

中图分类号: R917; R927 文献标志码: A 文章编号: 1006-4931(2026)04-0096-05
doi:10.3969/j.issn.1006-4931.2026.04.017



分子印迹固相萃取联合气相色谱串联质谱法检测 丙酸氯倍他索乳膏中多环芳烃*

唐立超, 郑淑凤

(福建省厦门市食品药品质量检验研究院, 福建 厦门 361012)

摘要:目的 建立检测丙酸氯倍他索乳膏中多环芳烃(PAH)的分子印迹固相萃取(MIP-SPE)联合气相色谱串联质谱(GC-MS/MS)法。方法 取甲醇分散样品,以正己烷提取, MIP-SPE柱净化,采用GC-MS/MS多重离子反应监测(MRM)和内标法测定16种PAH的含量。结果 萘(NAP)、芘(ACY)、芘(ACE)、芴(FLU)、菲(PHE)、蒽(ANT)、荧蒽(FLT)、芘(PYR)、苯并(a)蒽(BaA)、蒽(CHR)、苯并(k)荧蒽(BkF)、苯并(b)荧蒽(BbF)、苯并(a)芘(BaP)、茚并(1,2,3-cd)芘(IP)、二苯并(a,h)蒽(DBaA)、苯并(g,h,i)芘(BghiP)质量浓度均在2~300 ng/mL范围内与各PAH峰面积/内标峰面积线性良好关系($r \geq 0.999$),定量限为0.4796~1.9417 ng/mL,检测限为0.1439~0.5825 ng/mL;精密性、稳定性、重复性试验结果的RSD均小于6.0%,基质效应系数为0.80%~18.26%;平均加标回收率为74.68%~104.26%,RSD为1.46%~6.73%($n=9$)。结论 该方法操作简便、灵敏度高,结果准确,可用于乳膏中PAH的检测。

关键词:分子印迹固相萃取柱;气相色谱串联质谱法;同位素内标法;丙酸氯倍他索乳膏;多环芳烃

Determination of Polycyclic Aromatic Hydrocarbon in Clobetasol Propionate Cream by Molecularly Imprinted Solid - Phase Extraction Combined with Gas Chromatography - Tandem Mass Spectrometry

TANG Lichao, ZHENG Shufeng

(Xiamen Institute for Food and Drug Quality Control, Xiamen, Fujian 361012, China)

Abstract: Objective To establish a method for the determination of polycyclic aromatic hydrocarbons (PAH) in Clobetasol Propionate Cream by molecularly imprinted solid - phase extraction (MIP - SPE) combined with gas chromatography - tandem mass spectrometry (GC - MS / MS). **Methods** The samples were dispersed with methanol and extracted with *n* - hexane. After purification by MIPPAHs - SPE cartridge, the contents of 16 PAHs were determined by GC - MS / MS with multiple reaction monitoring (MRM) mode and internal standard method. **Results** The linear ranges of naphthalene (NAP), acenaphthylene (ACY), acenaphthene (ACE), fluorene (FLU), phenanthrene (PHE), anthracene (ANT), fluoranthene (FLT), pyrene (PYR), benzo (a) anthracene (BaA), chrysene (CHR), benzo (k) fluoranthene (BkF), benzo (b) fluoranthene (BbP), benzo (a) pyrene (BaP), indeno (1, 2, 3 - cd) pyrene (IP), dibenzo (a, h) anthracene (DBaA), benzo (g, h, i) perylene (BghiP) were 2 - 300 ng / mL ($r \geq 0.999$), with limits of quantification of 0.479 6 - 1.941 7, limits of detection of 0.143 9 - 0.582 5 ng / mL. The RSDs of precision, stability, and repeatability test results were all lower than 6.0%. The matrix effect coefficients were 0.80% - 18.26%. The average spiked recoveries were 86.69% - 101.95%, with RSDs of 0.27% - 9.36% ($n = 9$). **Conclusion** The method is simple, sensitive and accurate, which can be used for the determination of PAHs in Clobetasol Propionate Cream.

Key words: MIP - SPE; GC - MS / MS; isotope internal standard method; Clobetasol Propionate Cream; polycyclic aromatic hydrocarbon

多环芳烃(PAH)属持久性有机污染物,具有脂溶性高,水溶性低的特点,且具有致癌、致畸、致突变作用^[1-6],各国对其制订了严格的限量^[7-9]。丙酸氯倍他索乳膏主要用于治疗湿疹、神经性皮炎等,具有抗炎止痒作用,通常由水相、油相和乳化剂构成,属于O/W(水包油)型半固体制剂,其中的关键组分矿物油脂含有PAH,但现行乳膏质量控制标准中均未将PAH纳入检测指标,仅部分辅料被要求以紫外分光光度法对该指标进行限度检查。PAH前处理方法众多,但均有一定

缺陷,如索氏提取有机溶剂用量大、耗时长且缺乏选择性^[10];超声波萃取^[11-12]和冷冻脱脂^[13-14]易受乳膏中乳化剂干扰,导致提取不完全;凝胶渗透色谱法^[15]设备复杂,普适性较差。PAH检测方法包括高效液相色谱(HPLC)-荧光联用^[16]法,酶联免疫吸附试验(ELISA)法^[2,17],但因其覆盖的PAH种类不全面,均不适用于乳膏等复杂基质中痕量PAH的精准测定。选择分子印迹固相萃取(MIP-SPE)进行前处理,可利用固相特异性的空穴结构精准捕获PAH,有效降低乳膏基质中脂类

*基金项目:国家药品抽检计划项目[国药监药管[2023]2号];福建省药品监督管理局科技项目[2023003]。

第一作者:唐立超,女,硕士,副主任药师,研究方向为药品质量控制,(电子信箱)tangchong100@163.com。

物质及乳化剂的干扰,并减少有机溶剂的消耗,支持高通量处理样品;同时,采用同位素内标校正的气相色谱串联质谱(GC-MS/MS)法测定,二级质谱的双重筛选显著提升检测灵敏度和抗基质干扰的能力^[18-23]。基于此,本研究中建立了测定乳膏中PAH的MIP-SPE联合GC-MS/MS法,以期为丙酸氯倍他索乳膏外源性污染物PAH分析和质量控制提供参考。现报道如下。

1 仪器与试剂

1.1 仪器

8890-7000D型气质联用仪(配备10.1版MassHunter Workstation工作站,美国Agilent公司);MIP-PAHs SPE柱(上海安谱实验科技股份有限公司);MS3basic型涡旋混合振荡仪(德国IKA公司);3K15型高速低温离心机(德国Sigma公司);ZWR226DR型电子天平(厦门Zealway公司,精度为0.01 mg);AUTO EVA型氮气吹扫全自动浓缩仪(厦门RayKol公司);XM-600UGF型超声波仪(小美超声仪器<昆山>公司)。

1.2 试剂

丙酸氯倍他索乳膏(企业A-J,批号分别为230307、46220201、221101、220901、20220803、2211161、230106、230301、22041801、220801,均为2023年国家药品抽检样品);16种PAH[萘(NAP)、蒽(ACY)、苊(ACE)、芴(FLU)、菲(PHE)、蒽(ANT)、荧蒽(FLT)、芘(PYR)、苯并(a)蒽(BaA)、蒽(CHR)、苯并(k)荧蒽(BkF)、苯并(b)荧蒽(BbF)、苯并(a)芘(BaP)、茚并(1,2,3-cd)芘(IP)、二苯并(a,h)蒽(DBahA)、苯并(g,h,i)芘(BghiP)]混合标准品溶液(上海阿拉丁生化科技股份有限公司,批号为F2223147,质量浓度均为2 mg/mL);16种PAH氘代物(NAP-d₈、ACY-d₈、ACE-d₁₀、FLU-d₁₀、PHE-d₁₀、ANT-d₁₀、FLT-d₁₀、PYR-d₁₀、BaA-d₁₂、CHR-d₁₂、BkF-d₁₂、BbF-d₁₂、BaP-d₁₂、IP-d₁₂、DBahA-d₁₄、BghiP-d₁₂)内标混合标准品溶液(天津阿尔塔科技有限公司,批号为S103543,质量浓度均为100 μg/mL);萃取盐包(有氯化钠、硫酸镁、柠檬酸钠和柠檬酸氢二钠,厦门睿科公司,批号为P20240419H);甲醇、二氯甲烷均为色谱纯,其余试剂均为分析纯,水为纯化水。

2 方法与结果

2.1 试验条件

MIP-SPE:PAH分子印迹固相小柱依次以8 mL二氯甲烷和5 mL正己烷活化。

GC条件:色谱柱为Agilent气相色谱石英毛细管柱(30 mm × 0.25 mm, 0.25 μm);载气高纯度氦气(He)流速为1.0 mL/min;进样体积为1 μL;进样口设置300 °C,不分流;柱箱升温程序为45 °C保持1 min,以

15 °C/min的速率升至210 °C,以2 °C/min的速率升至276 °C,以48 °C/min的速率升至320 °C保持4 min。

MS条件:传输线和EI离子源温度均为300 °C;四级杆MS¹和MS²温度均为150 °C;离子源电子轰击能量为70 eV;扫描方式为多重离子反应监测(MRM);溶剂延迟6.5 min。16种PAH及其内标的质谱参数见表1。

2.2 溶液制备

内标溶液:取内标混合标准品溶液,精密移取1.0 mL,置于100 mL容量瓶中,加正己烷稀释并定容,摇匀,即

表1 16种PAH及其内标的质谱参数

Tab.1 Mass spectrometry parameters of 16 PAHs and their corresponding internal standards

待测成分	定量和定性离子对(m/z)	碰撞电压(V)	保留时间(min)
NAP	128.0/102.1*,128.0/127.1	25*,20	7.864
ACY	152.0/151.1*,152.0/150.0	20*,35	10.392
ACE	154.0/153.1*,153.0/152.1	20*,20	10.694
FLU	165.9/165.1*,165.0/164.1	20*,25	11.510
PHE	178.0/176.1*,178.0/152.1	35*,35	13.174
ANT	178.0/176.1*,178.0/152.0	35*,25	13.266
FLT	201.9/200.1*,201.9/201.1	45*,30	16.391
PYR	202.0/200.1*,202.0/201.1	40*,25	17.193
BaA	227.9/226.1*,225.9/224.1	40*,40	23.596
CHR	228.0/226.1*,228.0/227.1	40*,20	23.844
BkF	251.9/250.2*,249.9/248.1	45*,45	31.505
BbF	251.9/250.2*,249.9/248.0	40*,40	31.698
BaP	251.9/250.1*,249.9/248.2	45*,45	33.857
IP	275.9/274.1*,276.0/275.1	50*,30	42.559
DBahA	278.0/276.2*,276.0/274.1	40*,40	43.045
BghiP	276.0/274.4*,275.9/275.1	50*,35	44.288
NAP-d ₈	136.2/108.1*,136.2/134.1	20*,20	7.833
ACY-d ₈	160.2/158.1*,160.2/156.1	20*,35	10.371
ACE-d ₁₀	164.3/162.2*,164.3/160.2	20*,40	10.643
FLU-d ₁₀	176.3/174.2*,176.3/172.2	20*,25	11.464
PHE-d ₁₀	188.3/160.2*,188.3/184.2	40*,25	13.129
ANT-d ₁₀	188.3/160.2*,188.3/184.2	40*,25	13.226
FLT-d ₁₀	212.3/208.2*,212.3/210.2	40*,40	16.329
PYR-d ₁₀	212.3/208.2*,212.3/210.2	40*,40	17.128
BaA-d ₁₂	240.4/236.2*,240.4/238.2	40*,20	23.461
CHR-d ₁₂	240.4/236.2*,240.4/238.2	40*,20	23.684
BkF-d ₁₂	264.4/260.2*,264.4/236.1	45*,45	31.332
BbF-d ₁₂	264.4/260.2*,264.4/236.1	40*,40	31.550
BaP-d ₁₂	264.4/260.2*,264.4/236.2	45*,45	33.688
IP-d ₁₂	288.4/284.2*,288.4/286.1	50*,40	42.395
DBahA-d ₁₄	292.4/288.2*,292.4/284.2	40*,55	42.819
BghiP-d ₁₂	288.4/284.2*,288.4/286.1	50*,45	44.109

注:*为定量离子。

Note:* indicates quantitative ion.

得质量浓度为1 μg/mL的内标溶液。

系列混合对照品溶液:取16种PAH混合标准品溶液适量,用正己烷稀释并制成质量浓度为1 μg/mL的混合对照品贮备液;移取10, 25, 50, 100, 250, 500, 1 500 μL,分别置5 mL容量瓶中,分别加入1 μg/mL内标溶液250 μL,用正己烷稀释,得质量浓度为2, 5, 10, 20, 50, 100, 300 ng/mL的系列混合对照品溶液,内标质量浓度均为50 ng/mL。

供试品溶液:取样品0.3 g,精密称定,加入3 mL甲醇,60 °C加热10 min,涡旋至分散均匀,加5 mL正己烷和50 μL内标溶液,涡旋1 min,再加入萃取盐包涡旋2 min,6 000 r/min离心8 min,取上清液适量,移至MIP-PAHs小柱上,用2 mL二氯甲烷-正己烷(1:1, V/V)淋洗小柱,待淋洗液即将完全进入固相层时,加8 mL二氯甲烷洗脱,收集全部洗脱液,用35 °C氮气吹至近干,加1 mL正己烷涡旋复溶,经0.22 μm微孔滤膜滤过,取续滤液,即得。

加标供试品溶液:取样品适量,加入适量内标溶液及250 μL混合对照品贮备液,混匀,按供试品溶液制备方法制得。

2.3 方法学考察

系统适用性试验:取2.2项下质量浓度为300 ng/mL的混合对照品溶液适量,按2.1项下试验条件进样测

定。结果显示,待测成分峰与相邻峰可达到基本分离,以保留时间最接近的PHE和ANT为例,色谱见图1、图2。

线性关系考察:取2.2项下系列混合对照品溶液适量,按2.1项下试验条件进样测定,记录峰面积。以16种PAH的质量浓度(X , ng/mL)为横坐标、各PAH峰面积与对应内标峰面积的比值(Y)为纵坐标进行线性回归。结果见表2。

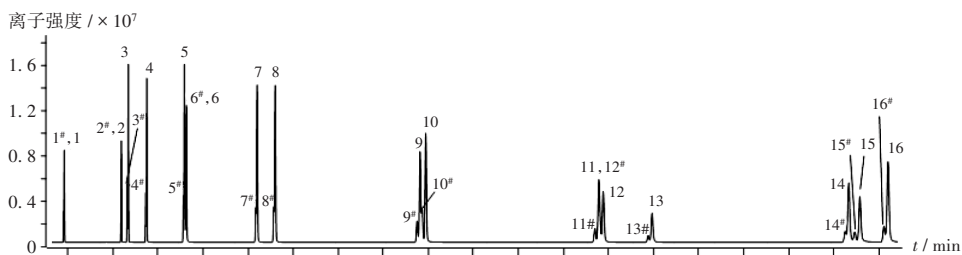
定量限和检测限考察:分别以各PAH的10倍和3倍信噪比(S/N)所对应的待测成分质量浓度作为定量限和检测限。结果见表2。

精密度试验:取2.2项下系列混合对照品溶液(5, 50, 100 ng/mL),按2.1项下试验条件连续进样测定3次,记录峰面积。结果的RSD均小于6.0%($n=3$),表明仪器精密度良好。

稳定性试验:取2.2项下加标供试品溶液,室温放置0, 2, 4, 8, 12, 16 h时按2.1项下试验条件进样测定,记录峰面积。结果的RSD均小于5.0%($n=6$),表明加标供试品溶液室温放置16 h内基本稳定。

重复性试验:取样品(批号为220901)适量,精密称定,共6份,按2.2项下方法制备加标供试品溶液,再按2.1项下试验条件进样测定,记录峰面积。结果的RSD均小于4.0%($n=6$),表明方法重复性良好。

基质效应考察:以空白基质溶液代替正己烷,制备



1. NAP 2. ACY 3. ACE 4. FLU 5. PHE 6. ANT 7. FLT 8. PYR 9. BaA 10. CHR 11. BkF 12. BbF 13. BaP 14. IP 15. DBahA 16. BghiP

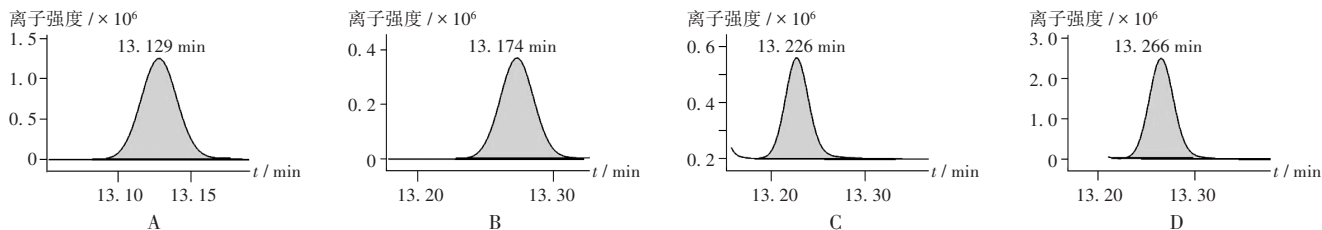
注:#为各PAH对应的内标。

图1 总离子流图

1. NAP 2. ACY 3. ACE 4. FLU 5. PHE 6. ANT 7. FLT 8. PYR 9. BaA 10. CHR 11. BkF 12. BbF 13. BaP 14. IP 15. DBahA

Note:# indicate corresponding internal standards for each PAH.

图1 Total ion chromatograms



A. PHE - d₁₀ B. PHE C. ANT - d₁₀ D. ANT

图2 PHE和ANT及其内标的MRM色谱图

A. PHE - d₁₀ B. PHE C. ANT - d₁₀ D. ANT

Fig.2 MRM chromatograms of PHE,ANT and their corresponding internal standards

系列混合对照品溶液,得基质标准曲线。基质标准曲线和以线性关系考察项下的标准曲线(溶剂标准曲线)的斜率分别为A、B,基质效应系数(η) = (A / B - 1) × 100%。20% ≤ | η | ≤ 50% 和 | η | > 50% 分别代表基质效应中等和较强,当 | η | < 20% 时,基质效应微弱^[20,22]。16种PAH的 | η | 值均小于20%,表明方法基质干扰较小,基质效应可忽略。

加标回收率试验:取样品(批号为220901)0.3 g,精密称定,分别加入低、中、高质量浓度的对照品贮备液适量,按2.1项下方法制备供试品溶液,共9份,按2.1项下试验条件进样测定,记录峰面积并计算加标回收率。结果见表2。

表2 线性关系、基质效应、定量限、检测限及加标回收率结果
Tab. 2 Results of linear relationship, matrix effects, limits of quantification, limits of detection and spiked recovery

待测成分	回归方程	r	线性范围 (ng/mL)	η (%)	定量限 (ng/mL)	检测限 (ng/mL)	加标回收率 \bar{X} (%)	RSD(%)
NAP	$Y_1 = 0.8258X_1 + 0.01595$	1.000 0	2~300	0.94	0.479 6	0.143 9	100.03	2.62
ACY	$Y_2 = 1.063X_2 - 0.001401$	1.000 0	2~300	3.61	0.939 0	0.281 7	95.33	1.46
ACE	$Y_3 = 0.9247X_3 - 0.001871$	1.000 0	2~300	6.31	0.862 1	0.258 6	93.33	3.09
FLU	$Y_4 = 0.7997X_4 - 0.002401$	1.000 0	2~300	3.61	1.612 9	0.483 9	101.25	6.73
PHE	$Y_5 = 1.181X_5 - 0.02111$	0.999 9	2~300	8.57	1.005 0	0.301 5	90.64	1.66
ANT	$Y_6 = 1.257X_6 - 0.02138$	0.999 7	2~300	4.72	1.612 9	0.483 9	92.71	2.24
FLT	$Y_7 = 1.042X_7 - 0.02143$	0.999 9	2~300	14.05	1.538 5	0.461 5	87.16	3.09
PYR	$Y_8 = 1.111X_8 - 0.02415$	0.999 9	2~300	12.45	1.041 7	0.312 5	85.22	2.64
BaA	$Y_9 = 0.9517X_9 - 0.008025$	1.000 0	2~300	0.80	1.087 0	0.326 1	104.26	3.02
CHR	$Y_{10} = 1.164X_{10} + 0.002024$	1.000 0	2~300	18.26	1.515 2	0.454 5	77.98	4.63
BkF	$Y_{11} = 0.9982X_{11} - 0.09254$	0.999 1	2~300	8.33	0.900 9	0.270 3	84.21	4.64
BbF	$Y_{12} = 1.198X_{12} - 0.002285$	0.999 6	2~300	1.86	1.111 1	0.333 3	99.36	5.47
BaP	$Y_{13} = 1.144X_{13} - 0.03296$	0.999 9	2~300	15.53	0.678 0	0.2034	83.46	5.77
IP	$Y_{14} = 1.218X_{14} - 0.04374$	0.999 7	2~300	17.20	1.503 8	0.451 1	74.68	2.68
DBaH	$Y_{15} = 1.202X_{15} - 0.06630$	0.999 5	2~300	7.18	1.941 7	0.582 5	87.32	3.04
BghiP	$Y_{16} = 1.091X_{16} - 0.06506$	0.999 3	2~300	16.24	1.428 6	0.428 6	79.57	5.91

2.4 含量测定

取10批样品各适量,按2.2项下方法制备供试品溶液,按2.1项下试验条件进样测定,记录峰面积,并计算样品含量。结果样品中仅检出NAP、PHE、PYR。结果见表3。根据相关有害物质限度标准^[7-9], NAP < 1.0 mg / kg, PHE + PYR + ANT + FLU < 1.0 mg / kg,符合限度规定。

3 讨论

3.1 色谱柱选择

预试验中考察了DB-1 MS UI、HP-5 MS UI和Select PAH色谱柱,其中DB-1 MS UI柱对BaA和CHR的分离效果不及HP-5 MS UI柱,Select PAH柱每针需约70 min才能达到有效分离,而HP-5 MS UI柱仅需50 min实现,节约了大量的分析时间。因此,选择

表3 样品中PAH含量测定结果(mg / kg, n = 2)

Tab. 3 Detection results of PAH in samples (mg / kg, n = 2)

企业	生产批号	NAP	PHE	PYR	合计
A	230307	-	-	-	-
B	46220201	-	-	-	-
C	221101	0.027	0.008	-	0.035
D	220901	0.048	0.007	-	0.055
E	20220803	0.028	0.008	-	0.036
F	2211161	0.036	-	0.007	0.043
G	230106	0.013	0.008	-	0.021
H	230301	0.021	0.015	0.017	0.053
I	22041801	0.052	0.007	-	0.059
J	220801	0.015	0.007	-	0.022

注: - 为未检出。

Note: - indicates not detected.

HP-5 MS UI柱为色谱柱。

3.2 基质效应校正

样品中除待测成分外的其他物质,干扰待测物分析的现象,被称为基质效应。在GC-MS/MS法中以同位素为内标,可校正基质效应,并降低提取、净化、转移等人工操作或仪器方法产生的偶然误差,确保分析结果的准确性和精密性。本研究中比较了内标法与外标法16种PAH的 η ,结果显示,使用外标法时约50%PAH的 | η | 大于20%,而内标法中各PAH的 | η | 均小于20%,同位素内标法有效校正了基质效应。

3.3 MIP-SPE 前处理条件优化

溶剂筛选过程中,采用正己烷、环己烷分散乳膏,部分样品处理后呈团块状,无法完全分散,目标组分被包裹而提取不完全;采用二氯甲烷直接分散乳膏,过多的杂峰干扰了测定结果;采用甲醇、乙醇、丙酮先分散,再加正己烷、环己烷液液萃取的除杂效果有限,部分PAH回收率超135%,存在基质干扰。而使用MIP-SPE和QuEChERS法净化,发现后者对NAP的回收率仅有55%,回收率偏低,ENV柱的回收率也低于MIP-PAHs SPE柱。MIP-PAHs SPE柱的高选择性和强净化效果是其良好回收率的保证,其原因在于MIP-PAHs SPE柱的分子印迹孔穴形状、大小和官能团,与待测成分相匹配,能特异性识别和结合PAH分子,在复杂乳膏基质中可有效富集多环芳烃,减少杂质干扰,从而提高检测准确性。但MIP-PAHs SPE柱的净化能力受水分影响较大,而水包油型乳膏含大量水分,因此,在使用MIP-PAHs SPE柱前和使用极性溶剂分散乳膏后,还需添加萃取盐包吸水,再用低极性的正己烷进行液-液萃取,以转换溶剂,降低水分对MIP-PAHs SPE柱的干扰。选取MIP-PAHs SPE柱后,通过考察不同淋洗液比例及体积等参数对回收率的影响,发现使用2 mL正己烷-

二氯甲烷(1:1, V/V)淋洗时,各待测成分回收率在70%~110%,满足检测要求。

3.4 测定结果分析

本研究中通过GC-MS/MS检测了样品中16种PAH,涵盖轻质至重质成分,检测限为0.1439~0.5825 ng/mL。10批次样品中,8批次检出3种轻质PAH(NAP、PHE、PYR),含量分别为0.013~0.052, 0.007~0.015, 0.007~0.017 mg/kg。检出的PAH含量均低于相关标准规定的限度值^[7-9]。结合处方分析,PAH可能源于原料(如矿油矿脂等污染)或生产环节(高温、设备残留)。为有效控制PAH残留,应严格筛选辅料,优选深度精炼、低PAH含量的辅料;优化生产工艺,控制温度、时间,避免长时间高温导致生成毒性更大的重质PAH,并注意定期清洁生产设备,以防残留;同时,加强质量控制与检测,在原料、半成品和成品环节加强PAH监测,采用先进技术提高检测灵敏度,定期检测PAH含量,保障乳膏的产品安全。

参考文献

[1] 王璐,董洁,李菊,等. 多环芳烃毒理学及累积暴露风险评估研究进展[J]. 中国口岸科学技术,2022,4(9):31-39.

[2] 秦正波,汪桥林,王林,等. 食品中多环芳烃检测方法的研究进展[J]. 安徽师范大学学报(自然科学版),2022,45(1):29-34.

[3] 刘文青,赵小宁,孙巍,等. 多环芳烃控制策略及在中草药中污染情况分析[J]. 中成药,2024,46(3):913-918.

[4] 余成,罗琳,陈岚,等. 卤化丁基橡胶塞中可提取多环芳烃的GC-MS/MS筛查法[J]. 药物分析杂志,2020,40(4):681-687.

[5] 刘丽娜,金红宇,管珂,等. 固相萃取-同位素内标-GC-MS/MS法测定根及根茎类中药材中18个多环芳烃残留量[J]. 药物分析杂志,2023,43(3):448-456.

[6] 肖钦钦,刘绪平,段和祥,等. GC-MS法测定盐酸金霉素眼膏中16种多环芳烃含量[J]. 中国抗生素杂志,2019,44(3):383-388.

[7] GB/T39498-2020,消费品中重点化学物质使用控制指南[S].

[8] Commission Regulation. Amending Annex XVII to Regulation (EC) No 1907/2006 of the European Parliament and of the Council on the Registration, Evaluation, Authorisation and Restriction of Chemicals (REACH) as regards polycyclic aromatic hydrocarbons [EB/OL]. (2013-12-06) [2025-08-02]. <https://eur-lex.europa.eu/legal-content/EN/TXT/?uri=CELEX:32013R1272>.

[9] Federal Institute for Occupational Safety and Health. Testing and assessment of Polycyclic Aromatic Hydrocarbons (PAHs) in the awarding of GS Marks - Specification pursuant to Article 21(1) No. 3 of the Product Safety Act (ProdSG) - AfPS GS 2019:01 PAK [EB/OL]. (2020-04-10) [2025-08-

02]. https://www.baua.de/SiteGlobals/Forms/Suche/BAuA/EN/Servicesuche_Formular?nn=69425c9e85ec843c1872644a&resourceId=69425e1f85ec843c1872bb09&input_=69425c9e85ec843c1872644a&pageLocale=en&__time_token=2a77e7b68a1d33100c239e2aa312dda3b66f2c2807cf19dfcec89cc31e11bca75cb1adf321395cf575234b40a49c030d&templateQueryStringExpert=Product+Safety+Commission+%28AfPS%29++GS+Specification++Testing+and+assessment+of++Polycyclic+Aromatic+H&submit=#searchResults.

[10] 杨清. 过硫酸钠修复土壤中多环芳烃的准确测定[J]. 岩矿测试,2022,41(3):404-411.

[11] 郝晓红,蒋莹,马红青. 气相色谱质谱联用法测定纹身贴中18种多环芳烃[J]. 化学分析计量,2023,32(1):21-25.

[12] 张润坤,陈建余,胡艺瀚. 超声提取-气相色谱/质谱法测定皮革及纺织品中18种多环芳烃[J]. 分析试验室,2021,40(2):156-162.

[13] 潘晓玉,王宗义,赵逸涵,等. 冷冻脱脂-分散固相萃取/气相色谱-串联质谱法检测食用植物油中4种多环芳烃[J]. 分析试验室,2022,41(4):419-423.

[14] 王国庆,王宗义,程明捷,等. 冷冻除脂-气相色谱-串联质谱法检测食用植物油中30种多环芳烃[J]. 食品科学,2018,39(8):282-287.

[15] 甘志永,于佩,徐蕾. 加速溶剂萃取-GPC净化-GC-MS/MS测定土壤中的16种多环芳烃[J]. 环境科技,2018,31(2):60-64.

[16] 郭新颖,陆娟. 固相萃取-高效液相色谱法测定奶粉中多环芳烃[J]. 化学分析计量,2023,32(3):18-21.

[17] 赵晓祥,张路路,程晨. 类酶联免疫分析法可行性的研究[J]. 安全与环境学报,2019,19(3):1028-1033.

[18] 钟诚,戚欣,李松鹤,等. 基于GC-MS检测油料中多环芳烃基质固相提取方法优化[J]. 中国油料作物学报,2024,46(5):1168-1177.

[19] 谢建军,王璐,李菊,等. 分子印迹固相萃取-气相色谱-质谱联用法检测按摩油类化妆品中16种多环芳烃[J]. 食品安全质量检测学报,2017,8(8):3134-3138.

[20] 王玮,郭蓉,赵莹,等. 气相色谱-三重四极杆质谱法测定婴幼儿配方乳粉中24种多环芳烃的含量[J]. 理化检验化学分册,2022,58(11):1287-1293.

[21] 谢建军,王璐,李菊,等. 气质联用法检测霜膏类化妆品中16种多环芳烃[J]. 广州化工,2018,46(7):84-87.

[22] 章会琼,杨琴,蒲雪,等. 高效液相色谱串联质谱法快速检测淫羊藿药材中47种农药残留[J]. 中国药业,2023,32(22):103-107.

[23] 熊满艳,王巧环,王俊杰. 分子印迹固相萃取技术及其在环境中多环芳烃测定中的应用进展[J]. 环境化学,2022,41(5):1522-1529.

(收稿日期:2025-01-03;修回日期:2025-11-12)