

高效液相色谱法检测药品糖浆剂中 4 种人工合成甜味剂

Determination of four kinds of illegally-added artificial sweeteners in syrops by high performance liquid chromatography

钟菲菲 雷德卿 周金沙 刘波 王子倩

ZHONG Fei-fei LEI De-qing ZHOU Jin-sha LIU Bo WANG Zi-qian

(长沙市食品药品检验所, 湖南 长沙 410008)

(Changsha Institute for Food and Drug Control, Changsha, Hunan 410008, China)

摘要:目的:建立高效液相色谱法同时测定糖浆剂药品中安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜 4 种人工合成甜味剂。方法:以乙腈为流动相 A,以 0.02 mol/L 磷酸二氢铵(用三乙胺调节 pH 值至 5.5)为流动相 B,梯度洗脱,流速为 1.0 mL/min,柱温为 35 ℃,检测波长为 214 nm,进样量为 10 μ L,色谱柱为 Shiseido AQ-C₁₈ (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m);用建立的方法测定 21 家生产企业共 45 批次小儿止咳糖浆样品。结果:4 种甜味剂在 2~100 mg/L 范围内线性关系良好,安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜平均回收率分别为 98.65%, 104.09%, 100.96%, 102.30%, RSD 均小于 2% ($n=9$);实际样品检测结果显示 3 批次样品被检出爱德万甜,2 批次样品被检出阿斯巴甜和爱德万甜。结论:所建立的方法专属性强,简单可靠,可用于糖浆剂药品非法添加人工合成甜味剂的监测。

关键词:高效液相色谱法;糖浆剂;人工合成甜味剂;安赛蜜;糖精钠;阿斯巴甜;爱德万甜

Abstract: Objective: A high performance liquid chromatography method was established for determination of four artificial sweeteners in syrups, i.e., acesulfame, saccharin sodium, aspartame and advantame. **Methods:** Acetonitrile was used as mobile phase A, and 0.02 mol/L ammonium dihydrogen phosphate (pH value adjusted to 5.5 by triethylamine) was used as mobile phase B. The gradient elution was conducted, with flow rate at 1.0 mL/min, and the column temperature was at 35 ℃; the detection wavelength was 214 nm, and sample size was 10 μ L was loaded on the was

Shiseido AQ-C₁₈ column (4.6 mm $\times$ 250 mm, 5 μ m) A total of 45 batches of children's cough syrup samples from 21 manufacturers were determined by the established method. **Results:** The linear calibration curve of the four kinds of artificial sweeteners were obtained over the range of 2~100 mg/L. The average recoveries of acesulfame, saccharin sodium, aspartame and advantame were 98.65%, 104.09%, 100.96% and 102.30% respectively, with RSDs less than 2% ($n=9$). The actual sample test results showed that 3 batches of samples were found to be advantame, and 2 batches of samples were found to be aspartame and advantame. **Conclusion:** The established method is specific, simple, and reliable, and can be used to monitor the illegal addition of artificial sweeteners in syrups.

Keywords: high performance liquid chromatography; syrup; artificial sweeteners; acesulfame; saccharin sodium; aspartame; advantame

人工合成甜味剂是一类应用较广泛的食品添加剂,主要有糖精钠、安赛蜜、阿斯巴甜、爱德万甜、甜蜜素、三氯蔗糖等^[1]。过量摄入人工合成甜味剂可能损害人的肝脏、神经、消化系统,甚至引发癌症^[2-4],婴幼儿更容易受到不可逆损伤^[5]。

食品中人工合成甜味剂检测手段较多^[4,6],主要有毛细管电泳法^[7]、离子色谱法^[8]、气相色谱法^[9]、高效液相色谱法^[10-13]、高效液相色谱-质谱联用法^[14-16]等。毛细管电泳法及离子色谱法灵敏度低,重现性差,易受样品中其他组分干扰;气相色谱法通常需要柱前衍生化,操作较繁琐;高效液相色谱-质谱法仪器昂贵,且受样品基质影响明显。目前食品国家安全标准主要是检测单组分的甜味剂,往往一个方法适用于一种组分,同时检测多种非法添加食品甜味剂的方法尚未见诸于报道。因此,亟需建立一种准确简单的方法同时测定多种人工合成甜味剂。

基金项目:湖南省自然科学基金项目(编号:2021JJ80076)

作者简介:钟菲菲,女,长沙市食品药品检验所工程师,硕士。

通信作者:雷德卿(1979—),男,长沙市食品药品检验所副主任药师,硕士。E-mail: 53829816@qq.com

收稿日期:2022-04-09

小儿止咳糖浆以药食同源的甘草和桔梗等为原料,处方中蔗糖含量为 65 g/100 mL^[17]。但药用辅料蔗糖来源于天然产物,价格昂贵,因此一些商家为降低成本使用糖精钠等人工合成甜味剂替代蔗糖。研究拟以小儿止咳糖浆为例,在探索前处理方法的基础上,建立高效液相色谱法同时测定药品糖浆剂中安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜 4 种食品甜味剂,以期为食品甜味剂安全研究和风险评估提供参考,为科学监管提供技术支持。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

乙腈:色谱纯,批号 JA110130,美国默克公司;

甲醇:色谱纯,批号 L1147507 117,德国默克公司;

超纯水:自制并经检测符合规定;

小儿止咳糖浆样品:来源于 21 家生产企业共 45 批次;

安赛蜜标准品:纯度 99.4%,批号 G1012337,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司;

糖精钠标准品:纯度 86.2%,批号 510208-202001,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司;

阿斯巴甜标准品:纯度 95.0%,批号 510206-202001,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司;

爱德万甜标准品:纯度 97.0%,批号 102278222,德国 Dr. Ehrenstorfer 公司。

1.2 主要仪器设备

高效液相色谱仪:Waters alliance e2695 型,美国 Waters 公司;

电子分析天平:METTLER XS205DU 型,瑞士梅特勒—托利多公司;

纯化水系统:Millipore Milli-Q Direct 8 型,美国密理博公司。

1.3 方法

1.3.1 液相色谱条件 色谱柱为 Shiseido AQ-C₁₈ (4.6 mm×250 mm, 5 μm),以乙腈为流动相 A,以 0.02 mol/L 磷酸二氢铵(用三乙胺调节 pH 值至 5.5)为流动相 B,梯度洗脱(洗脱程序:0 min,2% A,98% B;10 min,5% A,95% B;30 min,45% A,55% B;40 min,45% A,55% B;41 min,2% A,98% B;50 min,2% A,98% B),流速 1.0 mL/min,柱温 35℃,检测波长 214 nm,进样量 10 μL。

1.3.2 供试品溶液的制备 精密量取糖浆剂样品 1 mL,置 10 mL 容量瓶中,加 50%甲醇适量,摇匀,用 50%甲醇稀释至刻度,摇匀,滤过,取续滤液即可。

1.3.3 对照品溶液的制备 精密称取安赛蜜 25.39 mg,糖精钠 28.88 mg,阿斯巴甜 26.27 mg,爱德万甜 25.21 mg,置 25 mL 容量瓶中,用甲醇溶解并稀释至刻度,摇匀,作为贮备液(每 1 mL 含各组分约为 1 mg)。精

密度取贮备液 0.2,0.5,1,1,1,1 mL 分别置 100,100,100,50,20,10 mL 容量瓶中,加 50%甲醇稀释至刻度,摇匀,作为标准曲线工作溶液,每 1 mL 含各组分约为 2,5,10,20,50,100 μg。

1.3.4 样加标溶液的制备 因无实际样品同时含安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜 4 种组分,取一批样品 45 mL,加上述贮备液 5 mL,涡旋混匀,其余按 2.2 项同法操作,作为样加标溶液(每 1 mL 含各组分约为 100 μg),备用。

2 结果与分析

2.1 前处理方法优化

比较乙腈、水、10%甲醇、30%甲醇、50%甲醇、70%甲醇、90%甲醇、甲醇作为稀释剂的效果。其中:用乙腈作为稀释剂时,样品不能均匀分散,明显成团;用水、10%甲醇、30%甲醇作为稀释剂,振摇时产生大量气泡,久置不散;用 50%以上甲醇溶液作稀释剂,能均匀分散,没有或产生少量气泡,静置即散。由于初始流动相中水相比比例高,当样品溶液有机相浓度过高易引起溶剂效应,故选择 50%甲醇作为稀释剂。

2.2 色谱条件优化

2.2.1 pH 调节流动相 pH 值分别为 4.5,5.5,6.5,7.5,结果表明 pH 值 5.5 时峰形对称,分离效果良好。4 种目标物分子中均含有仲氨基团,爱德万甜和阿斯巴甜分子中含有羧基,糖精钠和甜蜜素分子中含磺酸基,均呈现酸碱两性,在强酸或强碱环境下,分子主要呈解离态,峰形拖尾严重,弱酸条件下,分子主要呈游离态,峰形良好,故选择 pH 值 5.5。

2.2.2 磷酸二氢铵浓度 比较了流动相中不同磷酸二氢铵浓度(0.005,0.010,0.020,0.050,0.100 mol/L)下的峰形和分离效果,结果:0.005,0.010 mol/L 的分离效果和峰形均较差,0.020,0.050,0.100 mol/L 的分离效果和峰形均良好,考虑盐浓度过高对仪器和色谱柱的损伤,故选择 0.020 mol/L 的磷酸二氢铵。

2.2.3 色谱柱型号 考察 4 个品牌型号的色谱柱(Waters symmetry-C₁₈、Agilent TC-C₁₈、Inerstil ODS-SP-C₁₈、Shiseido AQ-C₁₈,规格均为 4.6 mm×250 mm,5 μm)对分离效果的影响,分离效果均良好,由于 AQ-C₁₈ 柱耐高水相,建议选用。

2.2.4 流速 比较了流动相流速对峰形和分离效果。结果表明:流动相流速过低,纵向分子扩散严重,影响峰形和分离效能,提高流速可以有效减少纵向分子扩散,改善峰形提高分离效能;但流速过高,会增加传质阻力,降低分离效能,且会增加柱压损坏色谱柱。其他条件不变,流速在 0.8~1.2 mL/min 范围内,纵向分子扩散与传质阻力达到较好的平衡状态,4 种待测组分分离良好。

2.2.5 柱温 考察了柱温(30,35,40℃)对色谱分离效果

的影响,结果显示在试验范围内柱温对分离效果、保留时间、峰形、柱压影响不大。提高柱温,虽然可以减少流动相黏滞性,但对于降低传质阻力作用并不明显,而 4 种待测组分热稳定性好,无需控制低温,因此无需严格控制柱温,建议使用柱温箱保持柱温恒定即可。

2.3 线性范围、检出限与定量限

取标准曲线工作溶液,按 1.3.1 的色谱条件测定 4 个组分,以质量浓度(mg/L)为横坐标(X),峰面积为纵坐标(Y)绘制标准曲线。安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜 4 种组分在质量浓度为 2~100 mg/L 范围内线性关系良好,相关系数 R^2 均大于 0.999。以信噪比 $S/N=3$ 计算检出限, $S/N=10$ 计算定量限,4 种组分线性范围与检测限见表 1。由表 1 可知,检出限和定量限均较低,可见该法灵敏度较好。

2.4 专属性

取经检测不含 4 种待测成分的小儿止咳糖浆样品溶液、样加标溶液、混合对照品溶液,按 1.3.1 的色谱条件进样检测,结果如图 1 所示,4 种组分峰形对称,分离良好,

保留时间合适,样品中其他成分没有干扰。

2.5 精密度试验

取混合对照品溶液,连续进样 6 次,结果见表 2,4 种组分 RSD 均小于 4%($n=6$),说明仪器精密度良好。

2.6 稳定性试验

取样加标溶液,在 0,2,4,8,12,16,20, 24 h 进样,平行进 2 针,以 2 针的平均峰面积计算,结果见表 3,RSD 均小于 4%($n=8$),说明供试品溶液至少在 24 h 内稳定,制备后 24 h 内进样分析不影响结果。

2.7 重复性试验

取样品(批号:170403),按 1.3.2 的方法平行制备供试品溶液 6 份,按 1.3.1 的色谱条件测定,结果表明所建立方法重复性良好(见表 4)。

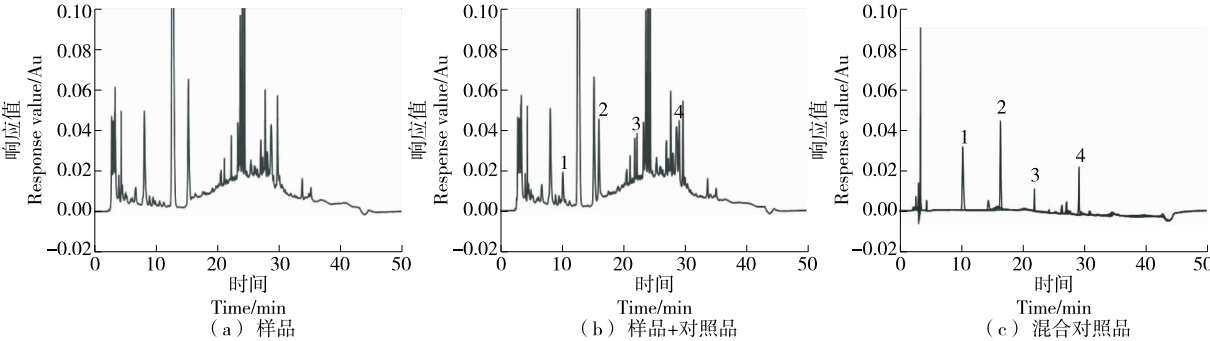
2.8 回收率试验

精密量取供试品(批号:170403)1 mL,置 10 mL 容量瓶中,平行量取 9 份,分为高、中、低 3 个组,高、中、低组分别精密加入 100 $\mu\text{g/mL}$ 的混合对照品溶液 1.2,1.0,0.8 mL,置振荡器混匀,按 1.3.2 的方法制备供试品溶液。

表 1 4 种组分线性范围与检测限

Table 1 Linearity range and detection limit of four components ($n=6$)

组分	回归方程	相关系数(R^2)	线性范围/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	检出限/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)	定量限/($\text{mg} \cdot \text{L}^{-1}$)
安赛蜜	$Y=22\ 653X-102\ 83$	0.999 9	2.019~100.9	0.10	0.40
糖精钠	$Y=45\ 843X-159\ 94$	0.999 9	1.956~978.1	0.10	0.39
阿斯巴甜	$Y=6\ 164.1X-241.44$	0.999 7	1.996~998.3	0.10	0.40
爱德万甜	$Y=17\ 476X-11\ 544$	0.999 7	1.991~995.8	0.10	0.40



1. 安赛蜜 2. 糖精钠 3. 阿斯巴甜 4. 爱德万甜

图 1 4 种目标物的色谱图

Figure 1 Chromatogram of 4 kinds of target compounds

表 2 精密度试验

Table 2 The test of precision ($n=6$)

组分	峰面积 1	峰面积 2	峰面积 3	峰面积 4	峰面积 5	峰面积 6	RSD/%
安赛蜜	229 965	231 258	219 297	213 661	215 275	215 465	3.6
糖精钠	457 462	440 362	441 909	443 360	446 520	439 376	1.6
阿斯巴甜	115 324	113 433	116 681	117 801	115 928	115 391	1.3
爱德万甜	288 547	289 341	284 852	278 791	276 994	274 029	2.3

表 3 稳定性试验
Table 3 The test of stability (n=8)

进样时间/h	峰面积			
	安赛蜜	糖精钠	阿斯巴甜	爱德万甜
0	194 928	469 475	126 079	289 095
2	210 812	490 514	128 737	290 416
4	203 065	509 408	128 734	288 008
8	207 772	511 034	130 892	281 805
12	208 066	523 106	129 496	277 296
16	210 972	508 892	129 876	279 488
20	215 558	521 642	130 588	271 077
24	220 611	520 875	128 463	273 121
RSD/%	3.8	3.7	1.2	2.7

精密量取 10 μL 供试品溶液注入液相色谱仪,依法测定,按式(1)计算回收率。

$$p = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\%, \tag{1}$$

式中:
p——回收率,%;
m₁——测得加标样品中待测组分的质量,μg;
m₂——样品中含待测组分的质量,μg;
m₀——加入待测组分标准物质的质量,μg。

由表 5 可知,安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜平均回收率分别为 98.65%,104.09%,100.96%,102.30%,RSD 分别为 1.4%,0.8%,1.4%,1.7%(n=9),说明所建立的方法回收率良好,准确度高。

表 4 重复性试验
Table 4 The test of repeatability (n=6)

样品	峰面积 11	峰面积 2	峰面积 33	峰面积 44	峰面积 5	峰面积 6	RSD%
安赛蜜	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	/
糖精钠	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	/
阿斯巴甜	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	未检出	/
爱德万甜	76.52	77.15	74.31	74.11	72.43	70.37	3.4

表 5 回收率试验
Table 5 The test of recovery (n=9)

参数	单位	安赛蜜			糖精钠			阿斯巴甜			爱德万甜		
		低	中	高	低	中	高	低	中	高	低	中	高
加标量	μg	80.8	101.0	121.1	79.7	99.6	119.5	79.9	99.8	119.8	78.2	97.8	117.4
样品中含量	μg	0	0	0	0	0	0	0	0	0	73.9	73.9	73.9
回收率	%	96.7~100.2	98.1~99.5	97.2~100.6	104.0~105.6	102.8~103.4	103.8~104.4	102.3~103.2	100.3~100.4	99.7~100.0	98.8~102.4	101.7~104.8	101.5~102.6
平均回收率	%	98.6			104.1			101.0			102.3		
RSD	%	1.4			0.8			1.4			1.7		

2.9 样品测定

按 1.3.2 的样品制备方法和 1.3.1 的下色谱条件,测定 45 批次样品,对样品中出现与对照品保留时间一致的色谱峰,进行纯度测试和光谱指数图一致性比较,能通过纯度测试且与相应对照品光谱指数图一致,判定为检出,其中 3 批次检出爱德万甜,2 批次检出阿斯巴甜和爱德万甜,结果见表 6,其他均未检出。

表 6 样品测定结果
Table 6 The results of sample determination mg/L

生产企业	批号	爱德万甜含量	阿斯巴甜含量
A	170403	73.60	—
A	200403	59.42	—
A	210708	65.86	—
B	191102	47.28	53.22
B	181006	50.11	50.30

3 结论

建立了糖浆剂药品中人工合成甜味剂含量测定方法,该方法可同时测定安赛蜜、糖精钠、阿斯巴甜、爱德万甜 4 种组分,专属性好、准确可靠、操作简单、线性范围宽,可用于糖浆剂质量安全监测。下一步将继续探索液相色谱—质谱联用定性方法,以液相色谱定量结合液质联用定性建立补充检验方法监测糖浆剂药品中非法添加人工合成甜味剂。

参考文献

[1] 梁莹, 庞振国, 崔炳群, 等. 无糖食品甜味剂的应用及其安全性[J]. 现代食品科技, 2009, 25(8): 964-966.
LIANG Ying, PANG Zhen-guo, CUI Bing-qun, et al. Application status and safety of sweeteners in sugar-free foods[J]. Modern Food Science and Technology, 2009, 25(8): 964-966.
[2] 曹承旭, 武俊瑞, 乌日娜. 几种常用的甜味剂对肠道微生物的

- 调节机制[J]. 微生物学报, 2018, 58(11): 1 979-1 988.
- CAO Cheng-xu, WU Jun-rui, WU Ri-na. Regulatory mechanism and research progress of several commons sweeteners on intestinal microbes[J]. Acta Microbiologica Sinica, 2018, 58(11): 1 979-1 988.
- [3] 赵辉, 王鑫璇. 人造甜味剂与人体健康风险[J]. 食品科学技术学报, 2018, 36(6): 15-20.
- ZHAO Hui, WANG Xing-xuan. Human health risks of artificial sweeteners[J]. Journal of Food Science and Technology, 2018, 36(6): 15-20.
- [4] 冯海静. 人工合成食品甜味剂及其检测技术的研究进展[J]. 现代食品, 2017, 11(22): 24-26.
- FENG Hai-jing. Research progress of synthetic food sweeteners and its detection technology[J]. Modern Food, 2017, 11(22): 24-26.
- [5] 上官海燕, 宋亚青, 朱妙飞, 等. 过量摄入甜味剂会危害儿童身心健康[J]. 中国食品, 2020, 49(22): 104-107.
- SHANGGUAN Hai-yan, SONG Ya-qing, ZHU Miao-fei, et al. Excessive intake of sweeteners can harm children's physical and mental health[J]. China Food, 2020, 49(22): 104-107.
- [6] 武太鹏, 马康. 合成甜味剂检测技术的研究进展[J]. 化学分析计量, 2017, 26(6): 109-115.
- WU Tai-peng, MA Kang. Research development of detection technology of synthetic sweetener[J]. Chemical Analysis and Meterage, 2017, 26(6): 109-115.
- [7] 薛洪宝, 张晖, 梁丽丽, 等. 高效毛细管电泳法测定食品中5种甜味剂含量[J]. 食品与生物技术学报, 2014, 33(3): 315-320.
- XUE Hong-bao, ZHANG Hui, LIANG Li-li, et al. Simultaneous determination of 5 sweeteners in food by HPCE[J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2014, 33(3): 315-320.
- [8] 沈燕飞, 朱仙娜, 姚澄, 等. 阀切换离子色谱技术同时检测饮料中的糖类、甜味剂和防腐剂[J]. 食品科学, 2018, 39(16): 311-316.
- SHENG Yan-fei, ZHU Xian-na, YAO Chen, et al. Simultaneous detection of sugars, sweeteners and preservatives in beverages by valve switching ion chromatography[J]. Food science, 2018, 39(16): 311-316.
- [9] HASHEMI M, HABIBI A, JAHANSHAHI N. Determination of cyclamate in artificial sweeteners and beverages using headspace single drop microextraction and gas chromatography flame-ionisation detection[J]. Food Chemistry, 2011, 124(3): 1 258-1 263.
- [10] 赵耀, 赵卉, 张婷婷, 等. UPLC法同时测定饮料中甜味剂和防腐剂的的研究[J]. 农业科技与装备, 2018, 18(1): 59-61.
- ZHAO Yao, ZHAO Hui, ZHANG Ting-ting, et al. Research on determination of sweetener and preservative in drinks simultaneously by UPLC[J]. Agricultural Science & Technology and Equipment, 2018, 18(1): 59-61.
- [11] 余明池, 汪道发. 反相高效液相色谱法同时测定饮料中10种添加剂[J]. 中国卫生检验杂志, 2010, 20(2): 241-242, 284.
- YU Ming-chi, WANG Dao-fa. Simultaneous determination of 10 additives in beverages by RP-HPLC [J]. Chinese Journal of Sanitary Inspection, 2010, 20(2): 241-242, 284.
- [12] 崔敏, 郭新璞, 伯钰, 等. HPLC法同时测定酱腌菜中常用防腐剂和甜味剂的研究[J]. 中国食物与营养, 2022, 28(3): 29-32.
- CUI Min, GUO Xin-pu, BO Yu, et al. Simultaneous determination on commonly used preservatives and sweeteners in pickles by HPLC[J]. Food and Nutrition in China, 2022, 28(3): 29-32.
- [13] 陈洁. 高效液相色谱法测定市售自制饮料中多种色素、防腐剂及甜味剂[J]. 中国食品添加剂, 2021, 32(1): 92-95.
- CHEN Jie. Simultaneous determination of various pigments, preservatives and sweeteners in vendor-made beverages by HPLC[J]. China Food Additives, 2021, 32(1): 92-95.
- [14] LORENZO R A, PENA M T, FERNANDEZ P, et al. Artificial sweeteners in beverages by ultra performance liquid chromatography with photodiode array and liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Food Control, 2015, 47: 43-52.
- [15] SAKAI H, YAMASHITA A, TAMURA M, et al. Simultaneous determination of sweeteners in beverages by LC-MS/MS[J]. Food Addit Contam Part A: Chem Anal Control Expo Risk Assess, 2015, 32(6): 808-816.
- [16] KUBICA P, NAMIESNIK J, WASIK A. Determination of eight artificial sweeteners and common Stevia rebaudiana glycosides in nonalcoholic and alcoholic beverages by reversed-phase liquid chromatography coupled with tandem mass spectrometry[J]. Analytical and Bioanalytical Chemistry, 2015, 407(5): 1 505-1 512.
- [17] 国家药典委员会. 中华人民共和国药典: 一部[S]. 北京: 中国医药科技出版社, 2020.
- Chinese Pharmacopoeia Commission. Pharmacopoeia of the People's Republic of China: Part I[S]. Beijing: China Medical Science and Technology Press, 2020.
- (上接第74页)
- [19] WU Ling, HE Qiu-rong, ZHANG Jing, et al. QuEChERS with ultrasound-assisted extraction combined with high-performance liquid chromatography for the determination of 16 polycyclic aromatic hydrocarbons in sediment[J]. Journal of AOAC International, 2021, 104(5): 1 255-1 263.
- [20] 李莎, 曾习文, 李亦蔚, 等. QuEChERS-气相色谱-三重四极杆质谱法同时测定枸杞中46种农药残留[J]. 食品工业科技, 2020, 41(10): 244-249.
- LI Sha, ZENG Xi-wen, LI Yi-wei, et al. Simultaneous determination of 46 pesticide residues in lycium barbarum by QuEChERS method combined with gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry[J]. Science and Technology of Food Industry, 2020, 41(10): 244-249.
- [21] 易守福, 梁锋, 何青科, 等. QuEChERS-气相色谱-三重四极杆质谱法同时测定黑茶中10种酰胺类除草剂残留[J]. 食品与机械, 2021, 37(8): 57-62.
- YI Shou-fu, LIANG Feng, HE Qing-ke, et al. Simultaneous determination of 10 kinds of amide herbicide residues in dark tea by QuEChERS with gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2021, 37(8): 57-62.