

QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时测定油料和植物油中77种农药残留量

花锦^{1*}, 张小燕², 杜利君¹

(1. 山西出入境检验检疫局检验检疫技术中心, 太原 030024; 2. 太原市标准计量质检院, 太原 030006)

摘要: **目的** 建立油料和植物油中77种农药的QuEChERS-超高效液相色谱串联质谱检测方法。**方法** 采用QuEChERS, 用乙腈超声提取, 经PSA、C₁₈基质分散净化, 以0.1%甲酸/乙腈溶液进行梯度洗脱, 采用电离喷雾电离方式(ESI⁺), 通过多反应监测(MRM)定量。**结果** 该法测定时间短, 均在10 min内出峰, 线性关系良好, 相关系数 r 均达到0.99, 回收率在60.2%~99.8%之间, 相对标准偏差(RSD)均小于8%。**结论** 该法快速、简便、精确度高、准确度高, 对油料及植物油中多类型农药残留具有普遍适用性。

关键词: QuEChERS; 油料; 植物油; 农药残留; 高效液相色谱-串联质谱法

Simultaneous determination of 77 pesticides in oil plants and plant oil by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with QuEChERS

HUA Jin^{1*}, ZHANG Xiao-Yan², DU Li-Jun¹

(1. Technical Center of Shanxi Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Taiyuan 030024, China;
2. Taiyuan Institute of Quality Inspection Standards and Metrology, Taiyuan 030006, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the rapid determination of 77 kinds of pesticide residues in oil plants and plant oils by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS). **Methods** Samples were extracted by QuEChERS with acetonitrile, and purified with PSA+C₁₈ cartridge. A gradient system of a mixture of 0.1% formic acid and acetonitrile with multi-reaction monitoring (MRM) were adopted for quantitative determination. **Results** Seventy-seven kinds of pesticide residues could be detected within 10 min, the correlation rate (r) was more than 0.99, and the average recoveries ranged from 60.2% to 99.8% with relative standard deviation (RSD) less than 8%. **Conclusion** This method is rapid, simple, sensitive and accurate, which is suitable for identification and quantification of multiple pesticide residues in oil plants and plant oils.

KEY WORDS: QuEChERS; oil plants; plant oil; pesticide residues; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry

基金项目: 检验检疫行业标准 (2012B131)

Fund: Supported by Inspection and Standards (2012B131)

*通讯作者: 花锦, 工程师, 主要研究方向为食品与化妆品检测。E-mail: hua-jin1986@163.com

*Corresponding author: HUA Jin, Engineer, Shanxi Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Taiyuan 030024. E-mail: hua-jin1986@163.com

1 引言

世界粮食生产每年因虫害损失 14%，病害损失 11%，鼠害损失 20%，而化学农药防治可挽回 15%~30% 的产量损失^[1]。我国是油料的生产大国，且中国油料作物的进口量占世界第一位^[2]。这些油料作物在生长过程中易受到多种病虫害的侵袭，如大豆根腐病、花叶病、线虫^[3]、蚜虫^[4]、花生的叶斑病、锈病^[5]等，施用农药是防治这些病虫害最有效的手段。

许多国家和组织都规定了农药在油料及植物油中的最低残留量^[6]，我国从 20 世纪 90 年代初，开始研究制定农药在油料中检测方法，比较落后，涉及农药检测种类也相对较少。我国油料农药残留分析前处理多采用浸泡振荡、超声波提取和液-液分配、柱层析等传统方法^[7-13]，存在提取效率低，净化不彻底的问题，导致检测结果精密度偏低^[14]。

本文采用 QuEChERS 净化，超高效液相色谱串联质谱法(UPLC-MS/MS)测定。在优化好的提取和净化条件下，可同时快速地检测油料及植物油中多农药残留量。该方法具有快速、简便、实用、安全、回收率高、精确度高、准确度高等优点，对油料及植物油中多类型农药残留有普遍适用性；该方法可大大提高现行农药检测的水平和速度，对于完善我国油料及植物油卫生标准体系起到重要的作用；对促进进出口贸易的顺利进行有着重要的现实意义，并且本方法可有效地减少环境破坏，控制农药残留，保证人类健康。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

ACQUITY Ultra Performance LCTM 超高效液相色谱仪(美国 Waters 公司); TQD 串联四极杆质谱仪(美国 Waters 公司), HC-3518 型离心机(安徽中科), 涡旋混合器 TALBOYS Advanced Vortex Mixer; KQ-500DB 型超声波(成都康宇科技有限公司)。

77 种农药标准物质(德国 Dr.Ehrenstorfer 公司); 甲醇、乙腈(美国 fisher 公司); 甲酸(天津科密欧有限公司); 实验用水均为蒸馏水。

2.2 实验方法

2.2.1 提取方法

称取 5.0 g 试样(精确到 0.01 g)置于 50 mL 的具

塞离心管中，加入少许氯化钠，再加入 10 mL 乙腈，涡旋混匀，超声提取 15 min，4000 r/min 离心 10 min。提取液待净化。

2.2.2 净化方法

(1)植物油(大豆油、玉米油、花生油、橄榄油、菜籽油、棕榈油)

取上述溶液 5 mL，分别加入到 250 mg C₁₈和 250 mg PSA 基质净化，充分涡旋混合后，用 0.22 μm 滤膜过滤，待测定。

(2)油料(油菜籽、花生、芝麻、瓜子)

取上述溶液 1 mL，分别加入 25 mg C₁₈和 25 mg PSA 基质净化，充分涡旋混合后，用 0.22 μm 滤膜过滤，待测定。

2.2.3 色谱条件

色谱柱: C₁₈ 柱(100 mm×2.1 mm, 1.8 μm); 柱温: 35 °C; 流速: 0.3 mL/min; 进样量: 10 μL; 流动相: 0.1% 甲酸-乙腈，梯度洗脱程序见表 1。

表 1 梯度洗脱程序
Table 1 Program of gradient elution

时间(min)	0.1%甲酸(%)	乙腈(%)
0.00	99	1
2.00	30	70
3.00	20	80
6.00	20	80
6.10	99	1
7.00	99	1

2.2.4 质谱条件

电离方式，电喷雾电离(ESI⁺); 扫描方式: 正离子扫描; 离子源温度: 110 °C; 脱溶剂气温度: 380 °C; 锥孔气流，氮气，流速 50 L/h; 去溶剂气流，氮气，流速 600 L/h; 碰撞气，氩气，碰撞气压 3.50×10⁻⁴ Mpa; 检测方式为多反应监测(MRM)。

3 结果与分析

3.1 方法的线性范围

用基质空白将混合标准溶液稀释至适当浓度进行测定，以峰面积(Y)对相应的浓度(X)作图，结果表明 77 种农药在其线性范围内相关系数均大于 0.99，各农药的线性关系见表 2。

表 2 各种农药的线性关系
Table 2 The linear relationship of various pesticides

名称	线性范围($\mu\text{g/L}$)	相关系数 r	线性方程
3-OH 克百威	2.5 ~ 25	0.9953	$Y=233.54X+267.32$
苯硫威	2.5 ~ 25	0.9937	$Y=345.02X+328.54$
丙硫克百威	2.5 ~ 25	0.9986	$Y=471.57X+151.21$
残杀威	2.5 ~ 25	0.9966	$Y=46.797X+43.15$
丁硫克百威	2.5 ~ 25	0.9981	$Y=301.51X+256.95$
呋线威	2.5 ~ 25	0.9952	$Y=177.6X+237.97$
甲萘威	2.5 ~ 25	0.9948	$Y=31.35X+16.5$
抗蚜威	2.5 ~ 25	0.9982	$Y=340.16X-27.178$
克百威	2.5 ~ 25	0.9988	$Y=105.86X+8.635$
硫双威	2.5 ~ 25	0.9972	$Y=73.006X-25.946$
灭虫威	2.5 ~ 25	0.9951	$Y=817.7X+114.4$
灭多威	2.5 ~ 25	0.9962	$Y=81.584X+35.982$
杀线威	2.5 ~ 25	0.9958	$Y=486.52X+141.13$
涕灭威	2.5 ~ 25	0.9962	$Y=70.067X+30.902$
涕灭威亚砷	2.5 ~ 25	0.9975	$Y=112.62X+42.567$
涕灭氧威	2.5 ~ 25	0.9964	$Y=89.52X+6.8466$
乙硫苯威	2.5 ~ 25	0.9944	$Y=496.9X-110.28$
异丙威	2.5 ~ 25	0.9914	$Y=36.733X-3.4785$
茚虫威	2.5 ~ 25	0.9948	$Y=53.678X+27.044$
仲丁威	2.5 ~ 25	0.9931	$Y=15.829X+24.834$
丙溴磷	2.5 ~ 25	0.9966	$Y=2853.7X+3079.6$
敌敌畏	2.5 ~ 25	0.9924	$Y=278.71X+354.82$
毒死蜱	5 ~ 50	0.9954	$Y=0.4544X+0.5199$
甲胺磷	2.5 ~ 25	0.9975	$Y=10.322X+8.908$
甲基毒死蜱	5 ~ 50	0.9993	$Y=4.2799X+1.2822$
久效磷	2.5 ~ 25	0.9981	$Y=186.2X+102.94$
乐果	2.5 ~ 25	0.9958	$Y=44.432X+52.272$
氯唑磷	2.5 ~ 25	0.9950	$Y=350.47X+434.35$
马拉硫磷	2.5 ~ 25	0.9969	$Y=363.03X+279.89$
灭线磷	2.5 ~ 25	0.9955	$Y=124.26X+65.4$
三唑磷	2.5 ~ 25	0.9938	$Y=472.25X+331.65$
杀扑磷	2.5 ~ 25	0.9973	$Y=51X+1.0406$
水胺硫磷	2.5 ~ 25	0.9981	$Y=129.99X+36.816$
特丁硫磷	5 ~ 50	0.9995	$Y=35.603X+5.6854$
辛硫磷	2.5 ~ 25	0.9965	$Y=1101.8X-560.6$
亚胺硫磷	2.5 ~ 25	0.9963	$Y=250.38X-222.93$
乙拌磷	2.5 ~ 25	0.9977	$Y=695.23X-416.92$

续表 2

名称	线性范围($\mu\text{g/L}$)	相关系数 r	线性方程
乙硫磷	2.5 ~ 25	0.9980	$Y=135.7X-41.537$
乙酰甲胺磷	2.5 ~ 25	0.9994	$Y=15.972X-0.5031$
2,4-D	2.5 ~ 25	0.9953	$Y=1920.8X+1378.6$
吡氟禾草灵	2.5 ~ 25	0.9949	$Y=1645.7X+1256.1$
吡氟氯禾灵	2.5 ~ 25	0.9990	$Y=1662.9X+243.76$
丙炔氟草胺	2.5 ~ 25	0.9902	$Y=4.7739X+5.4693$
敌草快	2.5 ~ 25	0.9950	$Y=13.264X+9.9225$
氟乐灵	2.5 ~ 25	0.9928	$Y=48.609X+30.293$
甲咪唑烟酸	2.5 ~ 25	0.9951	$Y=47.079X+17.917$
精噁唑禾草灵	2.5 ~ 25	0.9971	$Y=6.9548X+0.4528$
乙草胺	2.5 ~ 25	0.9942	$Y=1063.2X+517.23$
异丙草胺	2.5 ~ 25	0.9921	$Y=29.059X+19.881$
异噁草酮	2.5 ~ 25	0.9974	$Y=688.86X-463.35$
莠灭净	2.5 ~ 25	0.9980	$Y=8827.5X-2962.4$
莠去津	2.5 ~ 25	0.9979	$Y=1868.7X-901.86$
吡虫啉	2.5 ~ 25	0.9968	$Y=9953.7X-3998.7$
虫酰肼	2.5 ~ 25	0.9976	$Y=7751.5X-2437.4$
啶虫咪	2.5 ~ 25	0.9974	$Y=34966X-11811$
氟酰胺	2.5 ~ 25	0.9951	$Y=998.58X-377.49$
灭蝇胺	2.5 ~ 25	0.9947	$Y=2507.8X-1112.8$
灭幼脉	2.5 ~ 25	0.9932	$Y=9265.4X-5454.3$
噻虫胺	2.5 ~ 25	0.9953	$Y=3744.3X-1113.2$
噻虫嗪	2.5 ~ 25	0.9977	$Y=994.97X-298.33$
噻螨酮	2.5 ~ 25	0.9963	$Y=73.446X-32.696$
噻嗪酮	2.5 ~ 25	0.9980	$Y=111.21X-17.02$
戊唑酮	2.5 ~ 25	0.9954	$Y=212.1X-78.808$
多菌灵	2.5 ~ 25	0.9943	$Y=2117.5X-1079.7$
氟硅唑	2.5 ~ 25	0.9956	$Y=27.943X-8.1276$
甲基托布津	2.5 ~ 25	0.9972	$Y=371.43X-66.002$
甲霜灵	2.5 ~ 25	0.9977	$Y=207.8X-28.756$
腈菌唑	2.5 ~ 25	0.9965	$Y=16.89X-6.2117$
咪酰胺	2.5 ~ 25	0.9976	$Y=24246X-1481.8$
啉菌酯	2.5 ~ 25	0.9929	$Y=3251.7X-1930.1$
啉霉胺	2.5 ~ 25	0.9917	$Y=380.31X-243.79$
噻菌灵	2.5 ~ 25	0.9928	$Y=2421X-1214.5$
三唑醇	2.5 ~ 25	0.9930	$Y=94.663X-34.169$
三唑酮	2.5 ~ 25	0.9928	$Y=2168X-1087.6$
萎锈灵	2.5 ~ 25	0.9910	$Y=9.4923X-5.0604$
烯酰吗啉	2.5 ~ 25	0.9901	$Y=237.85X-159.98$
多效唑	2.5 ~ 25	0.9912	$Y=103.15X-47.745$

3.2 提取条件的优化

QuEChERS 原理和固相萃取(SPE)相似, 都是利用吸附剂填料与基质中的杂质相互作用, 吸附杂质从而达到除杂净化的目的。油料的很多基质成分都和农药有相似性质, 因此传统溶剂无法将分析物和基质分开, 因为脂质几乎不溶于乙腈, 且与反相 LC 系统兼容, 文中采用乙腈提取可以消除脂质对方法灵敏度的影响或使其最小化。QuEChERS 法溶剂使用量少, 污染少, 价格低廉且不使用含氯化物溶剂; 可分析的农药范围广, 包括极性、非极性的农药种类均能利用此技术得到较好的回收率; 分析速度快, 回收率高, 对大量极性及挥发性的农药种类回收率均大于 85%^[15]。因此文中选择乙腈作为提取溶剂。

3.3 净化条件的优化

本文选择油菜籽和花生油经乙腈提取, PSA、C₁₈、石墨化炭黑色谱填料(GCB)和 NaCl 分散净化, 优化比较净化条件, 结果见图 1~2。

由图 1、2 可以看出, 油菜籽经过 QuEChERS 方法提取会有 4.1%的基质共提取物; 每毫升提取物中加入 25 mg PSA, 再加入 25 mg C₁₈净化会去除 3.1%的基质共提取物, 与未净化相比, 可去除 75%的基质共提取物; 花生油经过 QuEChERS 方法提取会有 4.1%的基质共提取物; 每毫升提取物中加入 0.25 g PSA, 再加入 0.25 g C₁₈净化会去除 3.2%的基质共提取物,

与未净化相比, 可去除 78%的基质共提取物; 大大减少仪器污染, 净化效果满足检测要求。在农药残留的分析中, GCB 的净化效果非常好。但是在多类型的农药残留分析中, 一般不使用 GCB, 因为 GCB 对含有平面芳香环结构、具有一定对称性的农药具有强烈的保留作用^[16], 例如噻菌灵、六六六、百菌清、蝇毒磷。欧盟关于橄榄油的农药最大残留限量包括噻菌灵、六六六、百菌清, 且加入 GCB 后净化效果与仅加入 PSA+C₁₈的净化效果基本一样, 所以本方法最终选择 PSA+C₁₈作为固相分散净化的主体。

文中根据脂质提取率及经济效益, 最终选择 PSA 和 C₁₈ 每毫升提取液各加 25 mg, 植物油净化时 5 mL 提取液 PSA 和 C₁₈ 各加 0.25 g, 进行净化。

3.4 方法的定量限、回收率与精密度

通过空白样品加标的方法测定, 方法的定量限(LOQ)为除特丁硫磷、毒死蜱、甲基毒死蜱为 0.01 mg/kg, 其余 74 种农药的定量限均为 0.005 mg/kg。

文中用不含以上 77 种农药的空白样品基质进行三个浓度水平的添加回收试验, 每个浓度水平进行 6 次重复实验, 测得各种农药的回收率范围在 60.2%~99.8%之间, RSD 均小于 8%。

4 结 论

本研究建立了超高效液相色谱串联质谱-电喷雾

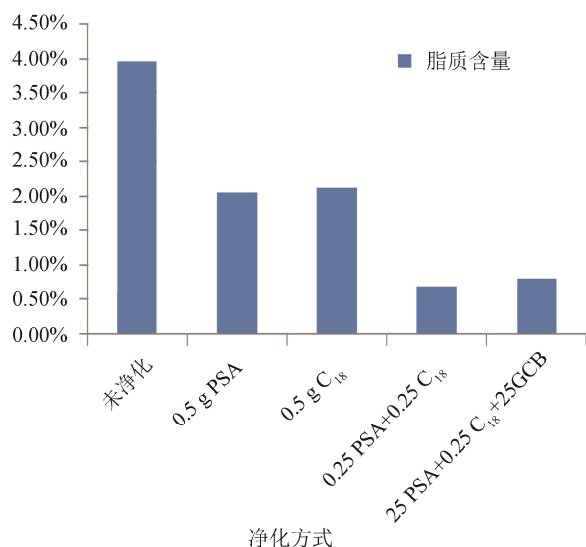


图 1 花生油不同净化方式的比较

Fig. 1 Comparison of different purification of peanut oil

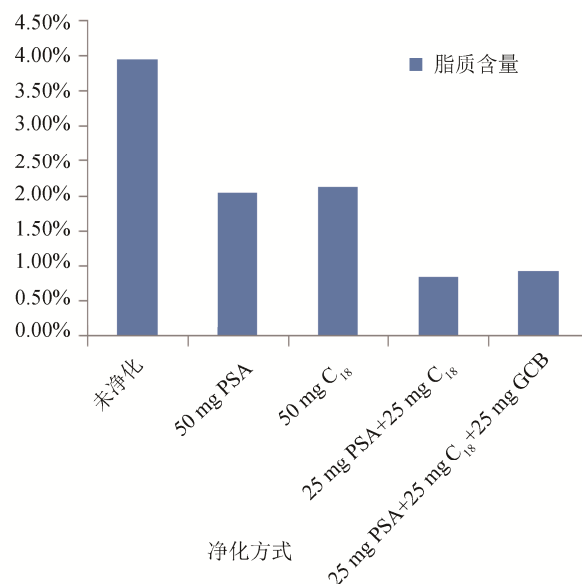


图 2 油菜籽不同净化方式的比较

Fig. 2 Comparison of different purification of rapeseed

正离子同时测定油料及植物油中有机磷类、氨基甲酸酯类等 77 种农药残留的方法, 该法快速、简单、有效、回收率高。该方法所涉及相关测试水平的回收率和重现性指标符合相关要求。所建立方法的技术指标满足国内外对上述物质检测的有关要求。

参考文献

- [1] 张红艳, 杜凤沛, 周志强. 农药残留与食品安全-由中日间的“毒饺子”事件引发的思考[J]. 大学化学, 2009, 24(1): 33-37.
Zhang HY, Du FP, Zhou ZQ. Pesticide residues and food safety-lessons drawn from the incident of "toxic dumpling" [J]. Univ Chem, 2009, 24(1): 33-37.
- [2] 章胜勇. 中国油料作物比较优势及生产布局研究[D]. 武汉: 华中农业大学, 2005.
Zhang SY. Study on the comparative advantage of China oil crops and production layout [D]. Wuhan: Huazhong Agricultural University, 2005.
- [3] 许艳丽, 温广月. 大豆主要病虫害研究概况-豆线虫病[J]. 大豆通报, 2005, (1): 5-7.
Xu YL, Wen GY. Survey of study on main plant diseases and insect pests-soybean wireworm disease [J]. Soybean Bull, 2005, (1): 5-7.
- [4] 王咸友. 浅谈油菜主要病虫害发生特点及防治对策[J]. 新农村(黑龙江), 2014, (6): 149-149.
Wang XY. Occurrence characteristics and control measures of main plant diseases and insect pests of Brassica napus [J]. New Countryside, 2014, (6): 149-149.
- [5] 张金岭. 花生主要病虫害防治技术[J]. 现代农业科技, 2013, (17): 169-170.
Zhang JL. Pest control pest of peanut [J]. Mod Agric Sci Technol, 2013, (17): 169-170.
- [6] 谭道朝, 蒋廷福. 农药残留分析样品前处理技术发展概述[J]. 广西植保, 2007, 20(2): 16.
Tan DC, Jiang TF. Analysis of sample pretreatment technology of pesticide residue [J]. Guangxi Plant Prot, 2007, 20(2): 16.
- [7] 高蓉, 赵人, 杨俊, 等. 高效液相色谱法测定多菌灵在油菜籽中的残留量[J]. 南京医科大学学报, 2004, 24, (4): 425-426.
Gao R, Zhao R, Yang J, et al. Determination of residues of carbendazim in rapeseed by high performance liquid chromatography [J]. Acta Acad Med Nanjing, 2004, 24, (4): 425-426.
- [8] 祁彦. 高效液相色谱法和液相色谱-质谱法测定大豆中的磺酰脲类除草剂多残留量[J]. 化学分析计量, 2004, 13(6): 35-38.
Qi Y. Determination of multiresidues of sulfonylurea herbicides in soybean and liquid chromatography mass spectrometry and high performance liquid chromatography [J]. Chem Anal Meterage, 2004, 13(6): 35-38.
- [9] 黎其万, 刘宏程. 测定植物油中甲萘威和克百威农药残留的高效液相色谱法[J]. 食品与发酵工业, 2005, 8: 91-92.
Li QW, Liu HC. Determination the residue of carbaryl and carbofuran in vegetable oil by HPLC [J]. Food Ferment Ind, 2005, 8: 91-92.
- [10] 曾凡刚, 杨立新, 杨立伟. 凝胶渗透色谱净化-气相色谱法快速测定植物油中 4 种有机磷农药残留[J]. 农药, 2010, 49(2): 120-122.
Zeng FG, Yang LX, Yang LW. Rapid determination method for 4 organophosphorus pesticides residues in vegetable oil by GPC purifying and GC-PFPD [J]. Chin J Pestic, 2010, 49(2): 120-122.
- [11] 王明泰, 牟峻, 吴剑, 等. GC-MS法测定粮谷及油料中 55 种有机磷农药残留量[J]. 分析试验室, 2006, 25(11): 110-117.
Wang MT, Mou J, Wu J, et al. Determination of 55 organophosphorus pesticide residues in cereals and oil seeds by GC-MS [J]. Chin J Anal Lab, 2006, 25(11): 110-117.
- [12] 王建华, 郭翠, 庞国芳, 等. GPC 净化-同位素稀释内标定量 GC-MS 对植物油中多环芳烃的测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(3): 267-271.
Wang JH, Guo C, Pang GF, et al. Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons(PAHS) in vegetable oil samples by gel permeation chromatography purification-gas chromatography-mass spectrometry based on an isotope dilution approach [J]. J Instrum Anal, 2009, 28(3): 267-271.
- [13] 郭岚, 谢明勇, 鄢爱平, 等. GPC-GC-MS 对食用植物油中多种类型农药残留的同步测定[J]. 分析测试学报, 2009, 28(1): 67-71.
Guo L, Xie MY, Yan AP, et al. Simultaneous determination of multi-types of pesticide residues in edible vegetable oils by GPC-GC-MS method [J]. J Instrum Anal, 2009, 28(1): 67-71.
- [14] 宋丹阳, 宫兆晶, 李培武, 等. 我国油料中农药残留限量与检测技术现状与发展趋势[J]. 中国油料作物学报, 2006, 3: 375-379.
Song DY, Gong ZJ, Li PW, et al. A review on maximum residue limits and detection techniques for pesticides in oilseeds [J]. Chin J Oil Crop Sci, 2006, 3: 375-379.
- [15] 胡亚洲, 程运兵, 胡定金. 农药多残留分析中 QuEChERS 方法介绍[J]. 现代农药, 2006, 5(4): 24-29.
Hu YZ, Cheng YB, Hu DJ. Introduce of quick, easy, cheap, effective, rugged and safe (QuEChERS) approach for

determining pesticide residues [J]. Mod Agric, 2006, 5(4): 24-29.

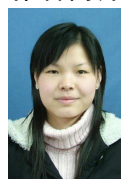
Chin J Anal Chem, 2008, 36(11): 1526-1530

(责任编辑: 李振飞)

- [16] 宋淑玲, 李重九, 马晓东. 蔬菜中残留农药的石墨化碳黑净化和气相色谱质谱检测方法[J]. 分析化学, 2008, 36(11): 1526-1530.

Song SL, Li CJ, Ma XD. Adsorption and purification of pesticides in vegetables with graphitized carbon black and determination with gas chromatography-mass spectrometry [J].

作者简介



花 锦, 工程师, 主要研究方向为食品与化妆品检测。

E-mail: hua-jin1986@163.com

“碳水化合物的物性学及功能特性研究”专题征稿

碳水化合物是食品中的六大营养素之一, 是食品的主要成分, 对于食品的“色、香、味、形、质”以及营养功能均具有重要的影响作用。

鉴于此, 本刊特别策划了“碳水化合物的物性学及功能特性研究”专题, 由天津科技大学的张民教授担任专题主编。张教授现任天津科技大学食品工程与生物技术学院院长。本专题主要围绕碳水化合物的物性学特性(包括: 力学特性、流变学特性、质构特性、介电特性、热特性和凝胶性等)、功能特性、应用特性、结构特性展开。探讨碳水化合物的组成、分子结构等对加工特性以及食品质量的影响或者针对您认为在碳水化合物的研究方面有意义的内容进行研讨, 计划在 2015 年 6 月出版。

鉴于您在该领域的成就, 本刊编辑部及张民教授特邀请您为本专题撰写稿件, 以期进一步提升该专题的学术质量和影响力。请通过网站或 E-mail 投稿。我们将快速处理并优先发表。

感谢您的参与和支持!

投稿方式:

网站: www.chinafoodj.com

E-mail: jfoodsq@126.com

《食品安全质量检测学报》编辑部