

DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20241209001

引用格式: 周凯, 铁晓威, 付健, 等. 全自动 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法快速测定辣椒粉中的氯酸盐及高氯酸盐[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(8): 282-287.

ZHOU K, TIE XW, FU J, *et al.* Rapid determination of chlorate and perchlorate in *Capsicum annuum* L. powder by automatic QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(8): 282-287. (in Chinese with English abstract).

全自动 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法 快速测定辣椒粉中的氯酸盐及高氯酸盐

周 凯, 铁晓威*, 付 健, 李勤勤, 张发玲, 李晓琳

[欧陆分析检测技术服务(青岛)有限公司, 青岛 266109]

摘 要: 目的 建立全自动 QuEChERS 前处理结合超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)快速测定辣椒粉中氯酸盐和高氯酸盐的检测方法。

方法 样品经集中称量后, 用 1%乙酸乙腈-水(1:1, V:V)作为提取溶剂, 利用全自动 QuEChERS 仪编程后自动前处理, 采用 0.5%甲酸甲醇-0.5%甲酸水溶液为流动相, Thermo HYPERCARB 为分离柱, 进行梯度洗脱, 串联质谱电喷雾电离源负模式电离, 多反应离子监测模式检测, 以子离子比和保留时间定性, 用内标法定量。

结果 采用全自动 QuEChERS 仪来进行辣椒粉氯酸盐及高氯酸盐的测定前处理效率是人工的 6 倍, 定量限(S/N=10)为 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 加标水平为 10~50 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ($n=6$)时, 平均回收率为 94.0%~96.4%, 相对标准偏差小于 5%, 在 1~100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 范围内线性关系良好, 相关系数均大于 0.999。**结论** 本方法自动化程度高、准确性及稳定性好, 同时定量限也满足欧盟出口的要求, 适用于出口辣椒粉中氯酸盐及高氯酸盐的测定。

关键词: 全自动 QuEChERS 法; 超高效液相色谱-串联质谱法; 氯酸盐; 高氯酸盐; 辣椒粉

Rapid determination of chlorate and perchlorate in *Capsicum annuum* L. powder by automatic QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

ZHOU Kai, TIE Xiao-Wei*, FU Jian, LI Qin-Qin, ZHANG Fa-Ling, LI Xiao-Lin

[Eurofins Technology Service (Qingdao) Co., Ltd., Qingdao 266109, China]

ABSTRACT: Objective To establish a detection method for rapid determination of chlorate and perchlorate in *Capsicum annuum* L. powder by automatic QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** After the sample was centrally weighed, the sample was extracted with a mixture of 1% acetic acid-acetonitrile-water (1:1, V:V), and automatic pre-treatment with automatic QuEChERS instrument, the gradient elution was performed by 0.5% formic acid methanol-0.5% formic acid solution, Thermo

收稿日期: 2024-12-09

第一作者: 周凯(1986—), 男, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。E-mail: Kenny.Zhou@ft.eurofinscn.com

*通信作者: 铁晓威(1977—), 男, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为食品安全与检测。E-mail: Xiaowei.Tie@ft.eurofinscn.com

HYPERCARB as a separation column, gradient elution, series mass spectra electrospray ionization negative mode ionization, multiresponse monitoring pattern detection, qualitative research by the ratio of retention time and ion, the internal standard method was used to qualitative experiment. **Results** Automatic QuEChERS instrument was used to determine the chlorate and perchlorate of *Capsicum annuum* L. powder and the pretreatment efficiency was 6 times that of manual. The limits of quantification ($S/N=10$) were $10 \mu\text{g}/\text{kg}$, when the spiked level was $10\text{--}50 \mu\text{g}/\text{kg}$ ($n=6$), the sample recoveries for chlorate and perchlorate were $94.0\%\text{--}96.4\%$, the relative standard deviations were less than 5% . The calibration curves were linear in the range of $1\text{--}100 \mu\text{g}/\text{L}$ with the correlation coefficients above 0.999 . **Conclusion** The method has high automation degree, good accuracy and stability, and the limit of quantitation also meets the requirements of European Union export, can be applied for the determination of chlorate and perchlorate in *Capsicum annuum* L. powder.

KEY WORDS: automatic QuEChERS; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; chlorate; perchlorate; *Capsicum annuum* L. powder

0 引言

氯酸盐和高氯酸盐, 作为一类新型污染物引起大家的普遍关注, 氯酸盐会造成人的急性及慢性毒性, 诱发溶血性贫血及肾功能损害, 高铁血红蛋白血症, 抑制人甲状腺对碘元素的吸收。人类主要通过食品接触和饮用水来接触氯酸盐, 其中食品主要是生产线上消毒水的消毒, 易导致氯酸盐迁移至食品中^[1], 高氯酸盐是一种易溶于水、难降解的环境污染物。环境中高氯酸盐的来源包括自然形成和人工合成两部分。自然形成的高氯酸盐主要是在大气中自然形成和天然存在于硝石矿; 人工合成主要是由于高氯酸盐具有强氧化性, 使其广泛应用于火箭推进剂、烟花、道路照明弹和炸药等生产中。高氯酸盐通过土壤和水源进入食品链, 人食用后会抑制碘含量的摄取损害人体的甲状腺功能, 进而会使婴幼儿的生长及发育出现问题^[2-3]。对于成年人来说, 如果在一段时间内摄入高氯酸盐, 会发生机体的骨髓造血细胞再生障碍^[4-5], 我国作为辣椒粉大国, 每年有上亿元以上的市场, 而因氯酸盐、高氯酸盐的超标影响出口的案例不在少数, 所以准确高通量、快速监控辣椒粉中氯酸盐、高氯酸盐的含量时迫在眉睫的事情。

目前国家及相关文献对氯酸盐和高氯酸盐检测方法通常为液相色谱-串联质谱法^[6-11]、液相色谱法、离子色谱法等^[12-15], 测定时间长、自动化程度不高等的缺点, 随着科技的发展, 检测技术也慢慢由劳动密集型逐步向自动化、智能化发展^[15-16], 因此开展全自动 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定残留量的检测技术迫在眉睫^[17-19]。本研究建立了辣椒粉中氯酸盐和高氯酸盐的全自动 QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 检测方法, 拓展了自动化对食品检测的方向的影响, 更对其他项目如农药残留、兽药残留、污染物等的检测提供相应的参考。

1 材料与方法

1.1 仪器与设备

STX1202ZH 电子天平[精度 0.01 g , 奥豪斯仪器(常州)有限公司]; 1290-6495C 超高效液相色谱-串联质谱仪(美国 Agilent 公司); HRH-Q60 全自动 QuEChERS 仪(北京慧荣和科技有限公司); PTFE-Q 亲水性滤膜($0.22 \mu\text{m}$)(上海安谱实验科技股份有限公司); Thermo HYPERCARB 色谱柱($3.0 \text{ mm} \times 100 \text{ mm}$, $5.0 \mu\text{m}$)(美国 Thermo Fisher Scientific 公司)。

1.2 材料与试剂

辣椒粉购买于市场。

氯酸盐标准品、高氯酸盐标准品(质量浓度 $1000 \text{ mg}/\text{L}$)、氯酸盐内标(质量浓度 $200 \text{ mg}/\text{L}$)、高氯酸盐内标(质量浓度 $100 \text{ mg}/\text{L}$)(上海安谱实验科技股份有限公司)。

甲酸、乙酸(色谱纯, 上海麦克林生化科技股份有限公司); 氯化钠(优级纯, 国药集团化学试剂有限公司); 甲醇、乙腈(色谱纯, 德国 Merck 公司); 一级水(蒸馏水, 杭州娃哈哈集团有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 采样和试样制备

将辣椒去蒂, 用四分法制样方法取 500 g , 用不锈钢均质器粉碎后, 全部装入样品杯中, 冷冻, 备用^[20]。

1.3.2 溶液配制

用容量瓶准确配制 $1.0 \text{ mg}/\text{L}$ 各标准液, 存储于棕色标准品储液瓶中, 放置 $4 \text{ }^\circ\text{C}$ 冷藏保存^[21-22]。

1.3.3 提取

准确称取 2.00 g 试样于 50 mL 离心管放置于全自动 QuEChERS 仪中, 编辑程序, 按照如表 1 运行。

1.3.4 样品处理

取离心后样液过 $0.22 \mu\text{m}$ 滤膜后, 供 UPLC-MS/MS 分析。

表 1 全自动 QuEChERS 仪程序
Table 1 Program of automatic QuEChERS

程序	动作	规格	时间/min
步骤 1	通道 1 静置前加水溶液	10000 μ L	0.1
步骤 2	50 mL 试管涡旋	/	0.6
步骤 3	静置	/	30.0
步骤 4	通道 3 加溶剂 1%乙酸乙腈	10000 μ L	0.1
步骤 5	50 mL 试管振荡	500 r/min	5.0
步骤 6	50 mL 试管离心	4800 r/min	3.0
步骤 7	取上清液	3000 μ L	0.1
步骤 8	15 mL 涡旋	/	1.0
步骤 9	15 mL 试管离心	4500 r/min	1.0

注: /代表不涉及规格。

1.3.5 液相色谱-串联质谱条件

(1)液相色谱条件

流动相: 0.5%甲酸水(A), 0.5%甲酸甲醇(B); 色谱柱: Thermo HYPERCARB 色谱柱(3.0 mm \times 100 mm, 5.0 μ m); 流动相洗脱程序: 0.0~0.5 min, 100% A; 0.5~5.0 min, 100%~90% A; 5.0~5.5 min, 90%~5% A; 5.5~6.5 min, 5% A; 6.5~7.0 min, 5%~100% A; 7.0~8.5 min, 100% A, 流速: 0.50 mL/min; 柱温: 40 $^{\circ}$ C; 进样量: 10 μ L^[23]。

(2)质谱条件

电离模式: 电喷雾正离子扫描(electrospray ionization, ESI)负模式; 离子源参数: 雾化气温度 150 $^{\circ}$ C; 雾化气流速: 15 L/min; 雾化器压力: 40 psi; 鞘气温度 325 $^{\circ}$ C; 鞘气流速 11 L/min; 毛细管电压: 3500 V; 喷嘴电压: 500 V; 扫描模式: 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM); 化合物的离子(m/z)及质谱参数(去簇电压、碰撞能、加速电压等)见表 2, 离子对的驻留时间均为 20 ms^[7-11,24]。

1.4 数据处理

采用 MassHunter Workstation 10.1 软件对样品进行采集分析, Quantitative Analysis 10.2 软件对采集和检测结果

进行数据处理分析。

2 结果与分析

2.1 质谱条件的优化

氯酸盐和高氯酸盐属于强极性化合物, 取 1 mL 标准工作液到 2 mL 进样小瓶中, 使用两通连接液相色谱仪与质谱仪, 在负离子模式下进行全扫描, 确定化合物的分子离子, 用软件自带的自动优化软件(Optimizer)自动优化出两个子离子去簇电压和碰撞能量等参数, 2 个子离子根据仪器响应分别作为定性及定量离子(内标 1 个响应最高的离子作为定量离子), 也可用手动优化的模式, 按照全扫描 \rightarrow 子离子扫描 \rightarrow MRM 模式逐步优化化合物的仪器参数^[24-25], 氯酸盐和高氯酸盐质谱参数优化结果见表 2。

表 2 目标化合物的 MS 条件
Table 2 MS conditions for target compound

中文名称	CAS	前体离子	产物离子	去簇电压/V	碰撞能 /V	加速电压/V
氯酸盐	74578-69-1	84.8	68.8*	166	25	4
		82.8	66.8	166	25	4
氯酸盐-内标	74578-69-1	88.9	71*	166	30	4
高氯酸盐	74578-69-1	98.8	82.7*	166	30	4
		100.8	84.7	166	30	4
高氯酸盐-内标	74578-69-1	107.0	89*	166	30	4

注: *为定量离子。

2.2 色谱条件的选择

选用专门针对极性化合物的色谱柱 Thermo HYPERCARB (3.0 mm \times 100 mm, 5.0 μ m), 在酸性体系下, 氯酸盐和高氯酸成分子态, 分别验证 0.1%甲酸水-甲醇、0.1%甲酸水-乙腈、0.1%甲酸-5 mmol/L 乙酸铵水-甲醇、0.5%甲酸水-0.5%甲酸甲醇 4 种流动相体系对分析效果的影响^[26], 通过色谱峰响应及分离效果来看, 采用 0.5%甲酸水-0.5%甲酸甲醇作为流动相时, 氯酸盐及高氯酸盐的离子化效率高, 峰型好, 灵敏度高, 目标物标准溶液(10 μ g/L)的总离子流图和提取离子色谱图见图 1。

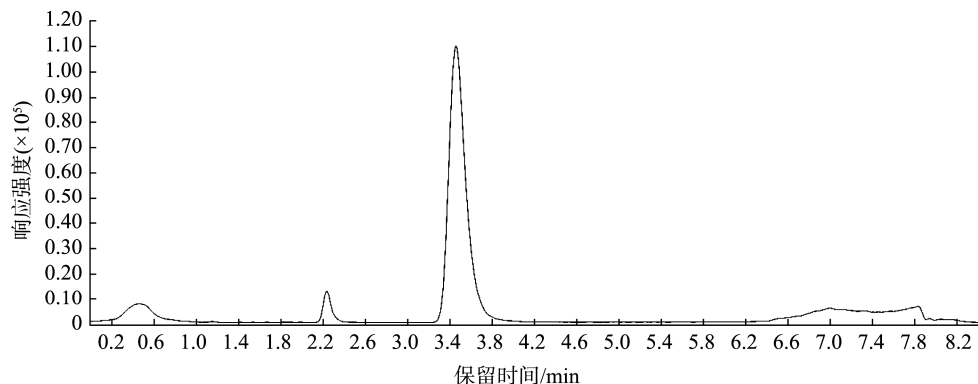


图 1 氯酸盐和高氯酸盐标准溶液(10 μ g/L)的总离子流图

Fig.1 Total ion chromatogram of chlorate and perchlorate standard solution (10 μ g/L)

2.3 前处理条件的确定

2.3.1 提取条件优化

氯酸盐和高氯酸盐为强极性化合物, 易溶于水, 不溶于三氯甲烷、正己烷等试剂, 本研究用阳性辣椒粉样品, 对比了以 1%乙酸乙腈-水、1%乙酸-水、1%甲醇-水作为提取溶剂的提取效果。结果显示, 以水或者甲醇-水提取时, 辣椒粉会分散浮在上中下层, 提取液不澄清, 难以离心分离或过滤膜, 以乙腈-水混合液提取时提取时, 提取液较澄清, 阳性样品的稳定性及结果最佳, 但不同比例 1%乙酸乙腈-水混合提取液, 阳性样品的结果也有差距, 主要跟 1%乙酸乙腈-水提取效果有关系, 比较不同比例的 1%乙酸乙腈-水的提取效果见表 3, 1%乙酸乙腈-水=1:1 (V:V) 时回收率及提取效果最好。

表 3 不同配比提取溶剂对阳性样品提取情况($n=6$)

Table 3 Different ratio of extraction solvent for positive sample extraction ($n=6$)

提取溶剂	高氯酸盐		氯酸盐	
	平均值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	RSDs /%	平均值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	RSDs /%
1%乙酸乙腈-水 =1:1 (V:V)	19.9	2.54	190	3.56
1%乙酸乙腈-水 =7:3 (V:V)	17.5	5.06	177	3.95
1%乙酸乙腈-水 =8:2 (V:V)	17.1	6.47	169	4.64
1%乙酸乙腈-水 =4:6 (V:V)	18.4	2.90	182	4.83

注: 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)。

2.3.2 自动 QuEChERS 方法的验证

本研究先以每月 1000 个样品为工作量, 每天工作 8 h, 考察人工操作及全自动 QuEChERS 仪效率及精密度(结果见表 4), 由表 4 可以看出, 仪器折旧成本与 1 位员工工资相当, 但是效率是人工的 6 倍, 若样品量增多, 其效率会倍数增加, 同时所测试数据的精密度要大于人工操作。

表 4 人工及全自动 QuEChERS 仪比较($n=6$)

Table 4 Comparison of manual and automatic QuEChERS ($n=6$)

项目	人工	全自动 QuEChERS 仪
每月样品量/个	1000	1000
每天样品量/个	50	50
检测时长/d	3.0	0.5
每月人员成本/元	6000	400
每月仪器折旧成本/元	-	5800
每月合计成本/元	6000	6200

注: -代表人工不涉及仪器折旧。

2.4 线性关系和检出限

用 1%乙酸乙腈-水=1:1 (V:V) 流动相配制质量浓度为 1、5、10、20、50、100 ng/mL 氯酸盐及高氯酸盐标准溶液进样分析, 记录色谱图, 氯酸盐线性方程为 $Y=0.0715X+0.139$, 线性相关系数(r^2)为 0.9996, 高氯酸盐线性方程为 $Y=0.0473X+0.0032$, 线性相关系数(r^2)为 0.9994, 线性关系良好。在空白样品中添一定浓度的混合标准溶液, 按照本方法用全自动 QuEChERS 仪处理后分析, 分别以 3 倍信噪比、10 倍信噪比计算氯酸盐和高氯酸盐的检出限和定量限(limit of quantitation, LOQ)。得到方法检出限为 3.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, LOQ 为 10.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 可以满足方法灵敏度及出口欧盟限量要求。

2.5 方法的回收率与精密度

选取辣椒粉样品, 按本研究方法进行 3 个加标水平分别测定 6 次(LOQ、2 倍 LOQ、5 倍 LOQ)的回收率和精密度实验, 计算其回收率和 RSDs, 实验结果见表 5。目标物的平均回收率为 94.0%~96.4%, 日内 RSDs 均不高于 5%, 表明方法的准确度和精密度良好^[24,27-32]。

表 5 不同添加水平下氯酸盐和高氯酸盐的加标回收率和 RSDs ($n=6$)

Table 5 Adding standard recoveries and RSDs of chlorate and perchlorate at different fortification levels ($n=6$)

待测物	化合物添加水平 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	测定平均值 ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	RSDs /%	平均 回收率/%
氯酸盐	10	9.5	3.27	95.0
	20	18.8	3.53	94.0
	50	47.6	4.02	95.2
高氯酸盐	10	9.4	3.38	94.0
	20	19.0	3.63	95.0
	50	48.2	4.18	96.4

2.6 实际样品的检测

采用用本方法对山东地区 10 批次辣椒粉样品进行检测, 发现阳性样品 8 例, 检出范围氯酸盐 10~80 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间, 高氯酸盐在 10~200 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 之间, 同时将 10 批次样本, 用国家标准检测氯酸盐高氯酸盐的方法进行检测, 所得到的检测结果与全自动 QuEChERS 仪测定结果精密度均小于 10%, 说明本方法对样品中目标物的定量分析可信度较高。

3 结论

本研究建立了全自动 QuEChERS-UPLC-MS/MS 快速测定辣椒粉中的氯酸盐及高氯酸盐的方法, 与传统的人工操作相比, 全自动 QuEChERS 仪替代人工更加符合现在科技高速发展的现状, 经优化前处理、色谱等条件, 目标化

合物分离度好,结果准确可靠,有较高的精密度及回收率,更加适用于辣椒粉中氯酸盐和高氯酸盐的检测。

参考文献

- [1] 宇盛好,李亦奇,张露菁,等. 婴幼儿配方乳粉中氯酸盐的膳食暴露评估[J]. 上海预防医学, 2022, 34(5): 401-406.
YU SH, LI YQ, ZHANG LJ, *et al.* Dietary exposure assessment of chlorate in infant formula [J]. Shanghai Journal of Preventive Medicine, 2022, 34(5): 401-406.
- [2] 田一媚,宫智勇. 食品中高氯酸盐的污染现状及毒理作用研究进展[J]. 食品科学, 2020, 41(5): 276-281.
TIAN YM, GONG ZY. Advances in research on pollution status and toxicological effects of perchlorate in food matrices [J]. Food Science, 2020, 41(5): 276-281.
- [3] 宋正规,沈坚,张爱芝,等. 高氯酸盐毒性及其检测方法研究进展[J]. 食品工业科技, 2018, 39(8): 341-347, 351.
SONG ZG, SHEN J, ZHANG AIZ, *et al.* Research progress in toxicological effects of perchlorate and its detection methods [J]. Science and Technology of Food Industry, 2018, 39(8): 341-347, 351.
- [4] 郑雯静,闻自强,沈昊宇,等. 高氯酸盐的来源、危害及其检测方法研究进展[J]. 环境科学与技术, 2018, 41(S1): 103-108.
ZHENG WJ, WEN ZQ, SHEN HY, *et al.* Research progress on the source, harmfulness and the determination methods of perchlorate [J]. Environmental Science & Technology, 2018, 41(S1): 103-108.
- [5] 方齐乐. 新型环境污染物高氯酸盐的环境化学行为、食品安全及健康风险[J]. 科学通报, 2013, 58(26): 2626-2642
FANG QL. Environmental chemical behavior, food safety and health risks of new environmental pollutants perchlorate [J]. Chinese Science Bulletin, 2013, 58(26): 2626-2642
- [6] 张文婷,华永有,陆秋艳,等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿配方奶粉中氯酸盐和高氯酸盐[J]. 卫生研究, 2021, 50(4): 625-632.
ZAHNG WT, HUA YY, LU YQ, *et al.* Determination of chlorate and perchlorate in infant formula by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Hygiene Research, 2021, 50(4): 625-632.
- [7] 董恒涛,张亚锋. 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[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(16): 6522-6527.
DONG HT, ZHANG YF. Determination of perchlorate and chlorate residues in infant formula milk powder by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(16): 6522-6527.
- [8] 林玉萍. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定食品中的氯酸盐和高氯酸盐残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(16): 2204-2212.
LIN YP. Determination of chlorate and perchlorate in foods by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(16): 6522-6527.
- [9] 毕瑞锋. 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, 58.
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 Industry, 2018, 46(2): 49-51, 58.
- [10] 姚清华,刘文静,陈美珍,等. 超高效液相色谱-串联质谱同位素内标法测定茶汤中高氯酸盐[J]. 分析科学学报, 2021(6): 847-850.
YAO QH, LIU WJ, CHEN MZ, *et al.* Determination of perchlorate in tea infusion by isotope-labelled internal standard quantitation ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Analytical Science, 2021(6): 847-850.
- [11] 宋瑞,李清清,陆志芸. 食品中氯酸盐和高氯酸盐分析方法综述[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(21): 7115-7120.
SONG R, LI QQ, LU ZY. Discussion on analytical method of chlorate and perchlorate in food [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(21): 7115-7120.
- [12] CHEN R, LI J, YANG Z, *et al.* Determination of 3,5-dinitrosalicylic acid hydrazide in honey by solid-phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Protection, 2020, 83(5): 910-914.
- [13] 李玉哲,杨杰,王雨昕,等. 同位素稀释-超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中的高氯酸盐[J]. 中国食品卫生杂志, 2016, 28(5): 680-685.
LI YZ, YANG J, WANG YX, *et al.* Detection of perchlorate in tea by ultrahigh performance liquid chromatography with tandem mass spectrometry and isotope dilution method [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2016, 28(5): 680-685
- [14] DOU D, HE M, LIU J, *et al.* Occurrence distribution characteristics and exposure assessment of perchlorate in the environment in China [J]. Journal of Hazardous Materials, 2024, 474: 134805.
- [15] 黄伟,宿宁,王大明. 土壤有机质检测自动化前处理平台设计与试验[J]. 农业机械学报, 2021, 52(4): 276-284.
HUANG W, SU N, WANG DP. Design and experiment of automatic pretreatment platform for soil organic matter detection [J]. Transactions of the Chinese Society of Agricultural Machinery, 2021, 52(4): 276-284.
- [16] 张丹,段慧. 环境中高氯酸盐的污染、分析方法及去除技术的研究进展[J]. 西南农业学报, 2013, 26(6): 2648-2653.
ZHANG D, DUAN H. Progress in the study of perchlorate contamination in the environment, analytical methods and removal techniques [J]. Southwest China Journal of Agricultural Sciences, 2013, 26(6): 2648-2653.
- [17] 贺巍巍,杨杰,王雨昕,等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定食品中高氯酸盐[J]. 中国食品卫生杂志, 2017, 29(4): 438-444.
HE WW, YANG J, WANG YX, *et al.* Determination of perchlorate in food by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Food Hygiene, 2017, 29(4): 438-444.
- [18] 夏宝林,张亚清,殷晶晶,等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定枸杞子中65种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(1): 110-119.
XIA BL, ZHANG YQ, YIN JJ, *et al.* Simultaneous determination of 65 kinds of pesticide residues in *Lycium barbarum* by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(1): 110-119.
- [19] 杨青,张雅静,郑丹,等. 基于近红外光谱的茶叶高氯酸盐污染水平研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(17): 95-101.
YANG Q, ZHANG YJ, DENG D, *et al.* Research on perchlorate contamination levels in tea based on near-infrared spectroscopy [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2023, 14(17): 95-101.
- [20] 孙谦,刘伟. 固相微萃取-气相色谱-质谱联用快速鉴别香米真伪[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(3): 1051-1055.

- SUN Q, LIU W. Rapid identification of aroma rice by solid phase micro-extraction gas chromatography-mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2016, 7(3): 1051-1055.
- [21] 周凯, 娄喜山. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鸭肝中的头孢曲松钠[J]. *食品安全质量检测学报*, 2017, 8(10): 4071-4075.
- ZHOU K, LOU XS. Determination of ceftriaxone sodium in duck liver by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2017, 8(10): 4071-4075.
- [22] 王永莲. 超高效液相色谱串联质谱法测定白菜、青椒和葡萄中的仲丁胺[J]. *农产品质量与安全*, 2018(1): 75-79.
- WANG YL. Determination of 2-aminobutane in vegetables and fruits by ultrahigh performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Quality and Safety of Agro-products*, 2018(1): 75-79.
- [23] 段科. 超高效液相色谱-串联质谱法测定动物组织中的金刚烷胺、金刚乙胺和盐酸美金刚[J]. *食品安全质量检测学报*, 2018, 9(3): 652-658.
- DUAN K. Determination of amantadine, rimantadine and memantine hydrochloride in animal tissue by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2018, 9(3): 652-658.
- [24] 洗燕萍. UPLC-MS/MS 法测定猪肉中万古霉素与去甲万古霉素[J]. *分析测试学报*, 2013, 32(2): 162-167.
- XIAN YP. Quantitative Determination of vancomycin and norvancomycin in pork by ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Instrumental Analysis*, 2013, 32(2): 162-167.
- [25] 张信仁, 刘正才, 陈泽宇, 等. 食品中 7 种芬太尼类药物识别研究[J]. *福建分析测试*, 2023, 32(2): 22-26, 34.
- ZHANG XR, LIU ZC, CHEN ZY, *et al.* Determination of anisodamine and atropine in raw meat by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Fujian Analysis & Testing*, 2023, 32(2): 22-26, 34.
- [26] 段科. 超高效液相色谱-串联质谱法检测生肉中的阿托品和山莨菪碱[J]. *食品安全质量检测学报*, 2017, 8(12): 4841-4846.
- DUAN K. Determination of anisodamine and atropine in raw meat by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2017, 8(12): 4841-4846.
- [27] 张小刚, 徐志华, 孙洪峰. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定水果中高氯酸盐[J]. *食品安全质量检测学报*, 2021, 12(10): 4216-4220.
- ZHANG XG, XU ZH, SUN HF. Determination of perchlorate in fruit by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2021, 12(10): 4216-4220.
- [28] 陈啟荣, 杨明. 多壁碳纳米管固相萃取净化-气相色谱质谱联用同时测定茶叶中 26 种农药[J]. *食品安全质量检测学报*, 2016, 7(4): 1686-1693.
- CHEN QR, YANG M. Determination of 26 pesticides in tea by gas chromatography-mass spectro-metry with multi-walled carbon nanotubes as solid-phase [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2016, 7(4): 1686-1693.
- [29] 曾军杰, 王世光, 张小军. 分散固相萃取净化-UPLC-MS/MS 法检测水产品中河豚毒素[J]. *浙江海洋大学学报(自然科学版)*, 2023, 42(4): 324-329.
- ZENG JJ, WANG SG, ZHANG XJ. Determination of TTX in aquatic by dispersive solid phase extraction purification UPLC-MS/MS [J]. *Journal of Zhejiang Ocean University (Natural Science)*, 2023, 42(4): 324-329.
- [30] 邓锁成. 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. Determination of chlorate residue in fresh vegetables by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Journal of Food Safety & Quality*, 2020, 11(6): 1841-1845.
- [31] 董亚蕾. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定坚果中 38 种农药残留[J]. *分析化学*, 2017, 9(9): 1397-1404.
- DONG YL. Determination of 38 pesticides in nut by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Chinese Journal of Analytical Chemistry*, 2017, 9(9): 1397-1404.
- [32] 陈秀梅, 闫慧娟, 张晓敏, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法检测乳与乳制品中氯酸盐和高氯酸盐的残留[J]. *饮料工业*, 2023, 26(3): 19-24.
- CHEN XM, YAN HJ, ZHANG XM, *et al.* Determination of chlorate and perchlorate residues in milk and dairy products by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Beverage Industry*, 2023, 26(3): 19-24.

(责任编辑: 安香玉 韩晓红)