

超高效液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿配方奶粉中的高氯酸盐和氯酸盐残留

董恒涛^{1#}, 张亚锋^{2#}, 艾芸^{2*}, 李卓², 张艳³, 彭艺芳¹, 李月琪¹, 黄涛宏¹

[1. 岛津企业管理(中国)有限公司, 西安 710065; 2. 西安市食品药品检验所, 西安 710054;

3. 富平县检验检测中心, 渭南 711700]

摘要: **目的** 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)快速测定婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐残留量的分析方法。**方法** 样品经乙腈提取后, 再经乙腈饱和的正己烷净化, Acclaim TRINITYP1 复合色谱柱(50 mm×2.1 mm, 3 μm)进行分离。高氯酸盐和氯酸盐在优化后的色谱及质谱条件下, 采用负离子模式进行电离, 通过多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式对目标化合物进行测定, 使用内标法定量。**结果** 高氯酸盐和氯酸盐在各自线性范围内线性关系良好, 所得校准曲线线性相关系数均在0.999以上, 且精密度实验结果良好, 加标回收率在87.9%~109.5%之间。**结论** 本方法可以应用于婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐残留量的快速测定, 结果准确、可靠。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 婴幼儿配方奶粉; 高氯酸盐; 氯酸盐

Determination of perchlorate and chlorate residues in infant formula milk powder by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

DONG Heng-Tao^{1#}, ZHANG Ya-Feng^{2#}, AI Yun^{2*}, LI Zhuo², ZHANG Yan³, PENG Yi-Fang¹, LI Yue-Qi¹, HUANG Tao-Hong¹

[1. Shimadzu (China) Co., Ltd., Xi'an 710065, China; 2. Xi'an Institute for Food and Drug Control, Xi'an 710054, China; 3. Fuping County Inspection and Testing Center, Weinan 711700, China]

ABSTRACT: Objective To establish a method for the rapid determination of perchlorate and chlorate in infant formula milk powder by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** The samples were extracted with acetonitrile, purified with n-hexane saturated with acetonitrile, and purified with Acclaim TRINITYP1 composite chromatographic column (50 mm×2.1 mm, 3 μm) separate. Perchlorate and chlorate were ionized by negative ion mode under the optimized chromatographic and mass spectrometry conditions. The target compounds were determined by multiple reaction monitoring (MRM) mode and quantified by internal standard method. **Results** The linear relationship between perchlorate and chlorate in their respective linear range was good, the linear correlation coefficients of

基金项目: 陕西省科技厅项目(2021PT-044)

Fund: Supported by the Shaanxi Science and Technology Department Project (2021PT-044)

[#]董恒涛与张亚锋为共同第一作者。

^{*}DONG Heng-Tao and ZHANG Ya-Feng are co-first author.

^{*}通信作者: 艾芸, 博士, 副主任药师, 主要研究方向为食品药品检测。E-mail: 453072249@qq.com

^{*}Corresponding author: AI Yun, Ph.D, Associate Chief Pharmacist, Xi'an Institute for Food and Drug Control, No.26 Yanta Road, Xi'an 710054, China. E-mail: 453072249@qq.com

the calibration curves were more than 0.999, and the precision experimental results were good, and the recoveries of standard addition were between 87.9%–109.5%. **Conclusion** The method can be applied to the rapid determination of perchlorate and chlorate residues in infant formula milk powder with accurate and reliable results.

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; infant formula milk powder; perchlorate; chlorate

0 引言

近年来,婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐的污染问题引起了全社会的普遍关注^[1]。高氯酸盐是一种新型持久性环境污染物,在运载火箭和烟花爆竹的燃料中大量存在,残留在环境中的高氯酸盐可通过空气、水源途径进入生产环节^[2]。高氯酸盐可以干扰人体甲状腺的正常功能,它与碘离子竞争进入人体的甲状腺,从而干扰碘的吸收,导致甲状腺激素分泌减少^[3-4]。甲状腺激素对于神经系统生长发育有非常重要的作用,高氯酸盐往往能通过影响婴幼儿期的大脑发育,导致大脑发育迟缓并造成不可逆转的神经系统损伤,使其出现智商偏低、学习障碍、注意力分散等症状^[5]。氯酸盐作为生产环节消毒剂杀菌过程中的副产物很容易在婴幼儿配方奶粉中存在残留。氯酸盐的亚慢性暴露同样会阻碍甲状腺吸收碘,此外,氯酸盐具有较强的氧化性,进入人体后能破坏红细胞,影响血液运输氧气的功能^[6-7]。

当前,关于高氯酸盐和氯酸盐的分析方法主要有分光光度法^[8]、离子色谱法^[9-11]、离子色谱-质谱法^[12-14]和液相色谱-串联质谱法^[15-18]等。超高效液相色谱-串联质谱法因其检测灵敏度高、结果选择性好的特点,已广泛应用于食品类复杂基质中痕量物质的检测^[19-23]。本研究基于超高效液相色谱-串联质谱技术,建立了一种快速、高效、准确同时测定婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐残留量的方法,以期用于婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐的监控。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

婴幼儿配方奶粉:当地大型超市购买。

高氯酸盐标准溶液、氯酸盐标准溶液(1000 µg/mL,美国 o2si 标准品公司);高氯酸盐-¹⁸O₄ 标准溶液(100 µg/mL)、氯酸盐-¹⁸O₃ 标准溶液(200 µg/mL)(上海甄准生物科技有限公司);乙腈、甲醇、正己烷(色谱纯,德国 Merck 公司);甲酸铵(色谱纯,美国 Thermo Fisher 公司);超纯水(电阻率大于 18MΩ·cm,美国 Millipore 公司)。

1.2 仪器与设备

LC-30A 超高效液相色谱仪、LCMS-8045 三重四极杆质谱仪(配置有电喷雾离子源及 LabSolutions Ver.5.96 色谱数据处理系统)(日本岛津公司);Milli Q 型超纯水仪(美国

Millipore 公司);HG05-500DB 数控超声波仪(上海安谱实验科技有限公司);TD-600 离心机(四川蜀科仪器有限公司)。

1.3 溶液的配制

混合同位素内标液:分别准确量取适量高氯酸盐-¹⁸O₄ 和氯酸盐-¹⁸O₃ 储备液,使用超纯水配制成高氯酸盐-¹⁸O₄ 和氯酸盐-¹⁸O₃ 质量浓度分别为 200、1500 ng/mL 的混合同位素内标液。

混合标准中间液:分别准确量取适量高氯酸盐和氯酸盐标准储备液,置于 100 mL 容量瓶中,用超纯水稀释至刻度,制成高氯酸盐和氯酸盐质量浓度分别为 1.0、2.0 µg/mL 的混合标准中间液,4 °C 保存。

混合标准工作液:分别准确量取高氯酸盐和氯酸盐混合标准中间液适量,再加入混合同位素内标液,使用甲酸铵-甲醇溶液(20 mmol/L 甲酸铵:甲醇=1:2, V:V)配制混合标准工作溶液,其中高氯酸盐质量浓度分别为 1、2.5、5、10、25、50、100 ng/mL,氯酸盐质量浓度分别为 2、5、10、20、50、100、200 ng/mL,各混合标准工作溶液中含有 2 种同位素内标高氯酸盐-¹⁸O₄ 和氯酸盐-¹⁸O₃,质量浓度分别为 2、15 ng/mL。

乙腈饱和的正己烷溶液制备:量取正己烷 80 mL 置于 100 mL 的分液漏斗中,加入适量乙腈后,剧烈振摇,待分配平衡后,弃去乙腈层即得。

1.4 样品前处理

准确称取 1 g (精确至 0.01 g)奶粉试样置于 10 mL 聚四氟乙烯具塞离心管中,依次加入高氯酸盐和氯酸盐混合内标工作液 50 µL 及 2 mL 热水(60~70 °C),涡旋混匀后再加入 3 mL 乙腈,超声提取 10 min。再以 6000 r/min 离心 5 min,吸取 1 mL 上清液用 4 mL 乙腈饱和的正己烷溶液混匀,取下层溶液过 0.22 µm 微孔滤膜后进行液相色谱-串联质谱仪分析。

1.5 仪器条件

(1)色谱条件

色谱柱为 Acclaim TRINITYP1 复合柱(50 mm×2.1 mm, 3 µm);流动相:50 mmol/L 甲酸铵水溶液(A)和乙腈(B);梯度洗脱程序:0.00~2.00 min, 55% B; 2.00~2.50 min, 55%~90% B; 2.50~3.00 min, 90% B; 3.00~3.50 min, 90%~55% B; 3.50~5.00 min, 55%B;流速:0.55 mL/min;柱温:35 °C;进样量:3 µL;分析时间为 5 min。

(2)质谱条件

采用电喷雾离子源负离子(electron spray ionization,

ESI-)检测,多反应监测模式(multiple reaction monitoring,MRM)测定;离子喷雾电压:3.0 kV;雾化气:氮气,流速:3.0 L/min;干燥气:氮气,流速:10 L/min;加热气:空气,流速:10 L/min;脱溶剂管温度:200 ℃;加热模块温度:400 ℃;接口温度:300 ℃;碰撞气:氩气。高氯酸盐和氯酸盐的质谱采集参数见表 1。

2 结果与分析

2.1 前处理试剂的优化

蛋白质是婴幼儿配方奶粉中的重要营养成分,且含量相对较高。本研究使用水溶解样品,比较了甲醇、乙醇、甲醇-乙腈(1:1, V:V)和纯乙腈不同沉淀剂对蛋白质的去除效果。实验结果表明:使用甲醇、乙醇、甲醇-乙腈(1:1, V:V)作为沉淀剂时,样品经过离心后,提取液均会出现不同程度的浑浊现象;而选择纯乙腈时,提取液呈澄清透明状。因此,本方法选择纯乙腈作为去除样品中蛋白质的试剂。

2.2 色谱柱的选择

色谱柱是色谱分离的核心,一般根据样品中分析物的结构和特性选择合适的色谱柱。婴幼儿奶粉基质复杂,富含蛋白质、脂肪和糖类,还有少量维生素和矿物质等。高氯酸盐和氯酸盐都是无机离子型污染物,易溶于水。为了能够与基质干扰物有良好的分离,同时改善峰形,考察了SHISEIDO PC HILIC 柱(150 mm×2.0 mm, 5 μm)、Acclaim TRINITYP1 复合柱(50 mm×2.1 mm, 3 μm)和 GL Sciences Inertsil HILIC 柱(150 mm×2.0 mm, 3 μm) 3 种色谱柱对高氯酸盐和氯酸盐的分离效果。研究发现,在乙腈-50 mmol/L 甲酸铵水流动相体系下,相比较其他 2 款色谱柱,Acclaim TRINITYP1 复合柱(50 mm×2.1 mm, 3 μm)对高氯酸盐和氯酸盐有较好的保留能力,并且峰形较好,完成一个分析过程仅需 5 min。Acclaim TRINITYP1 复合柱固定相采用纳米聚合物硅杂交技术,能够提供反相、阳离子交换和阴离子交换多种保留机制。图 1 为使用 Acclaim TRINITYP1 复合柱得到的高氯酸盐与氯酸盐标准样品 MRM 色谱图。

表 1 高氯酸盐和氯酸盐的质谱采集参数
Table 1 Mass spectrometry acquisition parameters of perchlorate and chlorate

化合物名称	英文名称	监测离子对	Q1 偏置电压/V	碰撞能/V	Q3 偏置电压/V
高氯酸盐	sodiumperchlorate	99.0>83.0*	18	28	28
		101.0>85.0	18	28	28
高氯酸盐- ¹⁸ O ₄	sodiumperchlorate- ¹⁸ O ₄	107.0>89.0	18	28	28
氯酸盐	sodiumchlorate	83.0>67.0*	14	28	22
		85.0>69.0	14	28	22
氯酸盐- ¹⁸ O ₃	sodiumchlorate- ¹⁸ O ₃	89.0>71.0	14	24	22

注:“*”表示定量离子对。

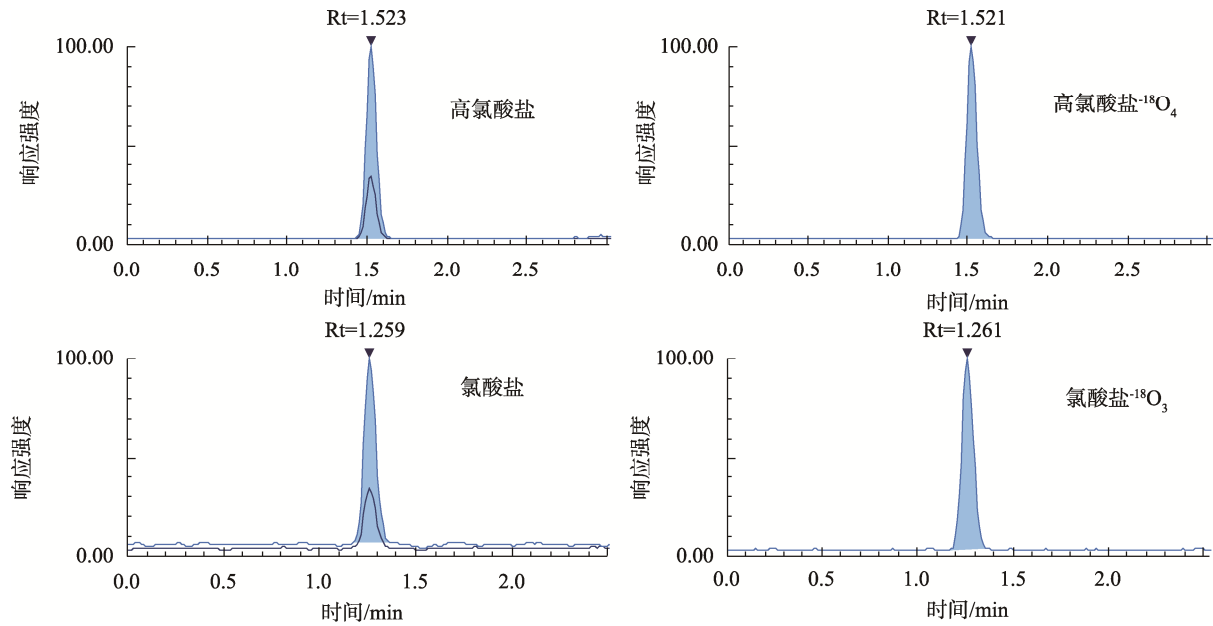


图 1 高氯酸盐(5 ng/mL)和氯酸盐(50 ng/mL)的 MRM 图谱
Fig.1 MRM chromatograms of perchlorate (5 ng/mL) and chlorate (50 ng/mL)

2.3 基质效应

使用液质分析复杂基质样品时, 目标组分常与样品中的基质成分在离子源内雾滴表面离子化过程中发生竞争关系, 会产生电离抑制现象。为了校正基质效应, 本研究采用同位素内标法对奶粉中的高氯酸盐和氯酸盐残留进行定量分析。同位素内标具有与待测目标组分相同的物理化学性质, 因此其色谱保留和质谱电离行为均与目标组分相似, 可以消除高氯酸盐和氯酸盐因基质干扰影响引起的质谱响应值变化。

2.4 线性范围与定量限、检出限

将不同质量浓度的高氯酸盐和氯酸盐混合标准工作液, 按照 1.5 中的分析条件进行测定, 使用内标法定量。以浓度比为横坐标, 峰面积比为纵坐标, 绘制校准曲线。以响应值为 3 倍噪音的浓度作为检出限(limit of detection, LOD), 以响应值为 10 倍噪音的浓度为定量限(limit of quantitation, LOQ)。所得校准曲线线性关系良好, 线性方程、相关系数、校准点准确度及定量限和检出限见表 2。其中, 校准点准确度由 $A(\%)=C_i/C_s\times 100\%$ 计算(C_i 表示曲线回归方程计算得到的校准点浓度值, C_s 表示真实校准点浓度值)。实验表明, 高氯酸盐和氯酸盐在各自线性范围内线性关系良好, 且校准点准确度较高。

2.5 精密度

对不同浓度的高氯酸盐和氯酸盐混合标准工作液连续测定 6 次, 考察仪器的精密度, 保留时间和峰面积的重

复性结果如表 3 所示。结果显示: 不同浓度样品溶液中高氯酸盐和氯酸盐的保留时间和峰面积相对标准偏差(relative standard deviations, RSD)分别在 0.04~0.18 min 和 0.76%~3.22%之间, 显示仪器精密度良好。

2.6 加标回收率

向测试样品中加入少量高氯酸盐和氯酸盐的标准储备液, 制备 4 组加标样品, 使得高氯酸盐的加标浓度分别为 5、25、50 和 150 $\mu\text{g/kg}$, 氯酸盐的加标浓度分别为 10、50、100 和 300 $\mu\text{g/kg}$ 。加标样品经过上述前处理操作后, 测定高氯酸盐和氯酸盐的加标回收率, 加标回收率结果见表 4。由结果可知, 不同加标浓度水平的平均回收率在 87.9%~109.5%之间, RSD 在 0.98%~5.09%之间, 表明该方法具有良好的准确度和精密度。

2.7 实际样品检测

对市售 6 种婴幼儿配方奶粉, 按照 1.4 样品前处理方法提取净化, 上机测试。根据实验结果计算后, 均有不同程度地检测到高氯酸盐和氯酸盐, 其中高氯酸盐的残留量范围在 6.5~64.0 $\mu\text{g/kg}$ 之间, 氯酸盐的残留量范围在 15.5~112.0 $\mu\text{g/kg}$ 之间。目前, 我国尚未制定奶粉中高氯酸盐和氯酸盐污染物的限量标准, 参考欧盟关于食品污染物限量的(EC) No 1881/2006 号法规^[24], 有少部分奶粉中高氯酸盐或氯酸盐的残留量超出了最大残留限量, 表明少部分市售婴幼儿配方奶粉存在高氯酸盐和氯酸盐的残留风险(例如图 2)。

表 2 标准曲线与检出限信息
Table 2 Calibration curve of perchlorate and chlorate

化合物名称	校准曲线	<i>r</i>	线性范围/(ng/mL)	准确度/%	定量限/($\mu\text{g/kg}$)	检出限/($\mu\text{g/kg}$)
高氯酸盐	$Y=0.3422X-0.01002$	0.9995	1~100	85.9~107.4	5.0	1.7
氯酸盐	$Y=0.1127X-0.07142$	0.9995	2~200	98.1~104.3	10.0	3.3

表 3 保留时间和峰面积重复性结果($n=6$)
Table 3 Repeatabilities of perchlorate and chlorate in different concentrations ($n=6$)

名称	质量浓度/(ng/mL)	保留时间/min	峰面积 RSD/%
高氯酸盐	5	0.05	1.26
	10	0.09	1.03
	25	0.04	0.76
	10	0.12	3.22
氯酸盐	20	0.18	3.05
	50	0.09	2.79

表 4 高氯酸盐和氯酸盐的加标回收率结果($n=6$)
Table 4 Recoveries of perchlorate and chlorate in different concentrations ($n=6$)

名称	加标水平/($\mu\text{g/kg}$)	平均回收率/%	RSD/%
高氯酸盐	5	108.8	4.18
	25	107.8	0.98
	50	109.5	2.02
	150	105.6	1.75
氯酸盐	10	96.3	4.09
	50	89.4	5.09
	100	93.2	3.89
	300	87.9	1.69

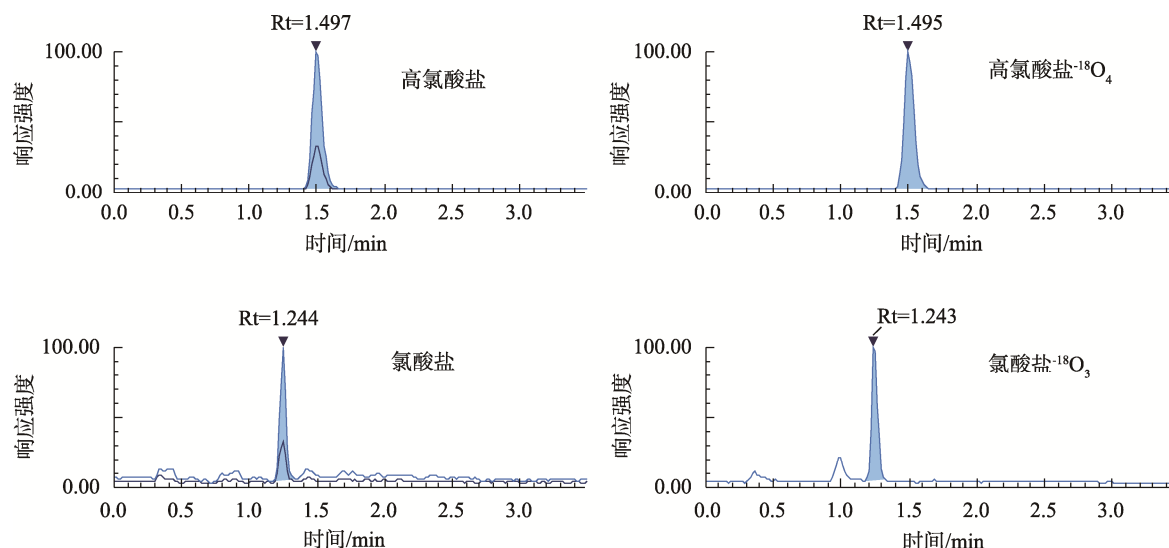


图2 某品牌婴幼儿配方奶粉样品的MRM图谱

Fig.2 MRM chromatograms of sample of a brand of infant formula

3 结论与讨论

本研究建立了超高效液相色谱-串联质谱法快速测定婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐残留量的方法。通过对比不同种类前处理试剂的提取效果,发现纯乙腈除去奶粉中蛋白质的效果较好。优化了液相色谱分离条件,高氯酸盐和氯酸盐的定量限分别为5.0 $\mu\text{g/kg}$ 和10.0 $\mu\text{g/kg}$,加标回收率87.9%~109.5%,相对标准偏差在0.98%~5.09%之间。本方法样品前处理操作简便,分析检测速度快,且准确度高,稳定性好,可用于生产企业或相关检测部门对婴幼儿配方奶粉中高氯酸盐和氯酸盐残留量进行高通量检测。

参考文献

- ASHA S, VIRARAGHAVAN T. Perchlorate: Health effects and technologies for its removal from water resources [J]. Int J Environ Res Pub Health, 2009, 6: 1418–1442.
- SHI Y, ZHANG N, GAO J, et al. Effect of fireworks display on perchlorate in air aerosols during the spring festival [J]. Atmos Environ, 2011, 45: 1323–1327.
- MURRAY CW, BOLGER PM. Environmental contaminants: Perchlorate [J]. Encycl Food Saf, 2014, 2: 337–341.
- 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, 27(1): 115–119.
- WANG CZ, FANG Y, FU CY. Advances in dertermination of perchlorate in environmental and food samples [J]. Chem Anal Meter, 2018, 27(1): 115–119.
- 吴春莺, 李顺, 许小红, 等. 高氯酸盐的环境毒理学效应及其机制的研究进展[J]. 环境与健康杂志, 2013, 30(1): 85–89.
- WU CD, LI S, XU XH, et al. Environmental toxicological effect and mechanism of perchlorate [J]. J Environ Health, 2013, 30(1): 85–89.
- HOOTH MJ, DEANGELO AB, GEORGE MH, et al. Subchronic sodium chlorate exposure in drinking water results in a concentration-dependent increase in rat thyroid follicular cell hyperplasia [J]. Toxicol Pathol, 2001, 29(2): 250–259.
- YAO L, YANG L, CHEN J, et al. Levels indoor-outdoor relationships and exposure risks of airborne particle-associated perchlorate and chlorate in two urban areas in eastern Asia [J]. Chemosphere, 2015, 135: 31–37.
- POURREZA N, MOUSAVI HZ. Extraction spectrophotometric determination of trace amounts of perchlorate based on ion-pair formation with thionine [J]. J Anal Chem, 2005, 60(9): 921–923.
- 孟维伟. 茶叶中高氯酸盐的检测—离子色谱法[J]. 轻工科技, 2016, 216(11): 12–13.
- MENG WW. Determination of perchlorate in tea by ion chromatography [J]. Light Ind Sci Technol, 2016, 216(11): 12–13.
- 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.
- 王朝辉. 离子色谱法测定生活饮用水中的亚氯酸盐和氯酸盐[J]. 中国保健营养, 2018, 26: 248–249.
- WANG ZH. Determination of chlorite and chlorate in drinking water by ion chromatography [J]. Chin Health Care Nutr, 2018, 26: 248–249.
- 高峰, 刘岩, 孔维恒, 等. 离子色谱-质谱测定碳酸饮料中的亚氯酸盐、氯酸盐和高氯酸盐[J]. 食品科学, 2013, 34(22): 261–264.
- GAO F, LIU Y, KONG WH, et al. Determination of chlorite chlorate and perchlorate in carbonated beverage by ion chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2013, 34(22): 261–264.
- 朱伟, 宁啸骏, 秦宇. 离子色谱-串联质谱法测定婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(11): 3474–3480.
- ZHU W, NING XJ, QIN Y. Determination of chlorate and perchlorate in infant formula milk powder by ion chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(11): 3474–3480.
- 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, 11(7): 2151–2154.
- SUN WS, ZHU JJ, DONG YQ, *et al.* Determination of perchlorate, chlorate and bromate in drinking water by ionchromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(7): 2151–2154.
- [15] 毕瑞峰. 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, 46(2): 49–51.
- BI RF. Simultaneous determination of perchlorate and chlorate in milk by porous graphitic carbon column-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *China Dairy Ind*, 2018, 46(2): 49–51.
- [16] 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]. *J Int Pharm Res*, 2019, 46(11): 879–884.
- [17] 宋正规, 张书芬, 周子焱, 等. 超高效液相色谱-串联质谱同时测定茶叶中高氯酸盐和氯酸盐[J]. 茶叶科学, 2017, 37(6): 597–604.
- SONG ZG, ZHANG SF, ZHOU ZY, *et al.* Simultaneous determination of perchlorate and chlorate in tea by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Tea Sci*, 2017, 37(6): 597–604.
- [18] 王浩, 贾婧怡, 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): 48–50.
- WANG H, JIA JY, ZHANG S, *et al.* Simultaneous determination of chlorate and perchlorate in infant milk power by HPLC-MS/MS [J]. *China Dairy Ind*, 2019, 47(2): 48–50.
- [19] 杨兆甜, 吴亚婕, 王莹, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测猪肉中多兽药残留[J]. 食品与生物技术学报, 2020, 37(9): 44–50.
- YANG ZT, WU YJ, WANG Y, *et al.* Determination of veterinary drugs in porcine muscle by UPLC-MS/MS method [J]. *J Food Sci Biotechnol*, 2020, 37(9): 44–50.
- [20] 梁秀美, 张维一, 张微, 等. QuEChERS-HPLC-MS/MS 法同时测定水果中 38 种农药的残留量[J]. 食品科学, 2020, 41(8): 288–296.
- LIANG XM, ZHANG WY, ZHANG W, *et al.* Simultaneous determination of residues of 38 pesticides in fruits by QuEChERS combined with high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Food Sci*, 2020, 41(8): 288–296.
- [21] 戴尽波, 沈洁, 何啸峰, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法检测禽源性食品中氟虫腈及其代谢物[J]. 食品科学, 2021, 42(2): 325–332.
- DAI JB, SHEN J, HE XF, *et al.* Optimized QuEChERS combined with UPLC-MS/MS for determination of fipronil and its metabolites in poultry-derived foods [J]. *Food Sci*, 2021, 42(2): 325–332.
- [22] 吴婉琴, 范小龙, 黄坤, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡肉中 9 种大环内酯类抗生素[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(1): 34–42.
- WU WQ, FAN XL, HUANG K, *et al.* Determination of 9 kinds of macrolides antibiotics in chicken by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2021, 12(1): 34–42.
- [23] 张璇, 杨光听, 孔聪, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定水产品中镇静剂及其代谢物残留[J]. 分析化学, 2021, 49(3): 460–467.
- ZHANG X, YANG GX, KONG C, *et al.* Determination of tranquilizer and their metabolites residues in aquatic products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chin J Anal Chem*, 2021, 49(3): 460–467.
- [24] Commission Regulation (EU). 2020/685 of 20 May 2020 amending Regulation (EC) No 1831/2003 as regards maximum levels of perchlorate in certain foods [EB/OL]. [2020-05-20]. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?qid=1590542583284&uri=CELEX:32020R0685> [2020-07-01].

(责任编辑: 于梦娇 张晓寒)

作者简介



董恒涛, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测与分析。
E-mail: dht2003@126.com



张亚锋, 硕士, 副主任药师, 主要研究方向为药品及食品质量分析。
E-mail: 27327242@qq.com

艾芸, 博士, 副主任药师, 主要研究方向为食品药品检测。
E-mail: 453072249@qq.com