

UPLC-MS/MS法测定特殊医学用途配方食品中6种季铵盐类消毒剂残留

孙磊, 张明星, 翟洪稳, 马俊美, 张春林, 任晓伟, 曹梅荣*

(河北省食品安全重点实验室, 国家市场监管重点实验室(特殊食品监管技术), 特殊食品安全与健康

河北省工程研究中心, 河北省食品检验研究院, 河北 石家庄 050227)

摘要: 基于超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法建立含乳成分的特殊医学用途配方食品中6种季铵盐类消毒剂残留的检测分析方法。使用80%乙腈水溶液作为提取溶液对样品进行提取, 采用RRHD Eclipse Plus C₁₈色谱柱进行分离, 选择电喷雾离子源, 在正离子模式下(ESI⁺)采用多反应监测模式进行检测, 用基质匹配工作曲线进行定量。结果表明: 6种季铵盐类消毒剂在0.1~5.0 ng/mL质量浓度范围内具有良好的线性关系, 线性相关系数>0.996 0, 检出限为0.5 μg/kg, 定量限为1 μg/kg; 固体基质中加标回收率为72.8%~102.3%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为0.25%~3.88%; 液体基质中加标回收率为71.8%~100.8%, RSD为0.19%~2.51%。方法简单、高效、快捷、灵敏, 能够很好地用于特殊医学用途配方食品中季铵盐类消毒剂的分析测定。

关键词: 特殊医学用途配方食品; 消毒剂; 季铵盐; 超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱法

Determination of Six Quaternary Ammonium Disinfectant Residues in Food for Special Medical Purposes by Ultra-High Performance Liquid Chromatography-Tandem Mass Spectrometry

SUN Lei, ZHANG Mingxing, ZHAI Hongwen, MA Junmei, ZHANG Chunlin, REN Xiaowei, CAO Meirong*

(Hebei Food Safety Key Laboratory, Key Laboratory of Special Food Supervision Technology for State Market Regulation, Hebei Engineering Research Center for Special Food Safety and Health, Hebei Food Inspection and Research Institute, Shijiazhuang 050227, China)

Abstract: An ultra-high performance liquid chromatography tandem triple quadrupole mass spectrometry (UPLC-MS/MS) method was established for the determination of six quaternary ammonium disinfectant residues in milk-containing food for special medical purposes. The sample was extracted with 80% acetonitrile in water and the extract was separated on a RRHD Eclipse Plus C₁₈ column, detected in the positive ion mode using an electrospray ionization source with multiple reaction monitoring (MRM), and quantified by matrix-matched standard calibration. The calibration curves for the six quaternary ammonium disinfectants was linear in the concentration range of 0.1–5.0 ng/mL with correlation coefficient higher than 0.996 0. The limit of detection (LOD) was 0.5 μg/kg and the limit of quantification (LOQ) was 1 μg/kg. The recoveries were 72.8%–102.3% for spiked solid matrix samples, and 71.8%–100.8% for spiked liquid matrix samples with relative standard deviations (RSDs) in the range of 0.25%–3.88% and 0.19%–2.51%, respectively. The proposed method is simple, efficient, rapid, sensitive, and suitable for the qualitative and quantitative analysis of quaternary ammonium disinfectant residues in food for special medical purposes.

Keywords: food for special medical purposes; disinfectants; quaternary ammonium; ultra-high performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry

DOI:10.7506/rykxyjs1671-5187-20230517-026

中图分类号: O657.63

文献标志码: A

文章编号: 1671-5187 (2023) 03-0012-05

引文格式:

孙磊, 张明星, 翟洪稳, 等. UPLC-MS/MS法测定特殊医学用途配方食品中6种季铵盐类消毒剂残留[J]. 乳业科学与技术, 2023, 46(3): 12-16. DOI:10.7506/rykxyjs1671-5187-20230517-026. <http://www.dairyst.net.cn>

收稿日期: 2023-05-17

基金项目: 河北省高层次人才资助项目(A202101055); 河北省市场监督管理局科研计划项目(2021ZD14)

第一作者简介: 孙磊(1986—)(ORCID: 0000-0002-6771-1291), 男, 高级工程师, 硕士, 研究方向为食品安全。

E-mail: sunlei@nepp.com.cn

*通信作者简介: 曹梅荣(1986—)(ORCID: 0009-0005-5902-0449), 女, 高级工程师, 硕士, 研究方向为食品安全。

E-mail: caomeirong@nepp.com.cn

SUN Lei, ZHANG Mingxing, ZHAI Hongwen, et al. Determination of six quaternary ammonium disinfectant residues in food for special medical purposes by ultra-high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Journal of Dairy Science and Technology, 2023, 46(3): 12-16. (in Chinese with English abstract) DOI:10.7506/rykxyjs1671-5187-20230517-026. <http://www.dairyst.net.cn>

季铵盐是一类阳离子表面活性剂, 该类化合物具有良好的乳化、润湿、洗涤、杀菌等性能, 在化工等工业领域广泛应用, 同时在抗菌和消毒等领域也越来越受到重视^[1]。在乳制品生产过程中, 为使卫生要求达标, 生产企业会使用臭氧、含氯消毒剂、季铵盐类消毒剂、乙醇、过氧化氢、过氧乙酸等消毒剂对挤奶设备、装奶容器以及生产设备等进行消毒, 其中季铵盐类消毒剂副作用小、毒性低且价格低廉, 在乳制品生产工艺中得到广泛应用^[2-4]。但随着各种研究的逐步深入, 季铵盐类消毒剂被发现对水生生物有较强的毒性^[5], 同时还可能引起人的哮喘、皮肤过敏反应以及视力减退等病症^[6-7]。特殊医学用途配方食品是以医学或营养学的研究结果为依据, 为满足特殊人群如进食受限、消化吸收障碍、代谢紊乱以及其他特定疾病等人群对营养、膳食的需要, 加工而成的配方食品^[8]。使用该类产品的人群通常存在一定程度的身体机能障碍, 自身免疫力较弱^[9], 更容易受到残留消毒剂的不良影响, 因此研究建立含乳成分的特殊医学用途配方食品中残留消毒剂的检测方法, 并对特殊医学用途配方食品中消毒剂残留水平进行检测和风险评估具有十分重要的意义。

季铵盐类消毒剂常用的检测方法主要包括容量分析法^[10]、分光光度法^[11-12]、气相色谱法-串联质谱法^[13-14]、离子色谱法^[15-16]、高效液相色谱法^[17-19]、液相色谱-串联质谱法^[20-21]等。其中液相色谱-串联质谱法常见的研究对象主要有环境水样^[22-24]、婴幼儿配方乳粉^[25-27]、冷冻食品^[28]、血清和尿液^[29]以及复方消毒产品^[30]等, 但是针对特殊医学用途配方食品中消毒剂残留的研究基本空缺, 特殊医学用途配方食品基质较为复杂, 容易对检测造成干扰, 且其中消毒剂残留量较低, 因此对检测方法的精度要求较高。相比其他检测方法, 液相色谱-串联质谱法具有较高的灵敏度、选择性以及出色的定性、定量能力, 更适用于特殊医学用途配方食品中低水平残留消毒剂的检测。故研究采用超高效液相色谱-串联三重四极杆质谱 (ultra-high performance liquid chromatography-tandem triple quadrupole mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 技术, 建立含有乳成分的特殊医学用途配方食品中C₁₂-苯扎氯铵、C₁₄-苯扎氯铵、C₁₆-苯扎氯铵、十二烷基三甲基溴化铵、二癸基二甲基氯化铵和四丁基硫酸氢铵6种季铵盐类消毒剂残留量的检测方法, 为掌握含有乳成分的特殊医学用途配方食品中消毒剂的残留水平以及对其风险评估提供方法支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

所用样品为含有乳成分的特殊医学用途配方食品, 均购自药店和孕婴店, 共5个品种、44批次, 其中婴儿氨基酸配方食品7批次、婴儿乳蛋白部分水解配方食品11批次、婴儿乳蛋白深度水解配方食品9批次、全营养配方食品6批次、早产/低出生体质量婴儿配方食品11批次。

C₁₂-苯扎氯铵 (纯度99.9%)、C₁₄-苯扎氯铵 (纯度98.8%)、C₁₆-苯扎氯铵 (纯度98.8%)、十二烷基三甲基溴化铵 (纯度99.9%)、二癸基二甲基氯化铵 (纯度99.9%)、四丁基硫酸氢铵 (纯度99.8%) 北京曼哈格生物科技有限公司; 乙腈、甲醇 美国Fisher公司; 甲酸 (色谱纯)、乙酸铵 美国Sigma公司; 超纯水由Milli-Q纯水机制得, 电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 。

1.2 仪器与设备

UPLC-QTrap[®]5500 UPLC-MS/MS仪 美国Sciex公司; CR22N高速冷冻离心机 日本Hitachi公司; Elmasonic P300H超声波清洗器 德国Elma公司; Vortex Genius 3旋涡混合器 德国IKA公司; 0.22 μm PTFE微孔滤膜 美国Pall公司; Milli-Q纯水机 美国Millipore公司。

1.3 方法

1.3.1 标准溶液的配制

分别称取适量的C₁₂-苯扎氯铵、C₁₄-苯扎氯铵、C₁₆-苯扎氯铵、十二烷基三甲基溴化铵、二癸基二甲基氯化铵和四丁基硫酸氢铵6种标准物质于100 mL棕色容量瓶中, 用50%甲醇水溶液溶解并定容至刻度, 得到质量浓度为100 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备溶液, 于0~4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏保存, 可保存3个月。

吸取适量的6种消毒剂标准储备溶液, 用50%甲醇水溶液稀释成质量浓度为1.0、0.1 $\mu\text{g/mL}$ 的混合标准溶液, 于0~4 $^{\circ}\text{C}$ 冷藏保存, 可保存1个月。

1.3.2 样品前处理

1.3.2.1 固体试样

准确称取1 g (精确至0.001 g) 试样置于15 mL离心管中, 加入2 mL加热至50 $^{\circ}\text{C}$ 左右的超纯水, 涡旋振荡10 s, 再加入8 mL乙腈, 涡旋混匀1 min, 超声提取10 min后, 放入-18 $^{\circ}\text{C}$ 冰箱中放置1 h, 在0~4 $^{\circ}\text{C}$ 下10 000 r/min离心10 min, 上清液过0.22 μm 有机滤膜后, 待测定。

1.3.2.2 液体试样

准确称取1 g (精确至0.001 g) 试样置于15 mL离心管中, 加入9 mL 80%乙腈水溶液, 涡旋混匀1 min, 超声提取10 min后, 放入-18 °C冰箱中放置1 h, 在0~4 °C下10 000 r/min离心10 min, 上清液过0.22 μm有机滤膜后, 待测定。

1.3.3 基质匹配标准工作曲线的绘制

称取多份空白试样, 每份1 g (精确至0.001 g), 置于15 mL具塞离心管中, 加入适量混合标准中间溶液, 按照1.3.2节的步骤进行相同操作, 分别配制质量浓度为0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 ng/mL的基质匹配标准工作曲线所需溶液。

1.3.4 色谱条件

色谱柱: 安捷伦RRHD Eclipse Plus C₁₈色谱柱 (2.1 mm×100 mm, 1.8 μm); 流动相: 20 mmol/L乙酸铵溶液 (含0.2%甲酸)、甲醇体积比15:85; 流速0.3 mL/min; 进样量2 μL; 柱温25 °C。

1.3.5 质谱条件

离子源参数: 电喷雾离子源正离子模式; 喷雾电压4 000 V; 离子源温度450 °C; 气帘气压力30 psi; 雾化气压力55 psi; 辅助气压力55 psi。

在优化好的仪器条件下, 6种季铵盐类消毒剂的多反应监测 (multiple reaction monitoring, MRM) 参数见表1。

表1 6种季铵盐类消毒剂的MRM参数

Table 1 MRM parameters for six quaternary ammonium disinfectants

化合物	离子峰类型	驻留时间/ms	母离子 (m/z)	子离子 (m/z)	碰撞能量/V	去簇电压/V
C ₁₂ -苯扎氯铵	[M+H] ⁺	50	304.2	212.3/91.0*	30/55	60
C ₁₄ -苯扎氯铵	[M+H] ⁺	50	332.4	240.2/91.0*	30/60	80
C ₁₆ -苯扎氯铵	[M+H] ⁺	50	360.3	268.3/91.0*	30/65	71
十二烷基三甲基氯化铵	[M+H] ⁺	50	228.3	60.1*/57.2	32/32	80
二癸基二甲基氯化铵	[M+H] ⁺	50	326.5	186.3*/57.2	39/55	100
四丁基硫酸氢铵	[M+H] ⁺	50	242.4	142.2*/100.2	32/43	60

注: *, 定量离子。

1.4 数据处理

仪器操作、分析控制与数据收集通过Analyst[®]软件 (Version 1.6.3, 美国AB Sciex公司) 完成; 仪器数据处理及消毒剂残留物的含量计算通过MultiQuant[™]软件 (Version 3.0.8664.0, 美国AB Sciex公司) 完成。

2 结果与分析

2.1 前处理条件的优化

特殊医学用途配方食品中通常含有较高的蛋白质、脂肪和糖类物质, 而季铵盐在水和有机溶剂中都有良好的溶解度, 用水提取样品中的季铵盐时, 提取液会形

成悬浊液, 无法开展后续的分析测定工作, 因此常用乙腈和甲醇作为提取溶剂来提取特殊医学用途配方食品中的季铵盐类消毒剂。采用乙腈作为提取溶剂时, 由于乙腈对脂肪的溶解度比甲醇低, 且比甲醇有更强的沉淀蛋白能力, 因此提取溶液相比使用甲醇时更为清澈, 回收率较高并且可以很大程度降低提取液中基质的干扰。

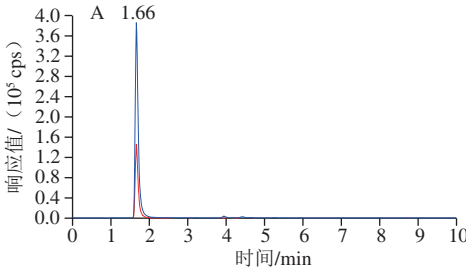
本研究考察体积分数60%、70%、80%乙腈溶液和纯乙腈作为提取溶剂时的提取效果。对于脂肪、蛋白含量较高的样品, 采用60%乙腈溶液进行提取时, 提取液经常会出现浑浊现象。随着提取液中乙腈的比例不断提高, 对蛋白的沉淀效果也不断提升, 提取溶液的浑浊度逐渐下降。但使用纯乙腈进行提取时, 迅速沉淀的蛋白等杂质会与待测样品凝结成团状, 不能很好地分散, 导致提取效率下降。综合分析后, 最终提取溶剂采用80%乙腈溶液。同时优化固体试样的提取方式, 先用2 mL水充分溶解, 再加入8 mL乙腈进行提取。同时采用冷冻提取液的方式, 进一步促进脂类和蛋白的沉淀。此外, 样品定量测定时采用基质匹配标准工作曲线进行校正, 能够有效降低样品基质的干扰, 保证测定结果的准确性。

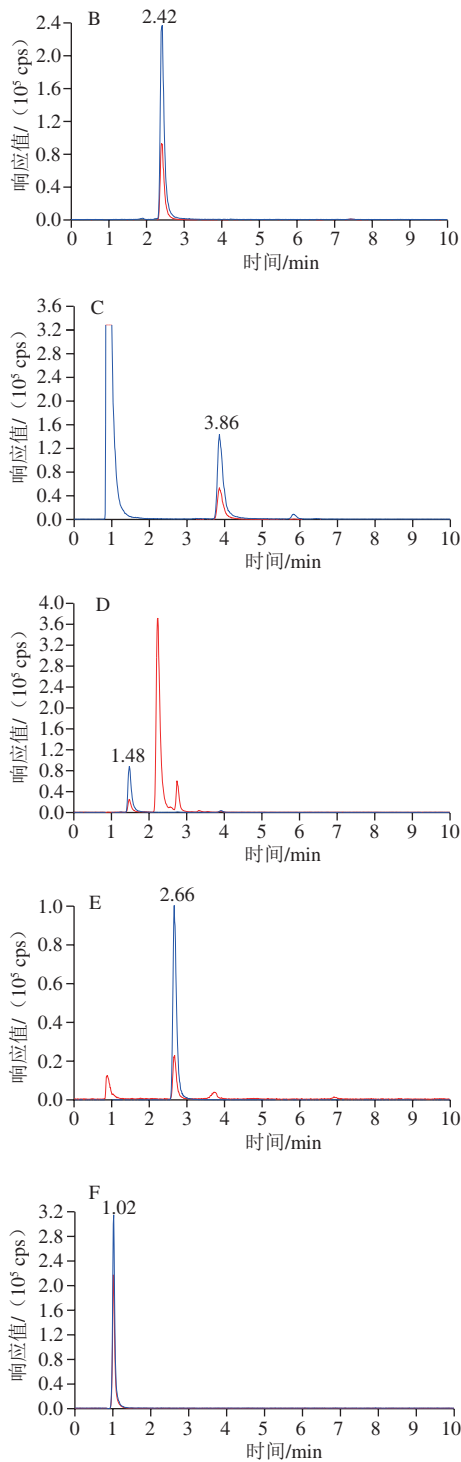
2.2 色谱条件的优化

本研究比较3种流动相对峰型和响应值的影响, 分别为水-甲醇、20 mmol/L乙酸铵溶液-甲醇及20 mmol/L乙酸铵溶液 (含0.2%甲酸)-甲醇。使用水-甲醇体系时, 得到的峰型较差, 且出现了拖尾。使用20 mmol/L乙酸铵溶液-甲醇体系时, 能够有效改善峰型较宽和拖尾的问题。流动相加入甲酸后, 促进待测物在离子源中的电离, 6种消毒剂的响应值均有一定程度的提高, 因此最终选择20 mmol/L乙酸铵溶液 (含0.2%甲酸)-甲醇体系作为流动相。

2.3 质谱参数的优化

在质谱上使用基质匹配混合标准溶液对6种季铵盐类消毒剂的碰撞能量和去簇电压进行优化, 同时确定适合的驻留时间, 优化后的参数详见表1。6种季铵盐类消毒剂均具有良好的峰型和响应值, 具体的MRM离子色谱图见图1。





A. C₁₂-苯扎氯铵; B. C₁₄-苯扎氯铵; C. C₁₆-苯扎氯铵; D. 十二烷基三甲基溴化铵; E. 二癸基二甲基氯化铵; F. 四丁基硫酸氢铵。

图1 6种季铵盐类消毒剂(1 ng/mL)的MRM离子色谱图

Fig.1 MRM ion chromatograms of six disinfectants (1 ng/mL)

2.4 标准曲线的线性关系、方法检出限和定量限

通过向空白基质中加标的方式,获得方法的检出限和定量限。选取信噪比($R_{S/N}$)=3时待测物的质量浓度为方法的检出限,选取 $R_{S/N}$ =10时待测物的质量浓度为方法

的定量限。文献中的类似相关方法线性相关系数通常大于0.995,检出限为0.2~1.0 $\mu\text{g/kg}$,定量限为0.5~5.5 $\mu\text{g/kg}$ 。由表2可知,本研究中6种季铵盐类消毒剂残留量的质量浓度为0.1~5.0 ng/mL时,线性关系良好,线性相关系数(R^2) ≥ 0.996 ,检出限为0.5 $\mu\text{g/kg}$,定量限为1 $\mu\text{g/kg}$,方法的灵敏度优于大部分其他文献中的方法。

表2 6种季铵盐类消毒剂的线性关系、检出限和定量限

Table 2 Linear equations, LODs and LOQs of six disinfectants

化合物	回归方程	线性范围/(ng/mL)	相关系数	检出限/($\mu\text{g/kg}$)	定量限/($\mu\text{g/kg}$)
C ₁₂ -苯扎氯铵	$y=46\,228.9x+26\,499.5$	0.1~5.0	0.999 58	0.5	1
C ₁₄ -苯扎氯铵	$y=41\,167.4x+25\,547.4$	0.1~5.0	0.999 63	0.5	1
C ₁₆ -苯扎氯铵	$y=35\,634.8x+29\,678.7$	0.1~5.0	0.999 14	0.5	1
十二烷基三甲基溴化铵	$y=13\,055.6x+12\,256.5$	0.1~5.0	0.998 86	0.5	1
二癸基二甲基氯化铵	$y=14\,667.6x+10\,968.1$	0.1~5.0	0.998 43	0.5	1
四丁基硫酸氢铵	$y=28\,947.9x+10\,462.2$	0.1~5.0	0.996 09	0.5	1

2.5 准确度和精密度

向空白基质中添加6种季铵盐类消毒剂的标准物质进行加标回收率的测定,分别添加低、中、高3个梯度,每个梯度进行6次重复测定。文献中的类似方法加标回收率范围通常为65%~115%,相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为0.64%~16.80%。由表3可知,6种季铵盐类消毒剂在固体试样基质中加标回收率为72.8%~102.3%,RSD为0.25%~3.88%,在液体试样基质中加标回收率为71.8%~100.8%,RSD为0.19%~2.51%,与文献中的其他方法相比,该方法加标回收率稳定,且精密度更佳。

表3 6种季铵盐类消毒剂的加标回收率和RSD($n=6$)

Table 3 Recoveries and RSDs of six disinfectants from

spiked samples ($n=6$)

化合物	添加水平/($\mu\text{g/kg}$)	固体试样		液体试样	
		加标回收率/%	RSD/%	加标回收率/%	RSD/%
C ₁₂ -苯扎氯铵	1	86.3	3.15	87.3	1.75
	3	102.1	1.73	99.5	0.97
	10	96.2	0.91	98.1	0.89
C ₁₄ -苯扎氯铵	1	82.3	1.30	86.0	1.06
	3	99.0	0.52	97.0	0.55
	10	91.5	0.37	95.5	0.43
C ₁₆ -苯扎氯铵	1	95.2	1.61	94.7	1.15
	3	102.3	0.81	100.1	0.58
	10	95.4	0.33	96.3	0.29
十二烷基三甲基溴化铵	1	74.7	3.88	73.1	2.51
	3	101.6	0.92	100.8	0.85
	10	98.6	0.25	98.5	0.20
二癸基二甲基氯化铵	1	72.8	3.59	71.8	1.98
	3	96.7	1.09	97.0	0.69
	10	96.4	0.27	98.4	0.19
四丁基硫酸氢铵	1	81.5	1.53	83.1	1.10
	3	93.4	0.64	95.1	0.65
	10	98.8	0.40	98.5	0.43

2.6 实际样品的测定

为进一步验证本方法的适用性,分别选择在售的5个品种44批次含乳成分的特殊医学用途配方食品进行实际样品检测,其中婴儿氨基酸配方食品7批次、婴儿乳蛋白部分水解配方食品11批次、婴儿乳蛋白深度水解配方食品9批次、全营养配方食品6批次、早产/低出生体重质量婴儿配方食品11批次。测定过程中方法稳定性良好,结果显示,该44个批次产品中均未检出6种季铵盐类消毒剂残留,表明含乳特医食品中消毒剂残留水平控制的较好。

3 结 论

该研究基于UPLC-MS/MS技术建立了含乳成分的特殊医学用途配方食品中6种季铵盐类消毒剂残留的检测方法。该方法前处理简单快速、准确度高、精密度好,适用于含乳成分的特殊医学用途配方食品中6种季铵盐类消毒剂残留量的检测。目前对于特殊医学用途配方食品中季铵盐消毒剂残留量的检测研究还较少,该研究可以同时为其他种类的特殊医学用途配方食品中季铵盐类消毒剂的检测提供技术参考,并为特殊医学用途配方食品中消毒剂残留水平的检测以及对其风险评估提供方法支持。

参考文献:

- [1] 刘吉起, 翟志雷, 张向兵, 等. 季铵盐分析技术研究进展[J]. 中国消毒学杂志, 2012, 29(1): 51-54.
- [2] NUEZ O, MOYANO E, GALCERAN M T. Determination of quaternary ammonium biocides by liquid chromatography mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2004, 1058: 89-95.
- [3] CASTRO R, MOYANO E, GALCERAN M T. Determination of quaternary ammonium pesticides by liquid chromatography electrospray tandem mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2001, 914: 111-121.
- [4] 齐建军, 孙红霞, 赵建利. 食品工业中常用消毒剂的分析与应用[J]. 中国洗涤用品工业, 2021(5): 70-74. DOI:10.16054/j.cnki.cci.2021.05.010.
- [5] MOUSAVI Z E, BUTLER F, DANAHER M. Validation of a simple spectrophotometric method for the measurement of quaternary ammonium compound residue concentrations in food production facility[J]. Food Analytical Methods, 2013, 6(5): 1265-1270. DOI:10.1007/s12161-012-9537-9.
- [6] NUEZ O, MOYANO E, GALCERAN M T. Solid-phase extraction and sample stacking-capillary electrophoresis for the determination of quaternary ammonium herbicides in drinking water[J]. Journal of Chromatography A, 2002, 946(1/2): 275-282. DOI:10.1016/S0021-9673(01)01562-X.
- [7] SANJEEB M, LIN Yutao, GIEK G S, et al. Quaternary ammonium compounds of emerging concern: classification, occurrence, fate, toxicity and antimicrobial resistance[J]. Journal of Hazardous Materials, 2022, 445: 130393. DOI:10.1016/j.jhazmat.2022.130393.
- [8] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准特殊医学用途配方食品通则: GB 29922—2013[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014: 1.
- [9] 揭良, 苏米亚. 特殊医学用途配方食品的研究进展[J]. 食品工业, 2022, 43(1): 259-262.
- [10] 薛佳霖, 严万春, 薛仲华. 复合季铵盐消毒剂含量的测定与滴定误差分析[J]. 工业微生物, 2017, 47(5): 40-43.
- [11] 包彦军. 季铵盐含量的分析方法比较[J]. 广东化工, 2019, 46(10): 61-62.
- [12] 梁勇坤, 郭丽娟, 王北明. 曙红Y分光光度法测定季铵盐消毒剂的含量分析方法研究[J]. 日用化学工业, 2018, 48(10): 601-604. DOI:10.13218/j.cnki.cscd.2018.10.010.
- [13] 施敬文, 杨晋青, 李清清. 固相萃取-气相色谱/质谱法测定化妆品中多种季铵盐化合物[J]. 香料香精化妆品, 2019(2): 48-52. DOI:10.3969/j.issn.1000-4475.2019.02.010.
- [14] THALHAMER B, GUNTNER A S, BUCHBERGER W. Simultaneous analysis of quaternary ammonium cations and corresponding halide counterions by pyrolysis gas chromatography/mass spectrometry[J]. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 2022, 162: 105447. DOI:10.1016/j.jaap.2022.105447.
- [15] 何小峰, 陈立峰, 崔海容, 等. 离子色谱法测定季铵盐及其杂质的含量[J]. 分析仪器, 2019(3): 109-113.
- [16] 刘峰. 离子色谱法分析季铵盐和季膦盐阳离子的研究[D]. 哈尔滨: 哈尔滨师范大学, 2016: 14-40.
- [17] 郑国建, 林毅侃, 杨晋青. 高效液相色谱法测定消毒剂中的7种季铵盐[J]. 分析仪器, 2021(4): 49-53.
- [18] 李放, 陈蓓, 朱峰, 等. 梯度洗脱-高效液相色谱法测定消毒剂中的6种季铵盐[J]. 江苏预防医学, 2017, 28(6): 622-625. DOI:10.13668/j.issn.1006-9070.2017.06.05.
- [19] 张柯, 贾松树, 胡巍. 反相离子对液相色谱法测定复合消毒剂中的3种苯扎氯铵[J]. 河南预防医学杂志, 2022, 33(9): 662-665; 708. DOI:10.13515/j.cnki.hnjpm.1006-8414.2022.09.006.
- [20] 段国霞, 张立佳, 吕志勇, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定乳制品中季铵盐类化合物残留[J]. 乳业科学与技术, 2018, 41(4): 16-20. DOI:10.15922/j.cnki.jdst.2018.04.004.
- [21] 姚瑞雄. QuEChERS净化结合超高效液相色谱串联质谱法测定奶粉中的季铵盐[J]. 现代食品科技, 2017, 33(10): 275-280. DOI:10.13982/j.mfst.1673-9078.2017.10.038.
- [22] PENG Xitian, SHI Zhiguo, FENG Yuqi. Rapid and high-throughput determination of cationic surfactants in environmental water samples by automated on-line polymer monolith microextraction coupled to high performance liquid chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(23): 3588-3594. DOI:10.1016/j.chroma.2011.04.009.
- [23] BASSARAB P, WILLWAMS D, DEAN J R, et al. Determination of quaternary ammonium compounds in seawater samples by solid-phase extraction and liquid chromatography-mass spectrometry[J]. Journal of Chromatography A, 2011, 1218(5): 673-677. DOI:10.1016/j.chroma.2010.11.088.
- [24] PATI S G, ARNOLD W A. Comprehensive screening of quaternary ammonium surfactants and ionic liquids in wastewater effluents and lake sediments[J]. Environmental Science: Processes and Impacts, 2020, 22, 430-441. DOI:10.1039/C9EM00554D.
- [25] 郑红, 卢兰香, 程志, 等. 婴幼儿配方乳粉中14种季铵盐类消毒剂的测定[J]. 中国乳品工业, 2022, 50(5): 51-57. DOI:10.19827/j.issn1001-2230.2022.05.010.
- [26] 王浩, 陈江龙, 张杉, 等. 液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿配方乳粉中六种消毒剂残留[J]. 中国乳品工业, 2019, 47(1): 46-48.
- [27] 蒋轩, 刘德群, 慕艳, 等. 婴幼儿配方乳粉中消毒剂残留检测的方法验证[J]. 现代食品, 2023, 29(1): 177-179; 187. DOI:10.16736/j.cnki.cn41-1434/ts.2023.01.046.
- [28] 刘柏林, 赵紫薇, 詹子悦, 等. 改进QuEChERS法结合超高效液相色谱-串联质谱法同时测定冷冻食品中7种季铵盐化合物[J]. 色谱, 2023, 41(3): 233-240. DOI:10.3724/SP.J.1123.2022.05008.
- [29] LI Zhongmin, LAKULESWARAN M, KANNAN K. LC-MS/MS methods for the determination of 30 quaternary ammonium compounds including benzalkonium and paraquat in human serum and urine[J]. Journal of Chromatography B, 2023, 1214: 123562. DOI:10.1016/j.jchromb.2022.123562.
- [30] 朱谷焕, 詹何珊, 孙银迪, 等. 高效液相色谱-质谱法测定复方消毒产品中季铵盐成分[J]. 中国消毒学杂志, 2022, 39(7): 487-490.