

超声辅助液液萃取-超高效液相色谱-串联质谱法 测定米粉、河粉中的米酵菌酸

罗兰*, 秦威振, 王甫, 任燕, 林启辉

(深圳市龙华区疾病预防控制中心, 深圳 518109)

摘要: **目的** 建立超声辅助液液萃取-超高效液相色谱-串联质谱法 (ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry, UPLC-MS/MS) 快速测定米粉、河粉中米酵菌酸 (bongkrekic acid, BA) 的方法。**方法** 称取适量已匀浆好的样品, 加入乙腈超声提取、离心后取上清液, 过 0.22 μm 的微孔滤膜, 经 Thermo Hypersil GOLD C_{18} 柱 (2.1 mm \times 100 mm, 1.9 μm) 分离, 以 0.2% 甲酸-乙腈为流动相。采用电喷雾离子源 (electrospray ionization, ESI) 负离子多反应监测模式检测, 外标法定量。**结果** 在优化的条件下, 米酵菌酸在 0.5~100 ng/mL 范围内线性关系良好, 相关系数大于 0.999, 米粉和河粉中米酵菌酸的检出限均为 0.01 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限均为 0.03 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 样品加标回收率为 81.0%~90.4%, 相对标准偏差 \leq 5.5%。**结论** 该方法快速、灵敏、准确, 可应用于米粉、河粉中的米酵菌酸的测定。

关键词: 超声辅助; 液液萃取; 超高效液相色谱-串联质谱法; 米酵菌酸; 米粉; 河粉

Determination of bongkrekic acid in rice noodles and chow fun by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry with ultrasonic assisted liquid-liquid extraction

LUO Lan*, QIN Wei-Zhen, WANG FU, REN Yan, LIN Qi-Hui

(Shenzhen Longhua District Center for Disease Control and Prevention, Shenzhen 518109, China)

ABSTRACT: Objective To establish a method for the determination of bongkrekic acid (BA) in rice noodles and chow fun by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (UPLC-MS/MS) with ultrasonic assisted liquid-liquid extraction. **Methods** The homogenized sample were weighed a proper amount. After ultrasonic extraction with acetonitrile and centrifugation, the supernatant was obtained and passed through 0.22 μm microporous membrane, then separated with Thermo Hypersil GOLD C_{18} column (2.1 mm \times 100 mm, 1.9 μm) using 0.2% formic acid and acetonitrile as mobile phase, detected by the electrospray ionization (ESI) negative ion multiple reaction monitoring mode, and quantified by external standard method. **Results** Under the optimized conditions, bongkrekic acid had a good linear relationship in the range of 0.5-100 ng/mL, and the correlation coefficient was greater than 0.999. The limits of detection of bongkrekic acid in rice noodles and chow fun were 0.01 $\mu\text{g}/\text{kg}$ and the limits of quantitation were 0.03 $\mu\text{g}/\text{kg}$. The average recoveries for bongkrekic acid were 81.0%-90.4% with relative

基金项目: 深圳市医疗卫生“三名工程”项目(SZSM201809085)

Fund: Supported by the Shenzhen Medical and Health San-Ming Project (SZSM201809085)

*通信作者: 罗兰, 硕士, 副主任技师, 主要研究方向为食品和水质的理化检验。E-mail: luolanhe@163.com

*Corresponding author: LUO Lan, Master, Associate Senior Technician, Shenzhen Longhua District Center for Disease Control and Prevention, Lane 96, Road Longguan, Shenzhen 518109, China. E-mail: luolanhe@163.com

standard deviations no more than 5.5%. **Conclusion** The proposed method is rapid, sensitive and accurate, which is suitable for the determination of bongkrekic acid in rice noodles and chow fun samples.

KEY WORDS: ultrasonic assisted; liquid-liquid extraction; ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; bongkrekic acid; rice noodles; chow fun

0 引言

米酵菌酸(bongkrekic acid, BA)是唐菖蒲伯克霍尔德氏菌(椰毒假单胞菌酵米面亚种)的主要毒性代谢产物^[1]。BA 可损伤人的肝脏、脑、肾脏等实质性器官,人误食了被此菌污染的谷物和椰子发酵制品、银耳、薯类等可引起中毒和死亡^[2-4]。近年来,BA 导致的食物中毒事件时有发生,2018 年在广东省的河源和东莞发生米粉/河粉中毒事件致 10 人中毒,5 人死亡;2020 年黑龙江鸡西市发生“酸汤子”中毒事件致 9 人中毒,8 人死亡;2020 年深圳市发生河粉中毒事件致 2 人中毒,1 人死亡^[5-6]。BA 毒性大,致死率高达 40%~100%^[4],通过查阅文献发现,BA 中毒只发生在中国和印尼等亚洲国家,非洲仅报道了一例中毒事件^[7],关于 BA 相关流行病学、毒理学以及检测方法报道很少,因此,有必要建立一种能快速、准确鉴定 BA 的检测方法。

目前,针对 BA 常用的检测方法包括荧光层析法^[8]、液相色谱法^[9-11]、液相色谱-质谱联用法^[5,12-16]。荧光层析法抗干扰能力差,不适合检测基质复杂的样品;液相色谱法与液相色谱-质谱联用法相比较,液相色谱法灵敏度较低,对于浓度低的样品需要富集,增加了检测的时长,选择性较差,抗干扰能力不强。液相色谱-串联质谱法是目前测定 BA 的主流方法。常用的米酵菌酸前处理技术有固相萃取法^[5,12-14,17-19]和液液萃取法^[15,20]。固相萃取耗时较长,操作步骤烦琐,如果使用全自动固相萃取,则需购置较为昂贵的前处理仪器^[21-22]。使用液液萃取法比使用固相萃取法更能缩短前处理的时间,提高检测效率,但目前应用液液萃取法对米粉、河粉中的 BA 进行前处理的研究相对较少。

本研究建立了超声辅助液液萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定米粉、河粉中 BA 的分析方法,以期准确鉴别米粉和河粉中的 BA 提供可靠的方法。

1 材料与方 法

1.1 仪 器

TSQ Endura 超高效液相色谱-串联质谱仪、LP 涡旋振荡仪(美国 Thermofisher 公司);Avanti JXN-26 冷冻高速离心机(美国 Bechman Coulter 公司);Milli-Q 超纯水仪(美国 Millipore 公司)。

1.2 标准品及主要试剂

米酵菌酸标准品(纯度 97.2%,美国 Sigma-Aldrich 公司);甲酸、甲醇、乙腈(HPLC 级,中国迪马科技公司);氨水(AR 级,广东省化学试剂工程技术研究开发中心)。

1.3 样 品

用于建立检测方法的米粉和河粉样品均来源于 2021 年深圳市风险监测项目抽检的样品,在深圳地区 11 个行政区(龙华、南山、罗湖、福田、宝安、光明、盐田、龙岗、光明新区、坪山新区、大鹏新区)的农贸市场和超市随机采集米粉和河粉样品。样品经粉碎、混匀,在分析之前均储存在-18℃的冰箱中。阳性样品来源于 2020 年深圳市疑似误食变质米粉中毒事件中采集的样品。

1.4 样品前处理方法

米粉和河粉样品:准确称取 5.00 g 已粉碎、匀浆好的样品于 50 mL 离心管中,加入 15 mL 乙腈,涡旋振荡 2 min,超声 80 W 提取 20 min,以 14000 r/min 4℃离心 10 min,取上清液过 0.22 μm 聚四氟乙烯(poly tetra fluoroethylene, PTFE)滤膜后进行分析。

1.5 色谱-质谱分析条件

液相色谱条件:Thermo Hypersil GOLD 色谱柱(2.1 mm×100 mm, 1.9 μm);流动相 A 为含 0.2%甲酸水溶液;B 为乙腈;流速:0.3 mL/min;柱温:40℃;进样体积:5 μL。梯度洗脱程序见表 1。

表 1 液相色谱梯度洗脱程序
Table 1 Gradient elution procedure of liquid chromatography

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	90	10
3.00	1	99
5.50	1	99
5.60	90	10
9.00	90	10

质谱条件:离子源为电喷雾电离源(electrospray ionization, ESI);扫描模式为负离子扫描模式;检测方式为选择反应监测(selective reaction monitor, SRM);鞘气 30 Arb;辅气 5 Arb;离子传输管温度 300℃;蒸发温度 350℃;循环时间为 0.5 s。SRM 参数见表 2。

表2 选择反应监测参数
Table 2 Parameter of selective reaction monitor

分析物	保留时间/min	母离子(m/z)	子离子(m/z)	碰撞能CE/eV
米酵菌酸	4.07	485.1	441.2*	10
			397.2	18

注: *表示定量离子。

1.6 标准曲线的绘制

在装有米酵菌酸标准品(0.5 mg)的安瓿瓶中少量多次加入乙腈,分次转移至 10 mL 容量瓶中定容,配制成 1 $\mu\text{g/mL}$ 的标准储备液, -20 $^{\circ}\text{C}$ 冷冻避光保存。分别移取适量的标准储备液用乙腈稀释定容,配成 0.5、1.0、5.0、10.0、100 ng/mL 的标准工作溶液,临用现配。

2 结果与分析

2.1 实验条件的优化

为了得到最佳的实验条件,本实验对影响实验结果的一系列参数条件进行了优化,包括萃取试剂种类及用量、超声提取时间及超声功率、色谱以及质谱条件等。其中萃取试剂种类及用量、超声提取时间及超声功率、色谱条件均采用 5.0 ng/mL 的 BA 进行优化实验,质谱条件根据仪器操作要求,采用 1.0 $\mu\text{g/mL}$ 的 BA 进行优化实验^[13]。

2.1.1 样品萃取条件的优化

BA 是一种脂溶性的酸性化合物,易溶于乙醚、甲醇、氯仿、乙腈等有机溶剂和碱性水溶液^[2]。本实验比较了甲醇、乙腈以及 0.1% 氨水溶液对 BA 提取效率的影响,进行 3 次平行实验,结果发现,乙腈做萃取试剂时,米粉和河粉空白加标样品中 BA 的回收率高于 80%; 甲醇做萃取试剂时米粉和河粉样品中 BA 的回收率低于 60%; 氨水溶液做萃取试剂粘度大,难以过膜,因此本研究选择乙腈做萃取试剂。同时本实验优化了萃取溶剂的用量。考

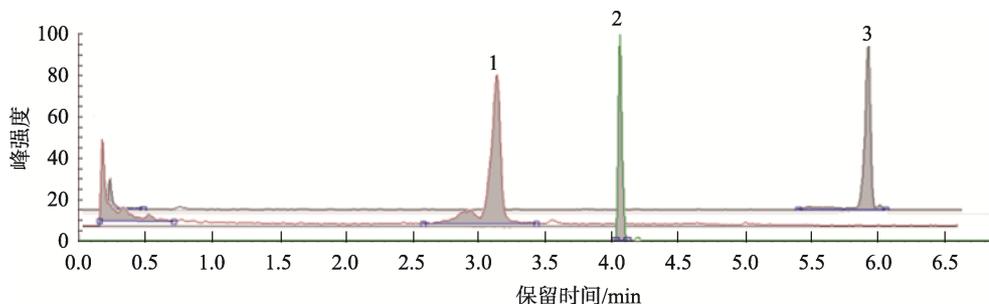
虑到米粉和河粉的发泡性和吸水性,分别加入 5、15、20、30、35 mL 乙腈到米粉和河粉空白加标样品中; 实验结果表明,米粉和河粉样品中加入 15 mL 乙腈时,BA 的峰面积达到最大值,随着萃取溶剂乙腈用量的增大,BA 的峰面积减小。因此,本实验选择 15 mL 作为米粉和河粉的萃取溶剂用量。

超声有利于萃取溶剂的分散,可以使样品和萃取溶剂充分混合; 机械振动和超声空化效应可以提高萃取速度和反应效率,缩短提取时间^[23]。本研究考察了超声萃取时间和超声萃取功率对萃取效果的影响。分别采用 1、10、20、30、40 min 进行超声萃取。萃取时间为 1~20 min, BA 峰面积随时间的增长而增加,当萃取时间超过 20 min, BA 的峰面积减小,因此,本实验选择 20 min 作为超声萃取的时间。实验也考察了萃取功率对实验结果的影响。分别用 40、60、80、100、150 W 进行萃取,萃取功率为 40~80 W 时,BA 峰面积随超声功率的增加而增加,超声功率为 80~150 W, BA 峰面积随功率增加而减小,超声功率过大,有可能导致待测物降解或异化,因此本研究选择 80 W 作为最佳超声功率。

2.1.2 色谱条件的优化

在相同的梯度条件下,本研究分别比较了 0.1% 氨水-乙腈、0.05% 甲酸-乙腈、0.2% 甲酸-乙腈 3 种流动相对 BA 色谱峰的影响。实验结果表明,BA 在 0.1% 氨水-乙腈中色谱峰变形严重,峰形宽,而在酸性流动相中 BA 的响应值比在碱性流动相中响应值更高,且使用浓度为 0.2% 的甲酸比使用 0.05% 的甲酸,BA 峰形更好(图 1)。

流动相中甲酸的浓度对 BA 的峰面积强度具有重要的影响。实验考察了甲酸的浓度从 0.02%、0.05%、0.1%、0.2%、0.5% 到 1% 逐渐增加时,BA 峰形和峰面积强度的变化。半峰宽随甲酸浓度的增加而减小,甲酸浓度为 0.2% 时,BA 峰形最好,峰面积强度最大,当甲酸浓度大于 0.2%, BA 的半峰宽变大,峰面积强度减小。故本研究采用 0.2% 甲酸-乙腈做流动相,甲酸浓度高于文献报道^[13-14]。



注: 1: 0.1% 氨水-乙腈; 2: 0.2% 甲酸-乙腈; 3: 0.05% 甲酸-乙腈。

图1 不同组成的流动相对米酵菌酸色谱行为的影响

Fig.1 Effects of different mobile phase on chromatography of bongkrekic acid

2.1.3 质谱条件的优化

BA 是含有 3 个羧基的脂肪酸, 容易失去质子带上负电荷^[3], 故本研究选择 ESI 负离子模式检测。同时本研究也对质谱条件做了相应的优化。离子传输管温度优化范围 250~400 °C, 蒸发温度优化范围 300~400 °C, 进样浓度为 100 ng/mL 时, BA 信号强度随温度升高而升高, 在离子传输管温度为 300 °C, 蒸发温度为 350 °C 时, 响应最强。随着蒸发温度的升高, 信号强度有所下降, 背景噪音增大, 因此, 本研究选择离子传输管最佳温度 300 °C, 蒸发温度 350 °C。在此温度下, 对鞘气、辅气的气流大小也进行了优化。实验结果表明, 鞘气 30 Arb, 辅气 5 Arb 时, 响应最强。在此条件下, 用 SRM 模式扫描, 选择定量、定性离子, 并对碰撞能量 CE 进行了优化。实验结果见表 2 和图 2。

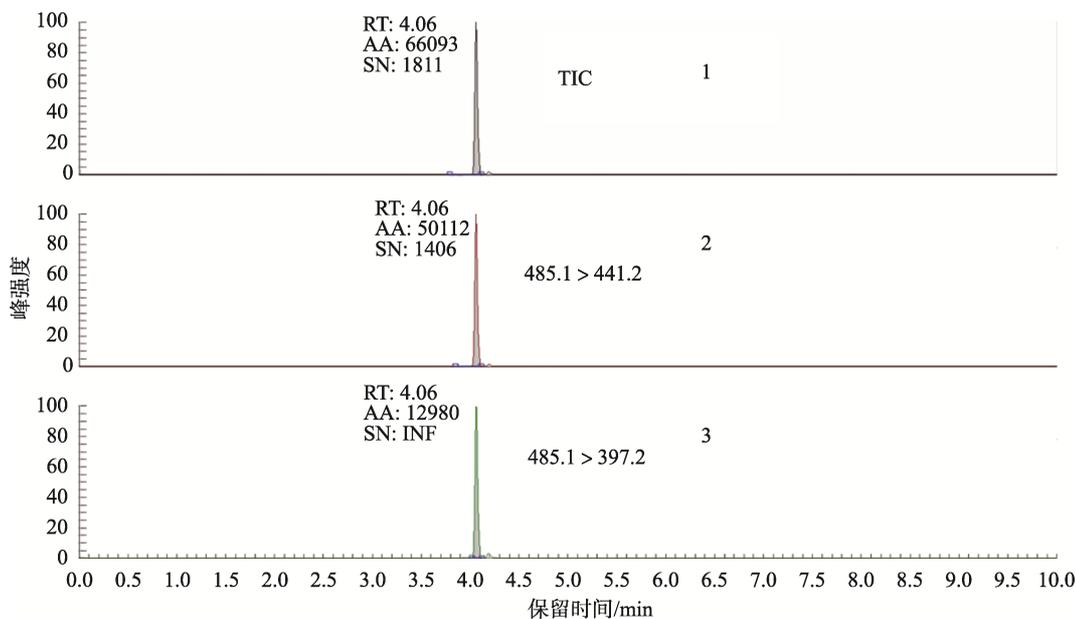
2.2 线性方程、相关系数、检出限

在最佳实验条件, 米粉中 BA 的线性方程为 $Y=-11417.9+11293.7X$, 线性范围为 0.5~100 ng/mL, 相关系

数为 0.9992; 河粉中 BA 的线性方程为 $Y=-10932.4+11307.5X$, 线性范围为 0.5~100 ng/mL, 相关系数为 0.9990。方法线性关系较好。用 3 倍信噪比计算检出限($S/N=3$), 用 10 倍信噪比计算定量限($S/N=10$)。米粉和河粉中 BA 的检出限为 0.01 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限为 0.03 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 方法灵敏度较高。

2.3 准确度、精密度实验

为了验证方法的准确性和精密度, 对米粉和河粉进行了加标回收实验和精密度实验。使用 1.3 中的样品, 运用 1.4 的前处理方法处理将好的米粉和河粉空白样品进行加标回收实验, 加标浓度为 1.0、10.0、50.0 ng/mL, 米粉中 BA 的平均回收率均在 84.2%~90.4%, 河粉中 BA 的平均回收率均在 81.0%~83.8% 范围内, 对加标后不同浓度的样品进行 6 次平行测定, 相对标准偏差(relative standard deviation, RDS)小于等于 5.5% (表 3), 方法精密度较好。



注: 1: BA 的总离子流色谱图; 2: BA 的母离子与定量离子; 3: BA 的母离子与定性离子。

图 2 米酵菌酸的 SRM 图

Fig.2 SRM chromatography of bongkreic acid

表 3 精密度、回收率实验结果($n=6$)

Table 3 Experimental results of precisions and recoveries ($n=6$)

基质	加标量 (ng/mL)	测定值 (ng/mL)	平均回收率 /%	RSD/%
米粉	1.0	0.865	86.5	5.1
	10.0	8.42	84.2	3.2
	50.0	45.2	90.4	2.2
河粉	1.0	0.810	81.0	5.5
	10.0	8.31	83.1	4.1
	50.0	41.9	83.8	0.4

2.4 基质效应

基质效应是影响复杂基质质谱检测结果准确性的重要因素^[24]。本研究分别取空白米粉和河粉样品, 按照 1.4 的方法处理, 在提取液中加入 BA 标准溶液, 配制成 10 ng/mL 的基质配制标准溶液, 平行测定 3 次, 测得的色谱峰面积与 10 ng/mL 的 BA 标准溶液峰面积相比较, 考察样品的基质效应, 实验结果表明, 米粉和河粉中 BA 的基质抑制效应在 90.0%~96.5% 之间, 没有明显的基质效应。

2.5 实际样品测定

2020年深圳市发生3起疑似米酵菌酸食物中毒事件,实验室在其中1起中毒事件的血液和米粉样本中检测出了米酵菌酸,另2起疑似米酵菌酸中毒事件的样本中未检出米酵菌酸,结合临床症状,排除了米酵

菌酸中毒。米粉样品的检测图谱见图3,米粉中BA的保留时间为4.1 min,4.2 min有一小峰出现,据参考文献^[13]报告,推断其为异米酵菌酸(iso-BA)。BA在日照条件下会降解生成 iso-BA,中毒样品中一般是BA和 iso-BA 共存。

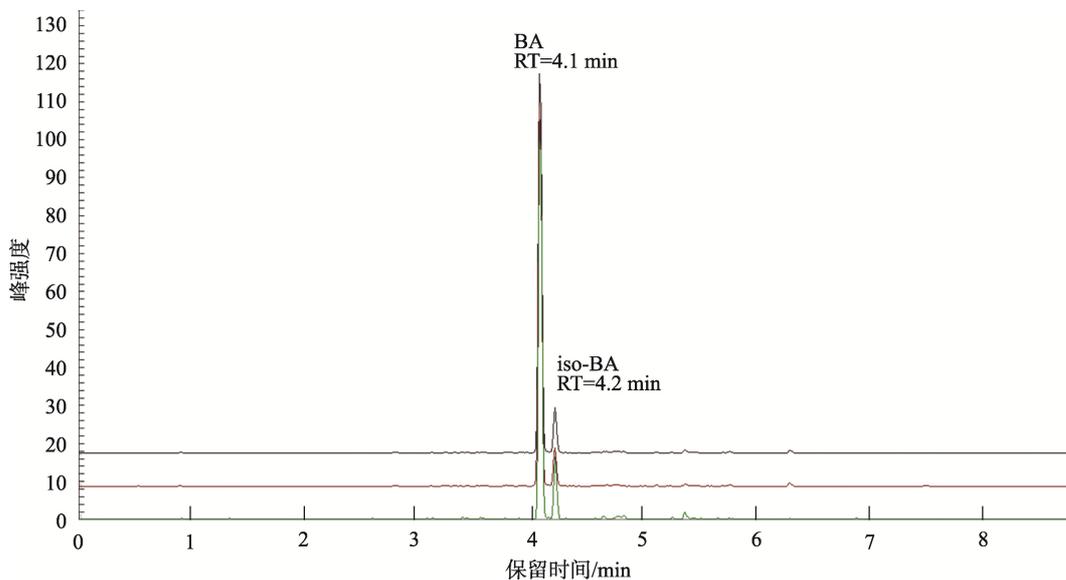


图3 中毒米粉样品的SRM图

Fig.3 SRM chromatography of poisoned rice noodles

3 结论

椰毒假单胞菌可利用任何有机物快速生长繁殖,在温度和湿度适宜的条件下即可产生大量的BA。BA通过抑制线粒体腺嘌呤核苷酸转位酶而产生毒性作用,致死率高^[25]。本研究建立了适用于快速测定米粉和河粉中BA的超声辅助液液萃取-超高效液相色谱-串联质谱法。该方法简化了样品前处理的过程,使用乙腈一步萃取净化,超声辅助加速了萃取速率。并对影响实验结果的萃取条件、色谱条件以及质谱条件进行了优化,在优化的条件下进行了方法指标的测试和实际样品测定,结果表明该方法具有灵敏度高、稳定性好、操作简便等优点,具有较高的应用价值。此外,实验中发现部分标准品和实际样品有BA和 iso-BA 共存的现象, iso-BA 与BA分子量相同,母离子相同,但在液相色谱柱上的保留时间有差别,在C₁₈柱上,BA先于 iso-BA 出峰。在以后的实验研究中,可同时研究测定BA和 iso-BA,二者互为佐证,提高检测结果的可靠性。

参考文献

- [1] 王海燕,宋曼丹,王建,等.广东省首起米粉米酵菌酸中毒病原菌鉴定研究[J].中国食品卫生杂志,2019,30(4):394-398.
WANG HY, SONG MD, WANG J, *et al.* Identification of the pathogen in rice noodles in relation to food poisoning caused by bongkrekic acid in

- Guangdong province [J]. *Chin J Food Hyg*, 2019, 30(4): 394-398.
[2] 陈宁庆.实用生物毒素学[M].北京:中国科学技术出版社,2010.
CHEN NQ. *Practical biotoxology* [M]. Beijing: Chinese Science Technology Press, 2010.
[3] DESHPANDE SS. *Handbook of food toxicology* [M]. New York: Marcel Dekker, 2002.
[4] 李晓琰,杨祖顺,国译丹,等.椰毒假单胞菌酵米面亚种食物中毒的病原分离鉴定[J].中国食品卫生杂志,2016,28(1):36-39.
LI XL, YANG ZS, GUO YD, *et al.* Isolation and identification of *Pseudomonas cocovenenans* subsp. *Farino fermentans* from food poisoning accident [J]. *Chin J Food Hyg*, 2016, 28(1): 36-39.
[5] 曾雪芳,刘嘉飞,王立亚,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定米粉和河粉中的米酵菌酸[J].食品安全质量检测学报,2019,10(13):4074-4079.
ZENG XF, LIU JF, WANG LY, *et al.* Determination of bongkrekic acid in rice noodles and fried rice noodles by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2019, 10(13): 4074-4079.
[6] GUDO ES, COOK K, KASPER AM, *et al.* Description of a mass poisoning in a rural in Mozambique: The first documented bongkrekic acid poisoning in Africa [J]. *Clin Infect Dis*, 2018, 66(9): 1400-1406.
[7] ANWARMEHRUBA K, AMELIA S, ALAINA R, *et al.* Bongkrekic acid-a review of a lesser-known mitochondrial toxin [J]. *J Med Toxicol*, 2017, 13(2): 173-179.
[8] 张小波,温国原,辛苗苗,等.米酵菌酸荧光定量检测卡的开发和应用

- [J]. 食品安全质量检测学报, 2019, 10(11): 3584-3589.
- ZHANG XB, WEN GY, XIN MM, *et al.* Development and application of fluorescence quantitative detection card for bongkreki acid [J]. *J Food Safe Qual*, 2019, 10(11): 3584-3589.
- [9] 任琳, 秦忠雪, 胡彬, 等. 尿样中米酵菌酸高效液相色谱法测定[J]. 中国公共卫生, 2020, 36(3): 439-440.
- REN L, QIN ZX, HU B, *et al.* Determination of bongkreki acid in urine with high performance liquid chromatography [J]. *Chin J Pub Health*, 2020, 36(3): 439-440.
- [10] 周霞, 陈万勤, 傅红雪, 等. 全自动固相萃取-超高效液相色谱法快速测定食品中米酵菌酸含量[J]. 安徽农业大学学报, 2018, 46(8): 159-160.
- ZHOU X, CHEN WQ, FU HX, *et al.* Fast determination of bongkreki acid in food by auto solid phase extraction-ultra performance liquid chromatography [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2018, 46(8): 159-160.
- [11] 侯佰立. 固相萃取-高效液相色谱法快速测定食品中米酵菌酸残留[J]. 现代食品, 2019, 5(9): 169-172.
- HOU BL. Rapid determination of bongkreki acid in foods using solid phase extraction-high performance liquid chromatography [J]. *Mod Food*, 2019, 5(9): 169-172.
- [12] LIANG M, CHEN RQ, XIAO YP, *et al.* Determination of bongkreki acid and isobongkreki acid in rice noodles by HPLC-Orbitrap HRMS technology using magnetic halloysite nanotubes [J]. *Food Chem*, 2020, 344: 128682.
- [13] 张秀尧, 蔡欣欣, 张晓艺, 等. 超高效液相色谱-三重四级杆质谱联用法测定血浆和尿液中米酵菌酸和异米酵菌酸[J]. 质谱学报, 2020, 41(3): 268-277.
- ZHANG XY, CAI XX, ZHANG XY, *et al.* Determination of bongkreki acid and isobongkreki acid in plasma and urine by ultra-performance liquid chromatography-triple quadrupole mass spectrometry [J]. *J Chin Mass Spectr Soc*, 2020, 41(3): 268-277.
- [14] 温海滨. 高效液相色谱-串联质谱法测定黑木耳中的米酵菌酸[J]. 现代食品, 2020, 12: 166-169.
- WEN HB. Determination of bongkreki acid in auricularia auricula by high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Mod Food*, 2020, 12: 166-169.
- [15] 李红娜, 袁飞, 张辰阳, 等. 液相色谱和飞行时间质谱联用检测米酵菌酸[J]. 食品工业, 2018, 39(7): 319-323.
- LI HN, YUAN F, ZHANG CY, *et al.* The research of detection bongkreki acid (BA) by LC-ESI-TOF technology [J]. *Food Ind*, 2018, 39(7): 319-323.
- [16] 徐小民, 陈荷, 黄白芬, 等. 液相色谱-串联质谱法测定食源性中毒患者血浆中米酵菌酸[J]. 预防医学, 2019, 31(12): 1205-1209.
- XU XM, CHEN T, HUANG BF, *et al.* Determination of bongkreki acid in plasma of food poisoning patients by liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *Prev Med*, 2019, 31(12): 1205-1209.
- [17] 康翠欣, 毛燕妮, 何燕, 等. 高效液相色谱法快速测定淀粉及其制品中米酵菌酸的含量[J]. 食品科技, 2021, 46(3): 308-312.
- KANG CX, MAO YN, HE Y, *et al.* Fast determination of bongkreki acid in starch and its products by high performance liquid chromatography [J]. *Food Sci Technol*, 2021, 46(3): 308-312.
- [18] 李红艳, 金燕飞, 黄海智, 等. 高效液相色谱-二极管阵列检测器结合固相萃取法快速测定食品中的米酵菌酸残留[J]. 食品科学, 2016, 37(24): 247-251.
- LI HY, JIN YF, HUANG HZ, *et al.* Fast determination of bongkreki acid in foods using mixed-mode weak anion exchange solid phase extraction coupled with high performance liquid chromatography with diode array detection (HPLC-DAD) [J]. *Food Sci*, 2016, 37(24): 247-251.
- [19] 覃冬杰, 陈荣珍, 卢艺, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定柳州螺蛳粉中米酵菌酸[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(13): 4273-4278.
- TAN DJ, CHEN RZ, LU Y, *et al.* Determination of bongkreki acid in Liuzhou river snails rice noodle by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. *J Food Saf Qual*, 2020, 11(13): 4273-4278.
- [20] 石声鑫, 倪晓琳, 郑晓冰, 等. 高效液相色谱-二极管阵列检测器测定食品中的米酵菌酸残留[J]. 食品安全导刊, 2017, 9: 146.
- SHI SX, NI XL, ZHENG XB, *et al.* Determination of bongkreki acid in foods by performance liquid chromatography with diode array detection [J]. *Chin Food Saf Magaz*, 2017, 9: 146.
- [21] SHEN Q, ZHOU XF, ZHAO QL, *et al.* QuEChERS and 96-well plate solid phase extraction for determination of vancomycin and norvancomycin in fish meat by UPLC-MS/MS [J]. *Food Chem*, 2020, 342: 128326.
- [22] SONG GS, ZHOU QC, LI LQ, *et al.* Lipidomics phenotyping of clam (*Corbicula fluminea*) through graphene/fibrous silica nanohybrids based solid-phase extraction and HILIC-MS analysis [J]. *Food Chem*, 2021, 354: 129565.
- [23] 张鸣珊, 李腾崖, 曹小聪, 等. 液液萃取-超高效液相色谱-三重四级杆质谱测定地表水中 19 种磺胺类药物残留[J]. 环境与防治, 2020, 42(7): 838-842.
- ZHANG MS, LI TY, CAO XC, *et al.* Determination of 19 sulfonamides residues in surface water by liquid-liquid extraction with UPLC-MS/MS [J]. *Environ Pollut Control*, 2020, 42(7): 838-842.
- [24] DESFONTAINE V, CAPETTI F, NICOLI R, *et al.* Systematic evaluation of matrix effects in supercritical fluid chromatography versus liquid chromatography coupled to mass spectrometry for biological samples [J]. *J Chromatogr B*, 2018, 1079: 51-61.
- [25] LI JH, ZHOU LU, LONG CY, *et al.* An investigation of bongkreki acid poisoning caused by consumption of a nonfermented rice noodle product without noticeable signs of spoilage [J]. *J Food Prot*, 2019, 82(10): 1650-1654.

(责任编辑: 韩晓红 于梦娇)

作者简介



罗 兰, 硕士, 副主任技师, 主要研究方向为食品和水质的理化检验。
E-mail: luolanhe@163.com