

实验技术与方法

亲水作用色谱-串联质谱法测定动物源食品中氨丙啉残留量

窦彩云, 马育松, 艾连峰, 葛世辉, 陈瑞春

(河北出入境检验检疫局检验检疫技术中心, 河北 石家庄 050051)

摘要:目的 采用亲水作用色谱-串联质谱检测技术和固相萃取前处理技术, 建立动物源食品中氨丙啉残留量的检测方法。方法 样品采用 1% 三氯乙酸-乙腈溶液 (3: 7, V/V) 提取, 提取液经 HLB 小柱净化。以 SeQuant ZIC-HILIC (150 mm × 2.1 mm, 5 μm) 色谱柱分离, 含 0.1% 甲酸的 5 mmol/L 乙酸铵溶液-乙腈为流动相, 40: 60 (V/V) 等度洗脱, 电喷雾电离、正离子扫描、多反应监测模式测定, 基质外标法定量。结果 氨丙啉在 0 ~ 500 ng/ml 浓度范围内呈良好线性, 相关系数大于 0.999。定量限为 10 μg/kg。在鸡肉、鸡肝、鸡肾、鸡蛋、牛肉、牛肝、牛肾、牛奶和牛脂肪 9 种基质中加标回收率在 73.2% ~ 101.0%, 相对偏差在 2.09% ~ 11.93% 之内。结论 该方法准确可靠、灵敏度高, 适用于动物源食品中氨丙啉的定性定量分析。

关键词: 亲水作用色谱-串联质谱; 动物源食品; 氨丙啉; 食品安全; 食品污染物; 兽药残留

中图分类号: R155 **文献标志码:** A **文章编号:** 1004-8456 (2016) 03-0348-04

DOI: 10.13590/j.cjfh.2016.03.015

Determination of amprolium residues in animal origin food by hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry

DOU Cai-yun, MA Yu-song, AI Lian-feng, GE Shi-hui, CHEN Rui-chun

(Hebei Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau Technical Center, Hebei Shijiazhuang 050051, China)

Abstract: Objective A method was developed for determination of amprolium residues in animal origin food by hydrophilic interaction liquid chromatography (HILIC) -tandem mass spectrometry and solid phase extraction (SPE) for sample preparation. **Methods** The samples were extracted with 1% trichloroacetic acid-acetonitrile (3: 7, V/V). The extract was purified with HLB column. The separation was performed on a SeQuant ZIC-HILIC (150 mm × 2.1 mm, 5 μm) column by using 0.1% formic acid-5 mmol/L ammonium acetate solution/acetonitrile (40: 60, V/V) as the mobile phase. The analytes was detected by tandem mass spectrometry under multiple reaction monitoring (MRM) mode with positive electrospray ionization (ESI+) and quantified by the matrix-matched external standard method. **Results** The method showed a good linearity in the range of 0-500 ng/L with the linear relative coefficient above 0.999, the limit of quantification was 10 μg/kg. The average recoveries of spiked levels in chicken meat, chicken liver, chicken kidney, eggs, beef, beef liver and beef kidney, milk and beef fat were 73.2%-101.0% with the relative standard deviations (RSDs) of 2.09%-11.93%. **Conclusion** This method had good precision, sensitivity, and could be used to quantitative and qualitative detection for the amprolium in animal origin food.

Key words: Hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry; animal origin food; amprolium; food safety; food contaminant; veterinary drug residues

氨丙啉是传统抗球虫药, 在世界范围内应用广泛, 化学结构与硫胺类似。我国农业部 235 号公告^[1]规定了氨丙啉最高残留限量 (MRL) 在牛肌肉、牛肝、牛肾中为 0.5 mg/kg, 牛脂肪中 2 mg/kg; 美国规定鸡肉、牛肉、牛肝、牛肾最高残留限量为

0.5 mg/kg, 鸡肝、鸡肾 1 mg/kg, 牛脂肪 2 mg/kg, 鸡蛋 4 mg/kg; 日本最为严格, 规定鸡肉、鸡肝、鸡肾 MRL 为 0.03 mg/kg。

国内外报道对氨丙啉的检测有液相色谱法^[2-6]、液相色谱质谱法^[7-14], 检测的基质类型多是针对饲料和鸡肉、牛肉等单一品种。对于药物代谢残留较为严重并为国人喜爱食用的动物肝脏、肾脏的氨丙啉检测鲜见报道, 除此之外, 鸡蛋、脂肪、牛奶等蛋白、脂肪含量高的特殊基质也鲜有报道。氨丙啉极性较强, 亲水作用色谱 (HILIC) 对极性化合物有很好的保留, 流动相含有高比例的水溶性有机

收稿日期: 2015-10-10

基金项目: 国家认监委行业标准制 (修) 订计划项目 (2013B118)

作者简介: 窦彩云 女 高级工程师 研究方向为食品安全检测

E-mail: cydou2013@163.com

通信作者: 马育松 男 高级工程师 研究方向为食品中农兽药残

留检测 E-mail: mys1974@126.com

溶剂,与质谱能很好的兼容,可以提高检测的灵敏度^[15]。本文针对国内外对氨丙啉做出限量的9种基质进行研究,通过固相萃取技术对前处理进行优化,采用近年来色谱领域研究的热点——亲水作用色谱技术(HILIC),建立了动物源食品中氨丙啉残留量检测的亲水作用色谱-串联质谱(HILIC-MS/MS)检测方法。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样品来源

鸡肉、鸡肝、鸡肾、鸡蛋、牛肉、牛肝、牛肾、牛奶和牛脂肪样品各10份均从市场上购买。

1.1.2 主要仪器与试剂

Agilent 6460 高效液相色谱-串联四极杆质谱仪(配电喷雾离子源 ESI,美国 Agilent)、高速离心机、涡旋混匀器、均质器、氮气吹干仪、HLB 固相萃取小柱(500 mg,6 ml,美国 Waters)。

盐酸氨丙啉标准品(纯度95%,德国 Dr. Ehrenstorfer),乙腈、甲醇、甲酸、正己烷、乙酸铵均为色谱纯,三氯乙酸为分析纯。试验用水为超纯水。

1.2 方法

1.2.1 标准溶液的配制

准确称取11.4 mg 盐酸氨丙啉标准品置于50 ml 容量瓶中,用约2 ml 水溶解后乙腈定容至刻度,配成100 μg/ml(以氨丙啉计)的标准储备液。根据需要以空白基质溶液配成所需浓度工作液,现用现配。

1.2.2 样品前处理

提取:准确称取5.00 g(精确至0.01 g)样品于50 ml 离心管中,加入20 ml 1%三氯乙酸-乙腈(3:7, V/V)溶液,固体样品15 000 r/min 均质提取1 min,牛奶样品涡旋1 min,5 000 r/min 离心5 min,上清液转移至50 ml 比色管中,残渣再用20 ml 三氯乙酸-乙腈溶液重复提取一次,合并提取液,并定容至刻度,混匀。以快速定性滤纸过滤后分取10 ml,于45 ℃氮吹至约3 ml,加入2 ml 正己烷,涡旋振荡30 s,5 000 r/min 离心5 min,弃去正己烷层,下层溶液待净化。

净化:将样品溶液转移至预先用6 ml 甲醇,6 ml 水活化的HLB 固相萃取小柱,用3 ml 水洗涤样品管,上柱,6 ml 水淋洗小柱,抽干10 min,以6 ml 甲醇洗脱并收集,洗脱液于45 ℃氮气吹干,用1.0 ml 流动相溶解,过0.22 μm 滤膜后供HILIC-MS/MS 分析。

1.2.3 仪器条件

色谱条件:色谱柱为 SeQuant ZIC-HILIC (150 mm×2.1 mm,5 μm),流动相 A 为含0.1%甲酸的5 mmol 乙酸铵水溶液,B 为乙腈,40:60(V/V)等度

洗脱,流速0.3 ml/min,柱温30 ℃,进样量10 μl。

质谱条件:电喷雾离子源,多反应监测(MRM)正离子模式。毛细管电压3 500 V,干燥气温度350 ℃,干燥气流速5 L/min,喷雾压力310 kPa,鞘气温度350 ℃,鞘气流速11 L/min,其他质谱参数见表1。

表1 氨丙啉的质谱参数

Table 1 Mass spectrometer conditions of amprolium			
分析物	定性离子对/(m/z)	定量离子对/(m/z)	碰撞能量/eV
氨丙啉	243.1/150.1	243.1/150.1	10
	243.1/94.1		5

2 结果与分析

2.1 样品前处理条件的优化

2.1.1 提取溶剂的选择

氨丙啉是极性化合物,试验了乙腈、甲醇、磷酸盐、三氯乙酸、三氯乙酸-乙腈不同比例溶液作为提取溶剂进行添加回收试验,结果表明1%三氯乙酸-乙腈(3:7, V/V)提取的回收率最高,干扰小,因此选用该溶液作为提取溶剂。不同提取溶剂回收率比较见表2。

表2 不同提取溶剂回收率比较

Table 2 Comparison of recovery with different solvents	
提取溶剂	平均回收率/%
乙腈	67
甲醇	50
0.1 mol/L 磷酸氢二钾	54
1%三氯乙酸	70
1%三氯乙酸-乙腈(1:1, V/V)	80
1%三氯乙酸-乙腈(3:7, V/V)	90
1%三氯乙酸-乙腈(7:3, V/V)	84

2.1.2 净化条件的选择

肉、肝、肾和奶制品经提取后样液杂质主要为蛋白质和脂肪,净化方面考察了有机相萃取和固相萃取两种方式,分别采用了正己烷液液分配、PCX 和 HLB 固相萃取小柱等净化。正己烷净化后干扰大;PCX 小柱(以5%氨水-乙腈溶液洗脱)的回收率不足20%;HLB 小柱在加入基质后,填料较少的小柱在添加浓度较高时会因过载而导致回收率较差,而500 mg/6 ml 规格的HLB 柱的净化效果好、回收率稳定,因此选用500 mg,6 ml 这种规格的HLB 小柱净化。

2.2 仪器条件的优化

2.2.1 色谱条件的选择

氨丙啉极性较强,在反相C₁₈ 色谱柱上不保留,通过试验 Thermo hypersil gold 色谱柱、C₁₈、苯基柱均不保留。HILIC 亲水色谱柱对极性化合物有很好的保留,能够改善氨丙啉在反向色谱的保留差的缺点,因此本文选择 SeQuant ZIC HILIC 色谱柱作为分析柱。

氨丙啉含有氨基,在酸性条件下易发生质子

化,因此分别使用甲酸水-乙腈、5 mmol 乙酸铵-乙腈、5 mmol 乙酸铵-甲醇组合为流动相,对氨丙啉标准品进样,调节各组分的比例和流速对色谱条件进行优化。结果表明,在乙腈比例高于 70% 时氨丙啉的峰被展宽,峰形不佳。含 0.1% 甲酸的 5 mmol 乙酸铵与乙腈 40:60 (V/V) 等度洗脱可以得到较好的峰形,且响应最高,不受杂质干扰因此选用该溶液作为流动相。标准物质的多反应监测图如图 1 所示。

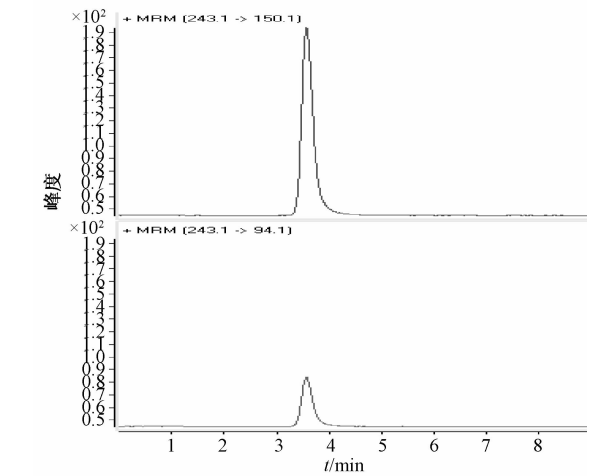


图 1 氨丙啉标准溶液的 MRM 谱图
Figure 1 MRM chromatogram of amprolium standards solution

2.2.2 质谱条件的优化

选择 m/z 50 ~ 1 000 质量范围进行正离子模式全扫描,得到母离子 m/z 243.1,是氨丙啉在水溶液条件下带正电的离子,如图 2 所示。通过变换不同的传输电压确定最优值 100 V,用子离子扫描模式得到两个响应最强的子离子 m/z 150.1 和 94.1,通过优化得到最优的碰撞电压分别为 10 和 5 V。

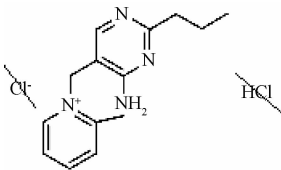


图 2 氨丙啉母离子 (m/z) 结构式
Figure 2 Parent ion structural formula of amprolium (m/z)

2.3 方法的线性范围、检出限、回收率和精密度

本文通过比较流动相配制的标准溶液与基质溶液配制的标准溶液,发现存在较强的基质抑制效应,为校正基质效应的影响,采用基质加标法配制工作曲线。用不含氨丙啉残留的阴性样品基质溶液配成 0、10、20、50、100、500 ng/ml 的标准溶液,按 1.2.3 条件进样,绘制标准曲线。结果表明氨丙啉在 0 ~ 500 ng/ml 浓度范围内线性良好。以 3 倍信噪比计,方法检出限为 3 $\mu\text{g/kg}$,以 10 倍信噪比计,定量限为

10 $\mu\text{g/kg}$ 。线性方程和线性相关系数见表 3。

表 3 不同基质中氨丙啉的线性方程及相关系数
Table 3 Linear equation and correlation coefficient of amprolium in different matrix

基质	浓度范围/(ng/ml)	线性回归方程	相关系数 r
鸡肉	0 ~ 500	$y = 202.9928x + 913.6737$	0.999 1
鸡肝	0 ~ 500	$y = 147.5794x + 941.2056$	0.998 7
鸡肾	0 ~ 500	$y = 158.6931x + 671.6836$	0.999 7
鸡蛋	0 ~ 500	$y = 214.3629x + 792.6544$	0.999 7
牛肉	0 ~ 500	$y = 123.0826x + 605.9131$	0.999 1
牛肝	0 ~ 500	$y = 112.18534x + 633.3881$	0.999 1
牛肾	0 ~ 500	$y = 116.9523x + 501.1327$	0.999 4
牛脂肪	0 ~ 500	$y = 224.1938x + 469.1470$	0.999 9
牛奶	0 ~ 500	$y = 209.6446x + 1315.3587$	0.999 0

参照中国、美国和日本对各基质的最高残留限量要求,对定量限 (LOQ)、2LOQ 和最高残留限量 (MRL) 三个关注浓度水平进行添加回收率试验。以不含氨丙啉的鸡肉、鸡肝、鸡肾、鸡蛋、牛肉、牛肝、牛肾、牛脂肪、牛奶为阴性样品基质,每个浓度水平平行测定 6 次,按照 1.2 方法处理,回收率范围在 73.2% ~ 101.0%,相对偏差在 2.09% ~ 11.93% 之内,表明方法回收率和精密度良好,其检测结果见表 4。

表 4 样品添加回收率及相对标准偏差 ($n = 6$)
Table 4 Recoveries and relative standard deviations (RSDs) of amprolium

基质	添加浓度 /($\mu\text{g/kg}$)	平均回收率 /%	相对标准偏差 /%
鸡肉	10	85.6	7.50
	20	90.6	11.57
	500	87.8	3.86
鸡肝	10	86.1	4.36
	20	85.6	2.09
	1 000	96.7	3.92
鸡肾	10	96.1	2.70
	20	83.0	6.58
	1 000	99.8	6.12
鸡蛋	10	93.8	4.89
	20	89.3	7.05
	4 000	100.0	7.61
牛肉	10	74.4	4.94
	20	73.2	4.12
	500	89.6	3.36
牛肝	10	83.6	4.70
	20	83.5	3.32
	500	92.5	4.24
牛肾	10	76.7	6.52
	20	77.5	7.44
	500	91.3	4.26
牛脂肪	10	95.1	7.13
	20	93.9	8.66
	2 000	99.3	5.95
牛奶	10	93.1	11.93
	20	101.0	6.83
	500	97.7	7.70

2.4 实际样品检测

用本文所建立的检测方法对市售的鸡肉、牛肉、牛肾、牛脂肪和牛奶样品各 10 批进行氨丙啉残留量测定,结果均未检出氨丙啉。

3 小结

本文选择适合极性化合物分离的亲水作用色谱与串联质谱技术,采用固相萃取技术净化,建立了动物源食品中的氨丙啉残留量的检测方法,通过优化前处理条件、质谱条件和色谱条件,经过线性、定量限、回收率和精密度的方法验证,证明方法简便、准确性好,适用于动物源食品中的氨丙啉残留的定性和定量检测。

参考文献

[1] 中华人民共和国农业部. 动物性食品中兽药最高残留限量 (农业部公告第 235 号)[Z]. 2002.

[2] Yamamoto Y, Kondo F. Determinaiton of halofuginone and amprolium in chicken muscle and egg by liquid chromatography [J]. Journal of AOAC International, 2001, 84 (1) : 43-46.

[3] 陈春波, 陈慧华, 林仙军, 等. 牛组织中氨丙啉残留的 HPLC 检测方法研究[J]. 中国兽药杂志, 2012, 46 (8) : 24-27.

[4] 赵根龙, 董焕程, 范理. 高效液相色谱法测定饲料中盐酸氨丙啉方法的研究[J]. 饲料广角, 2003 (16) : 16-18.

[5] 吴秋侠, 李引乾, 曹玲玲, 等. 离子对反相高效液相色谱法测定盐酸氨丙啉在鸡肉中残留方法的建立[J]. 畜牧与兽医, 2007, 39 (3) : 38-40.

[6] Furusawa N. Simplified high-performance liquid chromatographic etermination of residual amprolium in edible chicken tissues[J]. Chromatogr Sci, 2002, 40 (7) : 355-358.

[7] 李存, 江潇潇, 吴银良, 等. 液相色谱串联质谱法测定牛组织中氨丙啉残留量[J]. 分析化学研究报告, 2011, 39 (4) : 576-579.

[8] 李丹, 孙雷, 毕言锋, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鸡肉和牛肉中五种抗球虫药[J]. 中国兽药杂志, 2013, 74 (4) : 38-41.

[9] 岳振峰, 康海宁, 陈小霞, 等. 液相色谱串联质谱法测定鸡肉中 20 种抗球虫药物多残留[J]. 分析化学研究报告, 2012, 40 (8) : 1262-1266.

[10] 李银生, 王秀红. 液相色谱串联质谱法同时测定鸡肉或鸡蛋中常见抗球虫类药物残留[J]. 上海交通大学学报, 2011, 29 (6) : 16-22.

[11] Squadrone S, Mauro C, Ferro G L, et al. Determination of amprolium in feed by a liquid chromatography-mass spectrometry method[J]. Journal of Phamaceutical and Biomedical Analysis, 2008, 48 (5) : 1457-1461.

[12] Martínez-Villalba A, Moyano E, Galceran M T. Analysis of amprolium by hydrophilic interaction liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 2010, 1217 (37) : 5802-5807.

[13] SONG W L, HUANG M, Rumbelha W, et al. Determination of amprolium, carbadox, monensin, and tylosin in surface water by liquid chromatography/tandem mass specrometry [J]. Rapid Communications in Mass Spectrometry, 2007, 21 (12) : 1944-1950.

[14] Girnazabal V, Yndestad M. Determination of amprolium, ethopabate, lasalocid, monensin, narasin and salinomycin in chicken tissues, plasma, and egg using liquid chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Liquid Chromatography & Related Yechnologies, 2000, 23 (10) : 1585-1598.

[15] 李贤波. 亲水作用色谱-质谱技术在农药残留分析中的应用 [D]. 武汉: 华中农业大学, 2013.

· 资讯 ·

健康研究称中国人摄盐量仍偏高

据新华社电研究人员 16 日在新一期《美国医学会杂志》上报告说, 尽管中国人的平均盐摄入量自 2000 年以来不断下降, 但仍远高于世界卫生组织推荐的最大盐摄入量。

中国国家食品安全风险评估中心技术总师吴永宁介绍, 中国自 1990 年以来先后开展了 5 次总膳食研究调查, 前 4 次覆盖 12 个省份, 代表中国人口的 46%, 第 5 次总膳食研究从 2009 年开始到 2013 年结束, 覆盖 21 个省, 代表中国人口的近 80%。

他们对 2000 年第 3 次总膳食研究以来中国人对食盐和钠的消费量进行了分析。研究表明, 从 2000 年到 2009 年的 10 年间, 中国居民食盐消费量从 11.8 克/天下降到 9.2 克/天, 下降了约 22%。

按世界卫生组织的建议, 成年人每日盐摄取量应低于 5 克, 换算成钠每天摄取量应低于 2 克。

吴永宁说, 如果能保持这样的速度, 中国有可能实现世界卫生组织提出的, 到 2025 年降低盐摄入量 30% 的目标。但问题在于, 成品食盐只是中国人摄入钠的来源之一, 酱油等调味品以及咸菜等加工食品含有大量盐分, 但通常没有计入盐摄入量调查中。

他认为, 如果考虑这一部分盐, 中国人实际钠摄入量是从 2000 年的 6.4 克/天 (约合 16 克食盐) 下降到 2009 年的 5.6 克/天 (约合 14 克食盐), “这样的速度就不容乐观了”。他说, “高血压等慢性疾病的发病率持续上升也提示严格控制并持续降低盐摄入量的必要性。”

(摘自新华网, 相关链接: http://www.fj.xinhuanet.com/zl/2016-02/18/c_1118079117.htm)

实验技术与方法

纱布吸附-紫外灯照射法测定食品接触纸及其制品中荧光增白剂

屈鹏峰¹, 傅武胜², 刘文菁², 张昌胜², 蒋定国¹

(1. 国家食品安全风险评估中心, 北京 100022; 2. 福建省疾病预防控制中心, 福建 福州 350001)

摘要:目的 建立食品接触纸中荧光增白剂国家标准检测方法。方法 当样品有不太明显的蓝色或紫色荧光时, 样品中的荧光增白剂用碱性提取溶剂提取, 调节提取液为酸性, 纱布吸附, 在波长 365 nm 紫外灯照射下测定纱布的荧光强度。结果 紫外灯照射法能定性判定样品中高含量的荧光增白剂。纱布吸附结合紫外灯照射法能定性判定样品中低含量的荧光增白剂, 排除样品荧光本底或者其他荧光污染物的干扰, 荧光增白剂的检出限为 10 mg/kg。结论 该法适合定性测定食品接触纸中荧光增白剂, 操作简单, 结果可靠。

关键词: 纱布吸附; 紫外灯照射法; 荧光增白剂; 食品接触材料; 纸; 检测

中图分类号: R155 文献标志码: A 文章编号: 1004-8456(2016)03-0352-04

DOI: 10.13590/j.cjfh.2016.03.016

Determination of fluorescent whitening agents in food contact paper by UV irradiation method combined with gauze absorption

QU Peng-feng, FU Wu-sheng, LIU Wen-jing, ZHANG Chang-sheng, JIANG Ding-guo
(China National Center for Food Safety Risk Assessment, Beijing 100022, China)

Abstract: Objective To develop a national standard method for rapid determination of fluorescent whitening agents (FWAs) in food contact papers. **Methods** When the sample didn't obvious blue or purple fluorescence, FWAs in the sample were extracted by an alkaline solution, the extract was adjusted to acidic and absorbed by gauze, and the fluorescent intensity of the gauze was tested by UV light with the wavelength at 365 nm. **Results** UV irradiation method could qualitatively determination the high level of FWAs in the sample. UV irradiation method combined with gauze absorption could qualitatively determination the low level of FWAs in the sample and exclude the interference from the natural fluorescent background and other fluorescent pollutants, the limit of detection of FWAs was 10 mg/kg. **Conclusion** This method was simple, reliable, and suitable for the qualitative determination of FWAs in food contact papers.

Key words: Gauze adsorption; UV irradiation; fluorescent whitening agents; food contact materials; paper; detection

双三嗪氨基二苯乙烯类荧光增白剂的产量占各类荧光增白剂的 80% 以上, 造纸工业均是使用该类荧光增白剂^[1]。我国 GB 11680—1989《食品包装用原纸卫生标准》^[2]规定了食品包装用原纸不得含有荧光性物质。国内外关于荧光增白剂的检测方法主要有紫外灯照射法^[3]、荧光分光光度法^[4-7]、高效液相色谱法(HPLC)^[8-10]和高效液相色谱-串联质谱法(HPLC-MS/MS)^[9,11]。目前, 紫外灯照射法是使用较普遍的检测方法, 我国制定了 GB/T 5009.78—2003《食品包装用原纸卫生标准的分析方法》^[3]。该国标方法采用紫外灯照射法, 操作简单,

适合定性测定, 但其适用范围不包括纸制品, 同时存在不能检测含量较低的荧光增白剂以及无法区分含量较低的其他来源荧光物质。本文采用纱布吸附结合紫外灯照射法建立了食品接触纸中荧光增白剂的国家标准检测方法, 此法适用于所有食品接触纸, 操作简便, 定性准确。

1 材料与方法

1.1 材料

1.1.1 样品

采集市售食品接触纸如食品包装纸、纸杯、纸碗、纸桶、纸盒、纸盘、纸袋等。

1.1.2 主要仪器与试剂

WFH-203 型紫外分析仪(上海驰唐实业有限公司)、超声波清洗器、高速离心机、电子天平(感量分别为 0.01 mg 和 0.001 g)、旋转蒸发仪、恒温水浴锅、医用脱脂棉纱布(约 5 cm × 5 cm)。

收稿日期: 2016-04-18
基金项目: 国家自然科学基金面上项目(81072306)
作者简介: 屈鹏峰 男 实习研究员 研究方向为食品安全
E-mail: qupengfeng@cfsa.net.cn
通信作者: 蒋定国 男 研究员 研究方向为食品化学检测与监测
E-mail: jiangdingguo@cfsa.net.cn