

## 实验技术与方法

基质固相分散-亲水交互作用色谱-串联质谱法测定牛奶中  
5种氨基糖苷类抗生素残留量王炼<sup>1</sup>, 刘少琼<sup>2</sup>, 杨碧霞<sup>3</sup>, 曾红燕<sup>4</sup>

(1.成都市疾病预防控制中心, 四川 成都 610041; 2.西安市未央区疾病预防控制中心, 陕西 西安 710016; 3.西安市疾病预防控制中心, 陕西 西安 710068; 4.四川大学华西公共卫生学院, 四川 成都 610041)

**摘要:**目的 研究亲水交互作用色谱-串联质谱测定牛奶中5种氨基糖苷类抗生素的方法。方法 样品经含二氧化硅和乙二胺四乙酸二钠混合材料进行基质固相分散提取后, 用含0.1%甲酸的超纯水洗脱, 亲水交互作用色谱-串联质谱分析, 对样品前处理的模式和条件、色谱分析的固定相和流动相进行优化。结果 三个浓度的样品加标试验结果显示, 回收率为65.7%~96.5%, 相对标准偏差为4.3%~8.6% ( $n=6$ ), 定量限和检出限分别为8.0~80和2.5~25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。结论 建立的分析方法简便、准确、灵敏, 满足牛奶中5种氨基糖苷类抗生素残留检测要求。

**关键词:**液相色谱-串联质谱; 亲水交互作用; 基质固相分散; 动物源性食品; 氨基糖苷类抗生素; 牛奶; 兽药残留

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2019)03-0222-05

DOI: 10.13590/j.cjfh.2019.03.006

**Determination of 5 aminoglycoside residues in milk by matrix solid phase dispersion-hydrophilic interaction chromatography-tandem mass spectrometry**

WANG Lian<sup>1</sup>, LIU Shaoqiong<sup>2</sup>, YANG Bixia<sup>3</sup>, ZENG Hongyan<sup>4</sup>

(1. Chengdu Centre for Disease Control and Prevention, Sichuan Chengdu 610041, China;

2. Xi'an Weiyang Centre for Disease Control and Prevention, Shaanxi Xi'an 710016, China;

3. Xi'an Centre for Disease Control and Prevention, Shaanxi Xi'an 710068, China;

4. West China School of Public Health, Sichuan University, Sichuan Chengdu 610041, China)

**Abstract: Objective** To establish a method for determination of 5 aminoglycoside residues in milk by hydrophilic interaction chromatography-tandem mass spectrometry. **Methods** The sample was extracted by matrix solid phase dispersion with silicon and ethylenediaminetetraacetic acid disodium salt. After the elution using 0.1% formic acid, the sample was detected by hydrophilic interaction chromatography-tandem mass spectrometry. The conditions of elution for mobile phase and analysis for mass spectrometry were optimized. **Results** The recoveries of three spiked were at 65.7%-96.5% and the relative standard deviations of detection were at 4.3%-8.6% ( $n=6$ ). The limits of quantification and detection were 8.0-80  $\mu\text{g}/\text{kg}$  and 2.5-25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ . **Conclusion** The method is simple, accurate, sensitive and it can meet the determination requirements of drug residues in foods.

**Key words:** Liquid chromatography-tandem mass spectrometry; hydrophilic interaction; matrix solid phase dispersion; animal derived food; aminoglycoside; milk; veterinary drug residues

氨基糖苷类抗生素 (aminoglycosides, AGs) 是由链霉菌属和小单孢子菌属在生长过程中产生的一类广谱的抗生素, 对革兰阴性菌感染引起疾病作用尤其明显, 是人体和动物经常使用的药物之一<sup>[1]</sup>。

由于 AGs 会引起耳毒性和中毒性肾损伤, 为了防止通过食物链引起中毒, 2006 年欧盟就禁止将其作为动物的生长促进剂使用, 美国、日本等也规定了在食品中的最大残留量, 我国也加强了 AGs 在动物源性食品中的残留监控, 见表 1。

AGs 主要包含两个或多个氨基糖, 由配苷键与中心的己糖或戊糖相连, 相对于其他抗生素, AGs 分子量较大。由于氨基的存在, AGs 表现为弱碱性, 而较多羟基的结构使其具有极高的水溶性, 强极性

收稿日期: 2019-03-28

基金项目: 中国博士后面上项目 (2012M521703)

作者简介: 王炼 男 主任技师 研究方向为有机污染物残留分析

E-mail: septwolvesnjwl@163.com

表 1 欧盟及其他部分国家的 AGs 最大残留限量标准  
Table 1 AGs maximum residue limit for EU and other countries

国家/组织	双氢链霉素	链霉素	大观霉素	卡那霉素
欧盟 <sup>[2]</sup>	肉 500 μg/kg, 奶 200 μg/kg	肉 500 μg/kg, 奶 200 μg/kg	肉 200 μg/kg, 奶 200 μg/kg	—
美国 <sup>[3]</sup>	肉 500 μg/kg	肉 500 μg/kg	牛肉 250 μg/kg, 猪肉 100 μg/kg	—
加拿大 <sup>[4]</sup>	牛奶 125 μg/kg	牛奶 125 μg/kg	可食用组织 100 μg/kg	—
日本 <sup>[5]</sup>	肉 600 μg/kg, 奶 200 μg/kg (计两者总量)	—	肉 500 μg/kg, 奶 200 μg/kg	肉 40 μg/kg, 奶 400 μg/kg
中国 <sup>[6]</sup>	—	—	可食用组织 100 μg/kg	肉 100 μg/kg, 肝 300 μg/kg

注:—表示无该项标准

和高水溶性也给样品前处理和色谱增加了难度。采用液液萃取<sup>[7]</sup>和固相萃取<sup>[8]</sup>的前处理方式处理牛奶样品,加标回收率不甚理想。柱后衍生-高效液相色谱-紫外/荧光<sup>[7-8]</sup>、毛细管电泳<sup>[9]</sup>两种检测方法虽然简便,但灵敏度不高,传统的液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)方法在流动相中加入离子对试剂,灵敏度较色谱方法有提高,但离子对试剂导致系统稳定性差和高离子强度抑制待测物电离的问题比较突出<sup>[10-11]</sup>。亲水交互作用色谱(hydrophilic interaction chromatography, HILIC)近来发展迅速,使用反相液相色谱(RPLC)的流动相,可分离强极性有机物,解决了AGs的分离问题<sup>[12-13]</sup>,且易与质谱联用<sup>[14-15]</sup>。

本试验利用基质固相分散(matrix solid phase dispersion, MSPD)技术对高水溶性的5种AGs进行提取后,经HILIC-MS/MS检测,方法简便且灵敏度高,适合于牛奶中AGs的残留检测,可满足国内外对AGs的残留限量标准。

## 1 材料与方 法

### 1.1 主要仪器与试剂

Ultimate DGP-3600 高效液相色谱(美国赛默飞),QTrap3200 串联质谱仪(美国 AB Sciex),Vortex Genius3 型涡旋混匀器,2034 型真空泵,VisiprepTM-DL 固相萃取系统(美国 Sepulco),固相萃取(SPE)空管(6 ml)及配套熔融玻璃隔板均购自美国 Agilent, SiELC® Obelisc R 色谱柱(2.1 mm × 100 mm, 5 μm, 美国 SIELC Technologies)。

大观霉素(99.0%, CAS: 1695-77-8)、链霉素(98.0%, CAS: 57-92-1)、双氢链霉素(99.0%, CAS: 77093-29-9)、阿米卡星(98.0%, CAS: 37517-28-5)、卡那霉素(94.5%, CAS: 8063-07-8)标准品均购自德国 Dr. Ehrenstorfer GmbH, 二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)填料(美国 Sigma), 乙二胺四乙酸二钠盐(EDTA 二钠盐, 分析纯), 甲醇、乙腈均为 HPLC 级, 甲酸(色谱纯), 试验用水均为超纯水。

### 1.2 方法

#### 1.2.1 标准溶液的制备

分别准确称取 5.0 mg 大观霉素、链霉素、双氢

链霉素、阿米卡星、卡那霉素标准品,用 10 ml 甲醇-水(70:30, V/V)溶解,配得各分析物浓度为 0.5 mg/ml 储备液,保存棕色瓶中。用甲醇稀释各储备液 50 倍,得到各分析物浓度为 10 μg/ml 的标准中间液。

#### 1.2.2 样品前处理

取 0.5 g 牛奶、1.25 g SiO<sub>2</sub> 填料和 1.25 g EDTA 二钠盐于玻璃研钵中,研磨混匀后,将样品填入具有筛板的 SPE 管中。依次用 2 ml 乙腈、2 ml 乙腈-1.0% 甲酸(95:5, V/V)、2 ml 乙腈-1.0% 甲酸(90:10, V/V)、2 ml 乙腈-1.0% 甲酸(85:15, V/V) 洗涤研钵和玻璃棒,并转入 SPE 管中在强真空状态下淋洗,控制流速为 0.5~1.0 ml/min。最后用 2 ml 0.1% 甲酸溶液以 0.5 ml/min 的速度洗脱,并收集洗脱液。用乙腈将洗脱液准确定容至 2 ml,用 0.22 μm 滤膜过滤后分析。

#### 1.2.3 基质曲线的制备

用不含所测定的 5 种 AGs 的牛奶作为基质,按 1.2.2 步骤得到空白基质作为溶剂,吸取不同量的各分析物的标准中间液,配制成不同浓度的混合标准系列(其中双氢链霉素浓度分别为 2、5、20、100、200 ng/ml;大观霉素和卡那霉素浓度分别为 4、10、40、200、400 ng/ml;链霉素和阿米卡星浓度分别为 20、50、200、1 000、2 000 ng/ml)。所有溶液均放置于-20℃冰箱中避光保存。

#### 1.2.4 仪器条件

色谱:色谱柱:SiELC® Obelisc R(2.1 mm × 100 mm, 5 μm),流动相 A 为含 0.1% 甲酸的乙腈,流动相 B 为 0.1% 甲酸,柱温为 40℃,进样量为 20 μl,流速为 0.3 ml/min,梯度洗脱条件见表 2。

表 2 梯度洗脱条件

Table 2 Condition of gradient elution

时间/min	A/%	B/%
0.00	90	10
1.00	45	55
3.00	5	95
6.00	5	95
6.01	90	10
9.00	90	10

质谱:电离模式为电喷雾正离子源( $ESI^+$ ),气帘气压力(CUR)为172 kPa,碰撞气压力(CAD)为34.5 kPa,离子源电压为5 500 V,离子源温度为550 ℃,雾化气压力为172 kPa,辅助加热气压力为172 kPa。扫描模式为多反应离子监测(MRM),离子条件见表3。

表3 5种AGs的MRM条件

Table 3 MRM condition of five AGs

分析物	一级离子 /( $m/z$ )	产物离子 /( $m/z$ )	去簇电压 /V	碰撞能量 /V
大观霉素	333.1	140.0*	65	30
		121.9	65	33
链霉素	582.2	263.3*	160	42
		246.1	160	50
双氢链霉素	584.2	263.4*	80	39
		246.1	80	52
阿米卡星	425.2	264.3	31	23
		163.0*	32	30
卡那霉素	485.2	163.1*	33	32
		205.1	33	30

注:\*为定量离子

## 2 结果与分析

### 2.1 MSPD 条件优化

MSPD具有简便快速、提取效率高等优点,常用于动物源性食品中兽药多残留检测的样品前处理<sup>[16]</sup>。本试验采用 $SiO_2$ 填料与EDTA二钠盐共同组成提取材料( $SiO_2$ 吸附AGs,EDTA二钠盐有利于除去牛奶基质中的金属离子)对牛奶中5种AGs进行提取。考察了水、0.1%甲酸以及乙腈等溶液的洗脱效果,用样品的加标回收率(添加双氢链霉素和卡那霉素30  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,大观霉素60  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,链霉素和阿米卡星300  $\mu\text{g}/\text{kg}$ )考察提取效率。采用乙腈洗脱,5种AGs均不能被洗脱;采用水或一定浓度的甲酸水溶液洗脱,结果显示5种AGs均能被洗脱,比较而言,甲酸水溶液洗脱得到的各分析物回收率高于水洗脱。进一步优化甲酸浓度对洗脱效率的影响,分别用0.1%、0.25%、0.5%、0.75%、1.0%甲酸水溶液洗脱,计算样品加标回收率,结果表明,采用0.1%甲酸水溶液洗脱时,各分析物的回收效果最好,回收率范围为71.3%~93.4%。

为了减少质谱分析时的基质效应,尽量除去牛奶样品中的干扰物质,方法采用乙腈、乙腈-甲酸混合溶液淋洗以除去牛奶中不同极性的干扰物质。本试验将乙腈作为淋洗液,并逐渐加大1.0%甲酸的比例以除去样品中的杂质,将每段淋洗液均收集进样,发现在乙腈-1.0%甲酸(80:20, V/V)的淋洗液中可以检出少量阿米卡星。最终确定依次采用2 ml乙腈、2 ml乙腈-1.0%甲酸(95:5, V/V)、2 ml乙腈-

1.0%甲酸(90:10, V/V)、2 ml乙腈-1.0%甲酸(85:15, V/V)淋洗除杂,2 ml 0.1%甲酸溶液洗脱目标化合物。

### 2.2 HILIC 条件优化

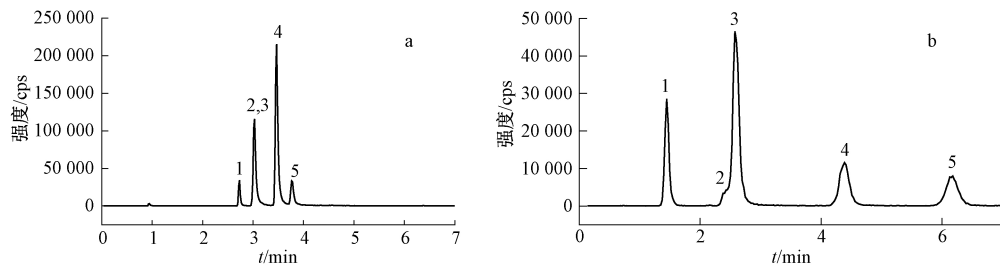
用于HILIC的固定相为极性,易吸附水分和其他极性溶剂,从而促进溶质从大量流动相中分配至固定相表面上被部分吸附的极性液层。适合于HILIC的固定相有未衍生化的硅胶或杂化颗粒、酰胺、氨基、二醇、两性离子(ZIC)以及不常用的环糊精类和聚琥珀酰亚胺键合物质等类型。其中有文献<sup>[17]</sup>报道,适合于分离AGs的有未衍生化的硅胶、杂化颗粒和ZIC三种,其中ZIC对AGs的分离效果较好。近年来有文献<sup>[18]</sup>报道,在HILIC基础上键合弱离子交换性质的固定相,如Obelisc R、Obelisc N色谱柱,对无极性、弱极性和极性的混合物分离效果良好。本试验考察了以烷基三甲胺乙酯的HILIC色谱柱(ZIC-HILIC)、结合离子交换作用的HILIC色谱柱(Obelisc R)两种固定相,对流动相溶液、甲酸浓度、乙酸铵浓度进行了一系列的比较分析。

使用ZIC固定相时,用三元等度洗脱条件,保持乙腈比例20%不变,改变乙酸铵与甲酸的浓度和比例,以研究流动相离子强度与pH值对保留时间和峰形的影响。最终确定了最优流动相为乙腈-150 mmol/L乙酸铵-1.0%甲酸(20:40:40, V/V)。

使用Obelisc R柱时,分别用水、乙腈和甲醇作为标准溶液稀释剂,试验发现甲醇作为稀释剂时响应值最高。以文献<sup>[19]</sup>的方法为基础,优化了流动相条件,结果显示0.1%甲酸与含0.1%甲酸的乙腈作为流动相时,分析物的响应值最高。两种色谱柱在优化得到的分析条件下,分析标准物质(各分析物浓度均为1  $\mu\text{g}/\text{ml}$ )的色谱图见图1。链霉素和双氢链霉素理化性质相近,在色谱上不能分离,只有通过有差异的一级离子(链霉素 $m/z$  582.2,双氢链霉素 $m/z$  584.2),提取离子方式区分。结果显示,两种类型的HILIC色谱柱均能满足方法要求,但使用Obelisc R柱分析时灵敏度优于ZIC柱。

### 2.3 方法有效性

用空白基质配得不同浓度的混合标准溶液,以各化合物浓度( $\text{ng}/\text{ml}$ )为横坐标,峰面积为纵坐标,得到线性回归方程。在一定的范围内,5种AGs线性关系良好,相关系数( $r$ )在0.992 5~0.999 9之间。方法的检出限(信噪比=3)为2.5~25  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,定量限(信噪比=10)为8.0~80  $\mu\text{g}/\text{kg}$ ,见表4。



注:1 为大观霉素;2 为链霉素;3 为双氢链霉素;4 为阿米卡星;5 为卡那霉素;a 为 Obelisc R 柱;b 为 ZIC 柱

图 1 5 种 AGs 在两种色谱柱中的 MRM 图

Figure 1 MRM chromatograms of 5 AGs on two columns

表 4 5 种 AGs 的线性范围、相关系数及灵敏度

Table 4 Linear range, correlation coefficient and sensitivity of 5 AGs

分析物	线性范围 /(ng/ml)	相关系数 (r)	检出限 /(μg/kg)	定量限 /(μg/kg)
大观霉素	4 ~400	0.999 9	5.0	16
链霉素	20 ~2 000	0.992 5	25	80
双氢链霉素	2 ~200	0.994 7	2.5	8.0
阿米卡星	20 ~2 000	0.999 7	25	80
卡那霉素	4 ~400	0.999 3	2.5	8.0

用空白样品添加标准溶液的方法测定加标回收率。分别添加 3 个水平浓度,按照所建立的方法进行样品前处理及测定,每个浓度水平进行 6 次重复测定,计算加标回收率及精密度,结果见表 5。牛奶中 5 种 AGs 平均加标回收率在 65.7%~96.5% 之间,相对标准偏差(RSD)在 4.3%~8.6% 之间,可以满足检测方法的要求。

表 5 5 种 AGs 的加标回收率和精密度(n=6)

Table 5 Spiked recovery and precision of 5 AGs

化合物	添加水平/(μg/kg)	平均回收率/%	RSD/%
大观霉素	100	84.2	6.3
	60	71.3	7.3
	20	69.0	8.6
链霉素	500	90.1	5.8
	300	83.4	7.1
	100	74.0	8.4
双氢链霉素	50	96.5	4.8
	30	80.8	6.9
	10	75.1	8.5
阿米卡星	500	95.3	4.3
	300	93.4	6.4
	100	85.5	7.3
卡那霉素	50	85.3	5.4
	30	75.3	7.6
	10	65.7	7.8

## 2.4 实际样品测定

将本方法应用于市售 Y、M、H 三个品牌的 10 个品种共 100 份牛奶样品中 5 种 AGs 的残留检测。AGs 含量均在 50 μg/kg 以下,满足国家标准限量要求。

## 3 小结

本试验建立了同时测定牛奶样品中 5 种 AGs

(大观霉素、链霉素、双氢链霉素、阿米卡星及卡那霉素)残留的 HILIC-MS/MS 方法,样品前处理方法简便、快速,基质干扰少,能够满足我国牛奶中 AGs 残留限量检测要求。

## 参考文献

- [1] KUMAR P, RÚBIAS A, COMPANYÓ R, et al. Determination of aminoglycoside residues in kidney and honey samples by hydrophilic interaction chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Separation Science, 2012, 35 (20):2710-2717.
- [2] Office for Official Publications of the European Communities. 1990R2377 [Z]. 2003-08-16.
- [3] Electronic Code of Federal Regulations. Tolerances for residues of new animal drugs in food [EB/OL]. (2011-07-28) [2019-01-30]. [http://ecfr.gpoaccess.gov/cgi/t/text/text-idx?c=ecfr&sid=407e94c4cd1bff327c7146f42bcc0d56&tpl=/ecfrbrowse/Title21/21cfr556\\_main\\_02.tpl](http://ecfr.gpoaccess.gov/cgi/t/text/text-idx?c=ecfr&sid=407e94c4cd1bff327c7146f42bcc0d56&tpl=/ecfrbrowse/Title21/21cfr556_main_02.tpl).
- [4] Health Candan. List of maximum residue limits (MRLs) for veterinary drugs in foods [EB/OL]. (2015-02-17) [2019-01-30]. [http://www.hc-sc.gc.ca/dhp-mps/vet/mrl-lmr/mrl-lmr\\_versus\\_new-nouveau-Eng.php](http://www.hc-sc.gc.ca/dhp-mps/vet/mrl-lmr/mrl-lmr_versus_new-nouveau-Eng.php).
- [5] The Japan Food Chemical Research Foundation. Maximum residue limits (MRLs) list of agricultural chemicals in foods [DB/OL]. (2011-09-30) [2019-01-30]. <http://www.m5.ws001.squarestart.ne.jp/foundation/search.html>.
- [6] 国家质量监督检验检疫总局. 国家质量监督检验检疫总局公告第 37 号[Z]. 2002-04-19.
- [7] VIÑAS P, BALSALOBRE N, HERNÁNDEZ-CÓRDOBA M. Liquid chromatography on an amide stationary phase with post-column derivatization and fluorimetric detection for the determination of streptomycin and dihydrostreptomycin in foods [J]. Talanta, 2007, 72(2):808-812.
- [8] EDDER P, COMINOLI A, CORVI C. Determination of streptomycin residues in food by solid-phase extraction and liquid chromatography with post-column derivatization and fluorometric detection[J]. J Chromatogr A, 1999, 830(2):345-351.
- [9] YU C Z, HE Y Z, FU G N, et al. Determination of kanamycin A, amikacin and tobramycin residues in milk by capillary zone electrophoresis with post-column derivatization and laser-induced fluorescence detection [J]. J Chromatogr B, 2009, 877(3):333-338.
- [10] 孙雷,张骊,黄耀凌,等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测动

- 物源食品中8种氨基糖苷类药物残留[J]. 质谱学报, 2009, 30(1):60-64.
- [11] ZHU W X, YANG J Z, WEI W, et al. Simultaneous determination of 13 aminoglycoside residues in foods of animal origin by liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry with two consecutive solid-phase extraction steps[J]. J Chromatogr A, 2008, 1207(1/2):29-37.
- [12] GREMILOGIANNI A M, MEGOULAS N C, KOUPPARIS M A. Hydrophilic interaction vs ion pair liquid chromatography for the determination of streptomycin and dihydrostreptomycin residues in milk based on mass spectrometric detection[J]. J Chromatogr A, 2010, 1217(1/2): 6646-6651.
- [13] KAWANO S. Analysis of impurities in streptomycin and dihydrostreptomycin by hydrophilic interaction chromatography/electrospray ionization quadrupole ion trap/time-of-flight mass spectrometry[J]. Rapid Commun Mass Spectrom, 2009, 23(6):907-914.
- [14] KAHSAI G, SONG H, SCHEPDAEL A V, et al. Hydrophilic interaction chromatography (HILIC) in the analysis of antibiotics [J]. J Pharm Biomed Anal, 2014, 87(1/2): 142-154.
- [15] JANDERA P, HÁJEK T, STANKOVÁ M, et al. Optimization of comprehensive two-dimensional gradient chromatography coupling in-line hydrophilic interaction and reversed phase liquid chromatography[J]. J Chromatogr A, 2012, 1268(10):91-101.
- [16] 王炼,黎源倩,王海波,等. 基质固相分散-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定畜禽肉和牛奶中20种兽药残留[J]. 分析化学, 2011, 39(2): 203-207.
- [17] 王炼,杨碧霞,张新申,等. 亲水交互作用-反相二维液相色谱-串联质谱同时测定乳制品中20种抗生素残留[J]. 分析化学, 2015, 43(5):714-722.
- [18] JANDERA P. Stationary and mobile phases in hydrophilic interaction chromatography: a review [J]. Anal Chim Acta, 2011, 692(1/2): 1-25.
- [19] DÍEZ C, GUILLARME D, SPÖRRI A S, et al. Aminoglycoside analysis in food of animal origin with a zwitterionic stationary phase and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Analytica Chimica Acta, 2015, 882(3):127-139.

## 实验技术与方法

# 高效液相色谱-串联质谱法测定食品用纸制品中氯酚类化合物残留量

张志荣,张来颖,王玉江,刘裕婷,信振江

(北京市丰台区疾病预防控制中心,北京 100071)

**摘要:**目的 建立高效液相色谱-串联质谱(HPLC-MS/MS)同时测定食品用纸制品中2,4-二氯酚、2,4,6-三氯酚、2,3,4,6-四氯酚、五氯酚4种氯酚类化合物残留量的检测方法。方法 样品经0.5%甲酸甲醇超声提取后,混合型阴离子交换固相萃取柱净化,以HSS T3色谱柱(2.1 mm×100 mm,1.8 μm)分离待测物,采用电喷雾离子化,负离子扫描和多反应监测模式(MRM)检测,以保留时间和特征离子对定性,内标法定量。结果 4种待测物在5~100 μg/L浓度范围内线性关系良好,相关系数(*r*)均大于0.99;方法检出限为0.01~0.02 mg/kg,定量限为0.03~0.06 mg/kg;4种物质的添加水平为0.03~0.14 mg/kg时,平均回收率为80.1%~110.4%,相对标准偏差为3.2%~9.9%(*n*=6)。结论 该方法样品前处理简单,准确性、精密度和灵敏度均较好,适用于食品用纸制品中4种氯酚类化合物残留量的检测。

**关键词:**高效液相色谱-串联质谱;食品用纸制品;氯酚类化合物

中图分类号:R155 文献标识码:A 文章编号:1004-8456(2019)03-0226-05

DOI:10.13590/j.cjfh.2019.03.007

## Determination of chlorophenols in food paper products by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHANG Zhirong, ZHANG Laiying, WANG Yujiang, LIU Yuting, XIN Zhenjiang  
(Fengtai Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100071, China)

**Abstract: Objective** To establish a method for simultaneous determination of the residues of four chlorophenols compounds (2, 4-dichlorophenol, 2, 4, 6-trichlorophenol, 2, 3, 4, 6-tetrachlorophenol, pentachlorophenol) in food

收稿日期:2019-04-25

作者简介:张志荣 男 主管技师 研究方向为卫生理化检验 E-mail:zhangzhirongxxx@126.com

通信作者:信振江 男 副主任医师 研究方向为公共卫生 E-mail:xzjsnow@163.com