DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251013002
引用格式: 陈松辉, 钱辉, 杨玉婷, 等. 自动涡旋促进衍生化-气相色谱-质谱法测定食品接触用木制品中 19 种含氯苯酚残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(5): 241–247.
CHEN SH, QIAN H, YANG YT, *et al*. Determination of 19 kinds of chlorophenol residue levels in wood products for food contact by automated vortex-assisted derivatization-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(5): 241–247. (in Chinese with English abstract).

自动涡旋促进衍生化-气相色谱-质谱法测定食品接触用木制品中 19 种含氯苯酚残留量

陈松辉, 钱　辉*, 杨玉婷, 李兴根, 汶海花, 王爱霞, 颜　烺, 孙晨阳
(泰州市产品质量监督检验院, 国家精细化学品质量检验检测中心, 泰州　225300)

摘　要: 目的　建立气相色谱-质谱法(gas chromatography-mass spectrometry, GC-MS)测定食品接触用木制品中 19 种含氯苯酚残留量的方法。**方法**　样品以甲醇为提取溶剂, 超声提取食品接触用木制品中含氯苯酚类物质, 蒸发浓缩后用氢氧化钾溶解, 经乙酸酐衍生, 自动涡旋促进衍生化, 用正己烷萃取后采用 GC-MS 进行检测, 选择 DB-5MS 毛细管色谱柱分析, 程序升温, 以内标法定量。**结果**　19 种含氯苯酚在 1~50 μg/L 质量浓度范围内具有良好的线性关系, 相关系数(r^2)大于 0.999, 加标回收实验中标准品浓度分别为 2、5 和 20 μg/kg 时, 食品接触用木制品中 19 种含氯苯酚的回收率为 85.60%~109.32%, 检出限为 1.75~1.98 μg/kg, 定量限为 4.71~4.98 μg/kg, 相对标准偏差范围为小于 5.0% (n=6)。**结论**　该方法灵敏度、精密度和定量限均符合实际样品检测要求, 可满足日常测定食品接触用木制品含氯苯酚残留量的要求。

关键词: 食品接触用木制品; 含氯苯酚; 气相色谱-质谱法; 自动涡旋

Determination of 19 kinds of chlorophenol residue levels in wood products for food contact by automated vortex-assisted derivatization-gas chromatography-mass spectrometry

CHEN Song-Hui, QIAN Hui*, YANG Yu-Ting, LI Xing-Gen, WEN Hai-Hua, WANG Ai-Xia, YAN Lang, SUN Chen-Yang
(*China National Fine Chemicals Quality Inspection and Testing Center*, *Taizhou Institute of Product Quality Supervision and Inspection*, *Taizhou* 225300, *China*)

ABSTRACT: Objective　To establish a method for determining the residual levels of 19 kinds of chlorophenol in wood products for food contact by gas chromatography-mass spectrometry (GC-MS). **Methods**　The sample was extracted using methanol as the extraction solvent, and chlorophenols in wood products for food contact were extracted by ultrasound. After evaporation and concentration, they were dissolved in potassium hydroxide and

收稿日期: 2025-10-13
基金项目: 江苏省市场监督管理局科技计划项目(KJ21125002)
第一作者: 陈松辉(1980—), 男, 硕士, 高级工程师, 主要研究方向为色谱质谱分析及研究。E-mail: chensh6616@163.com
***通信作者:** 钱辉(1977—), 男, 硕士, 研究员级高级工程师, 主要研究方向为理化检验及管理。E-mail: 415364050@qq.com

derivatized with acetic anhydride. The derivatization was promoted by automatic vortexing, extracted with n-hexane, and detected by GC-MS. DB-5MS capillary chromatography column was selected for analysis, and the temperature was programmed to increase. Quantification was performed by internal standard method. **Results** There was a good linear relationship between 19 kinds of chlorophenols in the mass concentration range of 1–50 μg/L, with a correlation coefficient (r^2) greater than 0.999. When the addition concentrations were 2, 5 and 20 μg/kg, the recovery rates of 19 kinds of chlorophenols in food contact wood products were between 85.60%–109.32%. The limits of detection were 1.75–1.98 μg/kg, the limits of quantitation were 4.71–4.98 μg/kg, and the relative standard deviations range were less than 5.0% (n=6). **Conclusion** The sensitivity, precision and limit of quantitation of this method meet the requirements of actual sample detection and can meet the daily determination of chlorophenol residue levels in wood products for food contact.

KEY WORDS: wood products for food contact; chlorophenols; gas chromatography-mass spectrometry; automatic vortex

0 引 言

我国具有长期使用食品接触用木制品(如木筷、木砧板)的传统。木制品因为本身天然的美观性、良好的机械性能以及可再生性，在建筑、家具和包装等领域得到了广泛应用。然而，为了提高木制品的耐久性，防止腐朽和虫害，常使用含氯苯酚类化合物作为防腐剂[1]。这类化合物具有广谱的抗菌和杀虫作用，但其长期大量使用也带来了显著的环境和健康风险。研究表明，含氯苯酚具有较强的毒性，可能对人体造成致癌、致畸等危害，同时也会对土壤和水体造成严重污染[2]。特别是在木制品与食品或人体直接接触的情况下，残留的含氯苯酚可能通过迁移进入环境或生物体内，进一步加剧其潜在危害。因此，建立一种高效、准确的测定方法，以监控食品接触用木制品中多种含氯苯酚的含量，对于保障人体健康、环境保护以及木制品质量控制具有重要意义。传统的含氯苯酚乙酸酐衍生化方式，例如振荡、涡旋在衍生化时因为强度不够，容易失败。本研究用自动涡旋仪进行含氯苯酚衍生，成功率高，且能够实现标准化操作。

含氯苯酚的测定方法主要有气相色谱法[3–5]、气相色谱-质谱法[6–11]、液相色谱法[12–13]、液相色谱-质谱法[14–16]等，主要是针对皮革、纺织品、食品接触用纸、水、木制品等。鲜见检测食品相关产品木制品中 19 种含氯苯酚残留量的相关文献。目前，已经有文献报道的检测食品接触用木制品中五氯苯酚迁移量或残留量的方法，但是本研究扩展到检测 19 种含氯苯酚残留量的方法。

目前，我国 GB 4806.12—2022《食品安全国家标准 食品接触用竹木材料及制品》中仅规定了五氯苯酚及其盐类(以五氯苯酚计)的迁移量指标为小于等于 0.15 μg/kg。分析方法为中华人民共和国出入境检验行业标准 SN/T 2204—2015《食品接触材料 木制品类 食品模拟物中五氯苯酚的测定 气相色谱-质谱法》。按照该标准模拟使用情况未检测出五氯苯酚的产品即符合 GB 4806.12—2022 的产品，在使用本方法后，仍然检测出更高含量、更多种类的含氯苯酚，说明在长期使用过程中仍然存在风险(如木制砧板)。本研究旨在成功检测食品接触用木制品中含氯苯酚的残留量，为长期使用食品接触用竹木材料及制品的相关人员提供参考标准。

1 材料与方法

1.1 材料、仪器与试剂

实验所用木制材料：木制砧板、竹签、竹筷(实体店及网店)。

7890B 气相色谱仪(配 5977A 型 MSD 质谱检测器)、DB-5MS 色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm)(美国 Agilent 公司)；S100H 超声波发生仪(德国 Elma 公司)；IKA 旋转蒸发仪(德国 IKA 公司)；MX-S 自动涡旋混匀仪(北京大龙兴创实验仪器股份公司)；MS205DU 电子精细分析天平(精度 0.0001 g，梅特勒-托利多仪器上海有限公司)；BAS224S 电子分析天平(精度 0.0001 g，赛多利斯科学仪器北京有限公司)；ELGA 超纯水机(电阻率 18.2 MΩ • cm，法国威立雅水务集团)。

19 种含氯苯酚混标(质量浓度 1000 mg/L，溶剂为二氯甲烷)、四氯邻甲氧基苯酚(纯度 95.0%)(上海安谱璀世标准技术服务有限公司)；正己烷、甲醇(色谱纯，美国 Tedia 公司)；碳酸钾、乙酸酐、氢氧化钾、无水硫酸钠(分析纯，国药集团化学试剂有限公司)；所用纯化水为纯水机自制。

1.2 标准溶液的配制

标准品贮备液的配制(质量浓度 10 mg/L)：移取 0.5 mL 19 种含氯苯酚混标至 50 mL 容量瓶中，用正己烷溶解并定容。

混合中间工作溶液的配制(质量浓度 100 μg/L)：移取 1 mL 含氯苯酚混合标准储备液，置于 100 mL 容量瓶中，用正己烷稀释并定容。

标准工作溶液的配制: 准确吸取一定体积的标准中间工作液, 用正己烷逐级稀释, 配制成质量浓度为 1、5、10、30、50 μg/L 的系列标准工作溶液。

内标溶液的配制: 称取 10 mg 的四氯邻甲氧基苯酚, 用正己烷溶解并定容, 稀释至 2 mg/L 的溶液。

1.3　样品的前处理

1.3.1　提　取

首先, 将采集的食品相关木制品样品(砧板)用木刨或空心钻取样, 粉碎机粉碎至粒径小于 2 mm, 并通过金属筛进行筛分, 以确保样品颗粒均匀性。随后, 称取 1 g 左右(精确至 0.1 mg)的样品置于 100 mL 锥形瓶中, 加入 100 μL 的四氯邻甲氧基苯酚内标溶液, 加入 30 mL 甲醇作为提取溶剂, 在超声波清洗仪中超声提取 30 min。提取完成后, 用滤纸将提取液过滤至 100 mL 旋转瓶中。提取液在 40 ℃水浴条件下旋转蒸发至近干[17], 然后用 20 mL 浓度为 2 mol/L 的氢氧化钾溶液溶解并转移至 50 mL 离心管中, 准备进行下一步的乙酰化反应。

1.3.2　衍生化

在上述离心管中, 加入 2 mL 乙酸酐, 加盖密封, 置于自动涡旋振荡器上, 2000 r/min 涡旋 10 min, 加入 5 mL 正己烷, 继续涡旋 5 min, 完毕后[18], 静置 5 min。吸取上层液体于 50 mL 离心管中, 加入 20 g/L 硫酸钠水溶液 20 mL 振荡洗涤 1 次, 取上层液体 1 mL 待测。

1.4　分析条件

实验中选用 DB-5MS 毛细管色谱柱(30 m×0.25 mm, 0.25 μm), 柱温程序采用分段升温模式, 初始温度设定为 60 ℃, 保持 1 min, 以 15 ℃/min 升至 150 ℃, 保持 3 min; 随后以 30 ℃/min 升至 300 ℃, 保持 5 min, 进样口温度设置为 250 ℃, 载气为氦气, 纯度≥99.999%, 流速为 1.0 mL/min; 分流进样, 分流比 10:1; 进样量 1 μL。质谱采用电子轰击离子化(electron ionization, EI)作为离子源, 电子能量 70 eV; 离子源温度设定为 220 ℃[19–21]。质量扫描范围设定为 *m/z* 40~500。

1.5　数据处理

将 19 种含氯苯酚混标配制 5 个不同质量浓度(1、5、10、30、50 μg/L)的混合标准溶液, 以混合标准工作溶液的质量浓度为横坐标(*X*, μg/L), 定量离子色谱峰面积为纵坐标(*Y*), 使用 Origin 8 绘制标准工作曲线, 得到线性方程和相关系数。在做精密度验证时, 每个浓度点重复进样 6 次, 计算相对标准偏差(relative standard deviation, RSD), 考察其重复性。

2　结果与分析

2.1　提取的选择

考察了目前常用的前处理技术[22–23], 在 SN/T 2204—2015 中食品模拟物的基础上, 包括 3%乙酸、10%乙醇和 95%乙醇, 又增加了正己烷、甲醇、二氯甲烷作为提取溶剂, 发现在这些 3%乙酸、乙醇溶液、甲醇等不同的基质下, 含氯苯酚响应值不同, 其中在甲醇基质中响应最好, 甲醇提取效率较高, 同时具有较高的回收率, 故选择甲醇作为提取剂, 结果见表 1。本研究提取时间未进行优化, 具体见参照文献[3]。

表 1　不同溶剂对含氯苯酚提取效果的比较

Table 1　Comparison of extraction efficiency of chlorophenols using different solvents

化合物名称	回收率/%					
	甲醇	正己烷	3%乙酸	10%乙醇	95%乙醇	二氯甲烷
2-氯苯酚	78.8	32.0	24.7	30.9	56.1	33.9
3-氯苯酚	75.0	56.1	18.8	42.1	72.1	45.8
4-氯苯酚	92.1	44.5	19.6	35.5	55.8	38.7
2,6-二氯苯酚	82.9	43.2	19.9	29.7	63.2	40.9
2,4-二氯苯酚	75.9	33.9	29.1	38.7	60.1	41.2
2,5-二氯苯酚	91.4	40.5	25.2	40.1	71.2	33.9
3,5-二氯苯酚	94.3	51.2	29.4	27.6	73.1	35.4
2,3-二氯苯酚	88.5	37.6	44.9	40.9	65.4	36.5
3,4-二氯苯酚	89.9	40.9	27.3	38.7	58.4	43.9
2,4,6-三氯苯酚	82.9	32.0	20.8	45.1	65.3	46.5
2,3,6-三氯苯酚	90.5	56.1	25.6	38.6	55.8	50.3
2,3,5-三氯苯酚	81.3	61.4	30.0	20.5	54.7	45.3
2,4,5-三氯苯酚	87.8	58.3	17.8	22.4	53.2	37.2
2,3,4-三氯苯酚	92.1	70.3	18.7	26.7	65.7	36.8
3,4,5-三氯苯酚	75.3	40.1	19.9	35.8	47.6	44.1
2,3,4,5-四氯苯酚	80.0	80.5	35.1	43.2	44.5	45.4
2,3,5,6-四氯苯酚	88.9	78.8	40.6	38.3	51.3	46.2
2,3,4,6-四氯苯酚	89.4	77.4	16.5	41.2	65.2	39.0
五氯苯酚	92.1	84.0	20.8	35.1	70.1	50.9

2.2 衍生化的选择与优化

从文献[24–28]的工作中可以看出衍生化条件已经较为成熟，但是在具体实践中衍生化操作能否成功，关键在于衍生化反应需要持续一定时间以达到充分混合的效果[29–32]。在 1.3.1 氢氧化钾体系条件下，加入乙酸酐涡旋后，置于振荡器 200 r/min，振荡 30 min。发现衍生化反应只有 60%左右的成功率。而传统的涡旋振荡器需要实验人员持续按压，涡旋效率较低。采用自动涡旋振荡器可有效提高衍生化反应的稳定性与重复性。将提取后的溶液分装至数个 50 mL 离心管，再按照 1.3.2 进行衍生化反应，通过改变涡旋时间以考察其对 19 种含氯苯酚检出量的影响。对比不同涡旋时间(5、10、20 min)下，19 种含氯苯酚的衍生化效率，5 min 时含氯苯酚检出量约为 90%，10 min 时约为 99%，20 min 时约为 95%。结果表明 10 min 条件下衍生产物峰面积最大且 RSD 最小(小于 5%)，20 min 时间增加，萃取效率下降。分析原因，可能是提取时间过长，将样品中其他杂质带入到溶剂中。因此确定最佳涡旋时间为 10 min。

2.3 色谱质谱条件的选择与优化

19 种含氯苯酚和内标溶液的衍生产物均属于弱极性化合物，选择 DB-5MS 毛细管色谱柱分析，柱温程序采用分段升温模式，初始温度设定为 60 ℃，保持 1 min，以 15 ℃/min 升至 150 ℃，保持 3 min；随后以 30 ℃/min 升至 300 ℃，保持 5 min，进样口温度设置为 250 ℃，20 种目标物保留良好，峰形对称。

2.4 线性范围与检出限

以质量浓度为横坐标(X，μg/L)、峰面积为纵坐标(Y)进行线性回归，在 1~50 μg/L 范围内得到 19 种含氯苯酚类化合物的线性关系，线性相关系数 r^2>0.999。以信噪比 S/N≥3 计算 19 种含氯苯酚类化合物的检出限(limit of detection, LOD)，LODs 为 1.75~1.98 μg/kg；以信噪比 S/N≥10 计算 19 种含氯苯酚类化合物的定量限(limit of quantitation, LOQ)，LOQs 为 4.71~4.98 μg/kg，具体数据见表 2，典型色谱图见图 1。

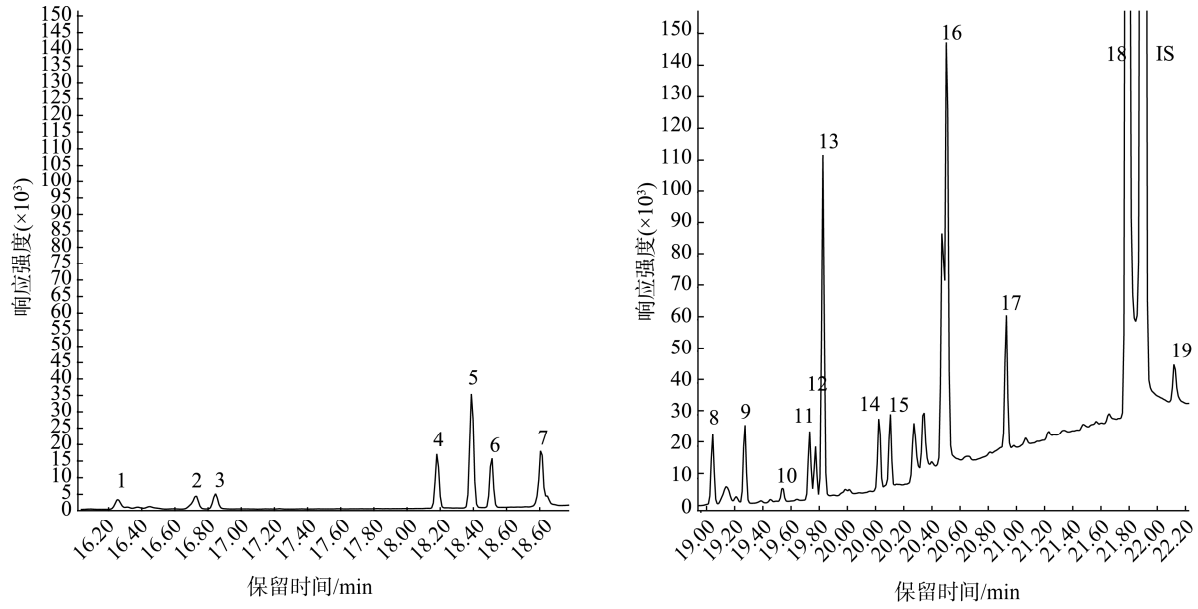
2.5 精密度和回收率

为对本方法的精密度和回收率进行比较，以经检测未检出目标物的食品接触用木筷制品粉末为基质，分别在 3 个添加水平(2、5、20 μg/kg)进行加标回收实验，24 h 内，按照上述方法进行测定，每个浓度水平单独测定 6 次，回收率及 RSDs 列具体见表 3。由表 3 可知，19 种含氯苯酚回收率在 85.60%~109.32%之间，RSDs 均小于 5.0%，精密度良好。说明该方法对食品接触用木制品中 19 种含氯苯酚均有较好的回收率及重复性，能满足实际样品的分析要求。

表 2 19 种含氯苯酚的线性范围、线性方程、相关系数、LODs 和 LOQs

Table 2 Linear ranges, regression equations, correlation coefficients, LODs and LOQs of 19 kinds of chlorophenols

序号	化合物名称	线性范围/(μg/L)	线性方程	相关系数(r^2)	LODs/(μg/kg)	LOQs/(μg/kg)
1	2-氯苯酚	1~50	Y=1370.84512X+782.39357	0.9991	1.81	4.96
2	3-氯苯酚	1~50	Y=3315.80012X–109.81242	0.9998	1.75	4.71
3	4-氯苯酚	1~50	Y=3770.89612X+496.32022	0.9991	1.84	4.93
4	2,6-二氯苯酚	1~50	Y=1744.59975X–814.30335	0.9992	1.94	4.96
5	2,4-二氯苯酚	1~50	Y=1686.88891X+274.12009	0.9993	1.78	4.85
6	2,5-二氯苯酚	1~50	Y=2334.00371X+576.34803	0.9991	1.98	4.98
7	3,5-二氯苯酚	1~50	Y=4064.54012X+914.77969	0.9992	1.83	4.80
8	2,3-二氯苯酚	1~50	Y=9510.78452X+312.39357	0.9994	1.97	4.97
9	3,4-二氯苯酚	1~50	Y=4041.57115X+975.44272	0.9997	1.88	4.93
10	2,4,6-三氯苯酚	1~50	Y=5208.78523X+22.49357	0.9996	1.94	4.91
11	2,3,6-三氯苯酚	1~50	Y=1554.63002X–51.36757	0.9995	1.79	4.88
12	2,3,5-三氯苯酚	1~50	Y=7061.91866X–882.35386	0.9997	1.76	4.83
13	2,4,5-三氯苯酚	1~50	Y=18386.23519X+116.39357	0.9991	1.98	4.95
14	2,3,4-三氯苯酚	1~50	Y=16800.84512X+488.39357	0.9992	1.94	4.91
15	3,4,5-三氯苯酚	1~50	Y=16800.84512X+488.39357	0.9992	1.85	4.88
16	2,3,4,5-四氯苯酚	1~50	Y=3032.74053X+434.56203	0.9994	1.92	4.89
17	2,3,5,6-四氯苯酚	1~50	Y=1646.05471X+56.69680	0.9995	1.97	4.98
18	2,3,4,6-四氯苯酚	1~50	Y=3947.84512X+1131.92816	0.9998	1.83	4.81
19	五氯苯酚	1~50	Y=1602.54403X–71.39357	0.9994	1.97	4.96



注: 峰号 1~19 所对应的化合物名称同表 2; IS 为内标物质。

图 1　标准工作溶液中 19 种含量苯酚和内标的衍生物全离子流图

Fig.1　Total ion chromatogram of 19 kinds of derivatives of chlorophenols and internal standards in standard working solution

表 3　19 种含氯苯酚加标回收率和 RSDs 实验结果(%, *n*=6)

Table 3　Experimental results of spiked recoveries and RSDs for 19 kinds of chlorophenols (%, *n*=6)

序号	化合物名称	2 μg/kg		5 μg/kg		20 μg/kg	
		回收率	RSDs	回收率	RSDs	回收率	RSDs
1	2-氯苯酚	105.38	4.5	109.32	4.3	108.49	2.0
2	3-氯苯酚	106.31	4.7	92.06	4.4	96.22	4.5
3	4-氯苯酚	105.68	4.1	88.72	4.1	88.22	4.8
4	2,6-二氯苯酚	103.26	4.7	93.04	3.3	87.10	1.4
5	2,4-二氯苯酚	101.58	4.6	89.81	3.0	85.94	3.0
6	2,5-二氯苯酚	106.05	3.1	93.54	2.9	88.62	3.0
7	3,5-二氯苯酚	109.09	3.2	90.58	3.3	87.06	3.8
8	2,3-二氯苯酚	108.07	3.8	91.05	1.8	87.34	2.7
9	3,4-二氯苯酚	105.54	4.5	94.95	3.0	89.98	1.7
10	2,4,6-三氯苯酚	108.34	2.6	94.36	3.3	87.08	1.6
11	2,3,6-三氯苯酚	107.07	3.1	103.95	3.9	87.39	3.0
12	2,3,5-三氯苯酚	108.19	1.8	91.57	2.2	86.70	1.1
13	2,4,5-三氯苯酚	107.53	1.4	92.94	1.5	85.60	1.1
14	2,3,4-三氯苯酚	109.21	1.3	92.94	2.4	85.60	1.1
15	3,4,5-三氯苯酚	106.66	0.8	94.72	4.5	87.76	1.0
16	2,3,4,5-四氯苯酚	103.61	4.3	89.09	3.4	86.43	2.1
17	2,3,5,6-四氯苯酚	107.08	4.6	87.33	3.3	86.40	2.8
18	2,3,4,6-四氯苯酚	103.24	2.6	86.89	4.6	86.82	2.0
19	五氯苯酚	109.23	4.4	85.90	4.5	87.24	1.6

2.6　实际样品的测定

在市场上购买不同食品接触用木制样品, 按照 SN/T 2204—2015 检测五氯苯酚迁移量(迁移量检测时, 取样较多, 故检出限更低, 比如砧板, 会取小半块或者整个砧板浸泡检测), 发现都符合 GB 4806.12—2022 标准规定的要求, 即合格产品。这些产品, 再按照本方法检测 19

中含氯苯酚残留量时，发现 30 批次木砧板样品有 12 份检测出 1~2 种含氯苯酚。其中 4 份样品的含量在 1.00~5.00 mg/kg，8 份样品在 0.01~1.00 mg/kg 之间。20 批次竹签、竹筷样品有 5 批次检测出 1~2 种含氯苯酚。

3 结 论

本研究建立了一种气相色谱-质谱法分析食品接触用木制品中 19 种含氯苯酚残留量的方法。本研究成功将自动涡旋促进衍生化引入木制品中含氯苯酚残留测定，显著提高了衍生化效率与重复性，并将检测目标物扩展至 19 种，该方法以甲醇为提取溶剂，提取效率高，前处理通过自动涡旋促进衍生化，简便快速，灵敏度和回收率高，重复性好，适合食品相关木制产品中 19 种含氯苯酚残留量的快速检测和风险监控。

参考文献

[1] 丁先锋, 方丰平, 石文超, 等. 木材中五氯苯酚的检测方法研究进展[J]. 化学分析计量, 2020, 29(1): 128–131.
DING XF, FANG FP, SHI WC, *et al*. Research progress on detection methods of pentachlorophenol in wood [J]. Chemical Analysis Metrology, 2020, 29(1): 128–131.

[2] 石文超, 陈峰, 丁先锋, 等. 气相色谱–质谱法测定木材中的五氯苯酚[J]. 化学分析计量, 2019, 28(5): 49–52.
SHI WC, CHEN F, DING XF, *et al*. Determination of pentachlorophenol in wood by gas chromatography mass spectrometry [J]. Chemical Analytical Metrology, 2019, 28(5): 49–52.

[3] 余健铭, 胡伟杰, 欧阳国基, 等. 气相色谱法测定木家具中五氯苯酚的含量[J]. 广东化工, 2016, 43(8): 181–182, 169.
YU JM, HU WJ, OUYANG GJ, *et al*. Determination of pentachlorophenol content in wooden furniture by gas chromatography [J]. Guangdong Chemical Industry, 2016, 43(8): 181–182, 169.

[4] 唐楠. 液液萃取气相色谱法测定生活饮用水中五氯苯酚[J]. 化学工程师, 2016, 30(10): 20–22.
TANG N. Determination of pentachlorophenol in drinking water by liquid liquid extraction gas chromatography [J]. Chemical Engineer, 2016, 30(10): 20–22.

[5] 刘静, 徐菲, 冯瑛. 气相色谱质谱法测定地表水中 5 种含氯苯酚[J]. 化学工程师, 2025, 39(3): 29–31, 35.
LIU J, XU F, FENG Y. Determination of five chlorinated phenols in surface water by gas chromatography mass spectrometry [J]. Chemical Engineer, 2025, 39(3): 29–31, 35.

[6] 鲁晋南, 王丽, 王云, 等. 柱前衍生-气相色谱-质谱法测定鸡蛋中五氯苯酚的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2025, 61(2): 190–194.
LU JN, WANG L, WANG Y, *et al*. Determination of pentachlorophenol content in eggs by pre column derivatization gas chromatography-mass spectrometry [J]. Physical and Chemical Testing Chemistry Volume, 2025, 61(2): 190–194.

[7] 李瑞芳, 黄存影, 李庆朝, 等. 皮革制品中 19 种含氯苯酚的测定[J]. 山东化工, 2024, 53(21): 171–174, 182.
LI RF, HUANG CY, LI QC, *et al*. Determination of 19 chlorinated phenols in leather products [J]. Shandong Chemical Industry, 2024, 53(21): 171–174, 182.

[8] 赵玉文, 李泽冉, 薛香菊, 等. 气相色谱串联质谱法检测木砧板中五氯苯酚[J]. 预防医学, 2023, 35(9): 825–828.
ZHAO YW, LI ZR, XUE XJ, *et al*. Detection of pentachlorophenol in wood cutting boards by gas chromatography tandem mass spectrometry [J]. Preventive Medicine, 2023, 35(9): 825–828.

[9] 吕明旭, 胡苹, 廖耀祖. KOH 超声萃取/气相色谱—质谱法同时检测纺织品中 19 种含氯苯酚[J]. 东华大学学报(自然科学版), 2022, 48(6): 71–76, 111.
LV MX, HU P, LIAO YZ. Simultaneous detection of 19 chlorinated phenols in textiles by KOH ultrasonic extraction/gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Donghua University (Natural Science Edition), 2022, 48(6): 71–76, 111.

[10] 王玲霞, 孙思武, 孙静, 等. 定氮仪-气质联用仪快速测定皮革中 19 种含氯苯酚[J]. 中国纤检, 2022(10): 66–69.
WANG LX, SUN SW, SUN J, *et al*. Rapid determination of 19 chlorinated phenols in leather using a nitrogen analyzer gas chromatography-mass spectrometry [J]. China Fiber Inspection, 2022(10): 66–69.

[11] 唐玉红, 胡秀红, 魏小春. GC-MS 内标法同时测定鞋材中邻苯基苯酚和含氯苯酚残留量[J]. 中国皮革, 2022, 51(4): 74–81.
TANG YH, HU XH, WEI XC. Simultaneous determination of residual amounts of ortho phenylphenol and chlorinated phenol in shoe materials by GC-MS internal standard method [J]. China Leather, 2022, 51(4): 74–81.

[12] 孙慧芹, 李永丽, 龙志新, 等. 超声萃取-高效液相色谱法同时测定纺织固体废物中 17 种含氯苯酚化合物[J]. 分析科学学报, 2022, 38(1): 71–76.
SUN HQ, LI YL, LONG ZX, *et al*. Simultaneous determination of 17 chlorinated phenol compounds in textile solid waste by ultrasonic extraction high performance liquid chromatography [J]. Journal of Analytical Science, 2022, 38(1): 71–76.

[13] 张烈远, 刘捷光, 韩颖, 等. 盐析分相萃取-高效液相色谱法测定香皂中 2,4,6-三氯苯酚、五氯苯酚和硫氯酚[J]. 日用化学工业, 2022, 52(4): 438–443.
ZHANG LY, LIU JG, HAN Y, *et al*. Determination of 2,4,6-trichlorophenol, pentachlorophenol, and thiochlorophenol in soap by salt precipitation phase separation extraction high performance liquid chromatography [J]. Daily Chemical Industry, 2022, 52(4): 438–443.

[14] 陈彦宏, 胡凌, 王宇, 等. 多壁碳纳米管净化-液相色谱-串联质谱法测定水产品中 19 种含氯苯酚类化合物残留[J]. 食品与发酵工业, 2024, 50(13): 290–297.
CHEN YH, HU L, WANG Y, *et al*. Determination of 19 residual chlorinated phenolic compounds in aquatic products by multi walled carbon nanotube purification liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. Food and Fermentation Industry, 2024, 50(13): 290–297.

[15] 刘霞, 梁花, 李巧, 等. 皮革中 19 种含氯苯酚的快速测定方法研究[J]. 中国皮革, 2024, 53(5): 23–31.
LIU X, LIANG H, LI Q, *et al*. Study on the rapid determination method of 19 chlorinated phenols in leather [J]. China Leather, 2024, 53(5): 23–31.

[16] 刘益锋, 邱嘉兴, 张朋杰, 等. UPLC-Orbitrap HRMS 法同时测定食品接触用纸中 23 种有机抗菌剂[J]. 分析测试学报, 2022, 41(10): 1548–1552.

LIU YF, QIU JX, ZHANG PJ, *et al*. Simultaneous determination of 23 organic antimicrobial agents in food contact paper by UPLC Orbitrap HRMS method [J]. Journal of Analytical Testing, 2022, 41(10): 1548–1552.

[17] 金叶妹, 杨功俊. 木耳中含氯苯酚类化合物的气相色谱法测定研究[J]. 分析测试学报, 2014, 33(6): 719–723.
JIN YM, YANG GJ. Study on gas chromatography determination of chlorinated phenolic compounds in auricularia auricula [J]. Journal of Analytical Testing, 2014, 33(6): 719–723.

[18] 黄泽琳, 刘丽琴. 纺织品中 19 种含氯苯酚的气相色谱-质谱联用测定及其迁移行为[J]. 分析试验室, 2017, 36(7): 845–849.
HUANG ZL, LIU LQ. Determination of 19 types of chlorinated phenols in textiles by gas chromatography-mass spectrometry and their migration behavior [J]. Analytical Laboratory, 2017, 36(7): 845–849.

[19] 黄姣, 陈有为, 马明, 等. 食品接触再生纸及其制品中 19 种含氯酚的测定及其迁移行为研究[J]. 湖北大学学报(自然科学版), 2015, 37(4): 391–395.
HUANG J, CHEN YW, MA M, *et al*. Determination and migration behavior of 19 chlorophenols in food contact recycled paper and its products [J]. Journal of Hubei University(Natural Science), 2015, 37(4): 391–395.

[20] 符昌雨, 段文锋, 施敬文, 等. 气相色谱-质谱法测定水产品中的 10 种含氯苯酚及其盐类的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(7): 2852–2859.
FU CY, DUAN WF, SHI JW, *et al*. Determination of 10 types of chlorinated phenols and their salts in aquatic products by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2016, 7(7): 2852–2859.

[21] 蔡志杰. 气质联用测定纺织品中多种含氯苯酚的研究[J]. 中国化工贸易, 2015, 7(23): 194.
CAI ZJ. Study on the determination of various chlorinated phenols in textiles by gas chromatography-mass spectrometry [J]. China Chemical Industry and Trade, 2015, 7(23): 194.

[22] 陈松辉, 杨玉婷, 钱辉, 等. 含氯苯酚测试技术的研究进展[J]. 化学与化工研究, 2025, 5(1): 33–37.
CHEN SH, YANG YT, QIAN H, *et al*. Research progress on testing technology for chlorinated phenols [J]. Chemistry and Chemical Engineering Research, 2025, 5(1): 33–37.

[23] 张文敏, 黄存影, 李庆朝, 等. 含氯苯酚检测方法研究进展[J]. 中国皮革, 2024, 53(10): 41–45.
ZHANG WM, HUANG CY, LI QC, *et al*. Research progress on detection methods for chlorinated phenols [J]. China Leather, 2024, 53(10): 41–45.

[24] 任庆云, 王松涛. 气相色谱-质谱法测定纺织品中 10 种含氯苯酚的含量[J]. 现代化工, 2016, 36(10): 193–197.
REN QY, WANG ST. Determination of 10 chlorinated phenols in textiles by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Modern Chemical Industry, 2016, 36(10): 193–197.

[25] 胡苹, 李大刚, 陈崇城, 等. 水蒸气蒸馏-气相色谱-质谱法测定皮革制品中 19 种含氯苯酚[J]. 理化检验化学分册, 2020, 56(11): 1205–1211.
HU P, LI DG, CHEN CC, *et al*. Determination of 19 chlorinated phenols in leather products by steam distillation gas chromatography-mass spectrometry [J]. Physical and Chemical Inspection Chemistry Volume, 2020, 56(11): 1205–1211.

[26] 朱莹莹, 马科锋, 严韵涵, 等. 一种食品接触用竹木材料及制品中含氯苯酚物质含量的检测方法: 中国, 202510465663 [P]. 2025-10-23.
ZHU YY, MA KF, YAN YH, *et al*. A method for detecting the content of chlorinated phenols in bamboo and wood materials and products used in food contact: China, 202510465663 [P]. 2025-10-23.

[27] 刘卓钦, 周长征, 张瑞, 等. 气相色谱-质谱法同时测定皮革中邻苯基苯酚与 7 种含氯苯酚[J]. 分析测试学报, 2013, 32(4): 504–507.
LIU ZQ, ZHOU CZ, ZHANG R, *et al*. Simultaneous determination of ortho phenylphenol and 7 chlorinated phenols in leather by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Analytical Testing, 2013, 32(4): 504–507.

[28] 陈秋凯, 颜远瞻, 刘志荣, 等. 气相色谱-质谱法快速测定皮革中 19 种含氯苯酚[J]. 西部皮革, 2020, 42(5): 37–39, 43.
CHEN QK, YAN YZ, LIU ZR, *et al*. Rapid determination of 19 chlorinated phenols in leather by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Western Leather, 2020, 42(5): 37–39, 43.

[29] 佟柏龄. 衍生化预处理-气相色谱法测定水中酚类污染物[J]. 岩矿测试, 1994, 13(4): 293–297.
TONG BL. Determination of phenolic pollutants in water by derivatization pretreatment gas chromatography [J]. Rock and Mineral Testing, 1994, 13(4): 293–297.

[30] 刘娅琳, 吴笛, 吴慧. 在线衍生化吹扫捕集-气相色谱/质谱分析水中的五氯酚[J]. 中国环境管理干部学院学报, 2007(4): 80–82.
LIU YL, WU D, WU H. Analysis of pentachlorophenol in water by online derivative purification and capture gas chromatography/mass spectrometry [J]. Journal of China Environmental Management Cadre College, 2007(4): 80–82.

[31] 易睿, 李利聪, 汪霄, 等. 衍生化吹扫捕集-气相色谱-质谱法测定饮用水中的 6 种氯酚[J]. 中国环境监测, 2012, 28(3): 90–93.
YI R, LI LC, WANG X, *et al*. Determination of six chlorophenols in drinking water by derivatization blowdown capture gas chromatography-mass spectrometry [J]. China Environmental Monitoring, 2012, 28(3): 90–93.

[32] 卢忠魁, 刘超, 李鲤, 等. 固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定木耳中五氯苯酚[J]. 食品安全质量检测学报, 2023, 14(22): 233–240.
LU ZK, LIU C, LI L, *et al*. Determination of pentachlorophenol in agaric by solid phase extraction coupled with gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2023, 14(22): 233–240.

(责任编辑: 安香玉 蔡世佳)