

高效液相色谱-二极管阵列检测器-荧光检测器 检测辣条中 16 种多环芳烃

申 睿^{1,2}, 曾习文², 李 莎², 刘平玉², 邱华丽², 李亦蔚², 谭 震^{1,2*}

(1. 食品安全监测与预警湖南省重点实验室, 长沙 410000; 2. 长沙县食品药品安全检测中心, 长沙 410100)

摘 要: **目的** 优化辣条基质中多环芳烃(polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs)的检测方法。**方法** 采用乙腈提取-QuEChERS 净化处理的方式, 通过提取溶剂种类和用量的优化, 建立高效液相色谱-二极管阵列检测器-荧光检测器检测辣条中 16 种多环芳烃的快速分析方法。**结果** 采用空白基质提取液配制标准曲线溶液, 16 种多环芳烃在 20~500 ng/mL 的范围内线性良好, 各目标物 r^2 范围在 0.9989~1.000 之间, 检出限(limits of detection, LODs)为 0.08~4.00 $\mu\text{g/kg}$, 定量限(limits of quantitation, LOQs)为 0.30~15.00 $\mu\text{g/kg}$, 实际样品测试中, 20、40 和 200 $\mu\text{g/kg}$ 3 个水平加标回收率为 73.09%~111.18%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)为 0.73%~4.48%。**结论** 该方法灵敏度好、回收率高、精密度高, 适用于辣条中 16 种多环芳烃的分析检测。**关键词:** 辣条; 高效液相色谱法; 多环芳烃; 荧光检测器

Determination of 16 kinds of polycyclic aromatic hydrocarbons in spicy strip by high performance liquid chromatography-diode array detector-fluorescence detector

SHEN Rui^{1,2}, ZENG Xi-Wen², LI Sha², LIU Ping-Yu², QIU Hua-Li², LI Yi-Wei², TAN Zhen^{1,2*}

(1. Hunan Provincial Key Laboratory of Food Safety Monitoring and Early Warning, Changsha 410000, China;
2. Changsha County Inspection Center for Food and Drug Safety, Changsha 410100, China)

ABSTRACT: Objective To optimize the method of determination polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in spicy strips. **Methods** Acetonitrile extraction-QuEChERS purification treatment was adopted, through the extraction of solvent type and dosage optimization, a rapid analysis method was established for the determination of 16 kinds of PAHs in spicy strips by high performance liquid chromatography equipped with both diode array detector and fluorescence detector. **Results** Standard curve solution was prepared with blank matrix extract, 16 kinds of PAHs showed good linear relationships ranging from 20-500 ng/mL with r^2 from 0.9989 to 1.000, the limits of detection (LODs) were 0.08–4.00 $\mu\text{g/kg}$, the limits of quantitation (LOQs) were 0.30–15.00 $\mu\text{g/kg}$. In actual sample tests, recoveries ranged from 73.09% to 111.18% at 3 different level of spiked samples of 20, 40 and 200 $\mu\text{g/kg}$ with relative standard deviations (RSDs) ranging from 0.73% to 4.48%. **Conclusion** The method has good sensitivity, high recovery and precision, and is suitable for the determination of 16 kinds of PAHs in spicy strip.

基金项目: 食品安全监测与预警湖南省重点实验室开放基金项目(2020FKJJ09)

Fund: Supported by the Hunan Provincial Key Laboratory of Food Safety Monitoring and Early Warning (2020FKJJ09)

*通信作者: 谭震, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: 20092853@qq.com

*Corresponding author: TAN Zhen, Master, Senior Engineer, Hunan Provincial Key Laboratory of Food Safety Monitoring and Early Warning, No.238 Shidaiyangguang Road, Yuhua District, Changsha 410000, China. E-mail: 20092853@qq.com

KEY WORDS: spicy strip; high performance liquid chromatography; polycyclic aromatic hydrocarbons; fluorescence detector

0 引 言

多环芳烃(polycyclic aromatic hydrocarbons, PAHs)指两个或两个以上苯环及稠环连接在一起的芳香族化合物, 是一类典型的持久性有机污染物, 它具有致癌、致畸、致突变的“三致”效应, 对人体有明显的危害^[1-4]。研究表明, 除了职业暴露、吸烟暴露之外, 膳食暴露已成为人群暴露于多环芳烃的主要途径^[5-7]。此外, 欧洲联盟食品安全局(European Food Safety Authority, EFSA)提出应针对食品中 16 种多环芳烃开展风险评估^[8]。

在我国, 辣条市场需求旺盛^[9-10], 辣条生产、加工技术门槛低, 生产企业不少为小作坊, 卫生管理水平有限, 这导致一些产品存在食品安全风险^[11-16]。辣条生产过程会使用大量食用油, 食用油中的多环芳烃会被引入辣条产品, 此外, 辣条生产所涉及的挤压、加热工艺也可能产生多环芳烃^[17-18]。我国 GB 5009.265—2021《食品安全国家标准 食品中多环芳烃的测定》规定了 15 种多环芳烃的高效液相色谱分析方法, 但该标准仅按含油量高低对样品预处理方法进行区分, 而未针对辣条基质提出专门的预处理方法, 故针对辣条基质的具体预处理条件仍值得进一步探究; 林海禄等^[19]针对辣条建立了一套苯并[a]芘的分析方法, 但却未将其他多环芳烃纳入考察范围; 沙贤亮等^[20]针对辣条中 4 种多环芳烃建立了气相色谱-质谱分析方法, 但同位素内标物和气相色谱-质谱仪价格昂贵、普及性不强, 且所涉及多环芳烃的涵盖范围有限、种类仍不够多。

本研究针对辣条基质, 采用乙腈提取、分散式固相萃取净化的方式, 使用高效液相色谱-二极管阵列检测器-荧光检测器(high performance liquid chromatography-diode array detector-fluorescence detector, HPLC-DAD-FLD)进行检测, 建立同时检测 16 种多环芳烃的快速检测方法, 为辣条产品中多环芳烃的监测和检测提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 试剂与材料

16 种多环芳烃: 苕、苈、蔡、苕烯、菲、蒽、荧蒽、芘、苯并[a]蒽、屈、苯并[b]荧蒽、苯并[a]芘、二苯并[a]蒽、苯并[a]芘、苯并[k]荧蒽和茚并[1,2,3-cd]芘混合标准溶液(200 $\mu\text{g/mL}$, 不确定度 3%, 中国坛墨质检科技股份有限公司); 甲醇、乙腈、丙酮、正己烷(色谱纯, 德国 Meerk 公司); 无水硫酸镁(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司);

ProElut QuEChERS 分散式固相萃取试剂(1 号试剂: 150 mg N-丙基乙二胺/900 mg 无水硫酸镁; 2 号试剂: 150 mg N-丙基乙二胺/15 mg 无定型碳黑/885 mg 无水硫酸镁, 北京迪科马科技有限公司); Poly-sery MIP-BAP 型固相萃取(solid phase extraction, SPE)小柱(上海安普实验科技股份有限公司); 0.22 μm 有机系滤膜(美国 PALL 公司)。

1.2 仪器设备

LC 1260 高效液相色谱仪(配备二极管阵列检测器和荧光检测器, 美国 Agilent Technologies 公司); AL204 型电子天平(量感 0.0001 g, 瑞士 Mettler Toledo 公司); HYPERSIL GREEN PAH 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm , 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); Milli-Q 去离子水发生器(美国 Millipore 公司); TD5K 型台式离心机(长沙东旺实验仪器有限公司); XH-B 型涡旋振荡器(江苏健康医疗用品有限公司); KQ-500B 型超声仪(昆山市超声仪器有限公司); HN132 型样品浓缩仪(济南海能仪器有限公司); M-N30 型氮气发生器(北京莱伯泰科仪器股份有限公司)。

1.3 样品提取

准确称取辣条样品约 2.5 g(精确到小数点后 4 位)于 50 mL 离心管中, 加入 5 mL 乙腈, 加入 2 g 无水硫酸镁并迅速振摇, 防止结块。涡旋提取 1 min 后, 500 W 超声提取 10 min, 提取完成后以 4000 r/min 的转速离心 5 min, 取上清液置于 10 mL 试管, 重复加入 5 mL 乙腈, 以相同流程再次涡旋、超声提取一次, 合并两次上清液。

1.4 净化和浓缩

在前述步骤合并所得提取液中, 加入 1.05 g 分散式固相萃取试剂的 1 号试剂, 迅速振摇约 30 s, 再以 4000 r/min 的速离心 3 min。准确移取 5 mL 上清液于另一试管, 以柔和的氮气吹干后, 用 1 mL 乙腈准确复溶。适当涡旋、超声以加速溶解, 将复溶后溶液过 0.22 μm 孔径有机系滤膜, 滤液待上机分析。

1.5 仪器条件

多环芳烃化合物的色谱分离采用梯度洗脱, 流动相 A 相为超纯水, B 相为乙腈, 色谱柱为 HYPERSIL GREEN PAH 色谱柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm), 梯度洗脱条件见表 1; 柱温箱设置为恒温 40 $^{\circ}\text{C}$; DAD 始终保持 225 nm 波长检测; FLD 采用相同的激发波长和两条不同的发射波长进行检测, 具体激发波长(excitation wavelength, Ex)和发射波长(emission wavelength, Em)见表 2。

表 1 色谱洗脱程序		
Table 1 Chromatographic elution procedures		
时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	40	60
6	40	60
10	30	70
16	4	96
31	4	96
32	40	60
35	40	60

表 2 荧光检测器激发及发射波长			
Table 2 Excitation and emission wavelengths of fluorescence detector			
时间/min	激发波长/nm	发射波长 1/nm	发射波长 2/nm
0.0	271	340	507
11.0	280	315	507
13.0	254	363	507
14.4	250	408	507
15.7	283	459	507
16.5	271	388	507
19.9	294	440	507
25.0	294	415	507
33.0	271	339	507

2 结果与分析

2.1 色谱条件的选择

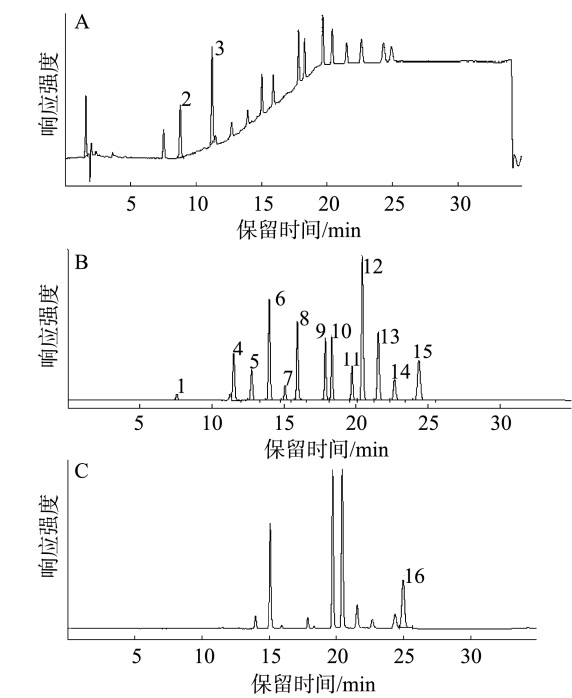
高效液相色谱检测多环芳烃类化合物多利用其大共轭结构的特性,使用荧光检测器进行定量分析^[21-25]。但本研究中 16 种多环芳烃目标物中,萘不产生荧光信号^[26],故本研究基于 DAD、FLD 不破坏被检测物质结构的特点,采用二极管阵列检测器与荧光检测器串联的方式,选用 225 nm 的紫外吸收波长对萘进行检测。

在实际色谱分离中,萘烯和茚结构非常相似,即使采取梯度洗脱,二者亦难以有效分离。由图 1 可知,在保留时间 12 min 附近,本研究发现茚在 225 nm 处紫外吸收信号约是萘烯的 11 倍;而在激发波长 280 nm,发射波长 315 nm 的条件下,萘烯的荧光信号强度约是茚的 6 倍。因此,选用二极管阵列检测器以 225 nm 吸收波长检测茚,选用荧光检测器以 Ex=280 nm、Em=315 nm 的条件检测萘烯,以尽可能减少目标物间的相互干扰。

除萘烯和茚外,苯并[a]芘与茚并[1,2,3,-cd]芘因保留时间较长,峰宽随保留时间延长而不断展宽^[27],致使峰位置

相对较近。虽然经梯度洗脱,这两种物质能实现理论意义上的色谱分离,但实际工作当中,苯并[a]芘和茚并[1,2,3,-cd]芘即使共用 294 nm 的激发波长,发射波长分别为 415 和 507 nm 时的差距很大。若勉强在两峰交界处切换波长,不但对系统稳定性要求极高,且容易因为微小的保留时间漂移影响检测数据准确性,故采用两条不同的荧光检测器检测信号轴线,以区分检测这两种物质。

综上所述,本研究采用高效液相色谱-二极管阵列检测器-荧光检测器的方式,通过一条二极管阵列检测器信号轴线,两条荧光检测器信号轴线同时采集信号,检测 16 种多环芳烃化合物,并进行定量。使用上述条件分离检测 16 中多环芳烃化合物的色谱图见图 1。



注: A: DAD 检测器的色谱图; B: FLD 检测器的发射波长 1 的色谱图; C: FLD 检测器的发射波长 2 的色谱图; 混合标准溶液由乙腈配制,质量浓度为 200 ng/mL; 1: 萘; 2: 萘; 3: 茚; 4: 萘烯; 5: 菲; 6: 蒽; 7: 荧蒽; 8: 芘; 9: 苯并[a]蒽; 10: 蒾; 11: 苯并[b]荧蒽; 12: 苯并[k]荧蒽; 13: 苯并[a]芘; 14: 二苯并[a]蒽; 15: 苯并[a]芘; 16: 茚并[1,2,3,-cd]芘。

图 1 16 种多环芳烃标准溶液色谱图
Fig.1 Chromatograms of 16 kinds of standard solutions of PAHs

2.2 提取条件优化

2.2.1 溶剂的选择

辣条样品含油较多,从此类基质中提取多环芳烃化合物常用的溶剂有乙腈、丙酮、正己烷、二氯甲烷等,其中二氯甲烷毒性、挥发性较大^[28-29],故本研究选择溶剂时,仅选取乙腈、丙酮、正己烷 3 种试剂进行考察。称取空白样品,加标至 200 μg/kg 水平,静置 1 h 后,分别以 5 mL 乙

腈、丙酮、正己烷提取 1 次, 回收率如图 2 所示。

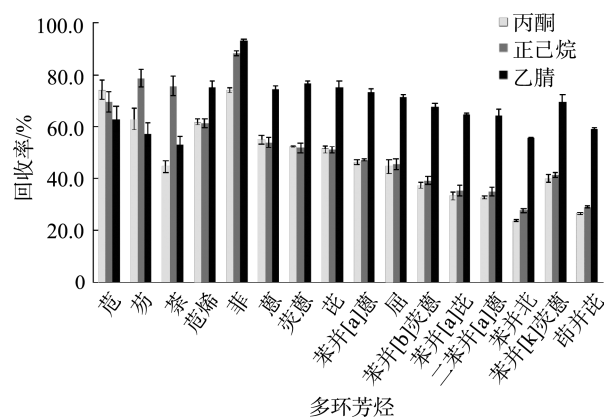


图 2 不同提取溶剂对多环芳烃回收率的影响(n=3)
Fig.2 Effects of different extract solvents on recoveries of PAHs (n=3)

由图 2 可知, 在提取辣条样品中多环芳烃化合物时, 丙酮对苊的提取效率略高于其他两种试剂; 正己烷提取芴、蔡两种化合物时回收率接近 80%, 而另外两种提取溶剂的回收率均不足 65%, 丙酮的提取效率更高; 但乙腈均对其他 13 种多环芳烃化合物均具有更高的提取效率。综上所述, 本研究选择乙腈作为提取试剂, 并用于之后的条件优化实验。

2.2.2 提取溶剂用量的选择

上述研究中, 虽然乙腈的提取效果较另外两种溶剂更为理想, 但总体回收率仍水平较低, 故选择增加溶剂的用量, 以尝试获得更好的提取效果。在这一步考察中, 本研究将溶剂用量增加到 10 mL, 分别以单次提取、5 mL 两次提取合并提取液的方式进行比较, 结果如图 3 所示。

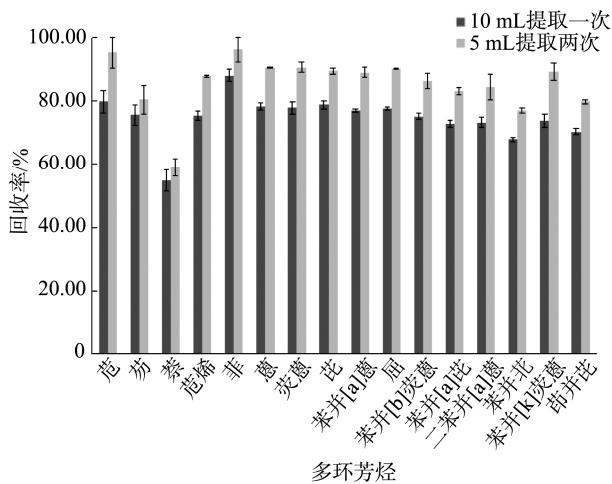


图 3 提取溶剂用量对多环芳烃回收率的影响(n=3)
Fig.3 Effects of solvent volumes on recoveries of PAHs (n=3)

由图 3 可知, 5 mL 乙腈两次提取对各多环芳烃化合物均具有更佳提取效果, 此现象亦与溶质在两相间分配定律

相符。在此提取条件下, 除蔡外, 其他多环芳烃化合物已取得了 77.02%~96.21%的回收率, 综合考虑减少有机试剂的使用及缩减操作步骤、缩短预处理时间的实际需求, 故没有进一步增加提取溶剂用量或增加提取次数。随后的优化工作, 均以 5 mL 乙腈提取两次的方式进行。

2.2.3 基质效应的影响

在色谱分析中, 基质效应常对目标化合物信号产生增强或减弱的影响^[30]。辣条样品含油量较高, 为考察氮吹吹干的杂质复溶于乙腈后是否会影响分析信号, 本研究选取空白基质样品, 用与加标样品完全相同的方式进行处理, 获取基质提取液, 并用其配制 250 ng/mL 标准样品溶液, 将配得基质标准溶液与乙腈配制的溶剂标准溶液进行比较, 两者峰面积比值如表 3 所示。

表 3 基质效应对多环芳烃响应的影响(n=3)
Table 3 Effects of matrix effects on responses of PAHs (n=3)

化合物名称	基质标准 峰面积	溶剂标准 峰面积	比值/%
苊	90.4	74.7	121.0
芴	177.5	138.3	128.3
蔡	90.0	82.0	109.8
芘	344.4	332.6	103.5
菲	244.1	200.9	121.5
蒽	487.6	483.2	100.9
荧蒽	92.4	91.4	101.1
比	420.6	387.6	108.5
苯并[a]蒽	313.5	307.5	102.0
屈	327.0	328.5	99.5
苯并[b]荧蒽	195.1	199.3	97.9
苯并[a]比	484.8	477.6	101.5
二苯并[a]蒽	168.3	167.3	100.6
苯并[k]荧蒽	334.8	326.7	102.5
苯并[a]芘	71.1	70.4	101.0
茚并[1,2,3-cd]比	36.1	36.2	99.8

注: 比值/%=基质标准峰面积/溶剂标准峰面积×100。

由表 3 可知, 除苊、芴、菲外, 其他多环芳烃化合物的基质标准溶液与溶剂标准溶液在相同浓度下响应强度相似。在考察苊、芴、菲目标物时, 发现其信号均受到基质噪音的干扰, 尤以苊、芴两种化合物通过二极管阵列检测器定量, 选择性较差, 受干扰相对更为严重。整体而言, 本方法的基质效应并不明显, 但为提高实验的准确性, 在实际样品的测试中, 本研究选取基质匹配标准溶液制作标准曲线对样品定量。

2.3 净化条件优化

在净化步骤中,本研究选取两种商品化 QuChERS 试剂与商品化苯并芘 SPE 小柱进行对比,QuChERS 试剂的原料配比及固相萃取小柱信息详见材料与试剂部分,提取液经 3 种不同净化材料处理,回收率如图 4 所示。

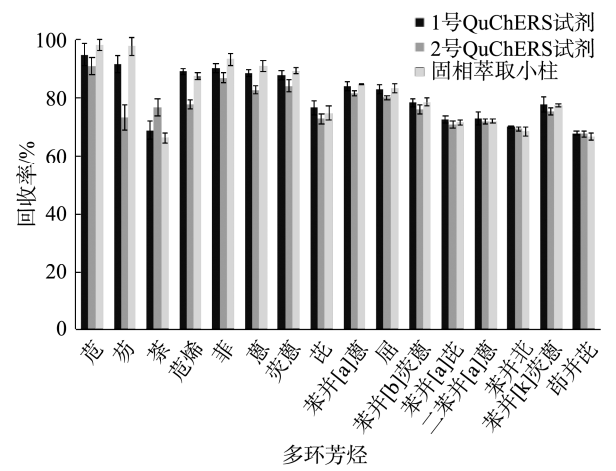


图 4 不同净化方式对多环芳烃回收率的影响(n=3)
Fig.4 Effects of different clean up method on recoveries (n=3)

由图 4 可知,使用 2 号 QuChERS 试剂时,各目标物回收率普遍偏低。结合两种 QuChERS 试剂原料配比进行分析,发现无定型碳黑对苊、苊烯等多环芳烃具有显著的吸附作用且不易洗脱,即使少许添加也会使回收率明显降低。虽然 1 号试剂处理提取液所取得的回收率会稍低于 SPE 小柱处理的结果,但考虑到 QuChERS 试剂净化操作简单且用时更少,故选择 1 号 QuChERS 试剂作为净化材料。值得说明的是,无论采用哪种净化方式均无法消除空白基质样品在 DAD 检测器上,保留时间 8.8 min 处的一干扰峰,故苊的定量,采用峰面积减扣背景的方式进行计算。

2.4 线性关系和检出限

为考察该方法的线性及精密度,采取空白基质提取液配制 20、50、125、250、500 ng/mL 水平的标准溶液,各目标物的线性方程见表 4。综合表 4 及前述标准曲线系列数据可知,本方法 16 种 PAHs 在 20~500 ng/mL 范围内, $r^2>0.99$,线性关系良好,同时,本研究从基质标色谱图中选取若干段平稳基线,通过峰高与基线噪音比较,以信噪比(S/N)为 3 和 10 分别推算方法检出限(limits of detection, LODs)和方法定量限(limits of quantitation, LOQs),其结果同样列于表 4。GB 2762—2017《食品安全国家标准 食品中污染物限量》规定,苯并[a]芘在不同食品基质中限量值为 5.0~10.0 $\mu\text{g/kg}$,本方法苯并[a]芘检出限为 0.24 $\mu\text{g/kg}$,可以满足分析要求,其他多环芳烃化合物 GB 2762—2017 未作规定,但参考苯并[a]芘,同样可以认为这些多环芳烃化合物的灵敏度能够满足分析要求。

表 4 16 种多环芳烃的线性方程、检出限和定量限
Table 4 Linear equations, LODs and LOQs of 16 kinds of PAHs

目标物	线性方程	LODs /($\mu\text{g/kg}$)	LOQs /($\mu\text{g/kg}$)
芘	$Y=0.2712X+9.6299$	4.00	15.00
苊	$Y=0.5595X$	4.00	15.00
苯	$Y=0.2396X+2.2968$	0.80	3.00
苊烯	$Y=1.1035X+11.324$	0.40	1.50
菲	$Y=0.6731X+20.204$	0.40	1.50
蒽	$Y=1.4118X+8.8183$	0.20	0.75
苊烯	$Y=0.3013X+1.8532$	0.80	3.00
芘	$Y=1.279X+11.146$	0.16	0.60
苯并[a]苊	$Y=0.9507X+4.7614$	0.40	1.50
芘	$Y=0.9828X+3.0544$	0.40	1.50
苯并[b]苊	$Y=0.6181X-0.2541$	0.80	3.00
苯并[a]芘	$Y=1.3984X+6.2597$	0.24	0.90
二苯并[a]苊	$Y=0.4952X+0.2747$	0.80	3.00
苯并苊	$Y=0.9868X+1.0508$	0.40	1.50
苯并[k]苊	$Y=0.205X-0.0281$	0.08	0.30
苊并[1,2,3,-cd]芘	$Y=0.1094X-0.4589$	0.80	3.00

2.5 加标实验与实际样品测试

该方法用于加标实验及实际样品检测。在 3 种市售辣条样品中 16 种多环芳烃均未检出。为进一步检测方法的有效性,本研究以 20、40 和 200 $\mu\text{g/kg}$ 3 个不同的水平对样品加标检测。为满足精密度的需求,每组样品平行测试 6 份,3 种不同加标水平下,16 种多环芳烃的回收率均处于 72.03%~111.18% 的范围,相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)均处于 0.73%~4.48% 的范围,详见表 5,具有较好的精密度,适用于辣条中多环芳烃的检测分析。

3 结 论

本研究采用乙腈提取、QuEChERS 净化、高效液相色谱-二极管阵列检测器-荧光检测器的方法,针对辣条基质,建立了一套行之有效的多环芳烃检测方法,丰富了辣条基质中多环芳烃类化合物的色谱检测范围。方法灵敏度好、回收率高、精密度高,适用于辣条中 16 种多环芳烃的分析检测。同 GB 5009.265—2021 方法相比,本方法虽波长选择较为复杂,受辣条含油的复杂基质影响,部分目标物灵敏度亦有所欠缺,但在引入 DAD 检测器后,本方法可全面覆盖 16 种多环芳烃,同时,前处理过程也更为简便,是一种适用于辣条中 16 种多环芳烃化合物的快速检测方法。但是,因本研究使用统一浓度的多环芳烃混标,

故所有目标物在配制标准曲线时均处于相同浓度水平。为保证茈、芴等检出限较高的目标物准确检出, 苯并[k]荧蒽、蒽、芘等检出限较低的目标物的标准曲线范围实际上均远高于自身检出限。若条件允许, 使用 16 种多环芳烃化合物单标, 根据各目标物响应值的不同, 配制浓度水平不同的混合标准溶液, 将可显著降低部分多环芳烃化合物的标准曲线范围, 这也将更加有助于部分目标物低含量时的定量分析。

表 5 加标样品回收率和精密度(n=6)
Table 5 Recoveries and RSDs of the spiked samples (n=6)

目标物	20 µg/kg		40 µg/kg		200 µg/kg	
	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%	平均回收率/%	RSDs/%
茈	106.50	2.42	97.48	4.48	80.12	3.95
芴	111.18	4.01	91.38	3.31	80.93	0.82
蒽	75.25	3.77	73.03	4.42	72.03	4.35
芘烯	100.70	2.46	88.96	3.23	99.33	1.88
菲	97.65	1.82	102.02	2.01	98.12	2.27
蒽	105.99	3.00	94.15	1.64	96.85	1.78
荧蒽	103.46	1.43	99.54	1.36	97.21	1.37
芘	102.52	1.24	89.96	0.88	92.09	2.36
苯并[a]蒽	108.80	0.73	94.54	3.79	93.11	1.41
屈	106.86	0.92	93.65	3.35	92.89	1.18
苯并[b]荧蒽	105.76	1.98	89.48	3.71	88.33	1.42
苯并[a]芘	101.58	1.25	80.74	0.88	83.69	1.05
二苯并[a]蒽	103.14	2.23	82.23	1.17	84.50	1.14
苯并芘	90.60	2.55	74.81	0.78	73.09	1.45
苯并[k]荧蒽	105.64	1.05	87.34	0.76	88.33	1.36
茚并[1,2,3,-cd]芘	96.97	1.98	76.88	1.51	75.97	1.42

参考文献

[1] DIANA J, FREE M, FRANK CRC. Wood boring as a source of atmospheric polycyclic aromatic hydrocarbons [J]. Environ Sci Technol, 1990, 24: 1581–1585

[2] 赵文昌, 程金平, 谢海赞, 等. 环境中多环芳烃(PAHs)的来源与监测分析方法[J]. 环境科学与技术, 2006, 29(3): 105–107.
ZHAO WC, CHENG JP, XIE HY, *et al.* PAHs: Sources, pathway and their monitoring and analysis [J]. Environ Sci Technol, 2006, 29(3): 105–107.

[3] WANG M, JIA S, LEE SH, *et al.* Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in indoor environments are still imposing carcinogenic risk [J]. J Hazard Mater, 2020, 409: 124531.

[4] STUPPNER S, HUSSAIN S, MRK B, *et al.* An automated preloaded pipet tip SPE method for the accurate quantification of carcinogenic polycyclic aromatic hydrocarbons from tea [J]. Anal Methods, 2020, 12: 1827–1833

[5] 李新荣, 李本纲, 陶澍, 等. 天津地区人群对多环芳烃的暴露[J]. 环境科学学报, 2005, 25(7): 989–993.
LI XR, LI BG, TAO S, *et al.* Population exposure to PAHs in Tianjin area [J]. Acta Sci Circum, 2005, 25(7): 989–993.

[6] 李新荣, 赵同科, 于艳新, 等. 北京地区人群对多环芳烃的暴露及健康

风险评价[J]. 农业环境科学学报, 2009, 28(8): 1758–1765.

LI XR, ZHAO TK, YU YX, *et al.* Population exposure to PAHs and the health risk assessment in Beijing area [J]. J Agric Environ Sci, 2009, 28(8): 1758–1765.

[7] IBANEZ R, AGUDO A, BERENGUER A, *et al.* Dietary intake of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in Spanish population [J]. J Food Protect, 2005, 68(10): 2190–2195.

[8] 曹梦思. 食品中多环芳烃的研究现状[J]. 中国油脂, 2012, 37(3): 60–73
CAO MS. Research status of polycyclic aromatic hydrocarbons in food [J]. China Oils Fats, 2012, 37(3): 60–73.

[9] 安虹, 谭炜. 调味面制品产品现状调研分析[J]. 安徽农业科学, 2016, (3): 88–89.
AN H, TAN W. The quality sstatus investigation and analysis of seasoning flour products [J]. J Anhui Agric Sci, 2016, (3): 88–89.

[10] 何莲, 吴洁, 王璐, 等. 市售辣条食品相关指标的调查分析[J]. 农业与技术, 2019, (17): 41–43.
HE L, WU J, WANG L, *et al.* Investigation and analysis on relevant indexes of spicy strip food in the market [J]. Agric Technol, 2019, (17): 41–43.

[11] 邓玉秀, 朱秀菊, 黄海霞, 等. 辣条中防腐剂使用现状分析[J]. 食品安

- 全质量检测学报 2020, 11(6): 1969–1972.
- DENG YX, ZHU XJ, HUANG HX, *et al.* A reserch on present situation of preservatives in spicy strips [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(6): 1969–1972.
- [12] 刘少伟, 阮赞林. 疯狂的“辣条”-有关“辣条”的食品安全隐患[J]. 质量与标准化, 2015, (5): 35–36.
- LIU SW, RUAN ZL. Crazy “spicy strips”-Hidden food safety hazards related to “spicy strips” [J]. *Qual Stand*, 2015, (5): 35–36.
- [13] 王城. 严抓食品安全将加快“辣条”行业淘汰速率[J]. 农村经济与科技: 农业产业化, 2015, (4): 72–73.
- WANG C. Strictly regulating food safety will accelerate the elimination rate of “spicy food” industry [J]. *Rural Econ Sci Technol*, 2015, (4): 72–73.
- [14] 赵雯婧, 炊慧霞, 马笑菲. 河南省校园周边预包装辣条类调味品制品微生物污染状况调查[J]. 中国卫生检验杂志, 2021, 31(12): 1523–1527.
- ZHAO WJ, CUI HX, MA XF. Investigation on microbial polutions of prepackaged spicy strip around campus in Henan Province [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2021, 31(12): 1523–1527.
- [15] HASAN NY. Senyawa Toksik Pencemar Udara: Polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) [J]. *J Reka Lingkungan*, 2020, 8: 67–77.
- [16] LIU YX, CHEN H. Present situation of food additives in spicy strips [J]. *China Food Saf Mag*, 2020, (33): 125–126.
- [17] 刘冬梅, 周若雅, 王勇, 等. 煎炸及烤制食品中危害物的形成与控制研究进展[J]. 食品工业科技, 2021, 42(17): 405–412.
- LIU DM, ZHOU RY, WANG Y, *et al.* Research progress on formation mechanism and control technology of hazards in fried and roasted foods [J]. *Sci Technol Food Ind*, 2021, 42(17): 405–412.
- [18] 路杨, 刘印平, 王丽英, 等. 高风险食品中多环芳烃含量调查与分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(18): 6608–6613.
- LU Y, LIU YP, WANG LY, *et al.* Investigation and analysis of polycyclic aromatic hydrocarbons content in high risk food [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(18): 6608–6613.
- [19] 林海祿, 彭雪娇, 孙毅, 等. 高效液相色谱法测定辣条中苯并[a]芘的含量[J]. 东华理工大学学报: 自然科学版, 2019, 42(3): 291–294.
- LIN HL, PENG XJ, SUN Y, *et al.* Determination of benzo[a]pyrene in spicy bar by high performance liquid chromatography [J]. *J East China Univ Technol (Nat Sci)*, 2019, 42(3): 291–294.
- [20] 沙贤亮, 吴平谷, 秦延平, 等. 同位素内标结合真空浓缩气相色谱-质谱法测定辣条中 4 种多环芳烃标志物[J]. 卫生研究, 2020, 49(4): 603–607.
- SHA XL, WU PG, QIN YP, *et al.* Determination of 4 polycyclic aromatic hydrocarbons in spicy strips by vacuum concentration coupled with isotope dilution gas chromatography-mass spectrometry [J]. *J Hyg Res*, 2020, 49(4): 603–607.
- [21] 张建华, 黄颖, 陈晓秋, 等. 分散液-液微萃取-高效液相色谱法测定环境水样中的多环芳烃[J]. 色谱, 2009, 27(6): 799–803.
- ZHANG JH, HUANG Y, CHEN XQ, *et al.* Dispersive liquid-liquid microextraction coupled with high performance liquid chromatography for the determination of polynuclear aromatic hydrocarbons in environmental water samples [J]. *Chin J Chromatogr*, 2009, 27(6): 799–803.
- [22] SINGH L, AGARWAL T. Comparative analysis of conventional and greener extraction methods and method validation for analyzing PAHs in cooked chicken and roasted coffee [J]. *Food Chem*, 2021, 364: 130440.
- [23] STUPPNER S, HUSSAIN S, MRK B, *et al.* An automated preloaded pipet tip SPE method for the accurate quantification of carcinogenic polycyclic aromatic hydrocarbons from tea [J]. *Anal Methods*, 2020, 12: 1827–1833.
- [24] KIM DY, LEE BE, SHIN HS. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAHs) in smoking cessation aids by using high-performance liquid chromatography [J]. *Anal Biochem*, 2021, 617(64): 114–119.
- [25] 张文博, 刘宾绪, 江涛, 等. 环渤海渔港沉积物多环芳烃的污染特征和生态风险评价[J]. 环境化学, 2022, 41(2): 561–571.
- ZHANG WB, LIU BX, JIANG T, *et al.* Pollution characteristics and ecological risk assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons in sediments from fishing ports along the coast of Bohai Sea [J]. *Environ Chem*, 2022, 41(2): 561–571.
- [26] SHU M, DAN M, XIAOHUI JI, *et al.* Determination of 16 PAHs in workplace air by high performance liquid chromatography with ultraviolet/fluorescence detection [J]. *China Occup Med*, 2019, 46: 469–473.
- [27] 张瀚. 评述色谱柱效的一个新概念—实际塔板数[J]. 浙江化工, 1979, (3): 43–47.
- ZHANG H. Actual plate number-A new concept of chromatographic column efficiency [J]. *Zhejiang Chem Ind*, 1979, (3): 43–47.
- [28] MURDOCH RW, CHEN G, MURDOCH FK, *et al.* Global distribution of anaerobic dichloromethane degradation potential [J]. *Bio Rxiv*, 2021. DOI: <https://doi.org/10.1101/2021.08.30.458270>
- [29] 张明, 闫欢, 刘保峰. 二氯甲烷毒性及生物监测的研究进展[J]. 环境与健康杂志, 2015, 32(12): 1108–1112.
- ZHANG M, YAN H, LIU BF. Toxicity and bio-monitoring of dichloromethane: A review of recent studies [J]. *J Environ Health*, 2015, 32(12): 1108–1112.
- [30] AL-ALAM J, LÉVY M, BA H, *et al.* Passive air samplers based on ceramic adsorbent for monitoring of pesticides, polycyclic aromatic hydrocarbons and polychlorinated biphenyls in outdoor air [J]. *Environ Technol Innov*, 2020, 20: 101094.

(责任编辑: 郑 丽 张晓寒)

作者简介



申 睿, 硕士, 中级工程师, 主要研究方向为食品安全检测
E-mail: 522630261@qq.com



谭 震, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全检测。
E-mail: 20092853@qq.com