

		1013	100					102	102	
		968	95.6					94.2	94.2	
		1159	115					111	111	
		1138	113					114	114	
		991	98.000					115	115	

附表 2 液相色谱-串联质谱法测定三种生物样品中氯酸盐和高氯酸盐的回收率和 RSD (n=6)

样品名称	氯酸盐（ g/kg）						高氯酸盐（μg/kg）					
	本底值	添加水平	实测值	回收率（%）	平均回收率（%）	相对标准偏差 RSD%	本底值	添加水平	实测值	回收率（%）	平均回收率（%）	相对标准偏差 RSD%
1 母乳	ND	25	21.8	87.0	90.5	3.93	ND	2.5	1.95	77.8	77.8	3.12
			23.5	94.0					1.86	74.4		
			22.1	88.3					1.91	76.4		
			23.5	94.0					1.95	77.8		
			23.3	93.2					1.98	79.0		
			21.7	86.7					2.04	81.6		
	200	202	101	100	2.12	20	17.0	85.0	87.5	9.98		
		200	100				16.6	83.1				

2 血液	1.48	50	85.9	2.93	ND	5	91.8	3.03	7.48	21.0	105
										16.8	83.7
										17.2	85.8
										16.5	82.3
										46.6	93.1
		500	99.0	9.91	50	97.1	46.8	93.6			
							47.2	94.4			
							44.7	89.4			
							54.0	108			
							52.1	104			
200	89.1	2.93	20	84.1	16.6	82.8					
					16.6	83.2					

			188	93.3							17.1	85.4		
			175	86.7							16.6	83.0		
			177	87.7							17.1	85.5		
			177	87.7							17.0	84.8		
			933	93.2		87.5	6.86			100	81.2	81.2	81.9	4.98
			932	93.1							80.8	80.8		
			778	77.7							88.5	88.5		
			900	89.9							80.3	80.3		
			839	83.8							84.4	84.4		
			874	87.3							76.5	76.5		
3 尿液	22.92	50	76.3	107	108	4.23			1.91	5	6.44	90.5	104	7.18
			74.4	103							6.95	101		
			75.9	106							7.20	106		
			76.7	108							7.09	104		
			81.0	116							7.41	110		
			78.2	111							7.46	111		
		200	198	87.3	106	18.3				20	21.2	96.2	110	9.70

[illegible]

方法验证报告

方法名称	母乳、血液和尿液中氯酸盐和高氯酸盐的测定 离子色谱-质谱/质谱法
制订单位	北京市疾病预防控制中心
验证单位	北京市大兴区疾病预防控制中心
样品前处理方法	1.仪器和材料 Sciex TRAP 5500 超高效液相色谱仪串联三重四极杆质谱仪； 电子天平、高速冷冻离心机；涡旋混合器；超声波清洗器。 2.试剂和材料 试验室用水为一级水；甲醇、乙腈、甲酸、氢氧化钾均为色谱纯；复合净化小柱由制定单位提供。 3.标准储备溶液的配制 按照制定单位提供的方法草案进行配制。 4.前处理方法 母乳、血清、尿液称取0.5 g（精确至0.01 g），置于2 mL离心管中，加入20.0 μL氯酸盐和高氯酸盐同位素内标混合标准中间液，涡旋混合后静置30 min。加入1 mL乙腈，具塞后震荡混匀，涡旋混匀30 s，超声提取15 min，10 000 r/min离心5 min，取上清液待净化。 吸取1.0 mL上清液过复合固相萃取净化小柱，收集流出液，10 000 r/min离心5 min，取上清液，离子色谱-串联质谱仪或液相色谱-串联质谱仪测定。

仪器
条件

1.仪器型号:

离子色谱仪串联三重四极杆质谱仪(型号: Sciex 5500), 色谱柱: Ion Pac AS 20(250mm×2.0mm, 10 μm)。

液相色谱仪串联三重四极杆质谱仪(型号: Sciex 5500), 色谱柱: Waters CSH PFP(100mm×2.1mm, 1.7 μm)。

2.色谱分离条件: 按照制定单位提供的方法草案进行配制

3.质谱条件:

离子源: 电喷雾离子源 (ESI)

扫描方式: 负离子扫描;

检测方式: 多反应检测 (MRM);

电喷雾电压 (IS): -4500V;

离子源温度: 550℃;

雾化气压力 (GS1): 60 psi;

气帘气压力 (CUR): 30 psi;

辅助气压力 (GS2): 60 psi。其它质谱参数见下表

表 1 质谱条件

化合物	母离子 m/z	子离子 m/z	去簇电压 (V)	碰撞电压 (V)
氯酸根	83.0	67.0*	-100	-30
	85.0	69.0	-100	-27
高氯酸根	99.0	83.0*	-100	-36
	101.0	85.0	-100	-38
氯酸根内标	89.0	71.0*	-100	-30
高氯酸根内标	107.0	89.0*	-100	-36

标记*的为定量离子

4.实验结果:

氯酸盐和高氯酸盐在 2.5-500 ng/mL 和 0.25-500 ng/mL 范围内线性相关系数良好, 在 1 倍、8 倍和 20 倍定量限时回收率符合生物样品中痕量污染物检测的要求, 结果见附表 1 和附表 2。

验证人

李倩 陶爱媛
M100

2023 年 9 月 27 日

验证单位签章



2023 年 9 月 27 日

附表 1 离子色谱-串联质谱法测定三种生物样品中氯酸盐和高氯酸盐的回收率和 RSD (n=6)

样品名称	氯酸盐（ g/kg）						高氯酸盐（μg/kg）					
	本底值	添加水平	实测值	回收率（%）	平均回收率（%）	相对标准偏差RSD%	本底值	添加水平	实测值	回收率（%）	平均回收率（%）	相对标准偏差RSD%
1 母乳	ND	25	25.0	100	94.9	8.89	ND	2.5	2.53	101	101	1.29
			24.9	99.6					2.53	101		
			22.3	89.3					2.54	102		
			20.7	82.7					2.50	100		
			23.0	91.9					2.46	98.3		
			26.4	106					2.54	102		
		200	183	91.3	98.5	3.85		20	19.8	99.1	99.0	1.23
			199	99.6					19.7	98.6		
			196	98.1					19.5	97.4		
			203	101					20.0	100		
			198	99.1					20.1	101		
			203	102					19.6	98.0		
		500	476	95.1	96.5	3.69		50	49.3	98.7	98.7	1.11
			477	95.5					48.8	97.6		
			499	99.9					50.3	101		

[illegible]

3 尿液				774	77.3					100	98.5		
				931	93.0					90.3	88.8		
				944	94.2					78.7	77.2		
				975	97.3					91.4	89.9		
				67.7	112					5.28	106		
				68.5	114					5.12	102		
				64.4	106					5.52	110		
				71.7	120					4.85	97.1		
				61.1	99.2					4.00	80.1		
				54.8	86.5					5.39	108		
				202	95.0					22.2	111		
				183	85.7					21.1	106		
			172	80.5					21.9	109			
			225	107					19.4	96.8			
			225	107					22.2	111			
			228	108					20.6	103			
			1204	119	107	9.38			114	114	108	7.80	