

实验技术与方法

高效液相色谱原子荧光分光光度联用法测定海产品中的甲基汞含量

赵凯 杨大进

(中国疾病预防控制中心营养与食品安全所,北京 100021)

摘要:目的 建立高效液相色谱原子荧光分光光度法在线联用技术测定海产品中甲基汞的方法。方法 以25% 氢氧化钾甲醇溶液水浴加热后超声提取样品,试液中的甲基汞与2-巯基乙醇结合。以5% 甲醇溶液(含60 mmol/L乙酸铵和0.1% 2-巯基乙醇)作流动相,经 Supelco C₁₈ 色谱柱(150 mm × 4.6 mm, 5 μm)分离,紫外消解后经 KBH₄ 还原由原子荧光光度计进行测定。结果 甲基汞的检出限为 0.7 μg/L(以汞计),样品测定的相对标准偏差小于 4.6%,采用两种参考物质考查方法的准确性,以测定市售海产品中甲基汞含量。结论 本研究通过简化仪器装置,改进前处理步骤,有效地提高了方法的可靠性,该方法简便、快速、可靠,可用于海产品中甲基汞的含量测定。

关键词:海产品; 甲基汞; 高效液相色谱法; 原子荧光光度法; 联用技术; 食品污染物; 食品安全
中图分类号: O657.7 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2011)06-0534-06

Determination of methylmercury in seafood by HPLC coupled with hydride generation and AFS

Zhao Kai, Yang Dajin

(National Institute for Nutrition and Food Safety, China CDC, Beijing 100021, China)

Abstract: Objective A high performance liquid chromatography (HPLC) coupled with hydride generation and atomic fluorescence spectrometry is proposed for the determination of methyl mercury in seafood. **Methods** Samples were extracted by 25% potassium hydroxide and the methylmercury-thiol complex was separated on a Supelco C₁₈ (150 mm × 4.6 mm, 5 μm) reverse phase column and online UV-digested. After reduced to element Hg by KBH₄, the element Hg was selectively detected by AFS in an Ar/H₂ flame under optimized conditions. **Results** The detection limit for methyl mercury was 0.7 μg/L (as mercury) with a relative standard deviation (RSD) of lower than 4.6%. Two standard reference materials were applied for the accuracy of study. **Conclusion** The content of methylmercury in seafood can be determined by the method with good convenience, rapidity and reliability.

Key words: Seafood; methyl mercury; high performance liquid chromatography; atomic fluorescence spectrometry; hyphenated technique; food contaminants; food safety

汞作为全球性的环境污染物,在世界上受到广泛关注^[1]。其中甲基汞毒性最高,甲基汞可通过食物链的生物放大作用在水生食物链的上层生物中达到较高的浓度^[2]。

食品中总汞含量可由原子荧光光度法、冷原子吸收光度法、双硫脲比色法等进行定量测定^[3],而无机汞和有机汞类物质的单独定量测定则需要借助一定的分离手段分离后进行测定。文献中报道的方法有气相色谱、毛细管电泳、液相色谱通过与特异性的检测器如 AFS、原子吸收光度法^[4-5]、电感耦合等离子体发射光谱法等联用以及 HPLC-ICP-MS^[6-8]进行甲基汞的测定。目前,国内外对甲基汞

的测定方法主要集中在 HPLC-AFS 和 HPLC-ICP-MS 两种方法上。HPLC-ICP-MS 法灵敏度较高,但仪器成本较高。HPLC-AFS 法仪器成本低,操作简便,易于推广。现有的 HPLC-AFS 法测定甲基汞时,甲基汞络合物的氧化多采用强氧化剂、紫外消解管在线联合的方式进行,甲基汞峰发生展宽,灵敏度的提高受到一定限制^[9];在前处理过程中多采用多种溶剂反复萃取的方式进行提取,有机溶剂的用量大,同时甲基汞有一定的损失^[10]。

本研究建立了适用于海产品中甲基汞测定的 HPLC-AFS 方法,用碱提取法进行前处理,2-巯基乙醇作络合剂^[11],反相 C₁₈ 柱分离,经紫外消解后通过氢化物发生-原子荧光法测定甲基汞的含量。由于改变了 HPLC-AFS 测定中常用的氧化剂氧化方式,避免了因氧化试剂的引入而造成的峰展宽,与常用方法相比,操作简便、灵敏度高。

收稿日期: 2011-03-07

作者简介: 赵凯 男 实习研究员 研究方向为食品卫生 E-mail: kaizhao-83@163.com

通信作者: 杨大进 男 研究员

1 材料与方 法

1.1 仪 器

Labtech 高效液相色谱仪,手动进样器;北京科 创海光 AFS-9800 型双道原子荧光光度计,带断续流 动系统和紫外消解装置;超声波清洗器;水浴锅;粉 碎机;100 μ l 液相微量注射器。

1.2 试 剂

二巯基乙醇(分析纯,4 $^{\circ}$ C 冷藏保存);甲醇、氢 氧化钾、冰醋酸(优级纯);乙酸铵、硼氢化钾(分析 纯);氯化甲基汞标准(Sigma-Aldrich 公司);无机汞 标准溶液(1 mg/ml,国家标准物质中心),4 $^{\circ}$ C 冷藏 保存。参考物质:FAPAS Canned Fish(T0797)和 FAPAS[®] Canned Fish(T07115),购自英国 Food and Environment Research Agency。

1.3 标准溶液的配制

1.3.1 标准储备液的配制

取 0.010 0 g 甲基汞标准于 100 ml 容量瓶中用 甲醇定容至刻度;取 1 ml 无机汞标准溶液于 100 ml 容量瓶中,用 1 mol/L HCl 定容,摇匀,甲基汞和无 机汞的浓度分别为 100 和 10 μ g/ml,置 4 $^{\circ}$ C 冷藏保 存,有效期 3 个月。

1.3.2 标准工作液的配制

按照需要吸取相应标准储备液,用流动相逐级 稀释成含无机汞和甲基汞浓度为 50、20、10、5、 2 μ g/L 的标准工作溶液,现用现配。

1.4 仪 器 条 件

1.4.1 液相色谱条件

Supelco Discovery[®] C₁₈ 色谱柱(150 mm \times 4.6 mm, 5 μ m);流动相为 5% 的甲醇溶液(含 60 mmol/L 的 乙酸铵和 0.1% 的 2-巯基乙醇),流速为 1.5 ml/min;柱温为 25 $^{\circ}$ C;进样量为 20 μ l。

1.4.2 原子荧光条件

还原剂为 2% 硼氢化钾 + 0.5% 氢氧化钠;载流 为 5% 盐酸;载气为高纯氩气(纯度 >99.999%),载 气流量 300 ml/min,屏蔽气流量 800 ml/min;断续流 动反应系统参数:样品和还原剂泵速均为 50 r/min; 检测器参数:主灯电流 60 mA,辅灯电流 30 mA,负 高压 -300 V,见图 1。

1.5 样 品 处 理

1.5.1 样品的制备和保存

取一定量海产品,用水冲洗表面后擦干取其可 食部分,切碎并初步混匀后,用粉碎机进一步粉碎 混匀。制备好的样品置于 -20 $^{\circ}$ C 冰箱中冷冻保存, 备用。

1.5.2 提 取

称取 5 g 制备好的样品于 50 ml 离心管中,加入

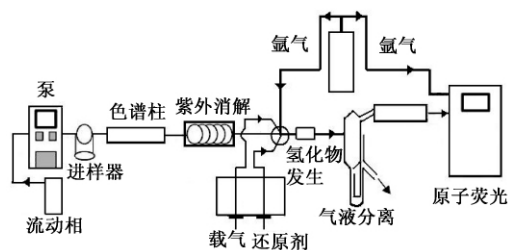


图 1 高效液相色谱-原子荧光光度仪示意图

Figure 1 Schematic illustration of HPLC-AFS

7.5 ml 25% 氢氧化钾甲醇(W/V)溶液,涡旋混匀 1 min,使样品与氢氧化钾甲醇溶液混合均匀;将离 心管置 70 $^{\circ}$ C 水浴中 30 min 后再于超声波清洗器中 超声提取 30 min,水浴与超声步骤重复 3 次。静置 至室温后,置冰浴中,逐滴加入约 25 ml 冰醋酸并摇 匀,加入 1% 2-巯基乙醇 5 ml 后充分摇匀,用冰醋 酸定容至 50 ml 后混匀。样液过 0.45 μ m 滤膜后注 入 HPLC-AFS 联用仪进行测定。

2 结果与分析

2.1 液相色谱条件选择

2.1.1 流动相的选择和优化

选用不同比例的甲醇或乙腈进行试验,从峰 形、保留时间、分离度几方面进行考察发现:流动相 中甲醇或乙腈比例为 5% 时,甲基汞-巯基乙醇络合 物的保留时间在 5 ~ 12 min 之间;在其他条件相同 的情况下,分别以含 5% 甲醇和含 5% 乙腈溶液做流 动相,甲基汞和无机汞混合标准溶液进样,流动相 中含 5% 的甲醇时,甲基汞-巯基乙醇的分离度高于 5% 乙腈溶液的分离度,且甲基汞峰形尖锐、对称,因 此流动相中有机溶剂选用 5% 甲醇,结果见表 1。图 2 为流动相中有机溶剂分别为 5% 甲醇或乙腈时甲 基汞和无机汞混合标准溶液出峰色谱图。

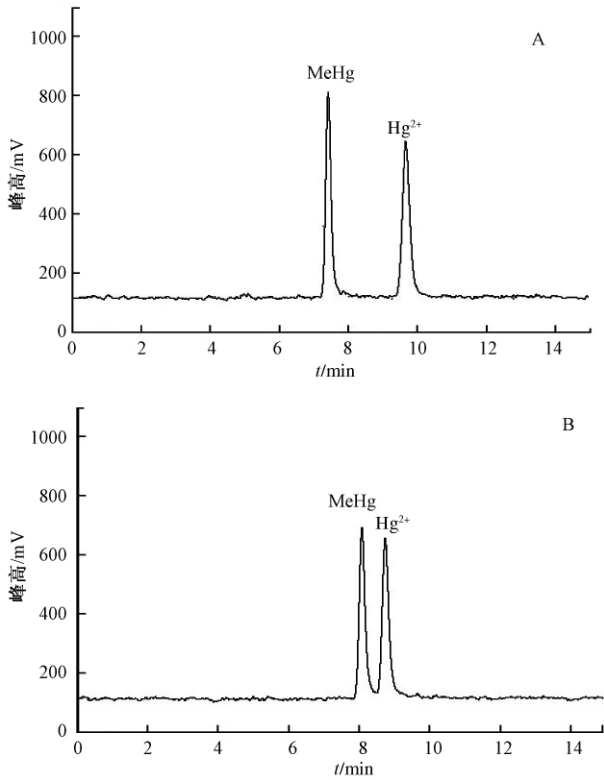
表 1 不同有机溶剂含量对甲基汞色谱峰的影响

Table 1 Influence of different organic solvent concentrations on methyl mercury peaks

有机溶剂种类及浓度	保留时间(min)	分离度	峰形
20% 甲醇或乙腈	不保留		
10% 甲醇或乙腈	不保留		
5% 甲醇	6 ~ 8	1.5	尖锐且对称
5% 乙腈	8 ~ 10	1.0	尖锐且对称

2.1.2 络合剂的选择及含量优化

无机汞、甲基汞及其他有机汞与特定的络合剂 形成复合物后,极性差异增大,甲基汞可由液相色 谱进行分离后经 AFS 进行测定。汞及其化合物易 于与巯基结合,在生物体内常与半胱氨酸的巯基结 合而存在,因此常用的络合剂主要有二巯代氨基甲 酸盐^[11]、巯基化合物、双硫腺^[12]等。Margetinova



A 为 5% 甲醇; B 为 5% 乙醇
图 2 甲基汞和无机汞标准色谱图

Figure 2 Chromatogram of methyl Hg and Hg²⁺

等^[13]报道使用巯基化合物中的 2-巯基苯酚做络合剂,但络合物洗脱时需较大的有机溶剂含量,对 Hg 荧光产生淬灭效应,影响 Hg 含量的测定。2-巯基乙醇与汞及其化合物在常温下即可稳定地结合,不易解离,且极性相比 2-巯基苯酚大,使用较低含量的有机溶剂即可将络合物洗脱。因此本研究选用 2-巯基乙醇作络合剂。

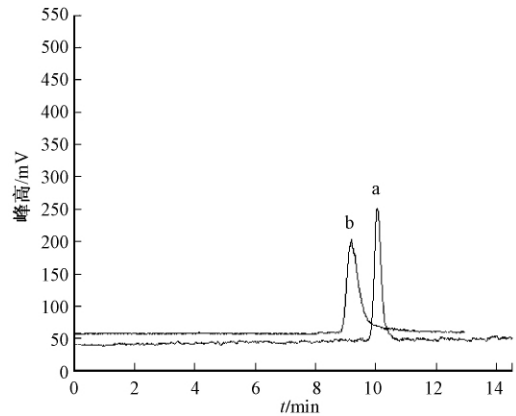
2-巯基乙醇作为甲基汞的络合剂是将甲基汞与其他汞类物质分离的关键。Ramalhosa^[14]报道 2-巯基乙醇的含量在 0.000 7% ~ 0.5% 之间时,甲基汞的保留时间保持稳定 (< 3%),实际测定中 2-巯基乙醇的含量常选用 0.01% 或 0.1%,分别向 5% 甲醇溶液中加入 0.01% 和 0.1% 2-巯基乙醇作流动相,通过甲基汞标准溶液进样对比发现:两者在分离度和响应上无明显差异。为满足甲基汞含量较高样品的需要,流动相中 2-巯基乙醇的含量定为 0.1%,最终提取液中 2-巯基乙醇的含量与流动相保持一致。

2.2 氢化物发生条件的优化

2.2.1 氧化条件的选择

经色谱分离后的甲基汞复合物需先被氧化转化为 Hg²⁺ 后才可进入 AFS 中进行测定。常用的氧化剂有 KBr/KBO₃^[14]、K₂S₂O₈ 或 K₂Cr₂O₇,在氧化剂的作用下辅以紫外消解将甲基汞复合物转化为

Hg²⁺。本研究采用了高强度的紫外消解装置,而未使用氧化剂进行氧化,简化了仪器中氧化剂载流装置,峰形尖锐对称,峰宽变小,见图 3。



a 为使用后; b 为使用前
图 3 氧化剂装置使用前后峰形对比

Figure 3 Peaks before and after oxidants device applied

2.2.2 蠕动泵转速的优化

还原剂和载流的流量对氢化物的生成有直接影响,还原剂和载流的流量由其浓度和蠕动泵转速决定。研究选择固定还原剂和载流浓度优化蠕动泵转速的方法,还原剂的浓度选用最常用的 2% KBH₄ + 0.5% NaOH,载流选用 5% HCl。为了考察输送还原剂和载流的蠕动泵的转速 (50 ~ 100 r/min) 对氢化物生成的影响,以甲基汞标准溶液进样,分别以 50、60、70、80、100 r/min 的转速输送还原剂和载流。从图 4 可见,转速为 50 r/min 时,甲基汞标准溶液峰面积最大,60 r/min 时,峰高最大。综合考虑,蠕动泵转速选择 50 r/min。

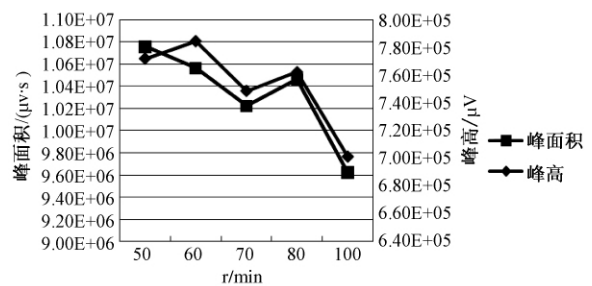


图 4 蠕动泵转速对氢化物发生的影响

Figure 4 Effect of the rotation speed of peristaltic pump on hydride generation

2.3 提取条件选择

2.3.1 提取液选择

甲基汞在食品或生物样品中一般与含硫蛋白、半胱氨酸或谷胱甘肽结合,甲基汞的提取可通过碱溶液消化后释放甲基汞进行提取或通过酸溶液浸提进行提取。其中碱提取能够将蛋白消解而释放

甲基汞,酸浸提则是利用甲基汞在酸性条件下与氯离子有较强的亲和力,常用的提取溶液^[15]有:25%氢氧化钾甲醇溶液、25%四甲基氢氧化铵甲醇溶液、5 mol/L 盐酸、冰醋酸等。此外,Ortiz 等^[16]曾报道在盐酸中加入 0.1 mol/L 的氯化钠以提高提取效率,本研究选用两种参考物质 FAPAS® Canned Fish (T0797) 和 FAPAS® Canned Fish (T07115) 作样品,分别选取 25% 氢氧化钾甲醇溶液、5 mol/L 盐酸(加入 0.1 mol/L 氯化钠) 70 °C 水浴超声提取 3 次后测定。实验过程提示盐酸提取液无法溶解脂溶性物质,影响提取液的均一性。25% 氢氧化钾甲醇溶液提取后均匀澄清,通过调节 pH 值后可直接进样测定。对两种方法提取效率进行比较后发现:盐酸提取效率略低于碱提取法,这与 Reyes 等^[15]报道的结果一致。

2.3.2 提取液 pH 值优化

甲基汞复合物的稳定性受溶液 pH 值的影响, Margetinova 等^[13]报道最终提取液 pH 值在 3~5 之间时,甲基汞复合物最稳定。pH 值调节一般选用盐酸、冰醋酸等非氧化性酸,本研究选用冰乙酸在冰浴条件下调节 pH 值,并进行定容,反应较缓和,利于汞及汞化合物的稳定,且在最终试液中形成醋酸盐缓冲体系,试液 pH 值可在 3~5 之间保持相对稳定。用碱提取法分别用两种标准参考物质进行测定,结果显示对海产品中甲基汞的提取,碱提取法效果优于酸提取。具体结果见表 2。

表 2 碱消解法与酸提取法效果对比

Table 2 Comparison of the efficiency extracted by acid extraction and alkali leaching(μg/kg)

标准参考物质	定值	碱提取法	酸提取法
T07115	136	138.2 ± 4.2	125.7 ± 7.8
T0797	487	473.0 ± 6.8	431.0 ± 8.4

Reyes 等^[15]报道经水浴超声提取 3 次后可基本将甲基汞提取完全,以 FAPAS® Canned Fish (T07115) 分别提取 1~3 次后测定甲基汞的含量,提取 3 次后的提取效率可达 99% 以上,具体结果见表 3。

表 3 不同提取次数效率比较

Table 3 The efficiency of extraction with different frequencies (n = 3)

提取次数	测得值(μg/kg)	回收率(%)
1	114.4 ± 8.5	84.1 ± 6.2
2	123.5 ± 3.5	90.8 ± 2.6
3	134.8 ± 1.6	99.1 ± 1.2

2.4 技术参数及样品测定

2.4.1 检出限与线性范围

配制浓度分别为 2、5、10、20、25、50 μg/L 的甲基汞标准溶液,在优化后的条件下测定,计算得回

归方程为 $y = 240\ 761x - 334\ 498$, $r = 0.999\ 4$ 。以 3 倍信噪比算得该方法的检出限为 0.7 μg/L。甲基汞标准溶液进样色谱图见图 5。

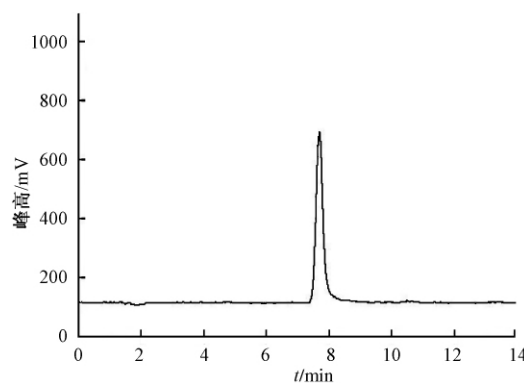


图 5 甲基汞标准色谱图

Figure 5 Chromatogram of standard methyl Hg compound (50 μg/L)

2.4.2 方法重复性

取市售黄鱼和带鱼按照前述方法平行测定 6 次,其 RSD 分别为 2.9% 和 4.6%,具体结果见表 4。

表 4 方法重复性试验

Table 4 Repeatability of the method (n = 6)

样品名称	测定值(μg/kg)	RSD(%)
黄鱼	78.8	2.9
	80.4	
	78.6	
	77.9	
	76.0	
	74.0	
带鱼	283	4.6
	269	
	250	
	279	
	258	
	259	

2.4.3 方法准确性

分别用两种 FAPAS® Canned Fish 参考物质考察方法准确性,甲基汞的测定结果与定值一致,标准参考物质测定值分别为给定值的(97.1 ± 1.4)% 和(99.1 ± 1.2)%。结果见表 2。

2.4.4 实际样品测定

采用碱消解法对市售的几种海产品进行甲基汞含量的测定,同时对参考物质 FAPAS® Canned Fish (T0797) 和 FAPAS® Canned Fish (T07115) 同步测定,样品测定结果分别见表 5。

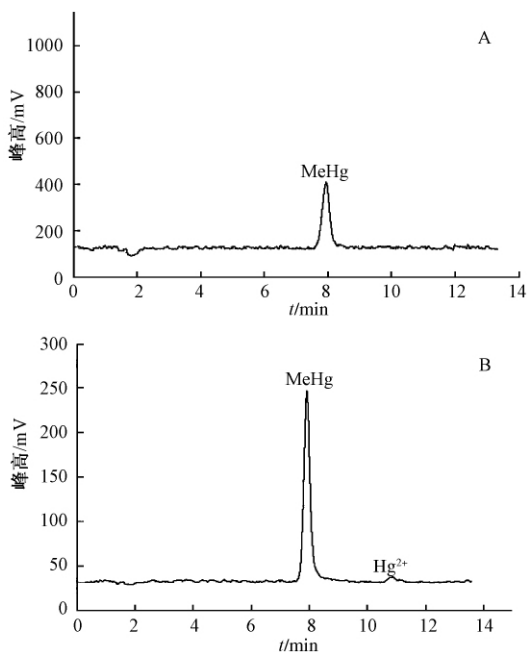
3 结论

本文建立了用 HPLC-AFS 在线联用技术测定海产品中甲基汞的方法。用氢氧化钾甲醇溶液消解

表 5 样品中甲基汞含量

Table 5 Methyl mercury content in seafood ($\mu\text{g}/\text{kg}$ $n = 3$)

样品名称	测定值
T07115	136 \pm 59
T0797	473.0 \pm 6.8
带鱼 1	279 \pm 12.9
带鱼 2	16.0 \pm 1.1
黄鱼	79.9 \pm 2.3
虾仁 1	11.6 \pm 1.0
虾仁 2	5.22 \pm 0.7
桂鱼	19.8 \pm 1.7
平鱼	6.3 \pm 0.7
海白虾	6.8 \pm 0.47



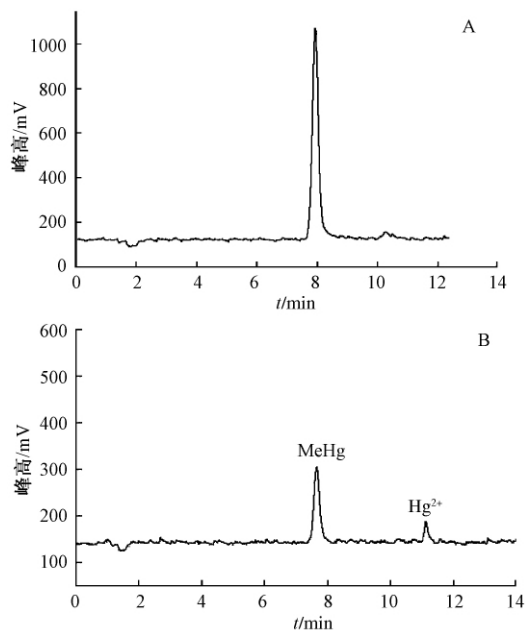
A: T07115; B: T 0797
图 6 参考物质谱图

Figure 6 Chromatogram of standard reference materials

后提取,甲基汞与 2-巯基乙醇络合后经反相色谱分离,在线消解后通过 HG-AFS 测定。本方法省去了使用苯、二氯甲烷反复萃取的步骤,缩短了分析时间。HPLC-AFS 测定中,未采用常用的氧化剂进行氧化,而仅使用高强度的紫外消解装置即将汞的络合物转化为 Hg^{2+} ,简化了仪器装置。同时减少了前处理步骤,提高了方法的可靠性。避免了因氧化试剂的引入而造成的峰展宽,提高了方法的灵敏度。

参考文献

[1] ZHOU H Y ,WONG M H. Mercury accumulation in freshwater fish with emphasis on the dietary influence [J]. Water Res 2000 , 34(17) : 4234-4242.
[2] MAY K ,STOEPLER M ,REISINGER K. Studies in the ratio of total mercury/methylmercury in the aquatic food chain [J]. Toxicol Environ Chem ,1987 ,13: 153-159.



A: 带鱼; B: 黄鱼

图 7 两样品色谱图

Figure 7 Chromatograms of two samples

[3] 中华人民共和国卫生部. GB/T 5009. 17—2003 食品中总汞及有机汞的测定[S]. 北京: 中国标准出版社 2003.
[4] TSENG C M ,DIEGO A ,MARTIN F M ,et al. Rapid determination of inorganic mercury and methylmercury in biological reference materials by hydride Generation ,cryofocusing ,atomic absorption spectrometry after open focused microwave-assisted alkaline digestion [J]. J Anal Atom Spectrosc ,1997 ,12: 743-750.
[5] SALIH B ,SAY R ,DENLIZLI A ,et al. Determination of inorganic and organic mercury compounds by capillary gas chromatography coupled with atomic absorption spectrometry after preconcentration on dithizone-anchored poly (ethylene glycol dimethacrylate-hydroxyethylmethacrylate) microbeads [J]. Anal Chim Acta ,1998 ,371: 177-185.
[6] HARRINGTON C F ,MERSON S A ,DSILVA T M. Method to reduce the memory effect of mercury in the analysis of fish tissue using inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Anal Chim Acta 2004 ,505: 247-254.
[7] CHANG L F ,JIANG S J ,SAHAYAM A C. Speciation analysis of mercury and lead in fish samples using liquid chromatography – inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Chromatogr A 2007 ,1176: 143-148.
[8] WANG Meng ,FENG Weiyue ,SHI Junwen ,et al. Development of a mild mercaptoethanol extraction method for determination of mercury species in biological samples by HPLC-ICP-MS [J]. Talanta 2007 ,71(5) : 2034-2039.
[9] LI Naliang ,JIANG Guibing ,LIU Jinfu ,et al. Speciation analysis of mercury in seafood by using high-performance liquid chromatography on-line coupled with cold-vapor atomic fluorescence spectrometry via a post column microwave digestion [J]. Anal Chim Acta 2003 ,477: 131-137.
[10] WESTÖ G. Determination of methylmercury compounds in foodstuffs [J]. Methylmercury compounds in fish ,Identification and determination [J]. Acta Chemica Scandinavica , 1966 , 20:

- 2131-2137.
- [11] SEGADE S R , TYSON J F. Determination of methylmercury and inorganic mercury in water samples by slurry sampling cold vapor atomic absorption spectrometry in a flow injection system after preconcentration on silica C18 modified [J]. *Talanta* ,2007 ,71 (4) : 1696-1702.
- [12] SÁNCHEZ D M , MARTIN R , MORANTE R , MARTIN J. Preconcentration speciation method for mercury compounds in water samples using solid phase extraction followed by reversed phase high performance liquid chromatography [J]. *Talanta* , 2000 52(4) : 671-679.
- [13] MARGETINAVA J , HOUSERAVA-PELCOVA P , KUBAN V. speciation analysis of mercury in sediments zoobenthos and river water samples by high-performance liquid chromatography hyphenated to atomic fluorescence spectrometry following by solid phase extraction [J]. *Anal Chim Acta* 2008 615: 115-123.
- [14] RAMALHOSA E , SEGADE S R , PEREIRA E , et al. simple methodology for methylmercury and inorganic mercury determination by high performance liquid chromatography-cold vapour atomic fluorescence spectrometry [J]. *Anal Chim Acta* , 2001 448: 135-143.
- [15] REYES L H , MIZANUR R G M , FAHRENHOLZ T , et al. Comparison of methods with respect to efficiencies , recoveries and quantitation of mercury species interconversions in food demonstrated using tuna fish [J]. *Anal Bioanal Chem* 2008 390 (8) : 2123-2132.
- [16] ORTIZ A I C , ALBARRAN Y M , RICA C C. Evaluation of different sample pre-treatment and extraction procedures for mercury speciation in fish samples [J]. *J Anal At Spectrom* , 2002 ,17: 1595-1601.

实验技术与方法

超高效液相色谱-质谱法测定动物性膳食中全氟辛烷磺酸和全氟辛酸

刘嘉颖^{1,2}, 王雨昕¹, 李敬光¹, 赵云峰¹, 吴永宁¹

(1. 中国疾病预防控制中心营养与食品安全所, 北京 100050;

2. 北京市朝阳区疾病预防控制中心, 北京 100021)

摘要:目的 建立三类动物性膳食中典型全氟有机化合物的超高效液相色谱-串联质谱 (UPLC-MS/MS) 测定方法。方法 实验优化了样品提取方法和液相色谱质谱条件。样品经冷冻干燥后用甲醇提取, 弱阴离子交换固相萃取柱净化; 使用 C₁₈ 色谱柱, 甲醇和 2 mmol/L 醋酸铵水溶液为流动相进行分离; 采用 ESI 负离子源并在多反应监测模式 (MRM) 下进行测定。结果 目标化合物的回收率为 82% ~ 115%, 检测限分别为 76 ~ 129 pg/g 干重和 88 ~ 319 pg/g 干重。运用该方法分析了 9 份膳食样品, 三类样品中均检出目标化合物。结论 本方法简便快速、准确可靠, 灵敏度足以满足动物性膳食样品的检测。

关键词: 全氟有机污染物; 全氟辛烷磺酸; 全氟辛酸; UPLC-MS/MS; 食品污染物; 食品安全

中图分类号: O657.72; X836 文献标识码: B 文章编号: 1004-8456(2011)06-0539-05

Quantitative determination of perfluorooctanesulfonate and perfluorooctanoic acid in animal food by UPLC-MS/MS

Liu Jiaying , Wang Yuxin , Li Jingguang , Zhao Yunfeng , Wu Yongning
(National Institute of Nutrition and Food Safety , Chinese Center for Disease Control and Prevention , Beijing 100050 , China)

Abstract: Objective To establish a method for detecting perfluorooctanesulfonate (PFOS) and perfluorooctanoic acid (PFOA) in three kinds of animal food. **Methods** Samples were extracted by methanol and cleaned-up by SPE in a WAX

收稿日期: 2011-06-03

基金项目: 国家自然科学基金(20607021)

作者简介: 刘嘉颖 女 硕士 研究方向为食品安全 E-mail: liujiaying17@yahoo.cn

通信作者: 李敬光 男 副研究员 研究方向为食品安全