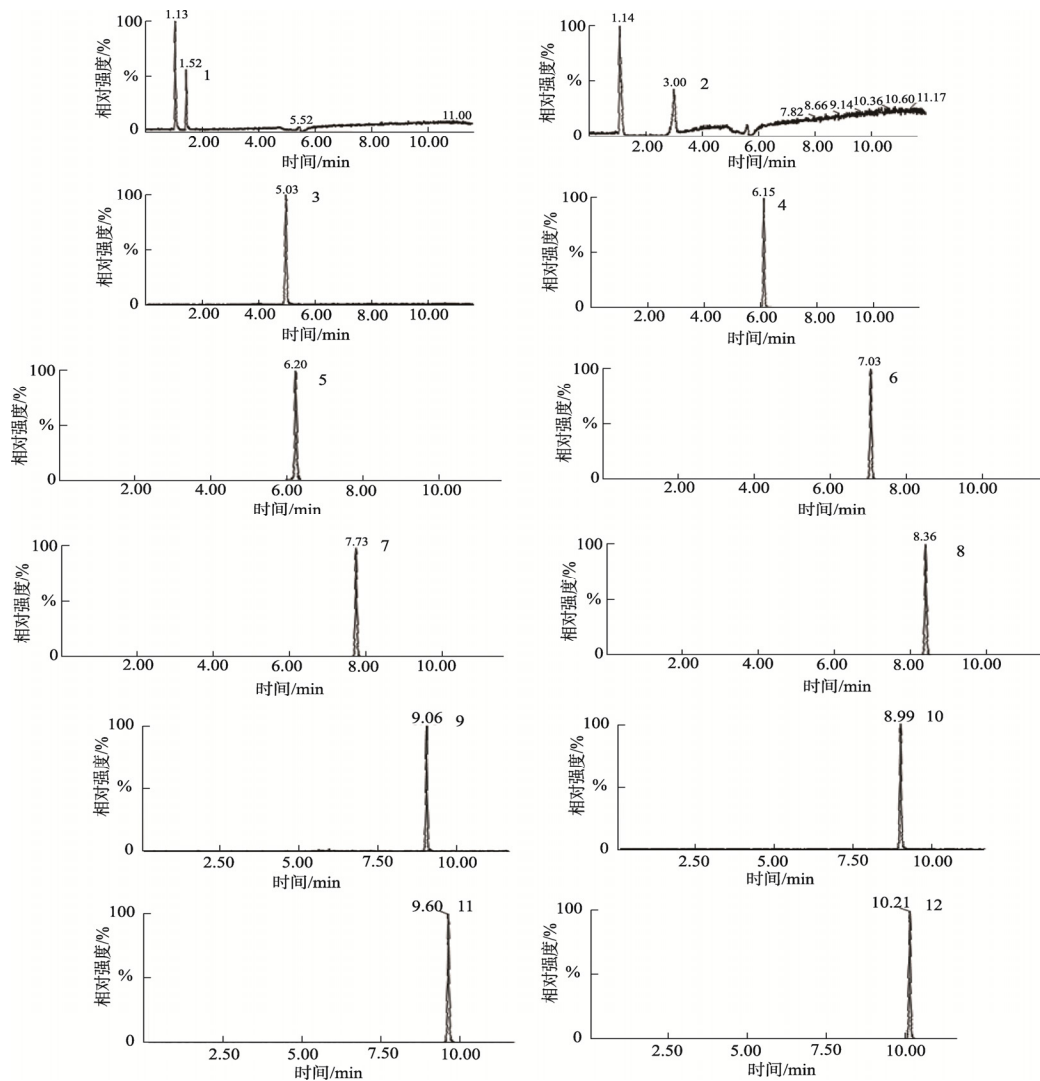


图 1 12 种 PFCs 标准溶液总离子流图

Fig.1 The TIC chromatography of 12 PFCs standards

GCB 吸附剂可以用于除去脂肪酸、脂肪和色素等杂质, 但同时也可以吸附待测目标化合物。GCB 吸附与分离主要通过 π 键间的相互作用, 而 PFCs 的 π 电子被高电负性的氟束缚, 不能与 GCB 形成 π 键作用而被吸附, 而不含氟的其他化合物则可以与 GCB 相互作用, 从而达到去除杂质净化样品的目的。本研究考察了 0、10、20、40、60 mg GCB 净化时 12 种 PFCs 的萃取效果, 结果如图 4 所示。在 GCB 添加量在 40 mg 时, PFCs 的回收率最高。

综上所述, 本研究采用盐酸酸化的乙腈提取, 经 100 mg PSA 吸附剂、80 mg C₁₈、40 mg GCB 吸附剂振荡 10 min 后离心, 上清液于玻璃氮吹管中吹干, 用 1 mL 乙腈定容后, 过 0.22 μ m 滤膜后测定。

3.3 标准曲线及检出限

配制浓度分别为 0.1、0.5、1.0、2、5、10 μ g/L 的一系列 PFCs 化合物的混合标准溶液, 在优化的实验条件下

考查方法的线性范围, 12 种 PFCs 化合物在 0~10 μ g/L 的浓度范围内线性良好, 线性相关系数 r 均大于 0.995。在空白样品中加入 0.2 μ g/L 的混合标准溶液, 以 3 倍基线噪音测定 12 种 PFCs 化合物的检出限, 结果见表 2。

分别向婴幼儿米粉样品中加入 0.2、0.5、1.0 μ g/kg 浓度的混合标准溶液进行测定, 每个浓度进行 6 个平行样品, 同时做空白试验, 扣除本底后计算加标回收率和相对标准偏差。结果表明, 12 种目标化合物在米粉中的加标回收率在 68.8%~115.4%之间, 相对标准偏差为 1.25%~15.6%($n=6$)。

3.4 实际样品的检测

应用本研究优化的方法对市售的几种婴幼儿辅助食品进行测定, 结果发现部分婴幼儿米粉中有检出 PFCs, 其中 PFOA 在米粉中检出率最高, 含量范围在 0.07~0.11 μ g/kg, 个别样品有 PFOS 检出, 含量为 0.16 μ g/kg。除此之外, 婴幼儿米粉中未见其他 PFCs 检出。

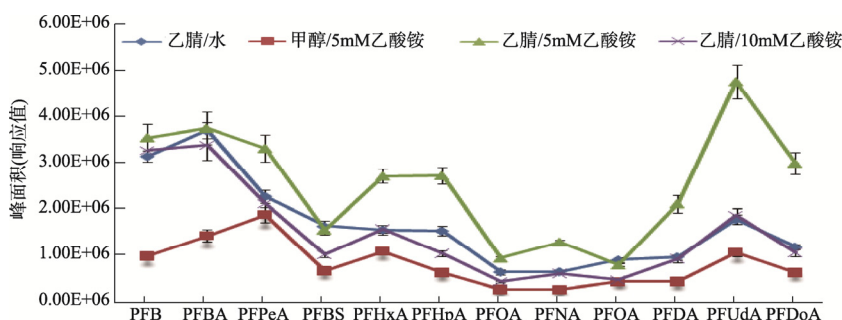


图 2 流动相对 PFCs 响应的影响($n=6$)
Fig.2 The effect of mobile phase on PFCs ($n=6$)

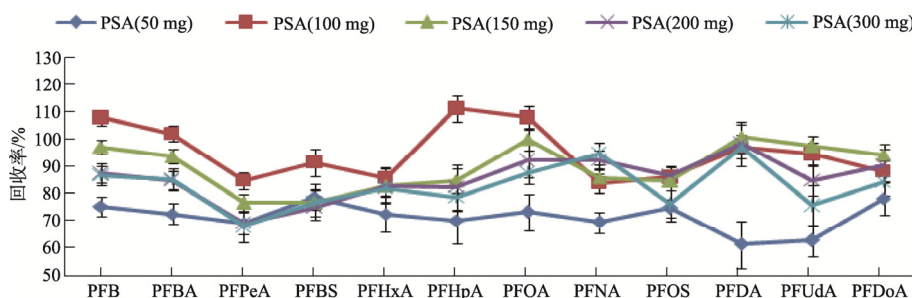


图 3 PSA 对 PFCs 回收率的影响($n=6$)
Fig.3 The effect of PSA on recovery of PFCs ($n=6$)

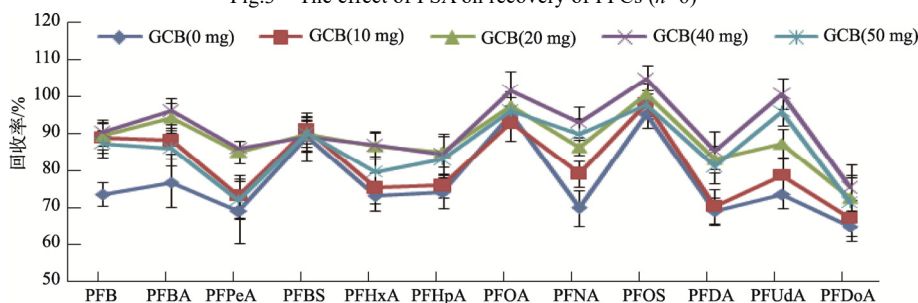


图 4 GCB 对 PFCs 回收率的影响($n=6$)
Fig.4 The effect of GCB on recovery of PFCs ($n=6$)

表2 12种PFCs的回归方程、线性范围、相关系数和检出限
Table 2 Linear range, regression equation, correlation coefficient, limits of detection of 12 PFCs

目标化合物	回归方程	线性范围 ($\mu\text{g/L}$)	相关系数 r^2	检出限 ($\mu\text{g/kg}$)
PFB	$Y=0.512X+0.532$	0.1~10	0.9975	0.09
PFBA	$Y=0.482X-0.518$	0.1~10	0.9964	0.07
PFPA	$Y=0.433X+0.142$	0.1~10	0.9956	0.08
PFBS	$Y=0.134X+0.0082$	0.1~10	0.9971	0.15
PFHxA	$Y=0.431X+0.052$	0.1~10	0.9969	0.08
PFHpA	$Y=0.673X+0.078$	0.1~10	0.9983	0.07
PFOA	$Y=0.382X+0.182$	0.1~10	0.9988	0.07
PFNA	$Y=1.32X+0.267$	0.1~10	0.9968	0.07
PFOS	$Y=0.218X+0.249$	0.1~10	0.9962	0.15
PFDA	$Y=0.871X+0.235$	0.1~10	0.9977	0.07
PFU-A	$Y=0.938X+1.423$	0.1~10	0.9995	0.07
PFDODA	$Y=0.836X-0.026$	0.1~10	0.9988	0.09

4 结论

采用HPLC-MS/MS测定婴幼儿辅食中12种PFCs, 通过对色谱分离条件和样品前处理条件的优化, 利用高效液相色谱ZORBAX SB C₁₈反相色谱柱分析12种PFCs, 线性范围0.1~10 $\mu\text{g/L}$, 线性相关系数 r 大于0.995, 检出限0.07~0.15 $\mu\text{g/kg}$, 12种PFCs的回收率在68.8%~115.4%之间, 相对标准偏差均在1.25%~15.6%以内。本方法样品前处理简便、线性范围宽、精密度高、重现性好, 能有效地同时处理和分析12种PFCs, 适用于婴幼儿辅食米粉中12种PFCs的测定。

参考文献

- [1] Thibodeaux JR, Hanson RG, Rogers JM, *et al.* Exposure to perfluorooctane sulfonate during pregnancy in rat and mouse I. maternal and prenatal evaluations [J]. *Toxicolog Sci*, 2003, (74): 369-381.
- [2] Lau C, Thibodeaux JR, Hanson RG, *et al.* Exposure to perfluorooctane sulfonate during pregnancy in rat and mouse. II. postnatal evaluation [J]. *Toxicolog Sci*, 2003, (74): 382-392.
- [3] Commission regulation (EC) No 2010/161/EU. Official Journal of the European Union, 2010 [Z].
- [4] Lv G, Wang LB, Li SC, *et al.* Determination of perfluorinated compounds in packaging materials and textiles using pressurized liquid extraction with gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Anal Sci*, 2009, (25): 425-429.
- [5] Ohya T, Kudo N, Suzuki E, *et al.* Determination of perfluorinated carboxylic acids in biological samples by high-performance liquid chromatography [J]. *J Chromatogr B*, 1998, 720(1/2): 1-7.
- [6] Abe T, Baba H, Itoh E, *et al.* Separation of perfluoroalkylsulfonic acids and perfluoroalkylsulfonic acids by ion exclusion chromatography [J]. *J Chromatogr A*, 2001, 920(1/2): 173-180.
- [7] Luque N, Leeuwen SV, Rubio S, *et al.* Analysis of per-fluorinated compounds in biota by microextraction with tetrahydrofuran and liquid chromatography/ion isolation-based ion-trap mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2010, (1217): 3774-3782.

- [8] Haukas M, Berger U, Hop H, *et al.* Bioaccumulation of per- and polyfluorinated alkyl substances (PFAS) in selected species from the Barents Sea food web [J]. *Environ Pollut*, 2007, 148(1): 360-371.
- [9] Lin A. Perfluorinated compounds in human breast milk from several Asian countries, and infant formula and dairy milk from the United States [J]. *Environ Sci Technol*, 2008, 42(22): 8597-8602.
- [10] 杨琳, 王梦, 李敬光, 等. 18份市售牛奶中全氟化合物及其前体物质含量分析[J]. *中华预防医学杂志*, 2015, 49(6): 524-528.
Yang L, Wang M, Li JG, *et al.* Analysis of perfluoroalkyl substances and their precursors in eighteen market milk [J]. *Chin J Prev Med*, 2015, 49(6): 524-528.
- [11] Zabaleta I, Bizkarguenaga E, Prieto A, *et al.* Simultaneous determination of perfluorinated compounds and their potential precursors in mussel tissue and fish muscle tissue and liver samples by liquid chromatography electrospray tandem mass spectrometry [J]. *J Chromatogr A*, 2015, (1387): 13-23.
- [12] 郭萌萌, 国交, 吴海燕, 等. 杂质延迟-液相色谱-四极杆/离子阱复合质谱测定水产加工食品中23种全氟烷基化合物[J]. *分析化学*, 2015, 43(8): 1105-1112.
Guo MM, Guo J, Wu HY, *et al.* Rapid screening and confirmation of perfluorinated compounds and their precursors in fish muscle by solid phase extraction purification and liquid chromatography coupled with quadrupole / exactive orbitrap mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2015, 43(8): 1105-1112.
- [13] SN/T 4588-2016 出口蔬菜、水果中多种全氟烷基化合物测定 液相色谱-串联质谱法[S].
SN/T 4588-2016 Determination of perfluorinated alkyl compounds in vegetables and fruits for export—LC-MS/MS method [S].
- [14] 朱萍萍, 岳振峰, 郑宗坤, 等. 分散固相萃取结合高效液相色谱-串联质谱法测定羊肝中19种全氟烷基酸[J]. *色谱*, 2015, 33(5): 494-500.
Zhu PP, Yue ZF, Zheng ZK, *et al.* Determination of perfluoroalkyl acids in lamb liver by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry combined with dispersive solid phase extraction [J]. *Chin J Chromatogr*, 2015, 33(5): 494-500.
- [15] 李静, 张鸿, 柴之芳, 等. 分散固相萃取结合 HPLC-MS/MS 检测鸡蛋中16种全氟化合物[J]. *分析测试学报*, 2014, 33(10): 1109-1115.
Li J, Zhang H, Cai ZF, *et al.* Determination of 16 perfluorinated alkyl substances in eggs by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Instrum Anal*, 2014, 33(10): 1109-1115.
- [16] 李帅, 陈辉, 金铃和, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定蜂蜜中20种全氟烷基化合物[J]. *色谱*, 2017, 35(5): 495-501.
Li S, Chen H, Jin LH, *et al.* Determination of 20 perfluorinated alkyl substances in honey by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Chromatogr*, 2017, 35(5): 495-501.

(责任编辑: 陈雨薇)

作者简介



冷桃花, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为食品质量安全与检测。
E-mail: length@sqi.org.cn