DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251212003
引用格式: 陈本耀, 田秀丽, 蔡衍儒, 等. 超高效液相色谱-大气压化学电离-串联质谱法测定生活饮用水中痕量苯并(a)芘[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(7): 273–279.
CHEN BY, TIAN XL, CAI YR, *et al*. Determination of trace benzo(a)pyrene in drinking water by ultra performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(7): 273–279. (in Chinese with English abstract).

超高效液相色谱-大气压化学电离-串联质谱法测定生活饮用水中痕量苯并(a)芘

陈本耀, 田秀丽, 蔡衍儒, 杨锋芹, 张 璐, 郑振魁*
(潍坊市市政公用事业服务中心, 潍坊 261041)

摘 要: 目的 建立超高效液相色谱-大气压化学电离-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-tandem mass spectrometry, UPLC-APCI-MS/MS)测定水中痕量苯并(a)芘的检测方法。**方法** 样品前处理用环己烷洗脱的固相萃取法, 以乙腈-水为流动相进行梯度洗脱, 流速为 0.6 mL/min, 进样量为 10 μL, 使用 HPLC column Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱分离, 在正离子 APCI 多反应监测模式进行测定。**结果** 在优化后的条件下进行方法学验证, 苯并(a)芘在质量浓度为 0.50~70.00 μg/L 的范围内有良好的线性关系, r^2 为 0.9992, 检出限为 0.484 ng/L, 定量限为 1.940 ng/L, 分别对生活饮用水、地表水和地下水进行了 3 个不同水平加标, 平均加标回收率在 86.9%~93.5%, 相对标准偏差在 0.5%~4.9%。**结论** 该方法易于操作、检测高效、数据精准、灵敏度高, 适用于生活饮用水及水源水中痕量苯并(a)芘的测定。

关键词: 超高效液相色谱-串联质谱法; 大气压化学电离模式; 生活饮用水; 苯并(a)芘

Determination of trace benzo(a)pyrene in drinking water by ultra performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-tandem mass spectrometry

CHEN Ben-Yao, TIAN Xiu-Li, CAI Yan-Ru, YANG Feng-Qin, ZHANG Lu, ZHENG Zhen-Kui*
(*Weifang Municipal Public Utilities Service Center*, *Weifang* 261041, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of trace benzo(a)pyrene in water by ultra performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-tandem mass spectrometry (UPLC-APCI-MS/MS). **Methods** Sample pretreatment was performed using solid-phase extraction with cyclohexane as the elution solvent. Gradient elution was carried out with acetonitrile-water as the mobile phase at a flow rate of 0.6 mL/min, and an injection volume of 10 μL. Separation was achieved on an HPLC column Shim-pack GIST C_{18}. Detection was performed in positive ion mode by APCI with multiple reaction monitoring. **Results** Methodological

收稿日期: 2025-12-12
第一作者: 陈本耀(1978—), 男, 主要研究方向为净水工艺处理技术和水质监测。E-mail: wfsz_cby@126.com
***通信作者:** 郑振魁(1969—), 男, 高级工程师, 主要研究方向为供水行业规划、技术研究、供排水监测。E-mail: zhengzhenkui@126.com

validation was conducted under optimized conditions, demonstrating a good linear relationship for benz(a)pyrene within the mass concentration range of 0.50–70.0 μg/L (r^2=0.9992). The limit of detection was 0.484 ng/L and a limit of quantitation was 1.940 ng/L. The 3 different levels of spiked samples were applied to drinking water, surface water and groundwater, respectively, yielding an average spiked recovery rate of 86.9%–93.5% with relative standard deviations ranging from 0.5% to 4.9%. **Conclusion** This method is easy to operate, highly efficient in detection, accurate in data and exhibits high sensitivity, making it suitable for the determination of trace benz(a)pyrene in drinking water and source water.

KEY WORDS: ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; atmospheric pressure chemical ionization mode; drinking water; benzo(a)pyrene

0 引 言

苯并(a)芘[benzo(a)pyrene, BaP]属于多环芳烃类化合物, 又称 3,4-苯并芘, 其结构由两个或多个苯环通过稠合方式连接形成, 难溶于水、甲醇、乙醇, 易溶于苯、甲苯、二甲苯等有机溶剂, 且有特殊气味[1]。BaP 主要来源于汽车尾气排放、城市垃圾以及焦化、炼油、油炸等工业生产过程中有机物燃烧不完全[2], 属于持久性和生物累积性污染物, 在环境中难以降解。BaP 易导致皮肤受损, 引起肺部和消化道等方面的疾病, 被世界卫生组织划定为一级致癌物, 对人体健康有一定的危害性, 也影响微生物群落的安全[3–8]。

目前, 水中 BaP 的检测方法有紫外光度法、荧光分光光度法、气相色谱法[9–10]、气相色谱-质谱法[11–13]、高效液相色谱法[14–17]等。紫外光度法与荧光分光光度法因前处理复杂且灵敏度低, 其应用受到限制[18]; 气相色谱法定性的依据是保留时间, 鉴别能力有限, 会被误判而导致假阳性; 气相色谱-质谱法使用选择离子监测模式, 参照标准品的保留时间与质谱图进行定性及定量分析, 需对样品进行复杂的衍生化预处理, 该方法检出限为 2 ng/L, 灵敏度较低, 难以满足某些痕量分析的要求, 且复杂的样品前处理过程也制约了其应用[19]。GB/T 5750.8—2023《生活饮用水标准检验方法》第 8 部分: 有机物指标和 GB 3838—2002《地表水环境质量标准》检测 BaP 使用了高效液相色谱法, 该方法的前处理是液液萃取法, 检出限是 1.4 ng/L。查阅相关文献[20–21], 使用高效液相色谱法测定水中 BaP 研究时, 流速为 2.00 mL/min, 线性系数为 0.9990, 检出限为 30 ng/L, 灵敏度不足, 适合高通量分析, 不适合痕量检测, 未开展中间浓度进行准确度和精密度实验, 无法充分证明方法的可靠性。查阅液相色谱-串联质谱法测定水中 BaP 文献[22], 该研究样品前处理方式使用涡旋混合器, 对目标物提取效率不足, 对乳化现象控制力弱, 重现性较差; 仅做了自来水和河水的实样检测, 样品代表性不足; 未开展样品的批间精密度, 方法的可靠性不足; 精密度为 4.0%~13.0%, 检测低浓度样品, 数据出现离散的可能性较高。BaP 在水体中含量甚微、杂质干扰较大, 在检测前需对水样进行前处理, 旨在分离并富集目标化合物, 因此前处理技术是整个检测过程中的重中之重[23–25]。样品前处理过程中, 洗脱溶剂的选择至关重要, 选择合适的洗脱溶剂可以有效降低杂质的干扰从而提高目标物的回收率, 检测 BaP 的前处理方法主要有液液萃取法[26–27]和固相萃取法[28–30]。

本研究通过优化样品前处理程序与色谱条件(如流动相、流速与进样量), 建立了测定水中 BaP 的超高效液相色谱-大气压化学电离-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-atmospheric pressure chemical ionization-tandem mass spectrometry, UPLC-APCI-MS/MS), 采集某市不同地区不同类别的样品进行分析, 该方法适用于生活饮用水及其水源水中痕量 BaP 的检测, 为该类水体中的 BaP 风险评估提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

BaP 标准品(质量浓度为 1000 mg/L, 介质为甲醇, 坛墨质检-标准物质中心); 乙腈、二氯甲烷、甲醇(色谱纯, 赛默飞世尔科技中国有限公司); 环己烷(色谱纯, 德国 CNW 科技有限公司); 实验用水为超纯水。

1.2 仪器与设备

LC-40D 超高效液相色谱仪、HPLC column Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.9 μm)(日本岛津仪器有限公司); SCIEX TRIPLE QUADTM4500 质谱端(配大气压化学电离源源, 美国 AB SCIEX 有限公司); AutoSPE-06D 全自动固相萃取仪(厦门睿科有限公司); C_{18} 固相萃取柱(500 mg/6 mL, 北京迪克玛科技有限公司)。

1.3 实验方法

1.3.1 水样的采集

采样使用 1 L 棕色玻璃瓶, 使用前须经清洗和烘干处理。采样时无需润洗, 应避免此操作可能引起的吸附效应; 采样瓶需完全注满, 并用封口膜密封。采集生活饮用水时, 取样点应设于消毒工艺之前; 若水样含余氯, 则需按每升

0.1 g 的剂量加入抗坏血酸。对于水源水, 应将采样瓶浸没于水面下进行采集。所有水样在采集后应于 4 ℃条件下避光冷藏, 并尽快完成分析。

1.3.2　样品前处理

(1)固相萃取法

本研究的样品前处理采取固相萃取法。具体操作步骤如下:

准确量取 100.0 mL 水样于 500 mL 棕色试剂瓶中, 先依次用 10.00 mL 二氯甲烷、5.00 mL 甲醇和 5.00 mL 超纯水活化 C_{18} 固相萃取柱, 再将水样以 7 mL/min 的速率通过 C_{18} 萃取柱对样品进行提取。上样完成后, 依次用 80%甲醇-水溶液淋洗, 再对目标物用 10.00 mL 环己烷洗脱。用氮气将洗脱后的液体吹至近干, 然后用乙腈复溶至 1.0 mL。最后用 0.45 μm 有机相滤头将复溶液过滤到进样瓶待测。

具体实验设计如下: 在 100.0 mL 纯水样品中, 加入 100 μL 质量浓度为 10.0 mg/L 的 BaP 标准溶液, 制成质量浓度为 10.0 μg/L 测试水样, 分别选取甲醇、乙腈、二氯甲烷和环己烷作为洗脱溶剂, 测试目标物的回收率。

(2)液液萃取法

具体实验设计如下: 平行取 4 份 10.0 μg/L BaP 的测试水样于 250 mL 分液漏斗中, 分别用甲醇、乙腈、二氯甲烷、环己烷各 30.00 mL 分 3 次进行提取(每次 10.00 mL), 每次振摇 10 min, 放气后静放 30 min, 分离出有机相, 将 3 次提取液置于具塞锥形瓶中, 混匀, 加入无水硫酸钠 10 g 进行脱水处理, 将脱水处理后的提取液转移至浓缩瓶中, 氮吹近干, 经乙腈溶液复溶至 1.0 mL, 经 0.45 μm 有机相滤头过滤后, 放入进样瓶中测定。

1.3.3　溶液配制

BaP 标准贮备溶液: 首先用甲醇稀释标准品, 配制成 10.0 mg/L 的标准储备液, 于 4 ℃保存。

标准溶液系列: 将上述储备液稀释至 1.0 mg/L, 作为标准工作液使用。从质量浓度为 1.0 mg/L 的 BaP 标准使用液中, 分别移取 0.005、0.020、0.050、0.100、0.200、0.300、0.500、0.700 mL 于 10.00 mL 容量瓶中, 配制成质量浓度为 0.50、2.00、5.00、10.00、20.00、30.00、50.00、70.00 μg/L 的工作曲线, 现用现配。

1.3.4　色谱条件

HPLC column Shim-pack GIST C_{18} 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.9 μm); 柱温 40 ℃; 流速 0.6 mL/min; 进样体积 10 μL; 流动相: A 为水, B 为纯乙腈, 梯度洗脱参数见表 1。

1.3.5　质谱条件

APCI 源检测方式: 正离子; 监测模式: 多反应模式; 离子化电压: 4500 V; 离子源温度: 550 ℃; 气帘气: 60 psi; 喷雾气: 35 psi; 碰撞气(通入碰撞池的惰性气体的强度或压力): 中。BaP 定量离子对为 253.2 (*m*/*z*), 定性离子对为 252.1、251.1 (*m*/*z*),; 去簇电压为 155 V; 碰撞能量分别为 51 eV 和 65 eV。

表 1　梯度洗脱程序

Table 1　Program of gradient elution

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0	90	10
1.00	90	10
3.00	5	95
5.00	5	95
6.00	90	10
6.50	90	10

1.4　数据处理

采用 SCIEX OS Version 3.3.1.43 版本工作站及 Office Excel 2007 进行数据采集及分析处理, 并绘制图谱。样品重复测定 7 次。

2　结果与分析

2.1　样品前处理方式优化

本研究采用液液萃取和固相萃取这两种常用前处理技术进行对比, 并比较选用不同洗脱溶剂时对目标化合物的萃取效果。

液液萃取实验过程及操作步骤见 1.3.2(2), 甲醇、乙腈、二氯甲烷、环己烷的回收率依次为 60.2%、65.3%、85.2%和 87.6%, 具体实验结果见图 1。固相萃取实验过程及操作步骤见 1.3.2(1), 分别使用甲醇、乙腈、二氯甲烷、环己烷各 10.00 mL 作为洗脱剂, 回收率依次为 65.7%、68.2%、89.2%和 92.3%, 实验结果见图 1。由此可以看出, 不同前处理方法、不同洗脱溶剂均影响 BaP 的回收率。相同洗脱溶剂的情况下, 使用固相萃取法的回收率高于液液萃取法。原因是固相萃取法能够较好地控制有机试剂的加入量

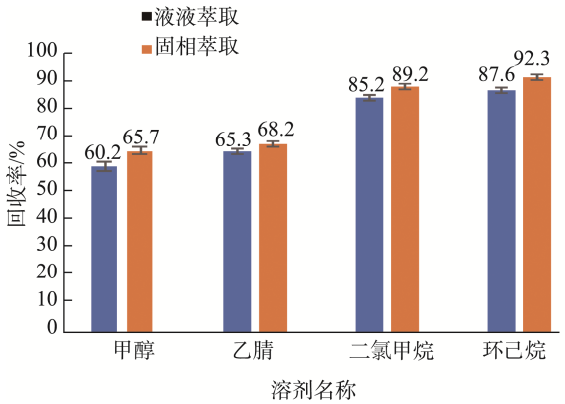


图 1　不同萃取方式及不同洗脱溶液对目标物的萃取效率

Fig.1　Extraction efficiency of target compounds with varying extraction methods and elution solutions

和萃取的速度，减少萃取溶液的挥发，从而提高样品的回收率。

洗脱溶剂的选择遵循“相似相溶”原则，即极性相近的溶剂与目标物之间具有更强的溶解能力。经验证，甲醇及乙腈的回收率低于 70%，是因为甲醇和乙腈的极性较大，对弱极性物质 BaP 的洗脱和溶解能力水平较差，不适合弱极性物质的提取，所以回收率较低。二氯甲烷和环已烷极性较弱，与 BaP 的极性相似，且洗脱和溶解能力较强，回收率高于 85%。所以在进行 BaP 检测时，选择二氯甲烷和环已烷为洗脱溶剂较为合适。因二氯甲烷毒性较大，对人体健康存在风险。环已烷毒性小，具有良好的萃取效率，在实验操作过程中更安全且回收率达到 92.3%。因此，选择环已烷作为洗脱溶剂。

液液萃取前处理步骤烦琐，时间较长，萃取过程有机溶剂消耗量大，且实验过程设备密封性不好，易被吸入人体，对环境和身体健康造成危害；固相萃取法减少溶剂的用量，且能去除基质中多数干扰，具有操作简便、分析高效等优势。综合提取效率、试剂用量及实验安全性等各方面因素，本研究优先选择以环已烷为洗脱溶剂的固相萃取法作为 BaP 前处理方法。

2.2 色谱条件优化

2.2.1 流动相

在色谱分析中，流动相的组成是决定分离效果的关键因素。本研究分别采用乙腈-水、甲醇-水作为流动相，对质量浓度为 10.0 μg/L 的 BaP 标准溶液进行检测，从响应值及干扰进行比对，实验结果见图 2。结果表明，使用乙腈-水作为流动相时，目标物的响应值为 13897 cps，干扰较少；而采用甲醇-水作为流动相时，响应值为 7895 cps，干扰较多，响应值下降 43.1%。因此，综合考虑响应强度与抗干扰性，本研究选择乙腈-水作为流动相。

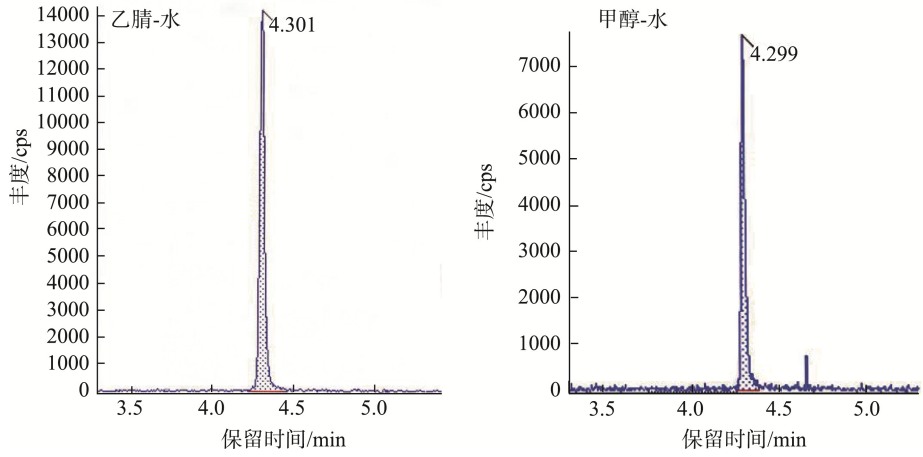


图 2 不同流动相对目标物的影响

Fig.2 Effects of different mobile phases on the target substance

2.2.2 流 速

使用乙腈-水流动相，测试不同流速对 10.0 μg/L BaP 标准溶液的色谱行为影响，选择流速范围为 0.3~1.0 mL/min，结果见表 2。

表 2 不同流速对目标物的影响

Table 2 Effects of different flow rates on the target substance

流速/(mL/min)	峰面积	保留时间/min
0.3	17968	6.523
0.5	18598	5.269
0.6	21367	4.301
0.7	17478	3.452
1.0	13529	2.105

在低流速段(0.3~0.6 mL/min)：随流速增加，色谱柱洗脱能力增强，目标物的保留时间越短。同时，因柱后扩散减小，峰面积逐渐增大。在高流速段(0.7~1.0 mL/min)：因传质过程不充分，随流速增加峰面积下降，目标物的保留时间更短。综上，选择 0.6 mL/min 为最佳流速，该色谱条件下能获取较好的色谱峰、较高的响应值和合适的保留时间。

2.2.3 进样量

流动相为乙腈-水、流速为 0.6 mL/min 时，测试不同进样量(5、10、15、20 μL)，对 10.0 μg/L BaP 标准溶液的影响，见图 3。结果表明，不同的进样量对目标物的回收率与响应均有影响：进样量为 5 μL 时，仪器响应值偏低；进样量为 10 μL 时，响应值高，峰形较好，干扰少；进样量为

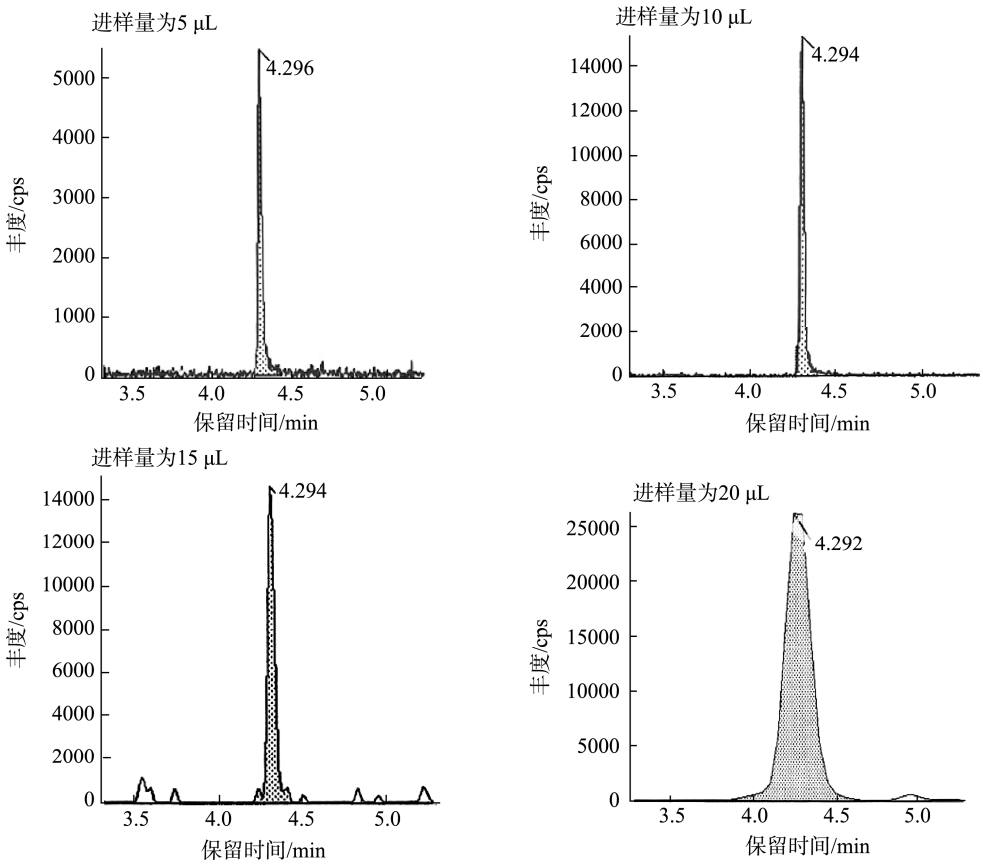


图 3　不同进样量的色谱图

Fig.3　Chromatograms of different injection volumes

15 μL 时, 出现前沿峰或后延峰, 且影响定量结果; 进样量增至 20 μL 时, 出现平顶峰, 影响准确定量。另外, 测试不同进样量下 BaP 的回收率, 进样量为 5、10、15、20 μL 的回收率分别为 76.6%、92.3%、83.5%、80.3%。综上所述, 选择 10 μL 进样量较为适宜。

2.3　方法学验证

2.3.1　线性方程、检出限及定量限的验证

本研究采用外标法。将 1.3.3 中配制的标准工作曲线进行测定, BaP 的线性回归方程为 $Y=8.07\times10^2X+2.82\times10^3$, 相关系数 $r^2=0.9992$。以 3 倍信噪比来计算方法检出限, 方法检出限为 0.484 ng/L, 以 4 倍方法检出限来计算定量限, 定量限为 1.940 ng/L。说明该方法满足实验要求。

2.3.2　方法准确度及精密度

制备质量浓度为 1.0、35.0、60.0 μg/L 的 BaP 标准溶液, 作为低、中、高 3 种不同浓度的测试样品, 每个浓度平行测定 7 次, 相对误差为 0.57%~1.90%。将每个浓度的样品连续进样 7 次, 得到日内相对标准偏差(relative standard deviation, RSD), 日内 RSDs 为 1.1%~1.2%, 连续 5 d 内重复相同水平的测试实验, 得到日间 RSDs, 日间 RSDs 为 1.2%~2.4%。具体数据见表 3。

2.3.3　实际样品检测

采集某市不同地区的生活饮用水、地表水、地下水样品各 10 份, 分别加入质量浓度为 1.0、35.0、60.0 μg/L 的 BaP 标准溶液, 作为低、中、高 3 种不同浓度的测试样品, 每个质量浓度平行测定 7 次。该方法在生活饮用水、地表水、地下水中的加标回收率为分别为 88.5%~93.5%、86.9%~91.0%、88.3%~90.2%。将每个水平浓度的加标样品连续进样 7 次, 得到批内 RSDs, 分别为 1.5%~2.6%、0.5%~3.4%、2.4%~3.6%。连续测定 5 批, 每批测定 7 次相同水平的加标样品, 得到批间 RSDs, 分别为 2.4%~3.0%、1.5%~4.0%、2.6%~4.9%, 该方法适用于生活饮用水及水源水中不同含量的 BaP 样品检测。数据统计见表 4。

表 3　准确度及精密度测试结果(n=7)

Table 3　Test results of accuracy and precision (n=7)

实际质量浓度/(μg/L)	测定平均值/(μg/L)	相对误差/%	日内 RSDs/%	日间 RSDs/%
1.0	0.981	1.90	1.1	2.4
35.0	34.800	0.57	1.2	1.9
60.0	58.900	1.80	1.1	1.2

表 4 实际样品数据统计表(*n*=7)

Table 4 Data statistics table of actual sample (*n*=7)

前处理方式	水样类型	洗脱溶剂	样品含量/(μg/L)	加标质量浓度/(μg/L)	测定平均质量浓度/(μg/L)	回收率/%	批内 RSDs/%	批间 RSDs/%
固相萃取法	生活饮用水	环己烷	未检出	1.0	0.935	93.5	1.6	2.4
				35.0	30.700	89.7	2.6	3.0
				60.0	54.900	88.5	1.5	2.6
	地表水	环己烷	未检出	1.0	0.910	91.0	1.4	2.5
				35.0	31.800	86.9	3.4	4.0
				60.0	55.300	87.2	0.5	1.5
	地下水	环己烷	未检出	1.0	0.902	90.2	2.4	4.9
				35.0	32.400	88.3	3.4	2.6
				60.0	56.800	88.7	3.6	2.6

3 结 论

本研究建立了测定水中痕量 BaP 的 UPLC-APCI-MS/MS, 通过优化前处理方法及流动相、流速、进样量等仪器条件, 最终确定前处理采用环己烷为洗脱溶剂的固相萃取法, 采用乙腈-水作为流动相进行梯度洗脱, 流速设定为 0.6 mL/min, 进样量为 10 μL, 在正离子 APCI 与多反应监测模式下进行检测。该方法相关系数 r^2 达到 0.9992, 方法检出限与定量限分别为 0.484 ng/L 与 1.940 ng/L。在方法可靠性验证中, 生活饮用水、地表水和地下水样品的加标回收率在 86.9%~93.5%之间, RSDs 范围为 0.5%~4.9%, 表明方法具有良好的准确度与重复性。APCI 离子源具有高电离效率、强分离能力及抗干扰性能, 保障了方法的稳定运行。综上, 该方法稳定、准确、灵敏, 适用于生活饮用水及水源水中痕量 BaP 的快速准确测定, 可为当地水污染评估提供可靠的技术依据。

参考文献

[1] 乔桂芳, 冯作山, 安比芳, 等. 高效液相色谱法测定馕制品中苯并(a)芘含量的研究[J]. 中国调味品, 2025, 50(5): 196–200.
QIAO GF, FENG ZS, AN BF, *et al*. Study on determination of benzo(a)pyrene content in Naan products by high performance liquid chromatography [J]. China Condiment, 2025, 50(5): 196–200.

[2] 曾梅娟. 高效液相色谱法测定生活饮用水及水源水中苯并[a]芘的方法优化[J]. 食品安全导刊, 2024(31): 104–108.
ZENG MJ. Optimization of method for the determination of benzo[a]pyrene in drinking water and source water by high performance liquid chromatography [J]. Journal of Food Safety Guide, 2024(31): 104–108.

[3] 王辰榆, 王炫皓, 刘禹哲, 等. 苯并[a]芘对海洋生物的毒性效应研究进展[J]. 工业微生物, 2024, 54(2): 4–6.
WANG CY, WANG XH, LIU YZ, *et al*. Research progress on toxic effects of benzo[a]pyrene on marine organisms [J]. Industrial Microbiology, 2024, 54(2): 4–6.

[4] 刘丹青, 朱梦杰, 汤琳. 多环芳烃的健康风险评价以及暴露参数的敏感性分析[J]. 中国环境监测, 2019, 35(1): 75–82.
LIU DQ, ZHU MJ, TANG L. Health risk assessment of polycyclic aromatic hydrocarbons and sensitivity analysis of exposure parameters [J]. Environmental Monitoring in China, 2019, 35 (1): 75–82.

[5] 张树权, 周瑞铮, 易华娟, 等. 全自动固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定大米中香兰素、甲基香兰素、乙基香兰素、香豆素[J]. 现代食品, 2022, 28(21): 134–138, 144.
ZHANG SQ, ZHOU RZ, YI HJ, *et al*. Simultaneous determination of vanillin, methyl vanillin, ethyl vanillin and coumarin in rice by fully automatic solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food, 2022, 28(21): 134–138, 144.

[6] MOHAMMADIAN Y, REZAZADEH AM, PEIROVI H, *et al*. Combined toxicity of multi-walled carbon nanotubes and benzo(a) pyrene in human epithelial lung cells [J]. Toxin Reviews, 2019, 38(3): 212–222.

[7] 吴祥宗. 高效液相色谱法测定饮用水中苯并芘研究[J]. 海峡科学, 2017(7): 70–72.
WU XZ. Determination of benzo(a)pyrene in drinking water by high performance liquid chromatography [J]. Strait Science, 2017(7): 70–72.

[8] LIU H, YIN H, TANG SY, *et al*. Effects of benzo(a) yrene (BaP) on the composting and microbial community of sewage sludge [J]. Chemosphere, 2019, 222: 517–526.

[9] 刘丽. 苯并芘对环境的影响及其检测方法研究进展[J]. 清洗世界, 2020 ,36 (03): 31–32.
LIU L. Research progress on environmental impact of benzopyrene and its detection methods [J]. Cleaning Word, 2020, 36(03): 31–32..

[10] JING H, DAN C, FENGQIN T, *et al*. Determination of 197 pesticide residues in edible vegeta-ble oil by gas chromatography-time-of-flight mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Chromatography, 2021, 39(11): 1261–1272.

[11] 陈雪, 武全宇, 和风祥, 等. 煤沥青中致癌多环芳烃 3,4-苯并芘检测方法的研究[J]. 炭素 .2019 (03): 24–27.
CHEN X,WU QY, HE FX, *et al*. Study on detection method of carcinogenic polycyclic aromatic hydrocarbon 3,4-benzopyrene in coal tar pitch [J]. CARBON,2019 (03): 24–27.

[12] SHENG W, XIUQIN L, MING L, *et al*. Emulsification/demulsification method coupled to GC-MS/MS for analysis of multiclass pesticide

residues in edible oils [J]. Food Chemistry, 2022, 379: 132098.

[13] 王磊,樊蕊.凝胶色谱-气质联用测定花生油中苯并芘残留[J]. 食品工业 .2019 ,40 (05): 322–324.
WANG L, FAN R. Determination of benzopyrene in peanut oil by gel permeation chromatography-gas chromatography/mass spectrometry [J]. The Food Industry, 2019 ,40 (05): 322–324.

[14] JALILZADEH R, MOVASSAGHGHAZANI M. Pesticide residues in vegetable oils: HPLC-UV analysis and risk evaluation in Tehran, Iran [J]. International Journal of Environmental Studies, 2025, 82(3): 1394–1406.

[15] 邱清莲. 液液萃取测定饮用水中苯并(a)芘及石油烃[J]. 现代食品, 2025(14): 171–173.
QIU QL. Determination of benzo(a)pyrene and petroleum hydrocarbons in drinking water by liquid-liquid extraction [J]. Modern Food, 2025(14): 171–173.

[16] MARWA C, HOUDA L, CHEIKH AM, *et al*. Comparative analysis of physicochemical charac-teristics of chondroitin sulfate from avian cartilage: Antioxidant, anti-inflammatory and anti- nociceptive properties [J]. Chemistry Africa, 2023, 7(3): 1269–1282.

[17] 陈荣辉. 液液萃取-液相色谱法测定水中苯并[a]芘、阿特拉津和甲萘威[J]. 能源与环境, 2024(6): 135–138.
CHEN RH. Determination of benzo[a]pyrene, atrazine and carbaryl in water by liquid-liquid extraction.combined with liquid chromatography [J]. Energy and Environment, 2024(6): 135–138.

[18] 弓玉红, 郝林, 郭凯凯. 萃取-紫外分光光度法测定土壤中 3, 4-苯并芘含量[J]. 山西农业科学, 2012, 40(4): 383–385.
GONG YH, HAO L, GUO KK. Determination of 3,4-benzopyrene content in the SoH with the solvent extraction and UV absorption method [J]. Journal of Shanxi Agricultural Sciences, 2012, 40(4): 383–385.

[19] 马小杰. 大体积全自动固相萃取气相色谱-质谱法测定水中苯并芘[J]. 化学分析计量, 2015, 24(4): 40–43.
MA XJ. Determination of benzoapyrene in water by large volume automatic solid phase extraction and gas chromatography–mass spectrometry [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2015, 24(4): 40–43.

[20] 亢卫华, 胡圣坤, 张闰璇, 等. 固相萃取-高效液相色谱法快速测定生活饮用水中痕量苯并[a]芘[J]. 山西大学学报(自然科学版), 2022, 45(1): 187–192.
KANG WH, HU SK, ZHANG RX, *et al*. Rapid determination of trace benzo[a]pyrene in domestic water by solid phase extraction high performance liquid chromatography [J]. Journal of Shanxi University (Natural Science Edition), 2022, 45(1): 187–192.

[21] 韩毅. 全自动固相萃取-高效液相色谱法测定水中苯并[a]芘的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2022, 58(1): 116–117.
HAN Y. Determination of benzo[a]pyrene in water by automated solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. Physical Testing and Chemical Analysis (Part B: Chemical Analysis), 2022, 58(1): 116–117.

[22] 张晓艺, 张秀尧, 蔡欣欣, 等. 超高效液相色谱-大气压化学电离-三重四极杆质谱联用法快速测定水中苯并[a]芘[J]. 预防医学, 2019, 31(6): 646–648.
ZHANG XY, ZHANG XY, CAI XX, *et al*. Rapid determination of benzo[a]pyrene in water by ultra-performance liquid chromatography couplde with atmospheric pressure chemical ionization-triple quadrupole mass spectrometry [J]. China Preventive Medicine Journal, 2019, 31(6): 646–648.

[23] 赵宝梅, 唐俊妮, 刘俊, 等. QuEChERS-三重四极杆气相色谱-串联质谱法测定果蔬中 5 种新型农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(21): 47–56.
ZHAO BM, TANG JN, LIU J, *et al*. Determination of 5 kinds of new pesticide residues in fruits and vegetables by QuEChERS-triple quadrupole gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(21): 47–56.

[24] WANG K, ZHAO L, ZHANG C, *et al*. Determination of 12 insect growth regulator residues in foods of different matrixes by modified QuEChERS and UPLC-MS/MS [J]. RSC Advances, 2021, 11(20): 12162–12171.

[25] 唐海龙, 梁宇, 叶庆华, 等. 姜黄中农药残留量检测的前处理方法研究与优化[J]. 标准科学, 2024(10): 133–136.
TANG HL, LIANG Y, YE QH, *et al*. Optimization of pretreatment methods for pesticide residue detection turmeric [J]. Standard Science, 2024(10): 133–136.

[26] SIQI W, LIJING Z, RANRAN G, *et al*. Application of Fe_3O_4@CNFs combined with deep eutectic solvent-based dual microextraction: A novel and green strategy for rapid determination of pesticides in edible oil samples [J]. Mikrochimica Acta, 2022, 189(8): 274.

[27] 李芳芳, 王艳丽, 李洁, 等. 分散液液微萃取/气相色谱法检测植物油中 11 种有机磷农药残留[J]. 食品与发酵工业, 2023, 49(20): 294–299.
LI FF, WANG YL, LI J, *et al*. Study on determination of 11 organophosphorus pesticide residues in vegetable oil samples by gas chromatography combined with dispersive liquid-liquid microextraction [J]. Food and Fermentation Industries, 2023, 49(20): 294–299.

[28] WU J, ZHANG H, PENG X. Rapid determination of organophosphorus pesticides in edible vegetable oils by direct microextraction using magnetic mesoporous silica microspheres [J]. Separation Science Plus, 2020, 3(5): 158–166.

[29] 张明月. 我国固相萃取技术及其在水质检测中的应用进展[J]. 职业与健康, 2025, 31(17): 2444–2448.
ZHANG MY. Solid phase extraction technology and its application in water quality detection in China [J]. Occupation and Health, 2025, 31(17): 2444–2448.

[30] AFIFY AS, ABDALLAH M, ISMAIL SA, *et al*. Development of GC–MS/MS method for environmental monitoring of 49 pesticide residues in food commodities in Al-Rass, Al-Qassim region, Saudi Arabia [J]. Arabian Journal of Chemistry, 2022, 15(11): 104199.

(责任编辑: 蔡世佳　韩晓红)