

超声辅助分散液液微萃取—高效液相色谱法快速测定饮料中富马酸二甲酯含量

姜放军¹ 梁 锋² 冯亚龙¹ 李秋怡¹ 丁芳林¹ 张朝辉¹

(1. 湖南生物机电职业技术学院, 湖南 长沙 410127; 2. 湖南省产商品质量检验研究院, 湖南 长沙 410116)

摘要: [目的] 建立一种超声辅助分散液液微萃取—高效液相色谱法快速测定饮料中富马酸二甲酯含量的方法。 [方法] 在饮料试样中加入萃取剂与分散剂, 采用超声萃取, 离心分离, 高效液相色谱法进行测定。 [结果] 最佳微萃取条件为 100 μL 氯仿作为萃取剂, 300 μL 丙酮作为分散剂, 超声时间 4 min, 此时富马酸二甲酯的线性范围为 0.1~100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 检出限为 0.02 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。方法的相对标准偏差(RSD) < 3.7%, 加标回收率为 75.0%~85.0%。 [结论] 该方法简单快速、重现性好、分析灵敏度高、环境友好, 适于饮料中富马酸二甲酯的定性定量分析。

关键词: 分散液液微萃取; 高效液相色谱; 饮料; 富马酸二甲酯

Rapid determination of dimethyl fumarate in beverages by dispersed liquid-liquid microextraction with ultrasound-assisted and high performance liquid chromatography

JIANG Fangjun¹ LIANG Feng² FENG Yalong¹ LI Qiuyi¹ DING Fanglin¹ ZHANG Zhaohui¹

(1. Hunan Biological and Electromechanical Polytechnic, Changsha, Hunan 410127, China;

2. Hunan Provincial Product Quality Inspection Research Institute, Changsha, Hunan 410116, China)

Abstract: [Objective] To establish a rapid detecting method for the determination of dimethyl fumarate in beverages by ultrasound-assisted dispersive liquid-liquid micro-extraction coupled with high performance liquid chromatography. [Methods] The beverage samples were spiked with extractant and dispersant, extracted by ultrasonic extraction, centrifuged and determined by high performance liquid chromatography. [Results] The optimal microextraction conditions were 100 μL of chloroform as extractant, 300 μL of acetone as dispersant, and a sonication time of 4 min. Under the optimal extraction conditions, dimethyl fumarate had a linear range of 0.1~100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ with a detection limit of 0.02 $\mu\text{g}/\text{L}$. The relative standard deviation (RSD) of the method was less than 3.7%, and the spike recovery rate was between 75.0% and 85.0%. [Conclusion] The method is simple, rapid, reproducible, sensitive and environmentally friendly, and is suitable for the qualitative and quantitative analysis of dimethyl fumarate in beverages.

Keywords: dispersed liquid-liquid microextraction; high performance liquid chromatography; beverage; dimethyl fumarate

富马酸二甲酯(DMF)(结构式见图 1)^[1]是一种防霉剂, 因抗菌效果显著(比苯甲酸、山梨酸、丙二酸及其盐类等酸性防腐剂的抗菌效果更好)、抑菌能力强, 具有高效、低毒、实用等特点, 被广泛应用于食品、药材等行业。由于 DMF 与柠檬酸、酒石酸配合使用, 能呈现出果实酸味, 在国内外常被用于食品饮料行业中^[2]。尽管 DMF 作为一种有效的防霉剂被广泛应用, 但其接触到皮肤后可能引起不适症状, 大量接触甚至导致急性呼吸困难。此外,

DMF 进入人体内脏器官, 还会引起腐蚀性损伤。2009 年 5 月 1 日, 欧盟委员会要求所有成员国禁止市场上投放或销售含有 DMF 的产品^[3]。同年 2 月 6 日, DMF 被列入中国第二批可能非法添加到食品中的非食用物质名单。

目前, DMF 的常见前处理方法有液液萃取^[4-5]、固相萃取^[6-7]、分散固相萃取^[8]等。液液萃取因大量使用有机溶剂, 存在操作复杂、耗时、富集效率低等问题; 固相萃取和分散固相萃取存在需要特定的萃取材料、操作且耗时、

基金项目: 湖南省自然科学基金科教联合项目(编号: 2022JJ60070); 湖南省教育厅科研项目(编号: 21C1254)

通信作者: 张朝辉(1980—), 女, 湖南生物机电职业技术学院, 博士。E-mail: zhangzhaohui113@126.com

收稿日期: 2023-12-22 改回日期: 2024-10-28

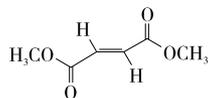


图1 富马酸二甲酯结构式

Figure 1 Structural formula of dimethyl fumarate

可能导致环境二次污染等。Rezaee等^[9]提出了分散液液微萃取(DLLME)技术,该方法使用小体积的萃取剂和分散剂作为提取溶剂,萃取剂和分散剂通过快速注入样品溶液,形成萃取剂/分散剂/样品溶液的三相乳浊体系,将目标物质富集到小体积的萃取剂中,从而达到浓缩的目的。分散液液微萃取具有操作简便、试剂消耗少、富集率高等特点,是一种低成本、环境友好的样品处理技术,特别适用于水质样品的分析。常用的DMF检测方法有气相色谱法^[4,7]、液相色谱法^[10-15]、气相色谱—质谱法^[16-17]、液相色谱—质谱法^[18]等。气相色谱法主要用于工业产品中DMF的检测,检出限较高,在食品中应用较少。气相色谱—质谱法和液相色谱—质谱法具有灵敏度高、检出限低等优点,但设备成本较高,因此普及推广性及操作简易性不如高效液相色谱法。高效液相色谱法是食品检测中最常用的分析方法,具有成本低、操作简便、适用于大多数检测需求等优点。

研究拟采用超声辅助分散液液微萃取(US-DLLME)—高效液相色谱联用技术对饮料中的DMF进行快速有效检测,对色谱条件、萃取剂种类及用量、分散剂种类及用量、萃取时间等进行优化,建立一种快速检测饮料中DMF检测方法,以期食品中DMF的快速检测提供依据。

1 材料与amp;方法

1.1 仪器

高效液相色谱仪:LC-20AD型,配SIL-20A自动进样阀、SPD-20A紫外—可见检测器、CTO-20A柱温箱、Labsolution色谱工作站,日本岛津公司;

超声波清洗机:AS7240AT型,天津奥特赛恩斯仪器有限公司;

超纯水系统:ZOOMWO-L系列,中沃水务有限公司;
电子分析天平:CP-64C型,奥豪斯仪器(上海)有限公司;
台式高速离心机:TG16-WS型,湖南湘仪实验室仪器开发有限公司;

针筒式微孔过滤膜:0.22 μm,上海兴亚净化材料厂;
氮吹仪:MD200型,杭州奥盛仪器有限公司。

1.2 试剂

果粒橙饮料:密封保存于4℃冰箱,可口可乐公司;
富马酸二甲酯标准品:97%,上海源叶生物科技有限公司;

甲醇、乙腈、丙酮:色谱纯,美国天地有限公司;

二氯甲烷、氯仿、四氯化碳等为国产分析纯;

试验用水为超纯水。

1.3 色谱条件

色谱柱为InertSustain C₁₈柱(4.6 mm×250 mm×5 μm),流速1.0 mL/min,进样量2 μL,柱温32℃,紫外检测波长220 nm,流动相:甲醇—水($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}$ 为60:40,55:45,50:50)溶液。

1.4 US-DLLME萃取方法

取过滤后的样品5 mL于具塞离心管中,分别加入二氯甲烷、氯仿和四氯甲烷,再分别加入乙腈、丙酮、甲醇。摇匀后超声振荡4 min,形成试液/萃取剂/分散剂的乳浊液体系,4 000 r/min离心4 min,使有机相沉淀于试管底部,使用微量进样器取离心管底部有机相溶液于刻度离心管中,氮吹近干,加入50 μL甲醇复溶,漩涡混匀2 min。使用微量进样器取复溶后的液体于内衬管中,进行HPLC进样分析。

1.5 富集因子(EF)计算

按式(1)用萃取结束后目标物在接收相中的质量浓度和萃取开始前目标物在样品溶液的初始质量浓度之比来计算。

$$R = \frac{C_r}{C_f} \quad (1)$$

式中:

R ——富集因子;

C_r ——萃取结束后目标物在接收相中的质量浓度, μg/mL;

C_f ——萃取前目标物在样品溶液的初始质量浓度, μg/mL。

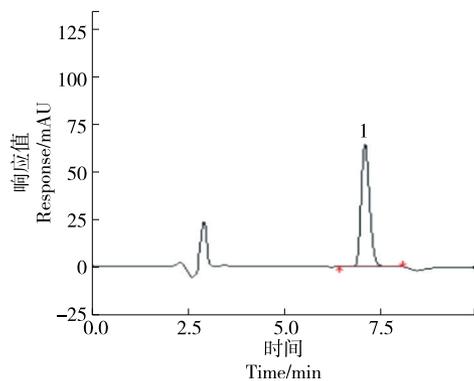
1.6 数据分析

谱图从色谱仪软件中导出,采用Origin 2017软件绘图,其他数据采用Excel 2019软件统计。

2 结果与amp;讨论

2.1 色谱条件的选择

由图2可知,当采用甲醇—水($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}$ 为50:50)溶液为流动相进行色谱分离时,色谱峰峰形变宽,有轻微拖尾,且分离时间长;当采用甲醇—水($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}$ 为60:40)溶液为流动相时,保留时间提前,色谱峰峰形对称,但样品峰与溶剂峰很难完全分离;当采用甲醇—水($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}$ 为55:45)溶液时,色谱峰峰形对称,分析时间缩短,目标物质可以与溶剂峰完全分离,色谱峰响应好。因此,选择甲醇—水($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{水}}$ 为55:45)溶液作为最佳流动相。由图3可知,富马酸二甲酯的最大吸收波长为209 nm,此时目标物的检测灵敏度最高。由于甲醇的紫外透明界限为210 nm,故选择220 nm作为检测波长。



1. 富马酸二甲酯, 20 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 20 μL
图 2 富马酸二甲酯标准溶液色谱

Figure 2 Chromatogram of dimethyl fumarate standard

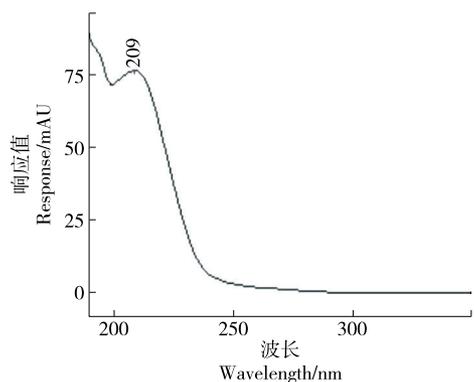


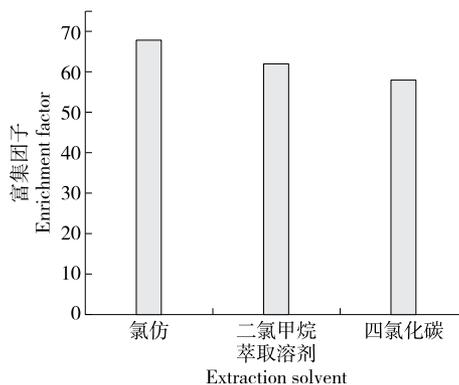
图 3 富马酸二甲酯标准溶液紫外扫描图

Figure 3 UV scan of dimethyl fumarate standard

2.2 US-DLLME 萃取条件优化

2.2.1 萃取剂种类 在 DLLME 中, 萃取剂种类直接影响萃取效率和富集效果。通常, 萃取剂需满足: ① 对目标组分有高选择性; ② 不溶于水或在水中溶解度很低; ③ 不干扰目标物的测定。有资料^[19]表明, 卤代烃除满足萃取剂条件外, 还具有密度大、溶解性好且萃取后易分离等特点, 常作为 DLLME 的首选萃取溶剂。因此, 考察常用萃取剂氯仿(密度 1.484 g/mL)、二氯甲烷(密度 1.33 g/mL)、四氯化碳(密度 1.595 g/mL)对富马酸二甲酯富集因子的影响, 结果见图 4。由图 4 可知, 3 种卤代烃均取得了较好的富集效果, 但三氯甲烷对分析物的溶解度高, 萃取离心后与样品溶液分离更明显, 且获得最高的富集因子。因此, 选择三氯甲烷作为萃取剂。

2.2.2 萃取剂用量 萃取剂体积的选择会影响 DLLME 的富集因子和回收率。过少的萃取剂会导致有机物提取不完全, 不利于目标物的富集。过多的萃取剂则不会明显提高萃取效率, 还可能带来试剂浪费和环境污染, 同时增加氮吹时间和试验成本。根据富马酸二甲酯的极性和溶解性特征, 考察萃取剂用量(50, 100, 200, 300, 400, 500 μL)

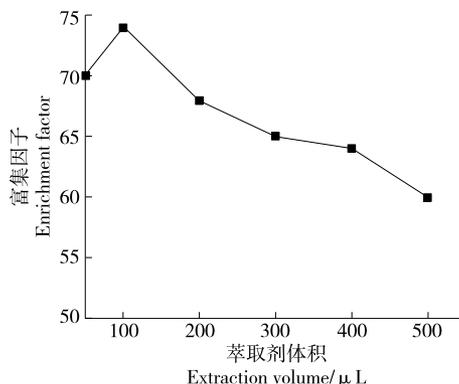


料液相体积 5 mL, 萃取剂体积 200 μL , 分散剂为 200 μL 丙酮, 超声时间 4 min

图 4 萃取剂对富集因子的影响

Figure 4 Effects of the extractant on the enrichment factors

对萃取效率的影响。由图 5 可知, 随着萃取剂体积的增加, 目标化合物的富集因子逐渐减小。当有机沉淀相的体积 $< 100 \mu\text{L}$ 时, 由于有机相在水相中的溶解度不可忽略, 导致富集因子下降。当有机相体积为 100 μL 时, 富集因子达到最大值。因此, 最佳萃取剂体积为 100 μL 。

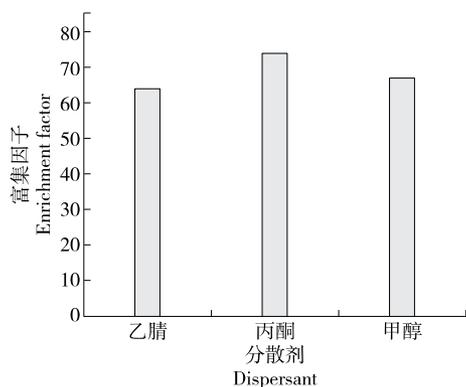


料液相体积 5 mL, 萃取剂为氯仿, 分散剂为 200 μL 丙酮, 超声时间 4 min

图 5 萃取剂体积对富集因子的影响

Figure 5 Effects of the extractant volume on the enrichment factors

2.2.3 分散剂种类 分散剂在液液微萃取中的作用是将水相中的目标分析物转移到有机相中, 增加分散相与连续相的接触面积, 促进目标物质的传递和分配, 提高萃取效率和灵敏度。试验考察 3 种分散剂(乙腈、丙酮、甲醇)对富马酸二甲酯萃取率的影响。由图 6 可知, 乙腈与甲醇作为分散剂时, 富集倍数较低, 可能是由于其与水具有高互溶性; 丙酮作为分散剂时, 分散效率更好, 富集因子更高, 且沸点较低, 氮吹耗时更少。因此, 选择丙酮作为分散剂。

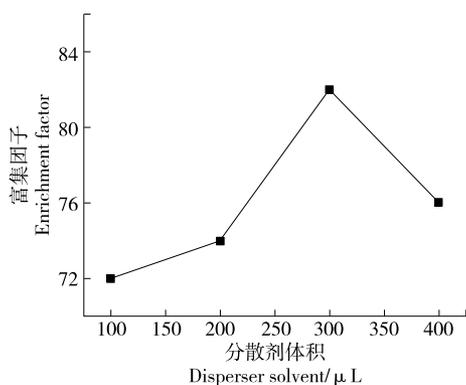


料液相体积 5 mL, 萃取剂为 100 μL 氯仿, 分散剂 200 μL , 超声时间 4 min

图 6 分散剂种类对富集因子的影响

Figure 6 Effects of the dispersant species on the enrichment factors

2.2.4 分散剂用量 分散剂体积大小影响样品液萃取效率。分散剂太少或过多均不利于实现对萃取剂液滴大小的精确控制。试验考察分散剂用量(100, 200, 300, 400 μL)对萃取效率的影响。由图 7 可知, 当丙酮体积为 100~300 μL 时, 随着丙酮体积的增加, 萃取效率提高, 富集倍数增高; 当丙酮体积为 300 μL 时, 富集效果好, 分散体系更容易形成稳定的乳浊液, 目标分析物能够迅速地从样品溶液传递到萃取剂中, 萃取效率升高; 当丙酮体积 >300 μL 时, 乳浊液稳定性降低, 目标物在丙酮中的溶解度增大, 萃取效率降低, 富集倍数减小。因此, 选择丙酮体积为 300 μL 。



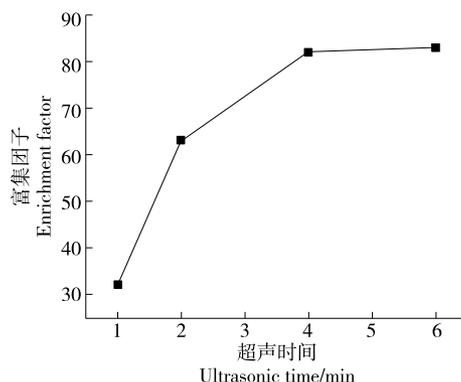
料液相体积 5 mL, 萃取剂为 100 μL 三氯甲烷, 分散剂为丙酮, 超声时间 4 min

图 7 分散剂体积对富集因子的影响

Figure 7 Effects of dispersant volume on enrichment factors

2.2.5 超声时间 利用超声对 DLLME 进行辅助, 能够促进萃取剂与样品溶液的充分混合, 形成更均匀的乳浊体系, 提高萃取效率。试验考察超声时间(1, 2, 4, 6 min)对富集因子的影响。由图 8 可知, 随着超声时间的延长, 富

集因子显著增高, 当超声时间为 4 min 时, 富集因子增加较小。由于超声会产生热量, 长时间的超声可能造成试剂的挥发, 从而影响萃取效果。因此, 选择 4 min 作为超声的最佳时间。



料液相体积 5 mL, 萃取剂为 100 μL 三氯甲烷, 分散剂为 300 μL 丙酮

图 8 超声时间对富集因子的影响

Figure 8 Effects of ultrasonic time on enrichment factors

综上, 富马酸二甲酯的最佳 US-DLLME 条件为萃取剂为 100 μL 氯仿, 分散剂为 300 μL 丙酮, 超声时间 4 min, 此时富集因子可达 82。

2.3 US-DLLME 方法评价

为了验证 US-DLLME 用于定量分析的可行性, 以蒸馏水为基质, 在优化条件下, 以 0.1, 0.5, 1.0, 5.0, 10.0, 50.0, 100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 混合标准溶液绘制校正曲线, 考察方法的线性范围、线性方程、相关系数及检测限 (LOD, $S/N=3$)^[19]。由表 1 可知, 当样品质量浓度为 0.1~100.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 时, 富马酸二甲酯在基质中的响应值与其质量浓度之间线性良好, 线性方程为 $y=238\ 440x+7\ 155.3$, 相关系数为 0.999 8, 检测限为 0.02 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

表 1 加标回收率试验[†]

Table 1 Results of the spiked recovery experiments

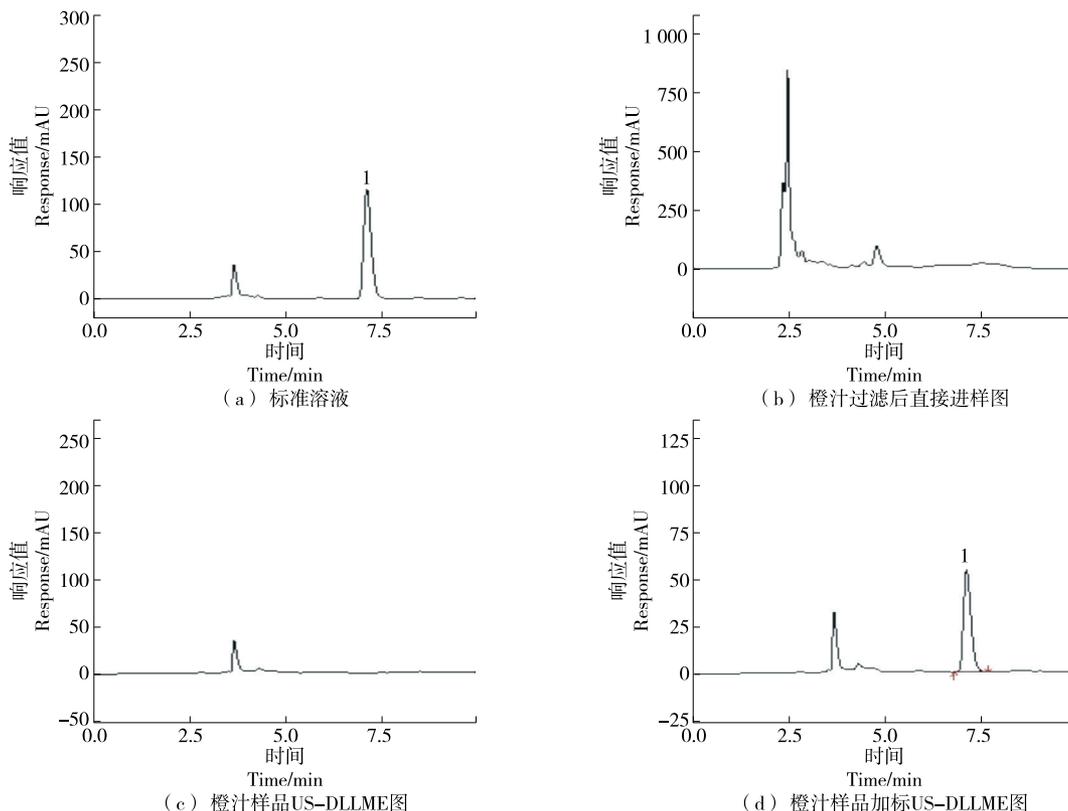
样品	加标质量浓度/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	加标测定值/ ($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)	回收率 ^[20] / %	RSD/ %
空白样 1-1	0.20	0.16	80.0	3.7
空白样 1-2	0.20	0.15	75.0	
空白样 1-3	0.20	0.16	80.0	
空白样 2-1	1.00	0.79	79.0	2.7
空白样 2-2	1.00	0.85	85.0	
空白样 2-3	1.00	0.83	83.0	
空白样 3-1	5.00	4.01	80.2	1.3
空白样 3-2	5.00	4.15	83.0	
空白样 3-3	5.00	4.11	82.2	

[†] 基质为空白蒸馏水样。

2.4 实际样品分析

结合图 2 和图 9(a)可知,富马酸二甲酯经分散液相微萃取处理后,得到了有效富集。图 9(b)为橙汁样品经简单提取过滤后直接进样的色谱图,说明其中含有多种复杂成分。图 9(c)为橙汁样品经分散液相微

萃取后的色谱图,其中未检出马酸二甲酯。图 9(d)为橙汁样品加标后经分散液相微萃取后的色谱图。综上所述,经分散液相微萃取后,样品中的干扰峰杂质峰去除明显,且样品得到了有效富集,达到了纯化、富集的目的。



1. 富马酸二甲酯, $4 \mu\text{g/mL}$, $2 \mu\text{L}$

图 9 样品的 US-DLLME 图

Figure 9 US-DLLME plot of the samples

3 结论

采用超声辅助分散液液微萃取—高效液相色谱法,建立了一种快速检测饮料中富马酸二甲酯的高灵敏分析方法。与传统的前处理方法相比,该方法具有操作简单、富集因子高、有机溶剂消耗量少等优点,说明该方法科学、可行。超声辅助分散液液微萃取结合高效液相色谱法在检测橙汁中富马酸二甲酯方面展现出显著效果,但该方法尚未充分考虑其在不同基质样品中的普适性。因此,有必要选取具有复杂基质的饮料样品进行进一步的试验验证。此外,针对极低浓度富马酸二甲酯的检测,通过优化色谱条件及提高检测器灵敏度,有望进一步降低检测限和定量限,以满足更为严格的法规标准。

参考文献

[1] 刘晓庚. 富马酸二甲酯的毒性研究进展[J]. 中国粮油学报,

2010, 25(4): 116-120.

LIU X G. Research progress on toxicology characteristics of dimethyl fumarate[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2010, 25(4): 116-120.

[2] 阎雪, 刘红梅, 张佳玉. 食品中富马酸二甲酯检测方法的研究[J]. 现代食品, 2018(2): 85-87.

YAN X, LIU H M, ZHANG J Y. Research on detection methods of dimethyl fumarate in food[J]. Modern Food, 2018(2): 85-87.

[3] 章献忠. 解读欧盟指令: 禁止含富马酸二甲酯的产品投放市场[J]. 西部皮革, 2009(12): 5-7.

ZHANG X Z. Interpretation of EU directive: products containing dimethyl fumarate are forbidden to be put on the market[J]. West Leather, 2009(12): 5-7.

[4] 杨金玲, 江阳, 薛勇, 等. 超声分散液相微萃取—气相色谱法同时测定食品中 11 种防腐剂[J]. 济宁医学院学报, 2015, 38(1): 47-50.

YANG J L, JIANG Y, XUE Y, et al. Simultaneous determination of 11 preservatives in food by ultrasound-assisted dispersive

- liquid-liquid microextraction-gas chromatography[J]. Journal of Jining Medical College, 2015, 38(1): 47-50.
- [5] 周艳华, 李涛, 潘小红, 等. 液液萃取—超高效液相色谱—串联质谱法快速检测原料乳中18种喹诺酮药物残留[J]. 食品与机械, 2021, 37(8): 63-69, 76.
ZHOU Y, LI T, PAN X H, et al. Simultaneous rapid determination of 18 quinolones residues in raw milk by liquid-liquid extraction and ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry[J]. Food & Machinery, 2021, 37(8): 63-69, 76.
- [6] 吴毅, 何林飞, 刘常凯, 等. 固相萃取—高效液相色谱法同时测定糕点中13种添加剂的研究[J]. 中国食品添加剂, 2019, 30(11): 166-172.
WU Y, HE L F, LIU C K, et al. Simultaneous determination of 13 additives in pastry by solid phase extraction and high performance liquid chromatography[J]. China Food Additives, 2019, 30(11): 166-172.
- [7] 钟丽君, 赵文霞, 王春玉, 等. 固相萃取—气相色谱质谱法测定焙烤食品中富马酸二甲酯的含量[J]. 食品科技, 2022, 47(8): 277-281.
ZHONG L J, ZHAO W X, WANG C Y, et al. Determination of dimethyl fumarate in bakery food by supported phase extraction (SPE)-gas chromatography mass spectrometry[J]. Food Science and Technology, 2022, 47(8): 277-281.
- [8] 杨杰, 罗梦甜, 冯迪, 等. 分散固相萃取—液相色谱法测定焙烤食品中富马酸二甲酯的含量[J]. 卫生研究, 2015, 44(3): 431-434, 439.
YANG J, LUO M T, FENG D, et al. Determination of dimethyl fumarate in bakery food by d-SPE-HPLC-PDA[J]. Journal of Hygiene Research, 2015, 44(3): 431-434, 439.
- [9] REZAEE M, ASSADI Y, HOSSEINI M M, et al. Determination of organic compounds in water using dispersive liquid-liquid microextraction[J]. J Chromatogr A, 2006, 1116(1/2): 1-9.
- [10] 刘明容. RP-HPLC法测定碳酸饮料中富马酸二甲酯含量[J]. 饮料工业, 2019, 22(3): 53-56.
LIU M R. Determination of dimethyl fumarate in sodas by RP-HPLC[J]. Beverage Industry, 2019, 22(3): 53-56.
- [11] 李顺红, 黄凤玲, 贺晓光. HPLC法测定乳制品中富马酸二甲酯的方法学研究[J]. 现代食品, 2020(1): 208-213.
LI S H, HUANG F L, HE X G. Methodological study of dimethyl fumarate in dairy products by HPLC[J]. Modern Food, 2020(1): 208-213.
- [12] 宋安华, 彭名军, 王宇, 等. 高效液相色谱法测定米面及制品中的过氧化苯甲酰与富马酸二甲酯[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4 673-4 680.
SONG A H, PENG M J, WANG Y, et al. Determination of benzoyl peroxide and dimethyl fumarate in rice, flour and their products by high performance liquid chromatography[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2019, 10(14): 4 673-4 680.
- [13] 农业部. 食品中富马酸二甲酯的测定 高效液相色谱法: NY/T 1723—2009[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009: 1-6.
- The Ministry of Agriculture of the People's Republic of China. Determination of dimethyl fumarate in food-high-performance liquid chromatography method: NY/T 1723—2009[S]. Beijing: Standards Press of China, 2009: 1-6.
- [14] 何林飞, 刘常凯, 唐文武, 等. 高效液相色谱法测定糕点中富马酸二甲酯的含量[J]. 轻工科技, 2018, 34(12): 1-3.
HE L F, LIU C K, TANG W W, et al. Determination of dimethyl fumarate in pastry by high performance liquid chromatography[J]. Light Industry Science and Technology, 2018, 34(12): 1-3.
- [15] 官咏仪, 邱志超, 金梦, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中纳他霉素和富马酸二甲酯的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(6): 2 246-2 250.
GUAN Y Y, QIU Z C, JIN M, et al. Simultaneous determination of natamycin and dimethyl fumarate in foods by high performance liquid chromatography[J]. Journal of Food Safety & Quality, 2017, 8(6): 2 246-2 250.
- [16] 陈晓鹏, 谭锦萍, 郇明浩. GC-MS法测定高脂食品中富马酸二甲酯[J]. 广东化工, 2015, 42(5): 130-132.
CHEN X P, TAN J P, LI M H. Determination of dimethyl fumarate in fatty foods by GC-MS[J]. Guangdong Chemical Industry, 2015, 42(5): 130-132.
- [17] 国家质量监督检验检疫总局. 出口食品中富马酸二甲酯的测定方法: SN/T 3623—2013[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014: 1-4.
State General Administration of the People's Republic of China for Quality Supervision and Inspection and Quarantine. Determination of dimethyl fumarate in foods for export: SN/T 3623—2013[S]. Beijing: Standards Press of China, 2013: 1-4.
- [18] 唐丽娜, 宁焕焱, 曾宪远, 等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定糕点中富马酸二甲酯[J]. 安徽农业科学, 2014, 42(21): 7 178-7 200.
TANG L N, NING H Y, ZENG X Y, et al. Determination of dimethyl fumarate in cake by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry[J]. Anhui Agricultural Sciences, 2014, 42(21): 7 178-7 200.
- [19] 国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. 实验室质量控制规范食品理化检测: GB/T 27404—2008[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008: 7-13.
General Administration of Quality Supervision, Inspection and Quarantine of the People's Republic of China, Standardization Administration of the People's Republic of China. Criterion on quality control of laboratories: chemical testing of food: GB/T 27404—2008[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008: 7-13.
- [20] 张朝辉, 陈应庄, 郭宾, 等. 超声辅助分散液液微萃取—高效液相色谱法快速测定环境水中马兜铃酸[J]. 分析化学, 2023, 51(11): 1 793-1 801.
ZHANG Z H, CHEN Y Z, GUO B, et al. Rapid determination of aristolochic acids in environmental water using ultrasonic-assisted dispersive liquid-liquid microextraction-high performance liquid chromatography[J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2023, 51(11): 1 793-1 801.