

论著

婴儿配方奶粉中双酚 A 类化合物成分分析标准物质候选物研制

尹杰^{1,2}, 韩沐珂³, 张晶^{1,2}, 赵云峰⁴, 邵兵^{1,2}

- (1. 北京市疾病预防控制中心食物中毒诊断溯源技术北京市重点实验室, 北京 100013;
2. 北京市预防医学研究中心, 北京 100013; 3. 首都医科大学公共卫生学院, 北京 100069;
4. 国家食品安全风险评估中心, 北京 100021)

摘要:目的 通过研制婴儿配方奶粉中双酚 A、双酚 S、双酚 F 和双酚 AF 成分分析标准物质候选物, 为后续进一步形成基体标准物质提供技术基础和方法学参考, 填补该方面的研究空白。方法 选择市售婴儿配方奶粉为样品基质, 采用加水溶解、标准添加、均质、干燥、粉碎、筛分和分装等工序制备标准物质候选物, 以同位素稀释-液相色谱-串联质谱法进行目标物含量测定。随机抽取 25 瓶样品进行均匀性检验, 采用 *F* 检验进行数据的统计分析。在室温 25 °C 下放置 0、1、3、6 和 12 个月、60 °C 下放置 0、1、3、5 和 7 d 后分别对候选物样品进行测定, 通过一元线性模拟方程评估其长期和短期稳定性。结果 研制的基体标准物质候选物均匀性良好, 特征值在考察的时间范围内无明显变化, 符合标准物质的预期要求。结论 本研究率先开展了食品中双酚 A 类化合物成分分析标准物质的研制工作, 有望为国内食品中双酚 A 类化合物监测技术的提升提供技术支持和质控参考。

关键词: 婴幼儿配方奶粉; 双酚 A 类化合物; 标准物质候选物; 食品污染物

中图分类号: R155 文献标识码: A 文章编号: 1004-8456(2021)06-0686-06

DOI: 10.13590/j.cjfh.2021.06.008

Development of reference material candidates for bisphenol A analogues in infant formula milk powders

YIN Jie^{1,2}, HAN Muke³, ZHANG Jing^{1,2}, ZHAO Yunfeng⁴, SHAO Bing^{1,2}

- (1. Beijing Key Laboratory of Diagnostic and Traceability Technologies for Food Poisoning, Beijing Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100013, China;
2. Beijing Research Center of Preventive Medicine, Beijing 100013, China;
3. School of public health, Capital Medical University, Beijing 100069, China;
4. China National Center for Food Safety Risk Assessment, Beijing 100021, China)

Abstract: Objective Reference material candidates of bisphenol A, bisphenol S, bisphenol F and bisphenol AF in infant formula milk powders were prepared, in order to provide technical basis and methodology for the further formation of certified reference materials, and fill the research gap in this field. **Methods** The commercial infant formula milk powders were selected to prepare the reference material candidates by the processes of water dissolution, standard addition, homogenization, drying, crushing, screening and packaging. The concentrations of the target compounds were determined by isotope dilution-liquid chromatography tandem mass spectrometry. 25 bottles of samples were randomly selected for homogeneity study, and *F* test was used for statistical analysis. The long-term and short-term stability were studied by the quantitative analysis of samples stored at 25 °C for 12 months and at 60 °C for 7 d, respectively, and evaluated by univariate linear simulation equation. **Results** The homogeneity and stability result of the prepared reference material candidates were satisfactory, which met the expected requirements. **Conclusion** This work was expected to fill the gap in preparation of matrix reference materials for bisphenol A analogues, and provide material basis and technical support for the monitoring of bisphenol A analogues in food.

Key words: Infant formula milk powders; bisphenol a analogues; reference material candidates; food contaminates

收稿日期: 2021-10-08

基金项目: 国家重点研发计划(2017YFC1601300)

作者简介: 尹杰 男 副研究员 研究方向为食品污染物检测技术研究 E-mail: arnold_jay@163.com

通信作者: 邵兵 男 研究员 研究方向为食品安全 E-mail: shaobingch@sina.com

双酚 A (Bisphenol A, BPA) 是合成聚碳酸酯、环氧树脂的重要原料, 曾被广泛用于生产塑料、涂料等化工产品以及食品包装材料、食品罐内衬和纸制品等日常用品^[1]。BPA 化学结构中的丙烷基被其他化学基团取代后可产生一系列 BPA 结构类似物

(Bisphenol A analogues), 常见的包括双酚 F (Bisphenol F, BPF)、双酚 S (Bisphenol S, BPS) 和双酚 AF (Bisphenol AF, BPAF) 等, 这些结构类似物被作为 BPA 的替代品广泛用于工业生产^[2-3]。

双酚 A 类化合物在生产、使用以及废弃处理过程中容易释放而进入环境, 人群可通过空气、水和食物等多种途径暴露于该类物质, 而食物尤其是动物性食物是主要的暴露途径^[2-7]。大量的体内外毒理学实验和流行病学研究表明, BPA 及其类似物 BPF、BPS 和 BPAF 等均具有内分泌干扰效应, 长期暴露可能对人体健康造成潜在危害, 导致肥胖和生殖系统发育异常等^[4, 8-12]。因此, 食品中双酚 A 类化合物的污染和人体暴露问题尤其是生命早期如婴儿期的暴露已经成为近年来学术界关注的热点。婴儿配方奶粉是婴儿除母乳之外的最重要膳食来源, 监测配方奶粉中双酚 A 类化合物的污染状况对进一步评估其对婴儿的健康风险具有重要意义。

开展食品中双酚 A 类化合物的监测需要有准确可靠的分析方法作为科学基础, 而食品基体标准物质是分析方法验证和质量控制中不可或缺的标准量具, 被视为检测方法性能评判的“金标准”^[13-14]。截至目前, 国际标准物质数据库 (International database for certified reference material, COMAR) 和国家标准物质资源共享平台 (National sharing platform for reference materials, CNRM) 中均查询不到双酚 A 类化合物的食品基体标准物质, 无法满足该类化合物污染状况监测的需求。本研究以市售婴儿配方奶粉为原料进行标准添加, 研制了食品中 BPA、BPS、BPF 和 BPAF 等四种双酚 A 类化合物的成分分析标准物质候选物, 以期为后续进一步形成标准物质提供技术支撑和方法学参考。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 原料样品的选择

根据本课题组对北京市食品中双酚 A 类化合物的初步监测结果发现, BPA、BPS、BPF 和 BPAF 等四种化合物在婴儿配方奶粉中的检出率存在较大差别 (15.7% ~ 98.0%), 且含量分布较为宽泛。根据 JJF1006-94《一级标准物质技术规范》的要求^[15], 为了获取同时含有四种目标物的足够数量的阳性原料, 保证候选物的易复制性, 选择添加标准溶液后的市售婴儿配方奶粉作为原料进行候选物制备。

1.1.2 主要仪器与试剂

LC-MS-8060 三重四极杆液质联用仪 (日本 Shimadzu 公司)、AL204 型分析天平 (美国 Mettler

Toledo 公司)、Milli-Q 超纯水机 (美国 Millipore)、Wat200609 固相萃取装置 (美国 Waters 公司)、N-EVAP 氮吹仪 (美国 Organomation 公司)、90-1B 型磁力搅拌器 (上海梅颖浦仪器仪表公司)、YS-10 型高速粉碎机 (北京燕山正德机械设备有限公司)、GZLY-5 型真空冷冻干燥机 (北京松源华兴科技发展有限公司)、HD50 型混匀机 (江苏省泰州市黎明制药机械公司)。

BPA 标准物质 (GBW08754, 中国计量科学研究院)、BPF 标准物质 (GBW08755, 中国计量科学研究院)、BPS 标准物质 (GBW08756, 中国计量科学研究院)、BPAF 标准物质 (GBW08757, 中国计量科学研究院)。同位素内标¹³C₁₂-双酚 A、¹³C₁₂-双酚 F、¹³C₁₂-双酚 S 和¹³C₁₂-双酚 AF 的标准溶液 (100 mg/L, 纯度 ≥ 98%), 均购自美国 Cambridge Isotope laboratories 公司。甲醇 (HPLC 级, 美国 Dikma 公司)、甲醇 (LC-MS 级, 瑞士 Fluka 公司)、乙腈 (HPLC 级, 美国 Dikma 公司)、甲酸 (纯度 ≥ 99%, 美国 Acros 公司)、ENVI™-Carb 固相萃取柱 (GCB 柱, 500 mg, 6 mL, 美国 Supelco 公司)。

1.2 方法

1.2.1 候选物的制备

按照奶粉比温水重量 1:2.5 的比例将市售的婴儿配方奶粉少量多次地分批加入 40 °C 蒸馏水中, 不断搅拌使之充分溶解。完全溶解后的奶液继续搅拌, 分次逐滴加入制备好的双酚类化合物混合标准溶液 (甲醇溶液), 持续匀浆 1 h。匀浆好的奶液分装至冷冻干燥盘, 放入冷冻干燥机干燥 27 h。将干燥后的奶块破碎成约 1 cm³ 的小块, 使用小型高速粉碎机在 25 000 r/min 条件下持续粉碎 1 h。粉碎后的奶粉过 60 目不锈钢筛网, 在干燥环境下以 60 r/min 继续混合 8 h。将制备好的样品按照 5 g/瓶的规格分装至带有聚四氟乙烯垫片旋盖的棕色玻璃瓶中, 充氮气后装入铝袋抽真空后封口, 做好标签后储存于 25 °C。共分装标准物质候选物 1 000 份。

1.2.2 样品测定

1.2.2.1 提取与净化

准确量取 0.5 g 奶粉 (精确到 1 mg) 置于 50 mL 玻璃离心管中, 加入适量同位素内标混合溶液。离心管在室温环境中平衡 30 min 后, 加入 2 mL 水混合涡旋, 使奶粉充分溶解, 再加入 5 mL 乙腈涡旋混合后超声提取 15 min。离心管在 4 °C、3 000 r/min 的条件下离心 10 min, 用移液枪吸取 2 mL 上清液至干净的玻璃管中, 加入含有 0.3% 甲酸的超纯水 8 mL, 涡旋混匀。将上述混匀的液体过预先用

18 mL 甲醇、6 mL 超纯水活化平衡的 GCB 柱, 弃去流出液, 用 6 mL 甲醇-水(1:1, V/V) 淋洗 GCB 柱, 弃去淋洗液。用洗耳球吹出柱中残留液体, 用 6 mL 甲醇-丙酮(3:2, V/V) 洗脱固相萃取柱, 将洗脱液接至玻璃小瓶中。氮气吹干后, 加入 1 mL 甲醇-水(1:1, V/V) 复溶, 上高效液相色谱-串联质谱仪 (High performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, HPLC-MS/MS) 进行检测。

1.2.2.2 仪器条件

高效液相色谱: 色谱柱为 ACQUITY™ UPLC BEH C₁₈(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 柱温 40 ℃; 进样体积 5 μL; 流动相采用 A、B 两相, 其中流动相 A

为甲醇, 流动相 B 为超纯水, 流速为 0.3 mL/min, 采用线性梯度洗脱, 洗脱程序为: 初始流动相为 40% A, 保持初始流动 1 min, 6 min 内线性升至 100% 并保持至 7.0 min, 7.01 min 变为初始流动相, 并平衡 1.5 min, 等待下一次进样。

质谱条件: 离子源为电喷雾负离子 (Electron spray ionization negative, ESI-), 界面电压 1.5 kV, 锥孔电压 30 V; 离子源温度 300 ℃; 脱溶剂温度 250 ℃; 脱溶剂气流量 120 L/h。在多反应监测模式 (Multiple reaction monitoring, MRM) 下进行测定, 每个目标物监测两个离子通道。各目标化合物的定性和定量离子参数如表 1 所示。

表 1 4 种双酚 A 类化合物的质谱参数

Table 1 The mass spectrometry parameters of 4 bisphenol A analogues

化合物	母离子/(m/z)	定量离子		定性离子	
		离子/(m/z)	碰撞能量/eV	离子/(m/z)	碰撞能量/eV
BPA	227.0	212.0	18	133.0	25
BPA- ¹³ C ₁₂	239.2	224.2	19	—	—
BPS	249.0	108.0	21	156.0	15
BPS- ¹³ C ₁₂	261.1	162.1	22	—	—
BPF	199.1	93.0	22	105.0	22
BPF- ¹³ C ₁₂	211.2	111.1	22	—	—
BPAF	335.1	265.0	22	197	37
BPAF- ¹³ C ₁₂	347.1	277.1	23	—	—

注: —为无数值

1.2.2.3 质量控制

本研究中所有实验室器皿均采用玻璃材质, 在清洗烘干后置于马弗炉 500 ℃ 烘烤 5 h, 临用前用超纯水和甲醇依次涮洗并晾干。固相萃取柱上样前用 18 mL 甲醇进行预洗。样品分析中每 10 个样品加做 1 个过程空白样品和 1 个空白基质加标样品, 用以监测背景污染的水平和方法准确性。所有待测样品中均添加同位素标记的内标溶液, 用以校正前处理过程中目标物的损失和样品基质对仪器响应的干扰。

1.2.3 均匀性考察

按照 JJF 1343—2012《标准物质定值的通用原则及统计学原理》^[16] 取样要求, 从 1 000 瓶候选物中随机抽取 25 瓶进行均匀性检测, 随机编号为 1~25 号, 每瓶重复测定 2 次, 每次取样量为 0.5 g。

1.2.4 稳定性考察

1.2.4.1 短期稳定性

随机抽取 15 瓶候选物放入 60 ℃ 的对流干燥箱内, 在放入干燥箱的第 0、1、3、5、7 天依次从干燥箱中取出 3 瓶样品, 每份样品重复测定 2 次。

1.2.4.2 长期稳定性

本研究在室温 (25 ℃) 条件下对制备的标准物质候选物进行长达 1 年的长期稳定性监测, 按照先

密后疏的原则于制备完成的第 0、1、3、6、12 个月随机抽取 3 瓶样品对 4 种双酚 A 类化合物进行测定, 每份样品重复测定 2 次。

1.3 数据处理

采用 Shimadzu LabSolutions 软件处理样品检测数据, 根据目标化合物的出峰时间以及两对监测离子进行定性, 利用软件绘制标准溶液曲线并根据曲线对样品中目标化合物进行定量。采用 SPSS 22.0 统计软件对目标化合物的定量数据进行分析 and 检验。

2 结果

2.1 分析方法的选择

食品中双酚 A 类化合物的测定主要包括样品前处理和仪器分析两个步骤。采用有机溶剂提取, 结合固相萃取技术进行提取液的富集和净化是现有文献中最为常见的样品前处理方法^[6-7, 17-19]。但是, 目前国内外尚无双酚 A、双酚 S、双酚 F 和双酚 AF 相关的食品检测标准, 也没有商品化的质控样品和基体标准物质可用于方法验证。本研究课题组在前期科研工作中, 利用 HPLC-MS/MS 结合 GCB 固相萃取柱开发了蔬菜、肉、蛋和奶等食品中双酚 A 类化合物的定性定量检测技术, 形成了国家食品污

染和有害因素风险监测工作标准操作程序“食品中双酚 A 和双酚 S 检测的标准程序-液相色谱-串联质谱法”,并在全国多家食品安全风险监测参比实验室成功应用。本研究选择上述方法开展标准物质候选物的均匀性和稳定性检验,根据候选物中目标物的初测浓度对方法的线性、定量限、准确性、精密度和基质效应等性能参数做了进一步验证。

2.1.1 线性范围和定量限

将不同质量浓度(2~20 ng/mL)的目标物混合标准溶液按本研究确定的仪器条件进行测定,以目标物与其对应同位素内标的峰面积比值为纵坐标,以质量浓度比值为横坐标,绘制标准工作曲线。结果显示,4 种双酚 A 类化合物在考察的浓度范围内呈现良好的线性关系,线性相关系数 R^2 均大于 0.999。以 10 倍信噪比(S/N)确定的 BPA 和 BPF 的定量限为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$,BPS 和 BPAF 的定量限为 0.05 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

2.1.2 回收率、精密度和基质效应

选取空白配方奶粉样品做两个浓度水平的加标回收试验,每个浓度重复测定 6 次,并做 3 个基质匹配样品。其中,BPA 和 BPF 的加标水平为 8.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 32.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,BPS 和 BPAF 的加标水平为 4.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 和 16.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$,高浓度加标水平与研制的标准物质中目标物的含量接近。结果显示(表 2),4 种目标物的加标回收率为 95.9%~102.5%,相对标准偏差(Relative standard deviation, RSD)为 1.7%~7.4%,基质效应为 58.5%~84.2%,能够满足本研究中候选物均匀性和稳定性检验的需要。标准物质候选物样品和标准溶液样品的色谱图见图 1。

表 2 婴儿配方奶粉中 4 种目标物的加标回收率、精密度及基质效应

Table 2 Recoveries, relative standard deviations and matrix effects of 4 target compounds in infant formula

化合物	加标浓度 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	平均回收率 /(%, $n=6$)	回收率 RSD /(%, $n=6$)	基质效应 /(%, $n=3$)
BPA	8.0	99.8	3.0	75.4
	32.0	102.5	7.4	71.7
BPS	4.0	97.8	1.7	58.5
	16.0	99.1	2.4	65.6
BPF	8.0	99.2	2.5	77.7
	32.0	95.9	5.7	82.0
BPAF	4.0	101.6	3.3	82.9
	16.0	98.3	4.6	84.2

注:基质效应=(基质匹配样品峰面积/对应浓度的标准溶液峰面积) $\times 100\%$

2.2 均匀性检验

采用 F 检验进行均匀性检验数据的统计分析,通过比较每个化合物的组间方差(S_1^2)与组内方差

(S_2^2)来判断每组测量值之间有无统计学差异。如果两者的比值 F 值($F=S_1^2/S_2^2$)小于统计检验的临界值 F_{α} ,则认为组间测量值和组内测量值之间差异无统计学意义,样品均匀,反之则认为样品不均匀。本研究中统计量 F 是自由度为(24, 25)的 F 分布变量,根据自由度(24, 25)以及给定的显著性水平 α (本研究中取 $\alpha=0.05$),可由 F 值表查得临界值 $F_{0.05}(24, 25)=1.964$ 。从表 3 中的统计分析结果可以看出,四种双酚 A 类化合物的 F 值均小于 1.964,则认为样品是均匀的。

表 3 婴儿配方奶粉中双酚 A 类化合物均匀性分析结果
Table 3 Results of homogeneity test for bisphenol A analogues in infant formula milk powders

化合物	平均浓度 /($\mu\text{g}/\text{kg}$)	组间方差 (S_1^2)	组内方差 (S_2^2)	F	$F_{0.05}(24, 25)$
BPS	15.30	0.014	0.025	0.563	1.964
BPF	20.95	0.080	0.227	0.353	
BPA	34.61	0.297	0.522	0.568	
BPAF	15.77	0.034	0.038	0.886	

2.3 稳定性检验

标准物质的稳定性是标准物质贮存时在外界条件的影响下,物质物化性质和特性量值保持不变的能力。本研究中考察标准物质候选物高温短期保存和室温长期存储下特性量值随时间变化的趋势。取每个时间点样品测量值的平均值作为该时间点的特性量结果,采用一元线性模拟方程^[16]评估奶粉样品中 4 种目标物的稳定性。如果 $|b_1| < t_{(0.95, n-2)} \times S(b_1)$ 则认为该化合物的特性量值稳定,反之则认为该化合物的特性值具有不稳定变化趋势,其中 $|b_1|$ 是一元线性拟合方程斜率 b_1 的绝对值, $S(b_1)$ 是斜率 b_1 的不确定度, $t_{(0.95, n-2)}$ 是监测时间为 n 和 $\alpha=0.05$ 下的 t 值。表 4 和表 5 中分别列出了 4 种目标物短期稳定性和长期稳定性检验的结果。

从表 4 中的统计检验数据可以看出,4 种目标物均满足 $|b_1| < t_{(0.95, n-2)} \times S(b_1)$,即表明该标准物质在模拟高温运输条件下 1 周内可以保持稳定,无需设定特殊的运输条件。

从表 5 中可以看出,目标物在室温(25 $^{\circ}\text{C}$)条件下保存 1 年,4 种化合物的浓度保持稳定,均无明显的上升或下降趋势,能够满足标准物质实际保存的要求。

3 结论

本研究通过标准添加的方式获得含有 BPA、BPS、BPF 和 BPAF 的阳性奶粉水溶液,经过均质、冷冻干燥、粉碎、研磨、筛分、混匀和分装等制备

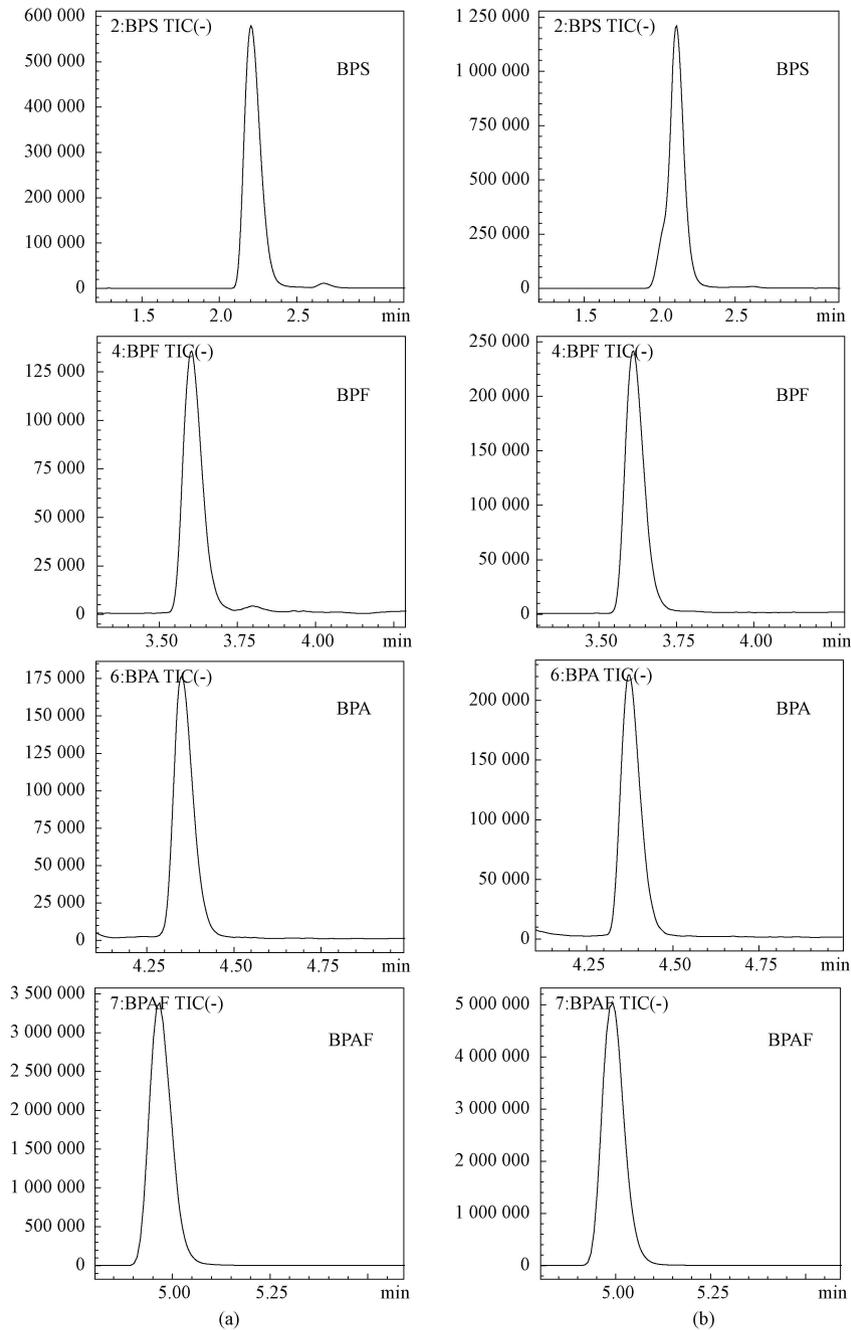


图 1 标准物质候选物样品 (a) 和 5 ng/mL 标准溶液 (b) 中 4 种双酚 A 类化合物的液相色谱-串联质谱总离子流图 (横坐标为时间, 纵坐标为丰度)

Figure 1 Total ion chromatograms of four bisphenol analogues in a reference material candidate (a) and a standard solution of 5 ng/mL (The x and y axes represent time and abundance, respectively)

表 4 婴儿配方奶粉中 4 种双酚 A 类化合物的短期稳定性检验分析结果

Table 4 Results of short-term stability test for bisphenol A analogues in infant formula milk powders

化合物	不同取样时间点的测量平均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)					$ b_1 $	$t_{(0.95,3)} \times S(b_1)$
	0 d	1 d	3 d	5 d	7 d		
BPS	15.20	15.13	15.20	15.18	15.28	0.012 5	0.025 2
BPF	21.23	21.44	21.63	21.06	21.56	0.012 8	0.150 0
BPA	32.76	32.66	32.69	32.71	32.38	0.039 6	0.062 6
BPAF	15.45	15.28	15.41	15.47	15.49	0.017 0	0.044 2

工艺形成了婴儿配方奶粉中双酚 A 类化合物成分分析标准物质候选物, 并采用同位素稀释-液相色谱-串联质谱法对候选物的均匀性、短期和长期稳定

性进行了评估。本研究在国内率先开展了食品中双酚 A 类化合物成分分析标准物质的研制工作, 形成的标准物质候选物均匀性和稳定性良好, 经过

表 5 婴儿配方奶粉中 4 种双酚 A 类化合物的长期稳定性检验分析结果

Table 5 Results of long-term stability test for bisphenol A analogues in infant formula milk powders

化合物	不同取样时间点的测量平均值/($\mu\text{g}/\text{kg}$)					$ b_1 $	$t_{(0.95,3)} \times S(b_1)$
	0 月	1 月	3 月	6 月	12 月		
BPS	15.20	14.98	14.76	14.91	14.87	0.017 3	0.053 7
BPF	21.23	20.05	19.57	19.88	19.66	0.083 1	0.204 2
BPA	32.76	34.28	33.63	34.09	33.79	0.038 5	0.213 1
BPAF	15.45	15.11	15.23	15.28	15.27	0.001 5	0.046 8

进一步的定值和不确定评估后有望申报国家标准物质,预期可在奶类食品中双酚 A 类化合物分析方法验证、分析过程质量控制和实验室能力验证等方面得到广泛应用,为促进国内食品中双酚 A 类化合物监测技术的提升提供技术支持。

参考文献

[1] HUANG Y Q, WONG C K C, ZHENG J S, et al. Bisphenol A (BPA) in China: A review of sources, environmental levels, and potential human health impacts [J]. Environment International, 2012, 42: 91-99.

[2] FAN X H, KATURI G P, CAZA A A, et al. Simultaneous measurement of 16 bisphenol A analogues in house dust and evaluation of two sampling techniques [J]. Emerging Contaminants, 2021, 7: 1-9.

[3] KARSAULIYA K, BHATERIA M, SONKER A, et al. Determination of bisphenol analogues in infant formula products from India and evaluating the health risk in infants associated with their exposure [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2021, 69 (13): 3932-3941.

[4] World Health Organization (WHO). Joint FAO/WHO expert meeting to review toxicological and health aspects of bisphenol A: final report, including report of stakeholder meeting on bisphenol A, 1-5 November 2010, Ottawa, Canada [M]. 2011.

[5] LIAO C Y, KANNAN K. Concentrations and profiles of bisphenol A and other bisphenol analogues in foodstuffs from the United States and their implications for human exposure [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2013, 61 (19): 4655-4662.

[6] LIAO C Y, KANNAN K. A survey of bisphenol A and other bisphenol analogues in foodstuffs from nine cities in China [J]. Food Additives & Contaminants Part A, Chemistry, Analysis, Control, Exposure & Risk Assessment, 2014, 31 (2): 319-329.

[7] ZHOU J, CHEN X H, PAN S D, et al. Contamination status of bisphenol A and its analogues (bisphenol S, F and B) in foodstuffs and the implications for dietary exposure on adult residents in Zhejiang Province [J]. Food Chemistry, 2019, 294: 160-170.

[8] CHEN M Y, IKE M, FUJITA M. Acute toxicity, mutagenicity,

and estrogenicity of bisphenol-A and other bisphenols [J]. Environmental Toxicology, 2002, 17 (1): 80-86.

[9] MOREMAN J, LEE O, TRZNADEL M, et al. Acute toxicity, teratogenic, and estrogenic effects of bisphenol A and its alternative replacements bisphenol S, bisphenol F, and bisphenol AF in zebrafish embryo-larvae [J]. Environmental Science & Technology, 2017, 51 (21): 12796-12805.

[10] MATSUSHIMA A, LIU X H, OKADA H, et al. Bisphenol AF is a full agonist for the estrogen receptor ER α but a highly specific antagonist for ER β [J]. Environmental Health Perspectives, 2010, 118 (9): 1267-1272.

[11] WANG Z L, ZHOU Y, LIANG H, et al. Prenatal exposure to bisphenol analogues and digit ratio in children at ages 4 and 6 years: A birth cohort study [J]. Environmental Pollution, 2021, 278: 116820.

[12] LIU B Y, LEHMLER H J, SUN Y B, et al. Bisphenol A substitutes and obesity in US adults: Analysis of a population-based, cross-sectional study [J]. The Lancet Planetary Health, 2017, 1 (3): e114-e122.

[13] 刘素丽,王宏伟,赵梅,等. 食品中基体标准物质研究进展 [J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(1): 8-13.

[14] International Organization for Standardization (ISO). ISO/IEC 17025: General Requirements for the Competence of Testing and Calibration Laboratories [S]. 2005.

[15] 国家标准物质研究中心. JJF 1006-94 一级标准物质技术规范 [Z]. 1994-12-1.

[16] 国家质量监督检验检疫总局. JJF1343-2012 标准物质定值的通用原则及统计学原理 [Z]. 2012-04-17.

[17] LU L B, YANG Y J, ZHANG J, et al. Determination of seven bisphenol analogues in reed and Callitrichaceae by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography B, 2014, 953-954: 80-85.

[18] NOONAN G O, ACKERMAN L K, BEGLEY T H. Concentration of bisphenol A in highly consumed canned foods on the US market [J]. Journal of Agricultural and Food Chemistry, 2011, 59 (13): 7178-7185.

[19] YANG Y J, LU L B, ZHANG J, et al. Simultaneous determination of seven bisphenols in environmental water and solid samples by liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2014, 1328: 26-34.