

QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法检测 食用植物油中的 5 种抗氧化剂

王凤丽*, 王东旭, 王新财, 杨帆, 王艳艳, 冯秋芳

(湖州市食品药品检验研究院, 湖州 313000)

摘要: 目的 采用基于增强型脂质去除吸附剂(enhanced matrix removal lipid, EMR-lipid)的 QuEChERS 净化技术, 建立超高效液相色谱-串联质谱法(ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS)同时检测食用植物油中叔丁基对羟基茴香醚(butyl hydroxyanisole, BHA)、叔丁基对苯二酚(tert-butyl hydroquinone, TBHQ)、2,4,5-三羟基苯丁酮(2,4,5-trihydroxybutyrophenone, THBP)、没食子酸丙酯(propyl gallate, PG)、2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚(2,6-di-tert-butyl-4-hydroxymethylphenol, Ionox-100) 5 种合成抗氧化剂的检测方法。**方法** 样品经乙腈提取和 EMR-Lipid 除脂净化, C₁₈ 色谱柱分离, 采用乙腈和水作为流动相梯度洗脱, 质谱电喷雾和多反应监测模式(multiple reaction monitoring, MRM)进行检测分析。**结果** 5 种抗氧化剂在 0.05~5.00 µg/mL 范围内线性关系良好($r \geq 0.993$), 检出限为 0.01~0.08 mg/kg。在 0.2、1.0、5.0 mg/kg 3 个不同浓度加标水平的平均回收率为 82.5%~103.6%, 相对标准偏差为 1.7%~6.8% ($n=6$)。**结论** 本方法前处理简单快速、净化效果好, 适用于植物油中 BHA、TBHQ、THBP、PG 和 Ionox-100 合成抗氧化剂的检测。

关键词: QuEChERS; 基于增强型脂质去除吸附剂; 超高效液相色谱-串联质谱法; 植物油; 抗氧化剂

Determination of 5 kinds of antioxidants in edible vegetable oils by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Feng-Li*, WANG Dong-Xu, WANG Xin-Cai, YANG Fan, WANG Yan-Yan, FENG Qiu-Fang

(Huzhou Institute for Food and Drug Control, Huzhou 313000, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of 5 kinds of synthetic antioxidants including butyl hydroxyanisole (BHA), tert-butyl hydroquinone (TBHQ), 2,4,5-trihydroxybutyrophenone (THBP), propyl gallate (PG), 2,6-di-tert-butyl-4-hydroxymethylphenol (Ionox-100) by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) with QuEChERS purification technology based on enhanced matrix removal lipid (EMR-lipid). **Methods** Samples were extracted by acetonitrile, purified by EMR-lipid, separated on a C₁₈ column by gradient elution with acetonitrile-water as mobile phase, and detected by multiple reaction monitoring mode (MRM) with electrospray ionization. **Results** Five kinds of antioxidants had good linear relationships ($r \geq 0.993$) in the range of 0.05–5.00 µg/mL, the limits of detection were 0.01–0.08 mg/kg. The average recoveries at 3 spiked levels of 0.2, 1.0

基金项目: 浙江省市场监督管理局科研计划项目(20200124)

Fund: Supported by the Scientific Research Project of Zhejiang Administration for Market Regulation (20200124)

*通信作者: 王凤丽, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。E-mail: wfl_hsyj@163.com

*Corresponding author: WANG Feng-Li, Master, Engineer, Huzhou Institute for Food and Drug Control, Huzhou 313000, China. E-mail: wfl_hsyj@163.com

and 5.0 mg/kg were 82.5%–103.6%, and the relative standard deviations were 1.7%–6.8% ($n=6$). **Conclusions** This method is simple, rapid and has good purification effect, which is suitable for the determination of BHA、TBHQ、THBP、PG and Ionox-100 in vegetable oils.

KEY WORDS: QuEChERS; enhanced matrix removal lipid; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; vegetable oils; antioxidant

0 引言

食用油脂在加工、贮存、使用过程中极易受到光、热、酶、金属离子等作用而发生氧化酸败变质,特别是富含不饱和脂肪酸的植物油更易发生氧化酸败^[1]。合成抗氧化剂由于抗氧化效果好、价格低廉,被广泛应用于食用油加工中,最常用的苯酚类人工合成氧化剂为没食子酸丙酯(propyl gallate, PG)、2,4,5-三羟基苯丁酮(2,4,5-trihydroxy butyrophenone, THBP)、叔丁基对苯二酚(*tert*-butyl hydroquinone, TBHQ)、叔丁基对羟基茴香醚(*butylated hydroxyanisole*, BHA)、2,6-二叔丁基-4-羟甲基苯酚(2,6-di-*tert*-butyl-4-hydroxymethylphenol, Ionox-100)等^[2-5]。相关研究表明,合成抗氧化剂具有一定的毒性和致癌作用,如TBHQ能导致DNA损伤^[6]。我国GB 2760—2014《食品安全国家标准 食品添加剂限量标准》中对部分抗氧化剂在植物油中的最大使用限量做出了明确规定。目前,油脂抗氧化剂的检测方法主要有液相色谱法^[7-9]、气相色谱-质谱法^[10-11]和液相色谱-质谱法^[12-13]。由于植物油中脂肪含量较高,除脂净化是关键,常见前处理方法有固相萃取法^[14-15]、液液萃取法^[16]、凝胶色谱法^[17-18]、QuEChERS法^[19-21]等。其中固相萃取法操作较烦琐,液液萃取法和凝胶色谱法有机试剂消耗量大^[22-23]。基于增强型脂质去除吸附剂(*enhanced matrix removal lipid*, EMR-lipid)是一种根据油脂类成分及大多数目标分析物结构特点设计的增强型脂质去除净化剂^[24-26],具有出色的基质净化效果,能够高选择性、高效去除脂质。基于EMR-lipid的QuEChERS技术已应用于含脂量较高的动物源食品中有害物质分析的样品前处理^[27-30]。有研究者将此技术应用于植物油中农药多残留检测前处理,取得了较好的净化效果^[31],而将其应用于植物油中抗氧化剂检测分析的研究鲜少见报道。本研究采用以EMR-lipid为除脂吸附剂的QuEChERS方法,结合超高效液相色谱-串联质谱法(*ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry*, UPLC-MS/MS),建立了植物油中5种抗氧化剂的检测方法,以期为植物油中合成抗氧化剂的检测提供技术支持。

1 材料与amp;方法

1.1 主要仪器

Waters ACQUITY UPLC-TQD 超高效液相色谱-串联质谱仪、Waters ACQUITY UPLC™ BEH C₁₈ 色谱柱(100 mm×

2.1 mm, 1.7 μm)(美国 Waters 公司); Allegra X-12R 低温高速离心机(美国贝克曼公司); IKA-MS3 涡旋混合器(德国 IKA 公司); BS224S 电子天平(德国赛多利斯公司); Millipore 超纯水机(美国 Millipore 公司)。

1.2 主要材料与试剂

5种抗氧化剂标准品: TBHQ、BHA、PG、THBP、Ionox-100(纯度均大于95%,美国 BePure 公司); 甲醇、乙腈、甲酸(色谱纯,美国 Thermo Fisher Scientific 公司); EMR-Lipid QuEChERS 吸附剂(美国 Agilent 公司); C₁₈ 粉、N-丙基乙二胺(*primary secondary amine*, PSA)(月旭科技股份有限公司); 实验用水为 Milli-Q 超纯水; 其他试剂均为分析纯(上海麦克林生化试剂有限公司)。

样品为市售植物油(含菜籽油、大豆油、花生油等)。

1.3 实验方法

1.3.1 标准溶液的配制

分别准确称取5种抗氧化剂标准品,用甲醇溶解定容,配制成1.0 mg/mL的标准储备液,4℃下避光保存。分别取上述标准储备液适量,用流动相逐级稀释配制成质量浓度为0.05、0.10、0.50、1.00和5.00 μg/mL标准溶液,作为混合标准系列工作溶液。

1.3.2 样品前处理

称取1.00 g植物油于15 mL离心管中,加入5 mL乙腈,涡旋2 min,超声提取10 min,4℃,6000 r/min离心5 min。移取4 mL乙腈层到装有0.5 g EMR-lipid净化管中(预先用2 mL水活化),涡旋2 min,6000 r/min离心5 min。取净化液至15 mL离心管中,加入0.5 g无水硫酸镁,涡旋1 min,6000 r/min离心5 min。取2 mL净化液于40℃下氮吹至干,加入1.0 mL 20%乙腈水溶液(V:V)复溶,过0.22 μm滤膜,供UPLC-MS/MS测定。

1.3.3 色谱条件

色谱柱为 Waters ACQUITY UPLC™ BEH C₁₈ 色谱柱(100 mm×2.1 mm, 1.7 μm); 进样量5 μL; 柱温35℃; 流动相为超纯水(A)和乙腈(B); 流速0.3 mL/min; 采用梯度洗脱,洗脱程序为0~0.5 min 20% B, 0.5~2.0 min 20%~50% B, 2.0~4.0 min 50%~90% B, 4.0~6.0 min 90% B, 6.0~6.5 min 90%~20% B, 6.5~8.5 min 20% B。

1.3.4 质谱条件

离子源:电喷雾负离子模式(*electrospray ionization*, ESI⁻); 检测方式:多反应监测(*multiple reaction monitoring*, MRM); 毛细管电压:3.5 kV; 去溶剂温度:350℃; 雾化器流速:13.5 L/min。各化合物质谱参数见表1。

表 1 5 种抗氧化剂的 MRM 参数

Table 1 MRM parameters of 5 kinds of antioxidant

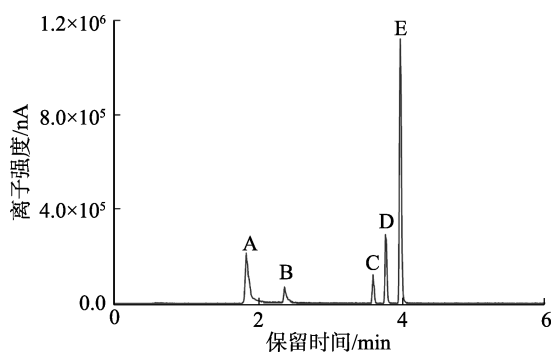
化合物	离子对(m/z)	定量离子对(m/z)	锥孔电压/V	碰撞能量/V
TBHQ	164.0>149.1	164.0>149.1	45	20
	164.0>108.0			26
	179.0>164.1			15
BHA	179.0>149.1	179.0>164.1	40	25
	211.0>169.0			18
PG	211.0>124.0	211.0>124.0	45	25
	195.2>151.2			20
THBP	195.2>125.0	195.2>125.0	40	18
	235.1>217.2			20
Ionox-100	235.1>160.1	235.1>217.2	45	26

2 结果与分析

2.1 色谱质谱条件的优化

在 ESI 负离子扫描模式下对 5 种抗氧化剂分别进行一级质谱全扫描, 再对其子离子全扫描。每个目标物选择 2 对响应值较高的特征离子对作为定量及定性离子对, 根据离子丰度调节锥孔电压和碰撞电压, 获得优化的质谱条件。各化合物相关质谱参数见表 1。

本研究对比了 3 种不同流动相(乙腈-水、乙腈-0.1%甲酸溶液和乙腈-5 mmol/L 甲酸铵溶液)对 5 种抗氧化剂的色谱峰型和响应影响。结果表明, 乙腈-0.1%甲酸溶液体系下, 各化合物的响应较低; 乙腈-5 mmol/L 甲酸铵溶液体系下, 各化合物色谱峰拖尾现象严重; 而在乙腈-水体系下, 各个化合物色谱峰的峰型和响应较佳。因此, 本研究采用乙腈和超纯水作为流动相。图 1 为空白植物油基质加标样品中各化合物的总离子流色谱图。



注: A: PG; B: THBP; C: TBHQ; D: BHA; E: Ionox-100。

图 1 空白植物油基质加标样品中各化合物的总离子流色谱图 (1.0 mg/kg)

Fig.1 Total ion flow chromatogram of each compound in blank oil matrix spiked sample (1.0 mg/kg)

2.2 净化条件的选择

适宜的 QuEChERS 净化剂是基质干扰去除的关键。本研究考察了 3 种不同净化剂组合 (PSA+MgSO₄、C₁₈+MgSO₄ 和 EMR-lipid+MgSO₄)对植物油加标样品净化

处理后的回收率影响。结果显示 PSA 对 PG、THBP 均有较强的吸附作用, 回收率均不足 30%; C₁₈+MgSO₄ 对大部分抗氧化剂的回收率范围为 78.2%~90.3%, 而对 PG 有较强吸附, 回收率不足 35%; 使用 EMR-lipid+MgSO₄ 净化时, 5 种抗氧化剂的回收率分别在 86.5%~98.2% ($n=3$) 范围。因此, 使用 EMR-lipid+MgSO₄ 净化时的回收率效果更佳。3 种不同净化剂组合对植物油加标样品净化处理后的回收率效果见图 2。

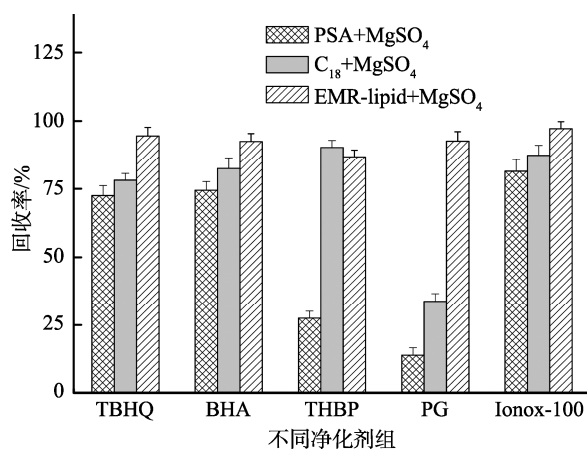


图 2 不同净化剂组对 5 种抗氧化剂的回收率 ($n=3$)

Fig.2 Recoveries of 5 kinds of antioxidants purified by different adsorbent ($n=3$)

本研究考察了不同用量 EMR-lipid 净化剂对 5 种抗氧化剂净化效果的影响。取 4 mL 空白植物油提取液分别加入 100、250、500、750、1000 mg EMR-lipid, 净化后经无水 MgSO₄ 脱水处理得到基质溶液。以基质标准溶液和溶剂标准溶液的目标物峰面积比值, 即基质效应 (matrix effect, ME) 作为评价不同用量净化剂对抗氧化剂的净化效果。ME 值越接近于 1, 表明化合物响应受基质干扰越低。实验结果表明, 净化剂加入量为 100 和 250 mg 时, 各化合物的 ME 值均小于 78%, 基质效应较大; 当加入至 500 mg 及以上时, 各化合物的 ME 值稳定在 87.6%~102.8% 范围。因此选择 EMR-lipid 净化剂用量为 500 mg。

2.3 线性关系和检出限

配制混合标准系列工作液,质量浓度分别为0.05~5.00 μg/mL的系列混合标准工作溶液,在优化后的仪器参数条件下进行测定,各化合物的标准曲线见表2。结果表明,各抗氧化剂在0.05~5.00 μg/mL范围内的相关系数(r)均大于等于0.993,线性关系良好。

采用加标浓度为0.2 mg/kg的加标样品,经样品处理,进行灵敏度测定,计算得到检出限(limits of detection, LODs) ($S/N=3$),结果表明5种抗氧化剂的检出限为0.01~0.08 mg/kg,方法灵敏度高。

表2 5种抗氧化剂的回归方程、线性范围、相关系数和检出限
Table 2 Regression equations, linear ranges, correlation coefficients and limits of detection of 5 kinds of antioxidants

化合物	回归方程	相关系数	检出限/(mg/kg)
TBHQ	$Y=1745.9X+110.3$	0.995	0.04
BHA	$Y=4329.0X+297.4$	0.994	0.02
THBP	$Y=2073.6X-120.4$	0.995	0.08
PG	$Y=49780.3X-1588.6$	0.998	0.02
Ionox-100	$Y=30513.9X+6058.9$	0.993	0.01

2.4 添加回收率和精密度

分别对空白菜籽油、花生油和大豆油样品进行3个不同加标水平的加标实验,每个水平进行6次重复性实验,平均回收率和相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs)见表3。数据结果表明,5种抗氧化剂在菜籽油中的回收率为82.5%~97.6%,RSDs为2.2%~6.8%;大豆油中回收率为83.9%~103.6%,RSDs为1.7%~6.3%;花生油中回收率为84.2%~101.8%,RSDs为1.8%~5.7%,方法精密度好。

2.5 实际样品检测

采用本实验方法对24批次市售菜籽油、大豆油和花生油等进行测定。检测结果发现,有5批次植物油中检出有抗氧化剂,其中BHA检出1批次,含量为16.2 mg/kg; PG检出1批次,含量为0.08 mg/kg; TBHQ检出3批次,含量为8.0~54.0 mg/kg,含量均低于GB 2760—2014限量标准。

3 结论

本研究建立了QuEChERS-EMR-lipid结合UPLC-MS/MS同时测定食用植物油中5种合成抗氧化剂的检测方法。该方法操作简便、快捷、节省溶剂、除脂净化效果好、检测结果可靠,适用于植物油中BHA、TBHQ、THBP、PG和Ionox-100抗氧化剂的检测分析。

表3 不同基质中5种抗氧化剂回收率及相对标准偏差($n=6$)
Table 3 Recoveries and RSDs of 5 kinds of antioxidants in different matrixs ($n=6$)

抗氧化剂	添加水平/(mg/kg)	菜籽油		大豆油		花生油	
		回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%	回收率/%	RSDs/%
BHA	0.2	83.7	3.4	84.2	2.7	87.6	3.2
	1.0	85.1	4.7	86.8	3.3	85.3	5.1
	5.0	82.6	2.5	85.7	3.8	84.2	3.8
TBHQ	0.2	85.8	5.3	88.7	4.9	86.8	4.6
	1.0	90.3	6.5	92.6	6.3	91.5	5.5
	5.0	88.6	5.9	87.5	5.2	87.9	5.7
PG	0.2	90.4	4.2	94.7	3.3	96.7	2.8
	1.0	89.7	6.8	92.4	6.2	93.4	4.7
	5.0	91.3	5.6	91.8	4.5	91.8	5.3
THBP	0.2	82.5	5.3	83.9	2.9	85.6	3.5
	1.0	84.7	6.4	87.8	4.3	87.2	2.8
	5.0	83.2	2.2	85.3	5.8	88.7	4.6
Ionox-100	0.2	97.6	2.8	103.6	1.7	101.8	2.3
	1.0	93.4	4.3	96.2	3.4	98.6	1.8
	5.0	95.8	3.1	97.8	2.7	97.5	3.3

参考文献

- [1] 常馨月, 陈程莉, 龚娣, 等. 天然抗氧化剂抑制油脂氧化的研究进展[J]. 中国油脂, 2020, 45(4): 46–50.
CHANG XY, CHEN CL, GONG D, *et al.* Research progress of natural antioxidants inhibiting oil oxidation [J]. China Oils Fats, 2020, 45(4): 46–50.
- [2] 肖菁, 吴卫国, 彭思敏. 食用油抗氧化剂及其安全性研究进展[J]. 粮食与油脂, 2021, 34(9): 10–17.
XIAO J, WU WG, PENG SM. Research progress of edible oil antioxidant and its safety [J]. J Cere Oils, 2021, 34(9): 10–17.
- [3] 张乐. 食用油的质量安全与检测方法研究[J]. 食品安全导刊, 2020, (35): 42–43.
ZHANG L. Study on quality safety and detection methods of edible oil [J]. China Food Saf Magaz, 2020, (35): 42–43.
- [4] 王丹. 天然抗氧化剂的作用机制及其在食用油脂储存中的研究进展[J]. 现代食品, 2020, (9): 65–67.
WANG D. Mechanism of natural antioxidants and its research progress in edible oil storage [J]. Mod Food, 2020, (9): 65–67.
- [5] 姚强. 食用油脂中合成抗氧化剂的检测分析研究进展[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(15): 5104–5110.
YAO Q. Research progress in detection and analysis of synthetic antioxidants in edible oils [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(15): 5104–5110.
- [6] KASHANIAN S, EZZATI-NAZHAD-DOLATABADI J. DNA binding studies of 2-tert-butylhydroquinone (TBHQ) food additive [J]. Food Chem, 2009, 116(3): 743–747.
- [7] 蔡发, 段小娟, 牟志春, 等. 高效液相色谱法同时测定食品中的 12 种抗氧化剂[J]. 食品科学, 2010, 31(8): 207–211.
CAI F, DUAN XJ, MU ZC, *et al.* Simultaneous determination of 12 antioxidants in foods by high-performance liquid chromatography [J]. Food Sci, 2010, 31(8): 207–211.
- [8] LIANG RY, HU YL, LI GK. Monodisperse pillararene-based polymeric sub-microsphere for on-line extraction coupling with high-performance liquid chromatography to determine antioxidants in the migration of food contact materials [J]. J Chromatogr A, 2020, 1625: 461276–461284.
- [9] 赵慧男, 张艳侠, 薛霞, 等. 高效液相色谱法分析植物油中 9 种抗氧化剂[J]. 色谱, 2020, 38(7): 841–846.
ZHAO HN, ZHANG YX, XUE X, *et al.* Analysis of 9 antioxidants in vegetable oil by high performance liquid chromatography [J]. Chin J Chromatogr, 2020, 38(7): 841–846.
- [10] 舒平, 杨卫花, 徐幸. 气相色谱-三重四极杆质谱联用法测定核桃油中酚类抗氧化剂的不确定度评估[J]. 食品科学, 2016, 37(6): 194–198.
SHU P, YANG WH, XU X. Evaluation of uncertainties in determination of phenolic antioxidants in walnut oil by gas chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. Food Sci, 2016, 37(6): 194–198.
- [11] 孙田垒, 高雷, 赵善仓, 等. 气相色谱-串联质谱法测定植物油中抗氧化剂丁基羟基茴香醚、2,6-二叔丁基对甲酚的不确定度评定[J]. 中国食品添加剂, 2020, 31(7): 131–136.
SUN TL, GAO L, ZHAO SC, *et al.* Evaluation on the uncertainty in determination of butyl hydroxyanisole and 2,6-di-tert-butyl-p-cresol in vegetable oil by gas chromatography-mass spectrometry [J]. China Food Addit, 2020, 31(7): 131–136.
- [12] 张勋, 刘韬, 吴连鹏, 等. 高效液相色谱-串联质谱法测定多种食品中 7 种酚类抗氧化剂和对羟基苯甲酸酯类防腐剂[J]. 食品与发酵工业, 2016, 42(11): 206–211.
ZHANG X, LIU T, WU LP, *et al.* Determination of seven phenolic antioxidants and of p-hydroxybenzoate antiseptics in various foods by LC-MS/MS method [J]. Food Ferment Ind, 2016, 42(11): 206–211.
- [13] 张艳侠, 赵慧男, 孙珊珊, 等. 通过式 SPE-UPLC-MS/MS 测定植物油中的 9 种酚类抗氧化剂[J]. 食品科学, 2021, 42(10): 322–329.
ZHANG YX, ZHAO HN, SUN SS, *et al.* Simultaneous determination of nine phenolic antioxidants in vegetable oil by pass-through solid phase extraction cleanup and ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Sci, 2021, 42(10): 322–329.
- [14] 张璐, 孔祥虹, 李建华, 等. 固相萃取-超高效液相色谱-电喷雾串联质谱法同时测定食品中 13 种抗氧化剂[J]. 分析实验室, 2014, 33(1): 43–47.
ZHANG L, KONG XH, LI JH, *et al.* Simultaneous determination of 13 antioxidants in foodstuffs by solid phase extraction and ultra performance liquid chromatography-electrospray ionization tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Lab, 2014, 33(1): 43–47.
- [15] JOAQUIN HF, ERIKA R. Determination of phenolic antioxidants additives in industrial wastewater from polypropylene production using solid phase extraction with high-performance liquid chromatography [J]. J Chromatogr A, 2019, 1607: 460442–460448.
- [16] 谢强胜, 张媛媛, 李启艳, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定鱼油软胶囊中的合成抗氧化剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2016, 7(7): 2846–2851.
XIE QS, ZHANG YY, LI QY, *et al.* Determination of synthetic antioxidants in fish oil soft capsules by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2016, 7(7): 2846–2851.
- [17] 朱晓玲, 刘杰, 范志勇, 等. 凝胶渗透色谱-高效液相色谱法同时测定食用油中 BaP、BHA、BHT、TBHQ、DBP、DEHP[J]. 食品科学, 2013, 34(24): 258–262.
ZHU XL, LIU J, FAN ZY, *et al.* Determination of BaP, BHA, BHT, TBHQ, DBP and DEHP in edible oil by gel permeation chromatography and high performance liquid chromatography [J]. Food Sci, 2013, 34(24): 258–262.
- [18] 吴丽华. 凝胶色谱-气相色谱法检测食用植物油中抗氧化剂 BHA、BHT 和 TBHQ[J]. 粮食与食品工业, 2015, 22(3): 89–93.
WU LH. Determination on antioxidant BHA, BHT and TBHQ in edible vegetable oil by GC based on GPC purification [J]. Cere Food Ind, 2015, 22(3): 89–93.
- [19] 李艳美, 粟有志, 李芳, 等. QuEChERS 前处理高效液相色谱法同时测定酵母产品中 7 种合成酚类抗氧化剂[J]. 食品与发酵工业, 2017, 43(5): 198–202.
LI YM, LI YZ, LI F, *et al.* Simultaneous determination of 7 synthetic phenolic antioxidants in yeast products using QuEChERS sample preparation and high performance liquid chromatography [J]. Food Ferment Ind, 2017, 43(5): 198–202.
- [20] 陈果, 毛红. QuEChERS-高效液相色谱法快速检测食用油中 4 种抗氧化剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(21): 5587–5591.
CHEN G, MAO H. Rapid detection of 4 kinds of antioxidants in edible oils by QuEChERS method coupled with high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2018, 9(21): 5587–5591.
- [21] 郑鸿涛, 刘子雄, 魏荣, 等. QuEChERS 净化-气相色谱-质谱法测定食

- 用植物油中4种合成抗氧化剂[J]. 食品与机械, 2021, 37(3): 64-69.
- ZHENG HT, LIU ZX, WEI R, *et al.* Determination of four synthetic antioxidants in edible vegetable oil by QuEChERS purification gas chromatography-mass spectrometry [J]. Food Mach, 2021, 37(3): 64-69.
- [22] 刘杨, 申孟, 杨宏苗, 等. 食品中抗氧化剂检测技术的研究进展[J]. 粮食与油脂, 2020, 33(3): 25-27.
- LIU Y, SHEN M, YANG HM, *et al.* Research progress of antioxidant detection technology in food [J]. J Cere Oils, 2020, 33(3): 25-27.
- [23] 严玲, 毛琼丽, 石豪, 等. 高效液相色谱分析样品处理技术进展[J]. 化学分析计量, 2022, 31(1): 93-99.
- YAN L, MAO QL, SHI H, *et al.* Progress in sample processing technology of high performance liquid chromatography [J]. Chem Anal Metrol, 2022, 31(1): 93-99.
- [24] 黄宇锋, 温少楷, 王莉洗, 等. 分散固相萃取-增强型去除脂质技术结合超高效液相色谱-串联质谱法测定塑料包装烘焙食品中12种抗氧化剂和紫外吸收剂[J]. 分析化学, 2020, 48(7): 937-945.
- HUANG YF, WEN SK, WANG LX, *et al.* Determination of 12 kinds of antioxidants and ultraviolet absorbers in plastic packaging baked foods by QuEChERS enhanced matrix removal-lipid combined with ultra-high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Anal Chem, 2020, 48(7): 937-945.
- [25] 张昊, 蒋晓宏, 霍宗利. 基于 Captiva EMR-Lipid 净化的婴儿配方乳粉中氯酸盐和高氯酸盐的离子色谱-串联质谱测定[J]. 食品科学, 2021, 42(12): 315-321.
- ZHANG H, JIANG XX, HUO ZL. Determination of chlorate and perchlorate in infant formula powder by ion chromatography coupled with tandem mass spectrometry based on captiva EMR-lipid clean-up [J]. Food Sci, 2021, 42(12): 315-321.
- [26] HUANG YS, LI C, HU HY, *et al.* Simultaneous determination of acrylamide and 5-hydroxymethylfurfural in heat-processed foods employing enhanced matrix removal-lipid as a new dispersive solid-phase extraction sorbent followed by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Agric Food Chem, 2019, 67(17): 5017-5025.
- [27] LINGHU Z, KARIM F, TAGHVAEI M, *et al.* Determination of heterocyclic amines in meat matrices using enhanced matrix removal-lipid extraction and liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Sci, 2019, 84(7): 1992-2002.
- [28] 张崇威, 吴志明, 李华岑, 等. Captiva EMR-lipid 固相萃取/超高效液相色谱-串联质谱法快速筛查动物源食品中51种药物残留[J]. 分析测试学报, 2020, 39(2): 174-181.
- ZHANG CW, WU ZM, LI HC, *et al.* Rapid screening of 51 drug residues in animal products by captiva EMR-lipid solid phase extraction/ultra-performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2020, 39(2): 174-181.
- [29] 夏宝林, 严秋钊, 杨娜, 等. 增强型除脂固相萃取技术结合超高效液相色谱-串联质谱法测定动物源性食品中五氯酚残留量[J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(14): 4698-4705.
- XIA BL, YAN QF, YANG N, *et al.* Determination of pentachlorophenol residue in animal-origin foods by EMR-Lipid-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2019, 10(14): 4698-4705.
- [30] SUN DD, JIN Y, ZHAO QY, *et al.* Modified EMR-lipid method combined with HPLC-MS/MS to determine folates in egg yolks from laying hens supplemented with different amounts of folic acid [J]. Food Chem, 2021, 337: 127767-127776.
- [31] 汪春明, 张洋, 王东斌, 等. 固相萃取-气相色谱-串联质谱法测定大豆油中126种农药残留[J]. 农药学报, 2021, 23(2): 405-413.
- WANG CM, ZHANG Y, WANG DB, *et al.* Determination of 126 pesticides residues in soybean oil by solid phase extraction-gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chin J Pestic Sci, 2021, 23(2): 405-413.

(责任编辑: 韩晓红 郑 丽)

作者简介



王凤丽, 硕士, 工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。
E-mail: wfl_hsyj@163.com