

实验技术与方法

固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法同时测定豆芽中
6-苄基腺嘌呤、赤霉素和 4-氯苯氧乙酸的残留量

张婧雯,郭春海,葛世辉,张海超,王敬,窦彩云,艾连峰

(河北出入境检验检疫局,河北 石家庄 050051)

摘要:目的 建立固相萃取-超高效液相色谱串联质谱同时测定豆芽中 6-苄基腺嘌呤、赤霉素和 4-氯苯氧乙酸残留的分析方法。方法 以乙腈提取目标物,HLB 固相萃取柱(3 ml/600 mg)净化提取液,以 0.1% 甲酸水和乙腈为流动相,采用 ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm)分离,液相色谱串联质谱采用正负离子同时扫描、多反应监测模式测定。结果 3 种分析物在 0.1 ~ 20 μg/L 浓度范围内呈线性,线性相关系数(r) > 0.99。方法定量限(LOQ)为 0.5 μg/kg。方法在 3 个水平的添加回收率在 70.1% ~ 93.5% 之间,RSD 在 5.01% ~ 9.34% 之间。结论 本方法具有快速、灵敏、简便、准确等优点,能满足实际工作需要。

关键词:超高效液相色谱串联质谱;豆芽;6-苄基腺嘌呤;赤霉素;4-氯苯氧乙酸;固相萃取;植物生长剂;食品安全
中图分类号:R155;R155.54;TS255 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2014)05-0441-05
DOI:10.13590/j.cjfh.2014.05.008

Simultaneous determination of 6-benzylaminopurine, gibberellin and 4-chlorophenoxyacetic acid in bean sprouts by solid phase extraction ultra high performance liquid chromatography tandem mass spectrometry

ZHANG Jing-wen, GUO Chun-hai, GE Shi-hui, ZHANG Hai-chao, WANG Jing,
DOU Cai-yun, AI Lian-feng

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

Abstract: Objective To establish an ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometric (UPLC-MS/MS) method for the simultaneous determination of 6-benzylaminopurine, gibberellins and 4-chlorophenoxyacetic acid residues in bean sprouts. **Methods** The samples were extracted with acetonitrile. The extract was cleaned up by a HLB solid phase column. The target compounds were separated by ACQUITY UPLC BEH C₁₈ Column (100 mm × 2.1 mm, 1.7 μm) with 0.1% formic acid and acetonitrile as the mobile phase, and then analyzed by ultra high performance liquid chromatography using positive and negative simultaneous scan mode and multiple reactions monitoring mode. **Results** The linearity was satisfactory at concentrations ranging from 0.1 to 20 μg/L with linear correlation coefficient (r^2) above 0.99. The limit of quantification (LOQ) was 0.5 μg/kg. The recoveries of the 3 analytes were in the range of 70.1% to 93.5%, and the relative standard deviations were in the range of 5.01% to 9.34%. **Conclusion** This method was sensitive, fast and accurate. Therefore, it could be successfully used for the determination of 6-benzylaminopurine, gibberellins and 4-chlorophenoxyacetic acid residues in bean sprouts.

Key words: Ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometric; bean sprouts; 6-benzylaminopurine; gibberellins; 4-chlorophenoxyacetic acid; solid phase extraction; plant growth substance; food safety

植物生长促进剂是能在适宜浓度下,促进植物细胞分裂、生长、新器官的分化及形成,防止果实脱落的一类激素^[1]。这类植物生长促进剂主要有赤霉素

(gibberellin, GA₃)、6-苄基腺嘌呤(6-benzylaminopurine, 6-BAP)和 4-氯苯氧乙酸(4-chlorophenoxyacetic acid, 4-CPA)等。目前,这 3 种植物生长促进剂在豆芽生产中滥用现象普遍,虽然这些生长促进剂可以抑制豆根生长,促进豆芽萌发,并有催熟增产作用,但过多残留会通过食物链对食用者造成毒害,过多的 6-BAP 摄入会刺激人体皮肤黏膜,造成食道、胃黏膜损伤,出现恶心、呕吐等现象^[2]; GA₃ 可能干扰人体正常的内分泌系统,长期食用会在人体中蓄积,造成器官的慢性中毒,并可能引起

收稿日期:2013-11-13

基金项目:国家质检总局科技计划项目(2013IK154);河北检验检疫局科研项目(HE2011K005)

作者简介:张婧雯 女 工程师 研究方向为食品安全分析检测

E-mail:jingwen0415@163.com

通讯作者:艾连峰 男 高级工程师 研究方向为食品安全分析检测

E-mail:ai_lianfeng@126.com

癌变,严重危及消费者的身心健康^[3]。不合理施用植物生长促进剂亦会对果实的外观、风味带来负面效应^[4]。这些植物生长促进剂的残留问题已引起社会的重视^[5]。美国、欧盟、日本等国家规定水果和蔬菜中赤霉素最高残留限量为0.2 mg/kg^[6]。我国在2011年11月不再受理4-氯苯氧乙酸和6-苄基腺嘌呤作为食品添加剂的生产许可,并对其之前已批准的生产许可证书进行了撤回和注销。为监控此类植物生长促进剂在豆芽残留情况,有必要建立豆芽中3种植物生长促进剂的同时测定方法,加强对豆芽生产的监管。

目前,测定植物生长激素的常用方法有:酶联免疫(ELISA)法^[7]、气相色谱(GC)法^[8]、离子色谱法^[9]、毛细管电泳色谱法^[10]、高效液相色谱(HPLC)法^[11-17]和高效液相色谱-质谱(HPLC-MS)法^[18-22]等。其中以HPLC居多,但HPLC的分辨率和灵敏度低,不适用于复杂基质中痕量残留物质的分析,并且液相色谱仪不能提供结构方面的信息,故不能完成对目标化合物的确证工作,HPLC-MS具有高选择性和高灵敏度,但同时检测这3种物质的文献还未见报道。本文将固相萃取系统和超高效液相色谱串联质谱法(UPLC-MS/MS)相结合,建立了同时检测豆芽中3种植物生长促进剂的分析方法。

1 材料与方法

1.1 主要仪器与试剂

WATERS ACQUITY UPLC 超高效液相色谱、WATERS XEVO TQ-S 串联四级杆质谱、ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm,1.7 μm)、HLB 小柱(3 ml/600 mg均购自美国 Waters;十二孔固相萃取装置(美国安捷伦公司)、TDL-5-A 离心机、水浴氮气吹干装置、PT2100 型均质器、Vortex-Genie 2 涡旋振荡器(美国 Scientific Industries)、0.22 μm 滤膜(德国默克)。

6-苄基腺嘌呤(纯度97.0%,CAS:1214-39-7)、赤霉素(纯度98.0%,CAS:77-06-5)标准品均购于德国 Dr Ehrenstorfer GmbH,4-氯苯氧乙酸标准品(纯度98.9%,CAS:122-88-3,美国 Accustander),甲醇、乙腈、乙酸乙酯、甲酸、氨水均为色谱纯,无水硫酸钠(分析纯)、超纯水经 Milli-Q 水净化系统(美国 Millipore)处理,定容液为0.1%甲酸水-乙腈溶液(87:13,V/V)。

1.2 方法

1.2.1 样品前处理

准确称取匀浆后的豆芽样品5.00 g于50 ml 具塞离心管中,加入25 ml 乙腈和5 g 无水硫酸钠,

10 000 r/min 均质1 min 后,10 000 r/min 离心5 min,分取5 ml 提取液,40 ℃下氮气吹至近干,残渣用5 ml 水涡旋混匀待净化。待净化液通过已活化好的HLB固相萃取柱,用6 ml 水淋洗,3 ml 甲醇洗脱,收集洗脱液,于40 ℃下氮气挥干,用1.0 ml 定溶液溶解并用0.22 μm 有机滤膜过滤,备UPLC-MS/MS分析。

1.2.2 仪器工作条件

色谱条件:WATERS ACQUITY UPLC BEH C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm,1.7 μm),柱温40 ℃,进样体积5 μl,流速0.4 ml/min。二元梯度泵,流动相A为0.1%甲酸溶液,流动相B为乙腈,梯度洗脱条件见表1。

表1 梯度洗脱条件

时间/min	流速/(ml/min)	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	0.4	90	10
0.50	0.4	90	10
2.00	0.4	80	20
3.00	0.4	70	30
4.50	0.4	10	90
6.50	0.4	10	90
6.51	0.4	90	10
7.00	0.4	90	10

质谱条件:电喷雾离子源:多反应监测(MRM)正负同时扫描;正离子扫描模式电压条件:电喷雾电压0.9 kV,锥孔电压25 V;负离子扫描模式电压条件:电喷雾电压2.5 kV,锥孔电压9 V,离子源温度150 ℃,去雾剂气温度500 ℃,雾化气流速1 200 L/Hr,锥孔反吹气流速150 L/Hr,雾化气压力7 Bar。保留时间和碰撞能量等参数见表2。

表2 三种分析物的MRM参数

分析物	保留时间/min	离子对/(m/z)	碰撞电压/V	质谱扫描时间/min
6-BAP	2.71	226.1/90.8*	20	2.4~3.2
		226.1/147.9	18	
GA ₃	2.90	345.2/239.1*	-16	2.4~3.0
		345.2/142.9	-30	
4-CPA	4.18	185.0/126.9*	-12	3.8~4.6
		185.0/110.8	-14	

注:*为定量离子对

2 结果与分析

2.1 提取溶剂的选择

本试验考察了分别用甲醇、乙腈、乙酸乙酯和80%乙腈溶液做提取剂时各目标物的回收率,结果见图1,甲醇做提取剂时6-苄基腺嘌呤、赤霉素和4-氯苯氧乙酸的回收率分别为92.7%、88.9%和86.1%,乙腈做提取剂时回收率分别为93.5%、

90.0% 和 88.7%。甲醇和乙腈可以兼顾 3 种分析物的回收率,但是考虑到之后 HLB 固相萃取柱净化过程中,用甲醇提取的溶液经浓缩后容易堵塞固相萃取柱,并且用乙腈提取时,干扰物质较少。所以选取乙腈作为提取溶剂,并在提取过程中加入无水硫酸钠进行盐析,易于分析物的提取。

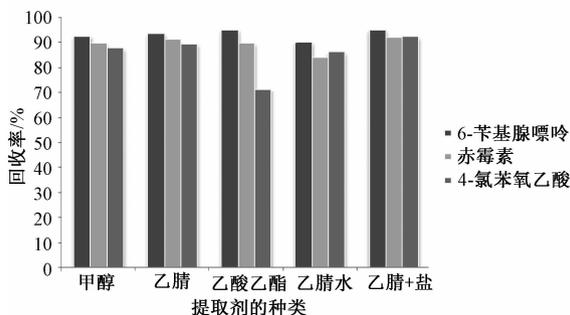


图 1 提取溶液的选择

Figure 1 Selection of the extraction solvent type

2.2 净化条件的选择

在净化方式的选择上,由于赤霉素和 4-氯苯氧乙酸为弱酸性化合物,而 6-苄基腺嘌呤为弱碱性化合物,为了实现 3 种化合物的同时富集净化,本试验选择 C_{18} 和 HLB 反相固相萃取柱进行了回收率试验。结果发现 HLB 柱损失较少,6-苄基腺嘌呤、赤霉素和 4-氯苯氧乙酸回收率分别为 93.1%、89.7% 和 88.9% 均高于 C_{18} 柱使用时的回收率,且能有效去除豆芽中的杂质。

2.3 分离条件的建立

分离条件的优化主要考虑基质的影响、响应值的大小、分离效果以及分离时间。色谱柱选择时,比较了 5 和 10 cm BEH C_{18} 的分离效果。结果发现 10 cm 的 BEH C_{18} 比 5 cm 的 BEH C_{18} 虽然分析时间稍长,但稳定性和线性良好,可能是由于长柱分离效果较好,降低了基质的影响。

在流动相选择上,分别选择了 0.1% 的甲酸溶液、水溶液、和 0.05% 氨水作为水相(A),乙腈作为有机相(B),进行了 UPLC 流动相的选择试验。结果显示,以水溶液做 A 相,6-苄基腺嘌呤峰形较差;以 0.05% 氨水作为 A 相,虽然赤霉素和 4-氯苯氧乙酸的响应最高,但 6-苄基腺嘌呤峰形不如 0.1% 甲酸水作 A 相时尖锐对称,且在高浓度时 6-苄基腺嘌呤定量离子通道出现叉峰。综合上述因素本试验选择 0.1% 甲酸水和乙腈作为方法的流动相,梯度条件洗脱。

2.4 质谱条件的优化

用蠕动泵以 10 $\mu\text{l}/\text{min}$ 向质谱系统分别注入 0.1 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的 6-苄基腺嘌呤、赤霉素及 4-氯苯氧乙酸的标准溶液来确定分析物的最佳质谱条件,包括

选择特征离子对,优化电喷雾电压、碰撞能量等质谱分析条件。

赤霉素和 4-氯苯氧乙酸结构中含有羧基采用负离子扫描模式 $[M-H]^-$,6-苄基腺嘌呤结构含氨基选择正离子扫描模式 $[M+H]^+$,然后对分子离子峰进行子离子扫描,得到主要的子离子,并选择响应值高的子离子进行碰撞能量优化,最终确定多反应监测的离子对及碰撞能量。按试验确定的条件对豆芽样品进行处理,得到其相应的空白图谱和定量限添加图谱,如图 2、3 所示。

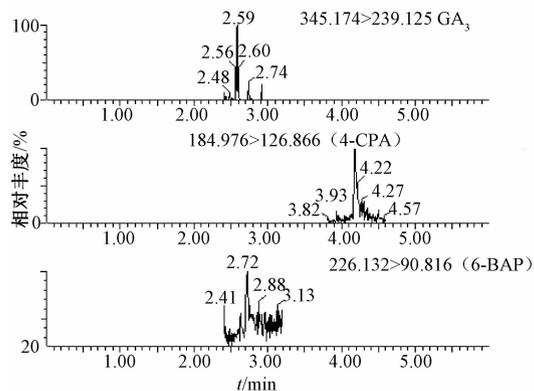


图 2 豆芽空白样品 MRM 色谱图

Figure 2 MRM chromatogram of bean sprout blank sample

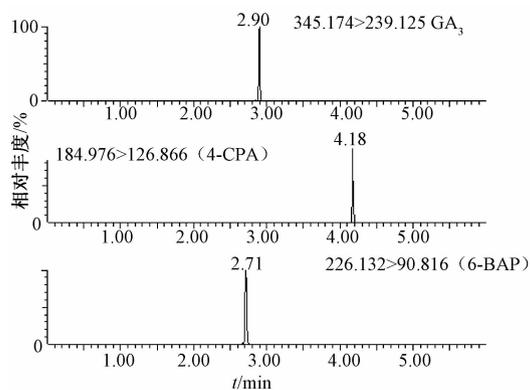


图 3 豆芽样品中添加 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 标准品 MRM 图

Figure 3 MRM chromatogram of bean sprout sample spiked with three standards at the level of 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$

2.5 方法的评价

2.5.1 线性范围、基质效应和定量限

空白基质样品经 1.2.1 样品前处理后,配制 0.1 ~ 20 ng/ml 系列标准溶液,与纯溶剂配制的同等系列标准曲线进行比对来考察方法的基质影响及线性,结果见表 3。虽然 3 种分析物的溶液标准和基质标准均呈良好线性,但斜率相差较大,说明方法基质效应明显,应采用基质标准线性来校正分析物的含量。根据最终样液所代表的试样量,定容体积,进样量和干扰情况,以添加实测法确定本方法定量限(LOQ)为 0.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表3 方法线性方程,相关系数和线性范围

Table 3 Calibration curve, linear ranges and correlation coefficients

分析物	基质	线性方程	r
6-BAP	溶液	$y = 209560x + 8698.05$	0.999 73
	豆芽	$y = 158172x + 9466.71$	0.999 20
GA ₃	溶液	$y = 1800.66x + 32.9226$	0.999 65
	豆芽	$y = 1581.84x + 86.8188$	0.999 42
4-CPA	溶液	$y = 12080.4x + 1197.79$	0.999 62
	豆芽	$y = 7249.33x + 416.024$	0.998 39

2.5.2 方法的回收率和精密度

用不含3种植物生长促进剂的豆芽样品在1、5、10 μg/kg 3个浓度水平进行添加回收率和精密度试验,结果见表4,绿豆芽和黄豆芽中3种目标分析物的平均回收率在70.1%~93.5%之间,RSD在5.01%~9.34%之间。

表4 豆芽中各分析物的回收率和相对标准偏差(n=6)

Table 4 Recoveries and RSDs of analytes in bean sprouts

分析物	添加浓度 (μg/kg)	绿豆芽		黄豆芽	
		平均回 收率/%	RSD /%	平均回 收率/%	RSD /%
6-BAP	1.0	82.2	8.48	80.5	8.64
	5.0	89.6	6.73	84.3	7.13
	10	93.5	5.01	89.7	5.81
GA ₃	1.0	75.1	7.91	72.1	8.02
	5.0	80.5	7.42	79.6	7.55
	10	89.8	6.26	86.2	6.76
4-CPA	1.0	70.1	9.34	70.4	9.23
	5.0	78.9	9.15	74.2	9.04
	10	88.2	7.54	87.1	7.32

2.6 实际样品检测

按本文建立的试验方法对2013年送检的100多批豆芽样品进行测定,检出6-苄基腺嘌呤最多,4-氯苯氧乙酸次之,赤霉素最少。豆芽阳性样品色谱图见图4,6-苄基腺嘌呤和4-氯苯氧乙酸的含量分别为17.8和11.5 μg/kg。

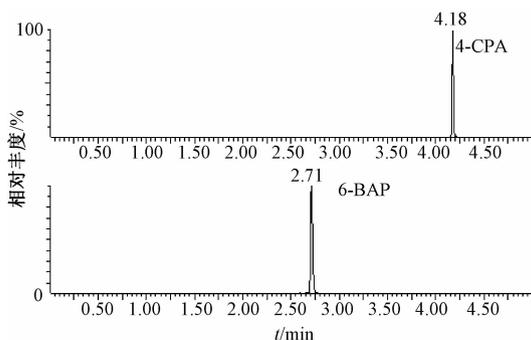


图4 阳性样品MRM色谱图

Figure 4 MRM chromatogram of positive sample

3 小结

本文建立了固相萃取-超高效液相色谱串联质谱法同时测定豆芽中6-苄基腺嘌呤、赤霉素和4-氯

苯氧乙酸的残留量的方法。方法采用乙腈提取目标物,提取液经固相萃取系统净化,串联质谱测定,基质外标法定量。3种分析物的定量限为0.5 μg/kg,满足国内外的限量要求,方法高效快速,回收率高、重现性好。

参考文献

- [1] 沈齐英,吕久琢,潘九堂.植物激素和植物生长调节剂发展现状[J].北京石油化学工业学院学报,2001,9(1):6-8.
- [2] 谢君,张义正.植物内源激素的反相高效液相色谱法测定[J].分析测试学报,2001,20(1):60-62.
- [3] 刘艳琴,王浩,杨红梅,等.高效液相色谱-串联四极杆质谱联用测定水果和蔬菜中赤霉素残留量[J].现代农业科技,2009(16):330-331.
- [4] 马清贵,李春艳.植物生长调节剂的种类及使用注意事项[J].养殖技术顾问,2010(2):66.
- [5] 傅华龙,何天久,吴巧玉.植物生长调节剂的研究与应用[J].生物加工工程,2008,6(4):7-11.
- [6] 金芬,邵华,杨锚,等.国内外几种主要植物生长调节剂残留限量标准比较分析[J].农业质量标准,2007(6):26-27.
- [7] 魏育明,郑有良.内源激素与多小穗小麦幼穗分化持续时间的关系[J].麦类作物学报,2000,20(2):35-38.
- [8] Salih U, Sahriye S, Mustafa K, et al. Determination of endogenous hormones, sugars and mineral nutrition levels during the induction, initiation and differentiation stage and their effects on flower formation in olive[J]. Plant Growth Regul, 2004, 42(1):89-95.
- [9] 颜金良,颜勇卿,王立,等.离子色谱法快速测定豆芽中4-氯苯氧乙酸残留量[J].中国卫生检验杂志,2006,16(10):1207-1208.
- [10] Ge L, Peh C Y C, Yong J W H, et al. Analyses of gibberellins by capillary electrophoresis-mass spectrometry combined with solid-phase extraction[J]. J. Chromatogr A, 2007, 1159(1/2):242-249.
- [11] 北京市质量技术监督局. DB 11/T 379—2006 豆芽中4-氯苯氧乙酸钠、6-苄基腺嘌呤、2,4-滴、赤霉素、福美双残留的测定[S].北京:中国标准出版社,2006.
- [12] 彭姝,张昊,郝正玉,等.豆芽中三种常见激素的高效液相色谱检测法[J].山东农业科学,2010(2):95-98.
- [13] 张莹,鹿毅,杨涛,等.高效液相色谱法测定果蔬中八种植物生长促进剂残留[J].分析科学学报,2012,28(5):629-633.
- [14] 唐根源,吴红京.高效液相色谱法测定食用豆芽中激素物质的含量[J].色谱,1993,11(5):321-323.
- [15] 李小平,蒋经纬,范建中,等.固相萃取 HPLC 法测定豆芽中4-氯苯氧乙酸钠[J].中国卫生检验杂志,2006,16(3):267-269.
- [16] 周建科,徐鹏,杨冬霞,等.固相分散萃取-高效液相色谱法测定番茄酱中的植物生长调节剂[J].中国调味品,2011,36(3):99-101.
- [17] 李小平,陈晓红,姚浔平,等.HPLC法测定豆芽中6-苄基腺嘌呤残留研究[J].中国卫生检验杂志,2005,15(2):149-150,159.
- [18] 浙江省质量技术监督局. DB33/T 625.3—2007 无公害豆芽第3部分:6-苄基腺嘌呤残留量和4-氯苯氧乙酸钠残留量的测定[S].北京:中国标准出版社,2007.
- [19] 谢寒冰,林洪,蒋万枫,等.高效液相色谱-电喷雾质谱联用法检测豆芽中残留的6-苄基腺嘌呤[J].山东农业科学,2008(2):92-94.
- [20] 张莹,鹿毅,杨涛,等.高效液相色谱-串联质谱法测定果蔬中7种植物生长促进剂残留[J].分析测试学报,2012,31(4):442-447.

[21] 柳茵,吴斌,殷耀,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定芽苗类蔬菜及其来源豆类中 4 种非法添加物的残留量[J]. 色谱, 2013,31(1):22-26.

[22] 冯家望,吴洁珊,曹桂云,等. 高效液相色谱-串联质谱法测定食品中对氯苯氧乙酸的残留量[J]. 理化检验化学分册, 2012,48(10):1219-1221.

实验技术与方法

高效液相色谱法测定饮料中 10 种防腐杀菌剂

徐宜宏,金雁,姜玲玲,于丽,赵颖,蒋施,刘瑜,钟钰,李晓东,周建南
(沈阳出入境检验检疫局,辽宁 沈阳 110016)

摘要:目的 建立了同时测定饮料中 10 种防腐杀菌剂的高效液相色谱-二极管阵列检测器(HPLC-DAD)测定方法。方法 样品用甲醇提取,通过 C₈ 固相萃取柱净化,以甲醇-0.02 mol/L 乙酸铵为流动相,经 C₁₈ 反相色谱柱(250 mm × 4.6 mm, 5.0 μm)分离,二极管阵列检测器检测,外标法定量。结果 10 种防腐杀菌剂在 0.1 ~ 10.0 μg/ml 范围内线性关系良好($r \geq 0.995 1$),检出限为 0.25 ~ 1.0 μg/ml ($S/N = 10$),10 种防腐杀菌剂在两种饮料基质(果汁饮料、碳酸饮料)中添加 3 个水平的样品中的回收率 74.1% ~ 94.1%;相对标准偏差为 5.3% ~ 15.1%。结论 该方法操作简单、快速、检出限低,满足国内外对饮料类食品中上述 10 种防腐杀菌剂的限量要求,适用于饮料中 10 种防腐杀菌剂的检测。

关键词:固相萃取; 高效液相色谱; 防腐剂; 饮料; 食品安全

中图分类号:R155.5;TS254;TS273 文献标志码:A 文章编号:1004-8456(2014)05-0445-04

DOI:10.13590/j.cjfh.2014.05.009

Simultaneous determination of 10 preservatives and bactericides in drinks using high performance liquid chromatography

XU Yi-hong, JIN Yan, JIANG Ling-ling, YU Li, ZHAO Ying, JIANG Shi, LIU Yu, ZHONG Yu, LI Xiao-dong, ZHOU Jian-nan

(Shenyang Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Liaoning Shenyang 110016, China)

Abstract: Objective A method was developed for the determination of 10 preservatives and bactericides in drinks by HPLC-DAD. **Methods** The samples were extracted by methanol and purified by solid phase extraction with a C₈ SPE column. The analytes were separated on a C₁₈ column, eluted by a gradient elution with 0.02 mol/L ammonium acetate buffer and methanol, detected by diode array detector, and quantified by external standard method. **Results** The calibration curve was linear within the concentration range of 0.1-10.0 μg/mL ($r \geq 0.995 1$). The lower limit of detection in drink was 0.25-1.0 μg/ml ($S/N = 10$). The relative recoveries of 10 preservatives-bactericides in fruit juice drinks and carbonated drinks with 3 spiked levels were 74.1% -94.1%, and relative standard deviations (RSD) were 5.3% -15.1%. **Conclusion** The method was simple, fast, low detection limit, meet for drinks foods at home and abroad in the above 10 kinds of antiseptic fungicide limited requirements, applicable to 10 kinds of preservatives and bactericides in drinks.

Key words: Solid phase extract; high performance liquid chromatography; preservatives; drinks; food safety

近年来,防腐杀菌剂被广泛应用于各种水果储藏运输及饮料的生产加工中,但是过量使用食品保鲜剂及非法添加剂导致的大量残留会对人体

健康造成损害。因此,中国、加拿大、欧盟等国家和国际组织对食品中防腐杀菌剂的使用制定了添加限量^[1]。目前,食品中邻苯基苯酚的检测方法已有行标方法^[2],而食品中苯氧乙醇、对氯间二甲苯酚、水杨酸、间甲酚、邻苯基苯酚等防腐杀菌剂的检测方法也有文献^[3-10]报道,但这些检测方法大多都是针对单一目标物的检测,能够同时测定食品中多组分的方法较少。对饮料等食品中苯氧乙醇、对氯间二甲苯酚、三氯羟基二苯醚、联苯醚、

收稿日期:2014-06-09

基金项目:国家质检总局科技计划项目(2011HK215,2014IK129);

“十二五”国家科技支撑计划项目(2011BAK10B04-9)

作者简介:徐宜宏 女 工程师 研究方向为食品中有毒有害物质残留

E-mail: daicybear1101@163.com