

# 超高效液相色谱-串联质谱法测定生活饮用水中 氯酸盐和高氯酸盐

文 静, 胡 雪, 张立佳, 谢瑞龙, 刘丽君, 李翠枝\*

(内蒙古伊利实业集团股份有限公司, 呼和浩特 010110)

**摘 要:** **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法同时测定生活饮用水中的氯酸盐和高氯酸盐的含量。**方法** 采用 Anionic Polar Pesticide 色谱柱(2.1 mm×150 mm, 5 μm)为分析柱对高氯酸盐、氯酸盐进行分离, 选用 50 mmol/L 甲酸铵甲酸水溶液(含 0.9%甲酸)和乙腈作为流动相进行梯度洗脱。在电喷雾离子源, 负离子多反应监测模式下测定, 通过内标法进行定量。**结果** 氯酸盐和高氯酸盐在 0.5~80 μg/L 范围内线性关系良好, 相关系数  $r^2$  不低于 0.999, 氯酸盐和高氯酸盐的检出限、定量限均分别为 0.5 μg/L 和 1.0 μg/L。氯酸盐和高氯酸盐在 1.0、2.0、20.0、80 μg/L 4 个水平下回收率为 83.98%~106.80%, 相对标准偏差为 0.57%~3.50%( $n=6$ )。**结论** 该方法简便、快捷、准确, 适用于快速检测生活饮用水中的氯酸盐和高氯酸盐。

**关键词:** 超高效液相色谱-串联质谱法; 氯酸盐; 高氯酸盐; 生活饮用水

## Determination of chlorate and perchlorate in drinking water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WEN Jing, HU Xue, ZHANG Li-Jia, XIE Rui-Long, LIU Li-Jun, LI Cui-Zhi\*

(Inner Mongolia Yili Industrial Group Co., Ltd, Hohhot 010110, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for the simultaneous determination of chlorate and perchlorate in drinking water by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry(UPLC-MS/MS). **Methods** Perchlorate and chlorate were separated by Anionic Polar Pesticide column (2.1 mm×150 mm, 5 μm) using 50 mmol/L ammonium formate aqueous solution (containing 0.9% formic acid) and acetonitrile as the mobile phase for gradient elution. The assay was conducted in electrospray ion source, negative ion multiple reaction monitoring mode, and quantified by internal standard method. **Results** The linearity was good over the range of 0.5-80 μg/L for chlorate and perchlorate, with the correlation coefficient  $r^2$  of not less than 0.999. The detection limits and limits of quantitation of chlorate and perchlorate were 0.5 μg/L and 1.0 μg/L, respectively. The recoveries of chlorate and perchlorate at the 1.0, 2.0, 20.0, and 80 μg/L levels were 83.98%-106.80%, and the relative standard deviation was 0.57%-3.50% ( $n=6$ ). **Conclusion** The method is simple, rapid and accurate, and suitable for the rapid detection of chlorate and perchlorate in drinking water.

**KEY WORDS:** ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; chlorate; perchlorate; drinking water

基金项目: “十三五”国家重点研发计划重点专项(2017YFE0110800)

Fund: Supported by the Key Projects of National Key R & D Projects in the 13th Five-Year Plan (2017YFE0110800)

\*通信作者: 李翠枝, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为兽医微生物学与免疫学。E-mail: lczg@yili.com

\*Corresponding author: LI Cui-Zhi, Master, Senior Engineer, Inner Mongolia Yili Industrial Group Co., Ltd., Hohhot 010110, China. E-mail: E-mail: lczg@yili.com

## 0 引言

水是生命之源,是人类赖以生存和发展的重要物质资源之一,因此获得安全用水迫在眉睫。氯酸盐是二氧化氯消毒产生的无机副产物,也可由自然界中含氯化物分解产生<sup>[1-2]</sup>。饮用水中的氯酸盐主要来源于消毒剂的副产物,虽然其毒性处于中等程度,但过量依然将导致人体肾功能衰竭,影响人体健康。高氯酸盐作为一种水溶性强的持久性污染物,不合理的使用将会污染地下水、地表水等水源,直接影响饮用水的使用。高氯酸盐通过干扰甲状腺对碘的吸收来抑制甲状腺素的合成与分泌,进而影响人体生长发育,尤其对孕妇、儿童的影响更为严重<sup>[3]</sup>。美国环境保护局规定生活饮用水中高氯酸盐的最大准许浓度为 1.0  $\mu\text{g/L}$ <sup>[4]</sup>,我国 GB 5749—2006《生活饮用水卫生标准》<sup>[5]</sup>中规定了氯酸盐限量为 0.7 mg/L,没有规定高氯酸盐的限量和相应的检测方法。欧洲食品安全局(European Food Safety Authority, EFSA)规定了氯酸盐和高氯酸盐的每日最大摄入量分别为 3.0 和 0.3  $\mu\text{g/kg BW/day}$ <sup>[6]</sup>。鉴于氯酸盐、高氯酸盐危害的严重性和人体健康风险的需要,很有必要建立一种快速、准确测定生活饮用水中氯酸盐、高氯酸盐的方法来保障人们用水安全。

目前国内外检测氯酸盐、高氯酸盐的方法主要包括液相色谱-高分辨质谱法<sup>[7]</sup>、离子色谱-质谱法<sup>[8-11]</sup>、离子色谱-电感耦合等离子体质谱法<sup>[12]</sup>、离子色谱法<sup>[13]</sup>、液相色谱-质谱法<sup>[14-22]</sup>、分光光度法<sup>[23]</sup>等。其中液相色谱-高分辨质谱法,成本较高,主要应用于筛查和定性分析,不适用于常规定量分析。由于离子色谱和电感耦合等离子体质谱连接难度较大,所以离子色谱-电感耦合等离子体质谱法推广难度系数较高。离子色谱法虽然操作简单,但是保留时间作为其化合物定性唯一标准,灵敏度容易受到其他共存离子、复杂基质的干扰,所以导致定性不稳定,准确度降低。离子色谱-质谱虽较离子色谱有很大优势,但是由于进样体积较大而引起色谱柱过载且不耐受有机溶剂,提高了检测成本,所以普及率不高。而超高效液相色谱串联质谱法不但前处理简单,仪器易操作,而且灵敏度高,检测限较理想,所以在食品检测中应用较为广泛。令人遗憾的是用于同时检测生活饮用水中氯酸盐和高氯酸盐的检测方法却少有报道。本研究采用新型农药专用柱和超高效液相色谱-串联质谱法,建立同时测定生活用水中的氯酸盐和高氯酸盐的方法,旨在为水质监测分析提供一种快速、便捷、稳定的手段。

## 1 材料与方法

### 1.1 仪器与试剂

TQS 超高效液相色谱-质谱仪、Anionic Polar Pesticide

色谱柱(2.1 mm $\times$ 150 mm, 5 $\mu\text{m}$ )(美国 Waters 公司); Milli-Q 型超纯水仪(美国 Millipore 公司)。

氯酸根离子标液和高氯酸根离子标液(1000 mg/L, 纯度 $\geq$ 99.0%, 上海安谱实验科技股份有限公司); 氯酸根离子同位素内标(200  $\mu\text{g/mL}$ , 纯度 $\geq$ 99.0%, 美国 ISOREAG 牌); 高氯酸根离子同位素内标(100  $\mu\text{g/mL}$ , 纯度 $\geq$ 99.0%, 美国 CIL 牌); 实验室用水为一级水。

乙腈、甲酸铵、甲酸(色谱级, 上海安谱实验科技股份有限公司)。

包装饮用水, 超市随机购买 10 份包装饮用水。

### 1.2 实验方法

#### 1.2.1 溶液配制

将氯酸根离子同位素内标、高氯酸根离子同位素内标分别稀释到 300、100 ng/mL, 配制质量浓度为 100 ng/mL 的氯酸盐、高氯酸盐混合标准溶液。

以超纯水稀释氯酸盐、高氯酸盐混合标准溶液, 得到浓度依次为 0、0.5、1、2、5、20、40、80 ng/mL 的系列标准混合溶液, 再分别从中吸取 1 mL, 加入同位素内标混合溶液 50  $\mu\text{L}$ , 得到同位素内标氯酸根- $^{18}\text{O}_3$  离子和高氯酸根- $^{18}\text{O}_4$  离子浓度分别为 15.0 和 5.0 ng/mL。

#### 1.2.2 样品前处理

分别取超市随机购买的 10 份包装饮用水各 1 mL 作为被测样品, 分别加入稀释后的氯酸根离子同位素内标、高氯酸根离子同位素内标混合标准溶液, 使得样品中同位素内标氯酸根- $^{18}\text{O}_3$  离子和高氯酸根- $^{18}\text{O}_4$  离子浓度分别为 15.0 和 5.0 ng/mL, 供超高效液相色谱-串联质谱仪测定。

## 2 结果与分析

### 2.1 质谱条件优化

使用前应调节各气体流量保证仪器达到最佳灵敏度状态, 并以蠕动泵的方式进行条件优化。氯酸盐和高氯酸盐均采用负离子模式, 分别对母离子进行一级全扫描, 得到母离子均为[M-H], 继续对母离子进行二级质谱扫描, 确定子离子后再对锥孔电压和碰撞能量进行优化, 得到最佳的质谱条件见表 1。最后对毛细管电压、脱溶剂气流量、碰撞室气流量等参数进行优化, 得到最佳的离子源条件。具体的离子源参数如下: 毛细管电压为 1.5 kV; 源温是 150  $^{\circ}\text{C}$ ; 脱溶剂温度是 500  $^{\circ}\text{C}$ ; 脱溶剂气流量是 1000 L/h; 碰撞室气流量是 0.15 mL/min; 每个化合物的定性、定量离子对以及各自的锥孔电压和碰撞能量如表 1 所示, 最终选择母离子及对应产生的响应最佳的碎片离子作为定性定量依据, 完全满足欧盟 2002/657/EC 指令中关于液相色谱-质谱(liquid chromatograph-mass spectrometer, LC-MS-MS)评分法规定 1 个母离子对应 2 个子离子的要求<sup>[24]</sup>。

表 1 高氯酸盐和氯酸盐及其内标物的质谱参数  
Table 1 Mass spectrometric parameters of perchlorate, chlorate and its internal standard

化合物	保留时间/min	母离子( $m/z$ )	子离子( $m/z$ )	锥孔电压/V	碰撞能量/V
氯酸根	4.42	83.06	67.02*	40	15
	4.42	84.9	68.97	40	15
高氯酸根	2.44	99.0	82.98*	40	18
	2.44	101.0	94.99	40	18
氯酸根内标	4.42	88.94	71.03	40	16
高氯酸根内标	2.44	107.06	88.99	40	18

注: “\*”为定量离子。

## 2.2 色谱柱和流动相的选择

### 2.2.1 色谱柱的选择

本研究考察了 Anionic Polar Pesticide 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 5 μm) 和 Acclaim TRINITY P1 (50 mm×2.1 mm, 3 μm) 色谱柱对氯酸盐和高氯酸盐的分离效果。Anionic Polar Pesticide 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 5 μm) 可实现氯酸盐和高氯酸盐完全的基线分离, 且峰形尖锐对称, 灵敏度高, 优于 Acclaim TRINITY P1 色谱柱。因此, 选择 Anionic Polar Pesticide (2.1 mm×150 mm, 5 μm) 作为色谱柱, 该条件下得到的包装饮用水加标色谱图见图 1。

### 2.2.2 流动相的选择

本研究考察了流动相中含有不同含量的甲酸铵溶液和甲酸对高氯酸盐和氯酸盐的分离效果。研究表明: 流动相中甲酸和甲酸铵含量对氯酸盐和高氯酸盐的色谱保留能力以及色谱峰型均有较大影响。当甲酸铵水溶液浓度低于 50 mmol/L 时, 氯酸盐保留较弱, 灵敏度较低; 当甲酸铵水溶液中不含甲酸时, 氯酸盐和高氯酸盐的灵敏度都较低, 色谱峰型变宽并有拖尾现象; 当有机相中添加一定比例的甲酸时, 高氯酸盐色谱峰型变宽, 灵敏度下降, 而对氯酸盐没有明显影响。经过条件优化发现: 以 50 mmol/L 甲酸铵甲酸水溶液 (含 0.9% 甲酸) 和乙腈体系作为流动相, 水中高氯酸盐和氯酸盐分离良好, 且峰形尖锐对称。具体色谱条件如下:

Anionic Polar Pesticide 色谱柱 (2.1 mm×150 mm, 5 μm); 流动相 A 为 50 mmol/L 甲酸铵甲酸水溶液 (含 0.9% 甲酸), 流动相 B 为纯乙腈; 流速为 0.45 mL/min; 柱温为 50 °C; 进样体积是 1 μL; 线性梯度洗脱条件如表 2 所示。

## 2.3 方法线性范围、检出限和定量限

准确配制 0.5、1、2、5、20、40、80 ng/mL 混合标准溶液, 在上述仪器条件下进样 1 μL, 以待测组分响应值  $Y$  对其质量浓度  $X$  (ng/mL) 作工作曲线, 分别得到的氯酸盐、高氯酸盐的标准曲线如图 2、图 3 所示。同时以信噪比

( $S/N$ )=3 作检出限 (limit of detection, LOD), 以  $S/N=10$  作定量限 (limit of quantitation, LOQ)<sup>[25]</sup>, 高氯酸盐、氯酸盐的 LOD 为 0.5 μg/L, LOQ 为 1.0 μg/L。

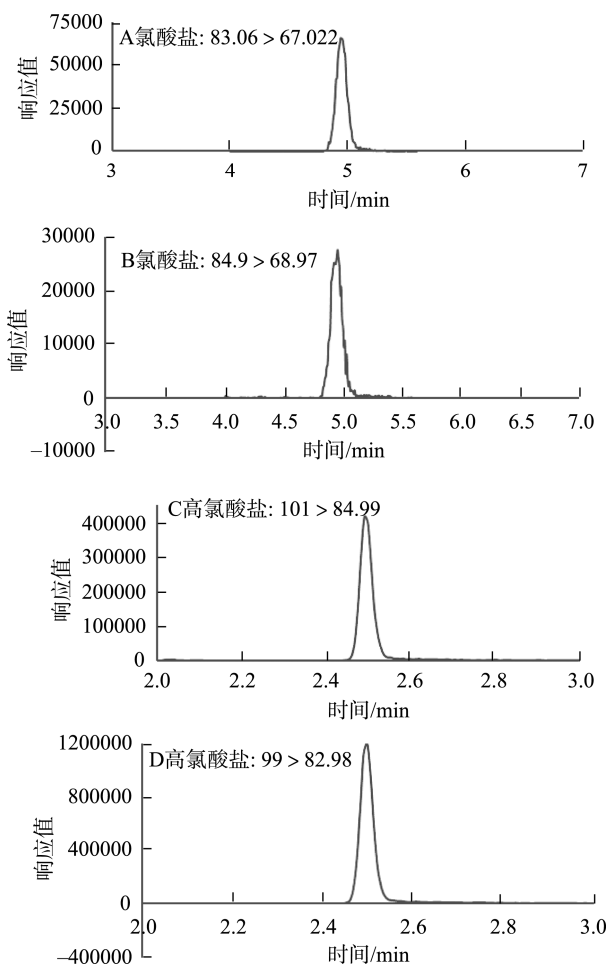


图 1 氯酸盐和高氯酸盐提取离子流色谱图  
Fig.1 Ion chromatogram of chlorate and perchlorate extraction

表 2 梯度洗脱条件  
Table 2 Conditions of gradient elution

洗脱时间 /min	流速 / (mL/min)	流动相 A 体积分数/%	流动相 B 体积分数/%
0.00	0.45	10	90
4.0	0.45	10	90
4.5	0.45	60	40
6.00	0.45	60	40
8.00	0.45	10	90
12.0	0.45	10	90

由表 3 可知, 氯酸盐、高氯酸盐均在在 0.5~80.0  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内有良好的线性关系, 标准曲线相关系数  $r^2$  均不

低于 0.999, 检出限均为 0.5  $\mu\text{g/L}$ , 定量限均 1.0  $\mu\text{g/L}$ , 可以满足 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范 食品理化检测》<sup>[26]</sup>关于定量分析方法的要求。

## 2.4 方法的准确度与精密度

分别以定量限、2 倍定量限、20 倍定量限、80 倍定量限 4 个浓度水平进行回收率实验, 同一浓度水平进行 6 次平行实验, 分别计算每个浓度水平的相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD), 结果见表 4。氯酸盐的回收率在 93.62%~106.80%之间, 高氯酸盐的回收率在 83.98%~101.43%之间, 精密度 RSD 在 0.57%~3.50%, 符合方法学要求。

表 3 高氯酸盐和氯酸盐的线性范围、线性方程、检出限、定量限  
Table 3 Linear range, linear equation, limit of detection, limit of quantification of perchlorate and chlorate

化合物	线性范围/ $\mu\text{g/L}$	线性方程	相关系数 $r^2$	检出限/ $\mu\text{g/L}$	定量限/ $\mu\text{g/L}$
氯酸盐	0.5~80	$Y=0.6652X+0.0212$	0.9999	0.5	1.0
高氯酸盐	0.5~80	$Y=0.7657X+0.3494$	0.9994	0.5	1.0

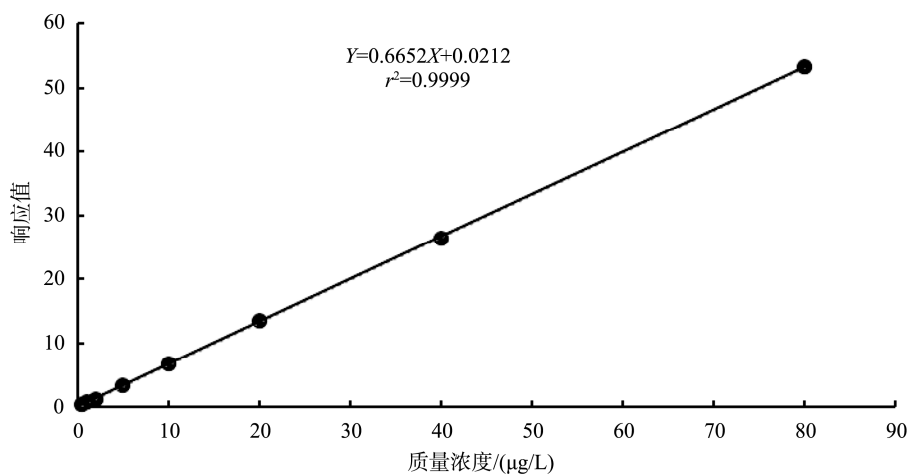


图 2 氯酸盐的校准曲线  
Fig.2 Calibration curve of chlorate

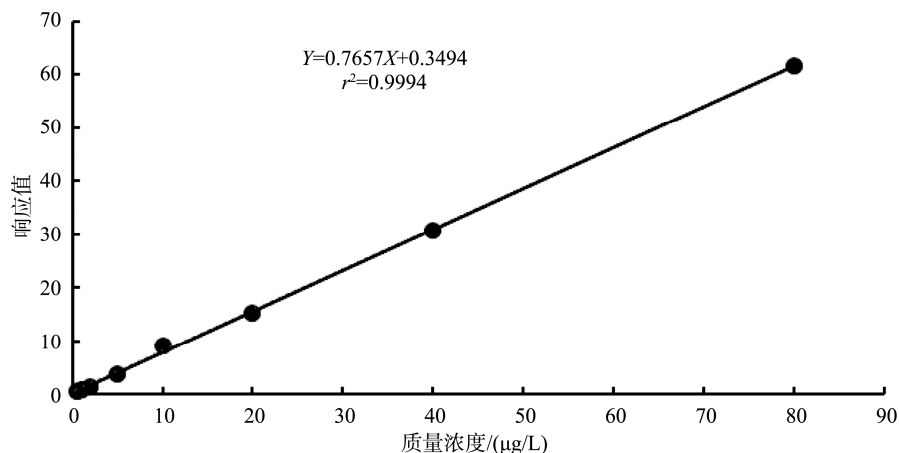


图 3 高氯酸盐的校准曲线  
Fig.3 Calibration curve of perchlorate

表4 方法回收率和相对标准偏差( $n=6$ )  
Table 4 Recovery and relative standard deviation( $n=6$ )

化合物	添加水平 ( $\mu\text{g/L}$ )	平均回收率 /%	相对标准偏差 RSD/%
高氯酸盐	1.0	101.43	2.89
	2.0	83.98	0.88
	20.0	99.92	0.57
	80.0	99.57	0.76
氯酸盐	1.0	106.80	3.50
	2.0	93.62	2.09
	20.0	98.59	1.16
	80.0	99.45	0.77

## 2.5 实际样品测定

为了验证本方法的适用性, 使用本方法对超市上随机购买的 10 份包装饮用水进行测定, 其中高氯酸盐未检出, 氯酸盐含量在 1.34~16.34  $\mu\text{g/L}$ 。本方法重复性和灵敏度较好, 可用于生活饮用水中高氯酸盐、氯酸盐的日常监测手段。

## 3 结 论

本研究以 Anionic Polar Pesticide 色谱柱为分析柱, 以 50 mmol/L 甲酸铵甲酸水溶液(含 0.9%甲酸)和乙腈体系作为流动相, 建立了超高效液相色谱-串联质谱法测定生活饮用水中氯酸盐、高氯酸盐的分析方法。该方法简便、快速、回收率高、重复性好, 可满足生活饮用水的检测要求, 对保障人民食品安全具有一定的意义。

## 参考文献

- 王昌钊, 方悦, 付骋宇, 等. 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, 27(1): 115-119.  
WANG CZ, FANG Y, FU CY, *et al.* Progress in determination of perchlorate in environmental and food samples [J]. Chem Anal Meter, 2018, 27(1): 115-119
- 孙文闪, 周敏, 刘志成, 等. 同位素稀释离子色谱-串联质谱法同时测定食品中的氯酸盐和高氯酸盐[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(14): 3679-3685.  
SUN WS, ZHOU M, LIU XC, *et al.* Simultaneous determination of chlorate and perchlorate in food by isotope dilution ion chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(14): 3679-3685.
- 张振城, 于雪荣, 单晓梅, 等. 饮用水中高氯酸盐的离子色谱测定法[J]. 职业与健康, 2018, 34(1): 40-43.  
ZHANG ZC, YU XR, SHAN XM, *et al.* Determination of perchlorate in drinking water by ion chromatography [J]. Occup Health, 2018, 34(1): 40-43.
- Environmental Protection Agency 40 CFR Parts 141 and 142

- [EPA-HQ-OW-2018-0780; FRL-9994-68-OW] RIN 2040-AF28. Federal Register/Vol. 84, No. 123/Wednesday, June 26, 2019, Proposed Rules [Z].
- GB 5749—2006 生活饮用水卫生标准[S].  
GB 5749—2006 Sanitary standard for drinking water [S].
- 周晓晴, 吕小丽, 万建春, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定奶粉中氯酸盐和高氯酸盐[J]. 色谱, 2019, 37(10): 1064-1070.  
ZHOU XQ, LV XL, WAN JC, *et al.* Determination of chlorate and perchlorate in milk powder by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2019, 37(10): 1064-1070.
- 涂凤琴, 杨明, 李首道, 等. 高效液相色谱-四极杆-飞行时间质谱测定婴幼儿配方奶粉中的高氯酸盐[J]. 分析试验室, 2019, 38(6): 727-731.  
TU FQ, YANG M, LI SD, *et al.* Determination of perchlorate in infant formula milk powder by high performance liquid chromatography quadrupole time of flight mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2019, 38(6): 727-731.
- 孙文闪, 诸骏杰, 余鹏飞, 等. 分散固相萃取净化离子色谱-串联质谱测定茶叶中高氯酸盐[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(20): 6927-6932.  
SUN WS, ZHU JJ, YU PF, *et al.* Determination of perchlorate in tea by dispersive solid phase extraction and ion chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(20): 6927-6932.
- 孙文闪, 诸骏杰, 董叶菁, 等. 离子色谱-串联质谱法测定生活饮用水中的高氯酸盐、氯酸盐和溴酸盐[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 7(11): 2151-2153.  
SUN WS, ZHU JJ, DONG YQ, *et al.* Determination of perchlorate, chlorate and bromate in drinking water by ion chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2020, 7(11): 2151-2153.
- 张涛, 崔鹤, 胡东青, 等. 离子色谱-质谱联用同时测定海产加工品中亚氯酸盐、氯酸盐、高氯酸盐和溴酸盐[J]. 食品科技, 2017, 40(7): 224-227.  
ZHANG T, CUI H, HU DQ, *et al.* Simultaneous determination of hypochlorite, chlorate, perchlorate and bromate in seafood products by ion chromatography-mass spectrometry [J]. Food Sci Technol, 2017, 40(7): 224-227.
- 宁啸骏, 朱伟, 杜茹芸, 等. 离子色谱-串联质谱法测定婴幼儿配方奶粉中的高氯酸盐[J]. 理化检验-化学分册, 2016, 52(1): 19-23.  
NING XJ, ZHU W, DU RY, *et al.* Determination of perchlorate in infant formula milk powder by ion chromatography tandem mass spectrometry [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2016, 52(1): 19-23.
- 杨振宇, 邓晓军. 离子色谱-电感耦合等离子体质谱法测定面粉及其制品中溴酸盐残留量[J]. 理化检验-化学分册, 2009, 45(4): 471-473.  
YANG ZY, DENG XJ. Determination of bromate residue in flour and its products by ion chromatography inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Phys Test Chem Anal Part B, 2009, 45(4): 471-473.
- 张文龙. 离子色谱法测定生活饮用水中溴酸盐和氯酸盐[J]. 化学工程师, 2018, 32(5): 33-35.  
ZHANG WL. Determination of bromate and chlorate in drinking water by ion chromatography [J]. Chem Eng, 2018, 32(5): 33-35.
- 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.
- [15] 张文婷, 陆秋艳, 华永有, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定蛋类中氯酸盐和高氯酸盐[J]. *国际药学研究杂志*, 2019, 46(11): 879–884.  
ZHANG WT, LU QY, HUA YY, *et al.* Determination of chlorate and perchlorate in eggs by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Int J Pharm Res*, 2019, 46(11): 879–884.
- [16] 才凤, 贾宏新, 周明, 等. 反相超高效液相色谱-串联质谱法测定大米中氯酸盐和高氯酸盐[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(23): 7853–7857.  
CAI F, JIA HX, ZHOU M, *et al.* Determination of chlorate and perchlorate in rice by reversed phase ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(23): 7853–7857.
- [17] 彭西甜, 夏珍珍, 胡西洲. 分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中的高氯酸盐[J]. *分析科学学报*, 2020, 36(2): 274–279.  
PENG XT, XIA ZZ, HU XZ. Determination of perchlorate in tea by dispersive solid phase extraction ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Anal Sci*, 2020, 36(2): 274–279.
- [18] 盛华栋, 潘项捷, 张水峰, 等. 改良 QuEChERS 技术结合超高效液相色谱-串联质谱法同时测定果蔬中高氯酸盐、氯酸盐和溴酸盐[J]. *食品科学*, 2020, 41(10): 324–329.  
SHENG HD, PAN XJ, ZHANG SF, *et al.* Simultaneous determination of perchlorate, chlorate and bromate in fruits and vegetables by improved QuEChERS technique combined with ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2020, 41(10): 324–329.
- [19] 戴玉婷, 赵琴, 朱伟, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定大米中高氯酸盐含量[J]. *食品安全质量检测学报*, 2019, 10(7): 1982–1985.  
DAI YT, ZHAO Q, ZHU W, *et al.* Determination of perchlorate in rice by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(7): 1982–1985.
- [20] 邓锁成, 毕瑞锋, 张伟伟, 等. 高效液相色谱-串联质谱法检测新鲜蔬菜中的氯酸盐残留[J]. *食品安全质量检测学报*, 2020, 11(6): 1841–1845.  
DENG SC, BI RF, ZHANG WW, *et al.* Determination of chlorate residues in fresh vegetables by high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(6): 1841–1845.
- [21] 梁志森, 岑建斌, 区硕俊, 等. 同位素稀释超高效液相色谱-串联质谱法同时测定液态乳中的高氯酸盐和氯酸盐[J]. *当代化工*, 2019, 48(7): 1619–1622.  
LIANG ZS, CEN JB, QU SJ, *et al.* Simultaneous determination of perchlorate and chlorate in liquid milk by isotope dilution ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *Contemp Chem Ind*, 2019, 48(7): 1619–1622.
- [22] 王浩, 贾嫡怡, 张杉, 等. 液质联用法同时测定婴幼儿配方乳粉中氯酸盐和高氯酸盐残留[J]. *中国乳品工业*, 2019, 47(2): 48–51.  
WANG H, JIA DY, ZHANG S, *et al.* Simultaneous determination of chlorate and perchlorate residues in infant formula milk powder by liquid chromatography mass spectrometry [J]. *China Dairy Ind*, 2019, 47(2): 48–51.
- [23] 李小倩, 方玲, 张梦南, 等. 地下水中  $\text{ClO}_4^-$  浓度测定的分光光度法优化[J]. *环境科学与技术*, 2014, 37(12): 96–99.  
LI XQ, FANG L, ZHANG MN, *et al.* Optimization of spectrophotometry for determination of  $\text{ClO}_4^-$  concentration in groundwater [J]. *Environ Sci Technol*, 2014, 37(12): 96–99.
- [24] 张立佳, 胡雪, 莫楠, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定牛乳中 21 种  $\beta$ -兴奋剂[J]. *乳业科学与技术*, 2020, 3: 17–22.  
ZHANG LJ, HU X, MO N, *et al.* Determination of 21  $\beta$ -agonists in milk by ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. *J Dairy Sci Technol*, 2020, 3: 17–22.
- [25] GB/T 27417—2017 合格评定 化学分析方法确认和验证指南[S].  
GB/T 27417—2017 Guide for validation and validation of chemical analysis methods for conformity assessment [S].
- [26] GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测[S].  
GB/T 27404—2008 Specification for laboratory quality control, physical and chemical testing of food [S].

(责任编辑: 张晓寒)

## 作者简介



文 静, 硕士, 中级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。  
E-mail: wenjing01@yili.com



李翠枝, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为兽医微生物学与免疫学。  
E-mail: lczg@yili.com