

QuEChERS-液相色谱-串联质谱法快速测定保健食品中违禁添加药物托拉塞米和双醋酚丁含量

王岩松*

(沈阳市食品药品检验所, 沈阳 110124)

摘要: **目的** 建立 QuEChERS-液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)快速测定保健食品中违禁添加药物托拉塞米和双醋酚丁的分析方法。**方法** 样品经乙腈提取后, 用 QuEChERS 法净化, Symmetry C₁₈ 色谱柱分离, LC-MS/MS 外标法定量。**结果** 该方法具有较高的灵敏度, 托拉塞米和双醋酚丁的定量限为 0.2 μg/kg; 在 0.2~50.0 μg/kg 浓度范围, 线性相关系数大于等于 0.9986, 平均回收率为 87.6%~98.9%, 相对标准偏差为 3.8%~10.5%。**结论** 该方法处理过程快速简便, 灵敏度高、专属性强, 适用于保健食品中物托拉塞米和双醋酚丁的含量的测定。

关键词: QuEChERS; 液相色谱-串联质谱法; 托拉塞米; 双醋酚丁; 保健食品

Rapid determination of illegal additives torasemide and diaotydiphenolisatinum in health food by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry

WANG Yan-Song*

(Shenyang Food and Drug Inspection Institute, Shenyang 110124, China)

ABSTRACT: Objective To establish a rapid method for the determination of torasemide and diaotydiphenolisatinum in health food by QuEChERS-liquid chromatography-tandem mass spectrometry (LC-MS/MS). **Methods** After extracted by acetonitrile, the samples were purified by QuEChERS method, separated by symmetry C₁₈ column and quantified by LC-MS/MS with external standard method. **Results** The high sensitivity of this method was confirmed by methodology, the limits of quantification of torasemide and diaotydiphenolisatinum were 0.2 μg/kg, and the linear correlation coefficients were greater than or equal to 0.9986 respectively in the concentration range of 0.2–50.0 μg/kg, the average recoveries were 87.6% to 98.9%, and the relative standard deviations were 3.8%–10.5%. **Conclusion** This method is quick and simple, sensitive and specific, and suitable for the determination of torasemide and diaotydiphenolisatinum in health food.

KEY WORDS: QuEChERS; liquid chromatography-tandem mass spectrometry; torasemide; diaotydiphenolisatinum; health food

*通信作者: 王岩松, 高级工程师, 主要研究方向为食品中多种有机污染物检测方法研究。E-mail: wys5715@126.com

*Corresponding author: WANG Yan-Song, Senior Engineer, Shenyang Food and Drug Inspection Institute, Shenyang 110124, China. E-mail: wys5715@126.com

0 引言

托拉塞米^[1-4]化学名为 1-[4-(3-甲基苯基)氨基吡啶-3-基]磺酰-3-异丙基脲,是新一代高效髓祥利尿剂,利尿作用迅速、强大且持久,不良反应发生率低。双醋酚丁^[5]化学名为 3,3-双[4-(乙酰氧基)苯基]-1,3-二氢-2H-吡啶-2-酮,临床药品口服后在肠内遇碱性肠液逐渐分解成醋酸和酚丁,酚丁对肠粘膜的刺激作用比酚肽强数 10 倍,故其泻作用较强。如果食用了添加违禁药物托拉塞米和双醋酚丁,轻者可能会产生身体不适,重者可能会严重影响身体健康。近年有新闻媒体报道某企业在保健食品中违法添加托拉塞米或双醋酚丁的相关信息,此类事件也受到监管部门的高度重视,将托拉塞米和双醋酚丁列入 2021 年保健食品风险监测项目,目前没有相关食品安全国家标准方法,鼓励实验室自建方法。因此,本方法的建立可以填补托拉塞米和双醋酚丁检测标准方法空白。

目前,有关托拉塞米和双醋酚丁检测方法研究较少,主要是液相色谱法检测药物片剂的含量。液相色谱法存在一定的局限性,不适用复杂基质中的痕量分析。而液相色谱-串联质谱法(liquid chromatography-tandem mass spectrometry, LC-MS/MS)采用二级质谱扫描定性定量,可以有效降低基质效应的影响,定量准确、灵敏度高、选择性强^[6-8]。

分散固相萃取技术(QuEChERS)^[9-13]是一种简捷、科学、准确地将目标物提取、净化的前处理方法,已经广泛应用于食品中药物残留的检测^[14-18]。本研究对保健食品进行 QuEChERS 提取和净化,结合液相色谱-串联质谱法^[19-23]对违禁添加药物托拉塞米和双醋酚丁含量进行检测,以期监管部门提供有效的检测技术手段。

1 材料与方 法

1.1 仪器与试剂

QTRAP 4500 串联质谱仪(美国应用生物系统公司); LC 20A 液相色谱仪(日本岛津公司); BS244S 电子天平(德国赛多利斯科学仪器有限公司); KQ5200DE 数控超声波清洗器(昆山市超声仪器有限公司); Milli-Q 型超纯水系统(美国 Millipore 公司); 15 mL 尖底离心管(上海安普公司)。

托拉塞米标准品(纯度 100.0%, 中国食品药品检定研究院); 双醋酚丁标准品(纯度 97%, 加拿大 TRC 公司); 甲醇、乙腈(色谱纯, 美国 Thermo Fisher Scientific 公司); 甲酸(分析纯, 国药集团化学试剂有限公司); 无水硫酸镁(MgSO₄)、乙二胺-N-丙基硅烷化硅胶(primary secondary amine, PSA)、石墨化碳黑(graphitized carbon black, GCB)、HC-C₁₈ 超洁净填料(上海安谱实验科技股份有限公司); 实验室用水为高纯水。

样品购自沈阳市超市及药店。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

固体样品: 将片剂和粉末及胶囊内容物样品细致研磨, 过 425 μm 的标准网筛, 得到均质样品后称量。称取 1.00 g 样品于 15 mL 尖底离心管中, 分别加入 1000 mg 无水 MgSO₄、100 mg PSA、50 mg GCB、20 mg HC-C₁₈ 后加入 10 mL 甲醇, 用力摇匀, 超声提取 30 min, 静置, 取上清液经 0.22 μm 有机滤膜过滤, 滤液待测。若阳性样品浓度超出线性范围则按一定比例甲醇稀释后再测。

液体样品: 称取 1.00 g 按照上述操作进行。

1.2.2 标准溶液的配制

分别准确称取托拉塞米标准物质 0.0100 g, 双醋酚丁 0.0103 g, 置于 100 mL 容量瓶中, 甲醇溶解定容, 混匀, 配制成 100 mg/L 的标准储备溶液, -18 °C 避光保存。精密量取托拉塞米和双醋酚丁标准储备溶液 1.0 mL 置于 100 mL 容量瓶中, 甲醇定容, 配制成 1000 ng/mL 混合中间溶液, -18 °C 避光保存。

1.2.3 液相色谱条件

Symmetry C₁₈ 色谱柱(150 mm×2.1 mm, 3.5 μm); 流动相 A 为水, B 为甲醇, 分别添加 0.1% 的甲酸; 线性梯度洗脱程序: 0~2 min 为 10% B, 2~5 min 由 10% B 变为 95% B, 5~7.5 min 保持 95% B, 7.5~8 min 由 95% B 变为 10% B, 8~10 min 保持 10% B。流速: 0.35 mL/min。柱温: 40 °C。进样体积 5 μL。

1.2.4 质谱条件

电喷雾离子源(electron spray ionization, ESI), 正离子扫描; 多反应监测(multiple reaction monitoring, MRM)模式; 电喷雾电压(ionspray voltage, IS): 5500 V; 雾化气压力: 65 psi (1 psi=6894.76 Pa); 气帘气压力: 30 psi; 辅助气压力: 65 psi; 离子源温度: 550 °C; 定性离子对、定量离子对、碰撞气能量(collision energy, CE)及去簇电压(declustering potential, DP)见表 1。

2 结果与分析

2.1 液相色谱条件的优化

采用乙腈-水为流动相, 考察了在乙腈和水中分别添加不同比例的甲酸(0%、0.1%、0.2%、0.3%和 0.5%)对质谱信号的影响。蠕动泵直接注射托拉塞米和双醋酚丁中间液(1.2.2), 流速为 10 μL/min, 同时加载流速 0.35 mL/min 的初始比例流动相。实验结果表明, 流动相中添加 0.1% 甲酸时, 质谱信号明显增强, 但是随着甲酸比例的增大反而呈减弱趋势。因为在酸性条件下, 有利于化合物获取一个 H⁺形成 [M+H]⁺ 的分子离子峰, 有利于正离子扫描的质谱响应。因此, 本研究选择在流动相中添加 0.1% 甲酸以提高化合物的灵敏度。本研究优化了梯度洗脱程序, 2 种化合物均获得较好的色谱峰, 如图 1 所示, 2 种化合物出峰附近未出现明显的干扰峰, 峰形尖锐对称, 并且获得了较高的质谱响应。

表 1 托拉塞米和双醋酚丁的质谱参数
Table 1 MS/MS parameters of torasemide and diaotylidiphenolisatinum

化合物	CAS	母离子(m/z)	子离子(m/z)	去簇电压/V	碰撞气能量/eV
托拉塞米	56211-40-6	349.0	264.1*	90	19
			290.1	90	15
			183.3	90	45
双醋酚丁	115-33-3	402.1	224.3*	71	15
			266.1	71	28
			196.3	71	62

注: *为定量离子。

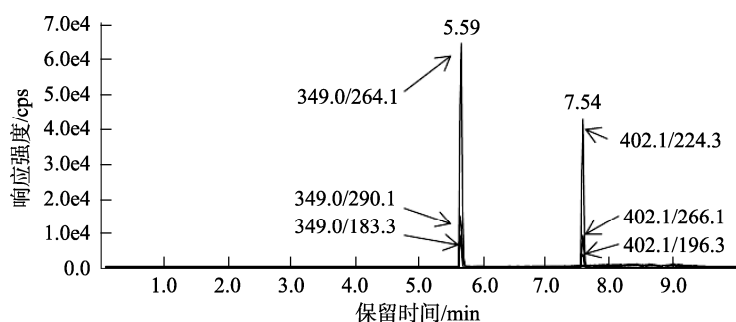


图 1 托拉塞米和双醋酚丁 MRM 色谱图(1 ng/mL)

Fig.1 MRM chromatogram of torasemide and diaotylidiphenolisatinum (1 ng/mL)

2.2 质谱条件的优化

比较了正负离子扫描对托拉塞米和双醋酚丁质谱信号的影响。负离子全扫描时 2 种化合物均不出峰, 正离子全扫描时, 2 种化合物出现了明显的 $[M+H]^+$ 分子离子峰。因此本研究选择正离子扫描方式。

通过调节碰撞能 CE 打碎母离子, 形成子离子碎片, 子离子扫描确定化合物的子离子碎片。托拉塞米的子离子

碎片为 m/z 290.1、264.1 和 183.3。选择丰度最高、干扰最小的子离子与母离子组成定量离子对, 托拉塞米的定量离子对为 349.0 > 264.1, 定性离子对为 349.0 > 290.1, 349.0 > 183.3; 双醋酚丁的子离子碎片为 m/z 224.3、266.1 和 196.3, 定量离子对为 402.1 > 224.3, 定性离子对为 402.1 > 266.1, 402.1 > 196.3, 如图 2 所示。优化各离子对的质谱参数碰撞能、去簇电压、雾化气压力、辅助气压力、离子源温度等。分析物的最佳质谱条件见表 1。

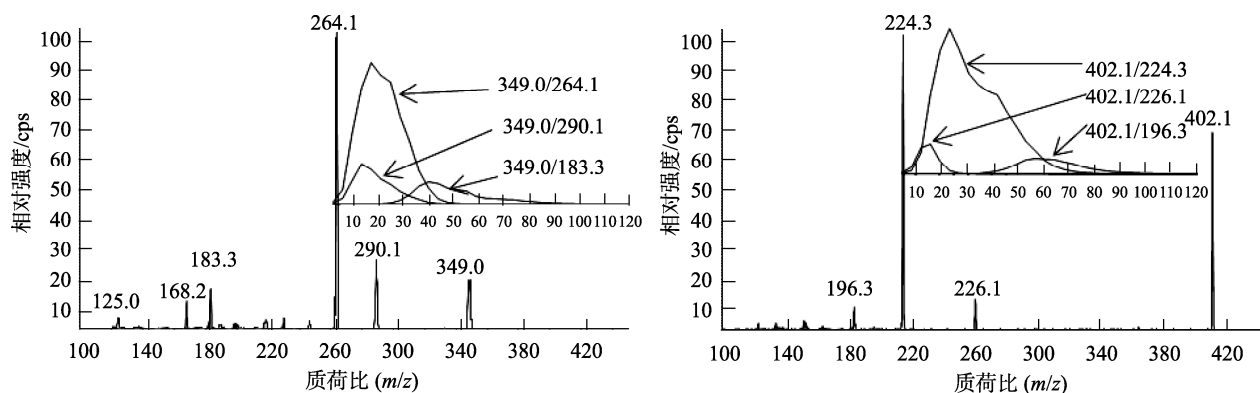


图 2 托拉塞米和双醋酚丁子离子扫描质谱图

Fig.2 Fragment ion scanning mass spectrometry of torasemide and diaotylidiphenolisatinum

2.3 质谱解析

托拉塞米母离子随着 CE 等的增加, 逐渐被打碎, 如表 1 和图 3a 所示, 在 CE 能增加到 15 时, 从 1 处键断裂, 失去 $[C_3H_6]$ 和一分子水, 形成 m/z 290 的峰, CE 继续增大从 2 处键断裂失去 $[C-N]$, 形成 m/z 264 的峰, 当 CE 增大到 45 时, 从 3 处键断裂形成 m/z 183 的峰。如表 1 和图 3b 所示双醋酚丁分子结构中苯环上的羧基具有较强的吸电子效应, 导致可能从 1 处和 2 处键断裂丢失 m/z 136 的中性碎片, 形成 m/z 266 的离子峰, 由于空间位阻效应的影响, 1 处键受到排挤, 较 2 处键更活跃, 需要的碰撞能量小一些, 推测可能会在 1 处键先断裂。继续增大 CE, 从 3 处键断裂失去 $[CH_3O]$, 形成 m/z 224 的碎片, 随着 CE 继续增大 m/z 266 和 m/z 224 的峰逐渐降低, CE 增大到 62 时才出现 m/z 196 的离子峰, 因为需要从 4 处和 5 处键同时断裂打破环结构才能失去羰基形成 m/z 196 的离子峰。

2.4 QuEChERS 条件的优化

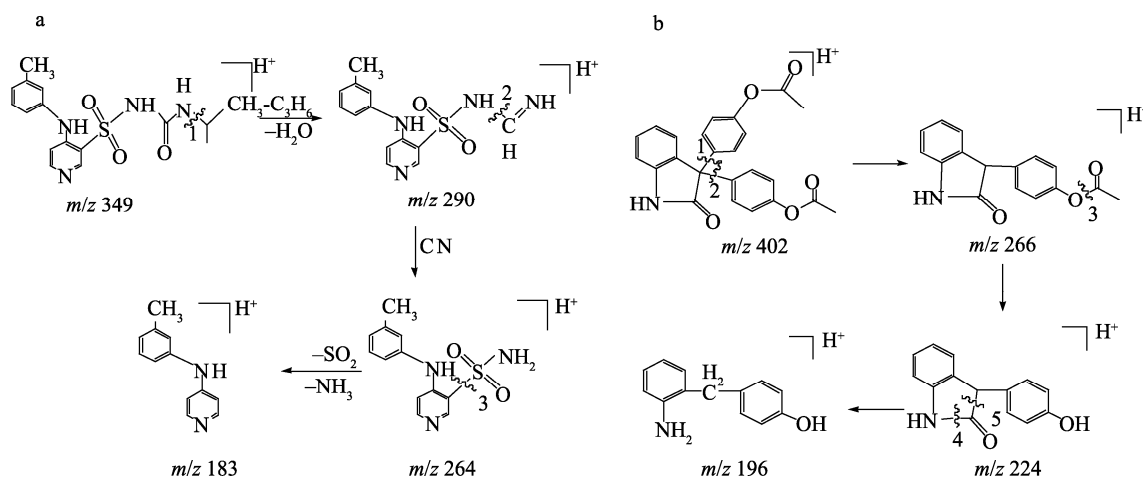
选择了常用的分散固相萃取净化剂无水 $MgSO_4$ 、PSA、GCB 和 HC-C₁₈, 并考察其用量对分析物回收率的影响。取 4 组 15 mL 的尖底离心管, 每组 5 个, 采用交叉优化法进行优化。无水 $MgSO_4$ 的质量分别为: 200、400、600、800、1000 mg, 如图 4a 所示无水硫酸镁的添加量对化合物回收率无明显的影响, 无水硫酸镁主要用于物理吸附试样中的少量水分, 实验选择了添加量为 1000 mg; PSA 和 HC-C₁₈ 主要用于吸附样品中的脂溶性化合物、糖类和非极性干扰物, 但是对目标物也具有一定的吸附, 保持无水 $MgSO_4$ 添加量为 1000 mg, PSA 的量分别为: 50、100、150、

200、250 mg, 如图 4b 所示 PSA 添加量为 150 mg 时托拉塞米和双醋酚丁回收率出现了下降趋势, 因此选择 PSA 的添加量为 100 mg; 保持 $MgSO_4$ 和 PSA 两两不变, 改变 HC-C₁₈ 的添加量(20、40、60、80、100 mg), 如图 4c 所示当添加量为 20 mg 时回收率在 95%~100%, 当添加量达到 40 mg 时, 托拉塞米回收率下降很快, 因此选择 HC-C₁₈ 的添加量为 20 mg; 保持 $MgSO_4$ 、PSA 和 HC-C₁₈ 的量不变, 添加不同量的 GCB 考察对回收率的影响, 如图 4d 所示, 随着 GCB 量的增大, 吸收大量的色素等干扰物的同时, 对目标物的吸收也随之增大, 因此选择 GCB 的添加量为 50 mg。综上所述, 确定无水 $MgSO_4$ 、PSA、HC-C₁₈ 和 GCB 的添加量分别为 1000、100、20 和 50 mg。

2.5 方法学验证

2.5.1 定量限及线性关系

固体样品选择益生菌冲剂作为空白基质, 液体样品选择鳕鱼肝油软胶囊内容为空白基质。添加少量的托拉塞米和双醋酚丁使其浓度为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 信噪比 $S/N > 10$, 托拉塞米和双醋酚丁的定量限均为 0.2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。在 2 种基质中添加不同量的托拉塞米和双醋酚丁标准溶液使其浓度分别为 0.2、0.5、1.0、5.0、10.0、50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。按 1.2.1 步骤进行操作, 托拉塞米与双醋酚丁的峰面积比值 Y 为纵坐标, 以浓度 X ($\mu\text{g}/\text{kg}$) 为横坐标, 绘制校正曲线。固体样品中托拉塞米线性相关系数为 0.9986, 双醋酚丁为 0.9991; 液体样品中托拉塞米线性相关系数为 0.9990, 双醋酚丁为 0.9996。综上所述, 托拉塞米和双醋酚丁在浓度范围 0.2~50.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 内, 线性相关系数 $r \geq 0.9986$, 线性关系良好。



注: a: 托拉塞米; b: 双醋酚丁。

图 3 托拉塞米和双醋酚丁正离子模式下裂解途径

Fig.3 Proposed fragmentation pathways of torasemide and diaotylidiphenolisatinum in positive mode

2.5.2 回收率和精密度

以益彤牌益生菌粉作为固体基质, 桑唐饮口服液为液体基质, 基质样品中未检出目标物, 称取作为空白基质的固体样品和液体样品 1.00 g, 分别添加一定量的托拉塞米和双醋酚丁标准溶液, 使其浓度为 0.2、0.5 和 5.0 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 按 1.2.1 步骤进行操作, 每个浓度重复测定 6 次, 如表 2 所示, 平均回收率为 87.6%~98.9%, 相对标准偏差(relative standard deviations, RSDs) 为 3.8%~10.5%, 表明方法具有较好的准确度和精密度。

2.5.3 实际样品的检测

应用建立方法对片剂、颗粒、粉末、胶囊内容物和液体等一共 20 批次保健食品样品进行了检测, 所检测样品

中未检出托拉塞米和双醋酚丁。

3 结论与讨论

本研究应用 QuEChERS 技术与液相色谱-串联质谱法相结合建立了保健食品中违禁添加药物托拉塞米和双醋酚丁含量的快速检测方法。经方法学验证, 方法的线性关系良好, 获得较好的准确度和精密度, 适用于保健食品中托拉塞米和双醋酚丁的快速筛查和准确定量。该方法的建立填补了保健食品中托拉塞米和双醋酚丁的检测方法空位, 为保健食品安全提供了科学准确的检测手段。

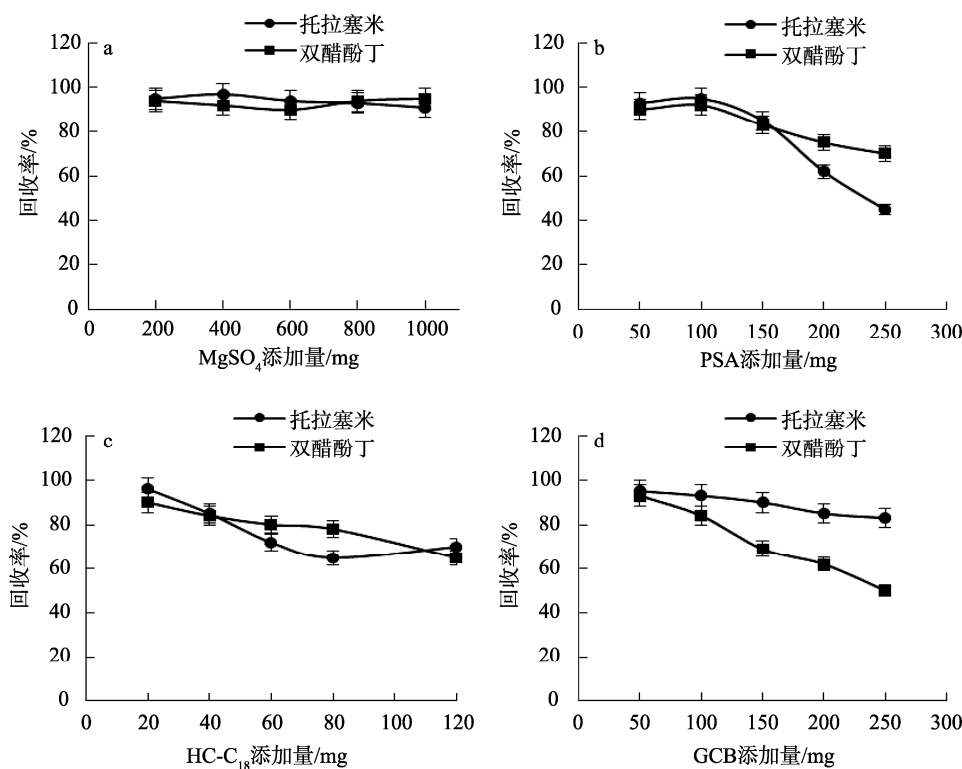


图 4 4 种净化填料用量对托拉塞米和双醋酚丁回收率的影响($n=3$)

Fig.4 Effects of 4 kinds of purification materials on the recoveries of torasemide and diaotydiphenolisatinum ($n=3$)

表 2 平均回收率和精密度试验结果($n=6$)

Table 2 Average recoveries and precisions for the analytical procedure ($n=6$)

样品基质	添加水平/ $(\mu\text{g}/\text{kg})$	平均回收率/%		RSD/%	
		托拉塞米	双醋酚丁	托拉塞米	双醋酚丁
固体样品	0.2	89.3	87.6	6.3	10.5
	0.5	91.6	91.3	5.4	5.7
	5.0	93.2	96.5	8.6	7.2
液体样品	0.2	90.5	94.2	6.3	3.8
	0.5	90.7	91.2	7.5	4.7
	5.0	98.9	90.8	8.0	6.7

参考文献

- [1] 梁杨, 王小玲, 郭礼强. 基于 QuEChERS 提取的 HPLC-MS/MS 法检测人血浆中 6 种常用利尿剂[J]. 药物分析杂志, 2019, 39(9): 1590–1596.
LIANG Y, WANG XL, GUO LQ. Detection of 6 common diuretics in human plasma by HPLC-MS/MS based on QuEChERS extraction [J]. Chin J Pharm Anal, 2019, 39(9): 1590–1596.
- [2] 崔志平. 共振瑞利散射和荧光法在测定多糖、维生素和利尿药中的新应用研究[D]. 重庆: 西南大学, 2013.
CUI ZP. Study on the new application for the determination of polysaccharose, vitamin and diuretics by resonance rayleigh scattering and fluorescence spectroscopy [D]. Chongqing: Southwest University, 2013.
- [3] 苏伊新. 托拉塞米与呋塞米的药理和临床作用对比研究[J]. 中国药房, 2010, 21(24): 2300–2302.
SU YX. Comparative study on the pharmacological and clinical effects of tolasemide and furosemide [J]. Chin Pharm, 2010, 21(24): 2300–2302.
- [4] 胡瑞钺, 田波, 喻建勇. 托拉塞米的临床应用与比较探讨[J]. 中国医药导报, 2010, 7(2): 189–190.
HU RY, TIAN B, YU JY. Clinical application and comparison of torasemide [J]. China Med Herb, 2010, 7(2): 189–190.
- [5] 于志超, 吕新华, 王焕煜, 等. 线性组合导数光谱法测定蛔虫丹中山道年和双醋酚丁的含量[J]. 齐鲁药事, 1992, (3): 19, 20–21.
YU ZC, LV XH, WANG HY, *et al.* Determination of santonin and diacetamol in *Ascaris lumbricoides* pill by linear combination derivative spectrometry [J]. Qilu Pharm Affair, 1992, (3): 19, 20–21.
- [6] GIACCONE V, POLIZZOTTO G, MACALUSO A, *et al.* Determination of ten corticosteroids in illegal cosmetic products by a simple, rapid, and high-performance LC-MS/MS method [J]. Int J Anal Chem, 2017, 2017: 1–12.
- [7] GOLUBOVIC JB, OTASEVIC BM, PROTIC AD, *et al.* Liquid chromatography/tandem mass spectrometry for simultaneous determination of undeclared corticosteroids in cosmetic creams [J]. Rapid Commun Mass Spectrom, 2015, 29(24): 2319–2327.
- [8] CLARKE DB, BAILEY VA, ROUTLEDGE A, *et al.* Dietary intake estimate for perfluorooctanesulphonic acid (PFOS) and other perfluorocompounds (PFCs) in UK retail foods following determination using standard addition LC-MS/MS [J]. Food Addit Contam, 2010, 27(4): 530–545.
- [9] 宋晓婉, 刘坤, 宋旭凤, 等. HPLC-MS/MS 法检测减肥类保健品中 4 种致泻类非法添加物[J]. 食品科技, 2020, 45(5): 346–349.
SONG XW, LIU K, SONG XF, *et al.* Determination of four diarrheal components illegally added in slimming functional products by HPLC-MS/MS method [J]. Food Sci Technol, 2020, 45(5): 346–349.
- [10] 汤丽昌, 陈高健, 梁国华. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定食醋、酱油及料酒中的 13 种甜味剂和防腐剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(6): 2181–2188.
TANG LC, CHEN GJ, LIANG GH. Simultaneous determination of 13 preservatives and sweeteners in vinegar, soy sauce and seasoning wine by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(6): 2181–2188.
- [11] 方海仙, 毕嘉蕊, 耿慧春, 等. QuEChERS-气相色谱法测定葡萄酒中 6 种杀虫剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 623–628.
FANG HX, BI JR, GENG HC, *et al.* Determination of 6 insecticides in wine by QuEChERS-gas chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(2): 623–628.
- [12] AHMAD MI, USMAN A, AHMAD M. Computational study involving identification of endocrine disrupting potential of herbicides: Its implication in TDS and cancer progression in CRPC patients [J]. Chemosphere, 2017, 173: 395–403.
- [13] AOAC Official Method. Official methods of analysis: Pesticide residues in foods by acetonitrile extraction and partitioning with magnesium sulfate [Z].
- [14] EN 15662 2008 standard. Foods of plant origin: determination of pesticide residues using GC-MS and/or LC-MS/MS following acetonitrile extraction/partitioning and clean-up by dispersive SPE, ISBN9780580584411, QuEChERS method [Z].
- [15] RAMASUBRAMANIAN T, PARAMASIVAM M, JAYANTHI R, *et al.* A simple and sensitive single-step method for gas chromatography-mass spectrometric determination of fipronil and its metabolites in sugarcane juice, jaggery and sugar [J]. Food Chem, 2014, 150(5): 408–413.
- [16] LI MH, LI PY, WANG L, *et al.* Determination and dissipation of fipronil and its metabolites in peanut and soil [J]. J Agric Food Chem, 2015, 63(18): 4435–4443.
- [17] GUEDES JAC, DE OSR, LIMA CG, *et al.* Matrix effect in guava multiresidue analysis by QuEChERS method and gas chromatography coupled to quadrupole mass spectrometry [J]. Food Chem, 2016, 199: 380–386.
- [18] ZHANG AZ, WANG QL, CAO LL, *et al.* Determination of THC in edible vegetable oil by ultra-high performance liquid chromatography-electrospray tandem mass spectrometry [J]. Chin J Chromatogr, 2016, 34(2): 158–164.
- [19] 曾小娟, 林涛, 王莉丽, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法测定茶叶中 3 种杀虫剂手性农药[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 602–608.
ZENG XJ, LIN T, WANG LL, *et al.* Determination of 3 kinds of chiral pesticides in tea by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(2): 602–608.
- [20] 徐峰, 于佳勇, 吴银良. QuEChERS 结合超高效液相色谱-串联质谱法测定牛奶中莫昔克丁残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(2): 673–678.
XU F, YU JY, WU YL. Determination of moxidectin in milk by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(2): 673–678.
- [21] 魏进, 张盈, 王洪瑶, 等. QuEChERS-超高效液相色谱-串联质谱法同时检测大米中 5 种农药残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(5): 1783–1788.
WEI J, ZHANG Y, WANG HY, *et al.* Simultaneous determination of 5 kinds of pesticide residues in rice by QuEChERS-ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(5): 1783–1788.
- [22] 梁海斌. QuEChERS-高效液相色谱法检测不同畜禽产品中 5 种氟喹诺酮类的药物残留[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(1): 182–186.
LIANG HB. Determination of 5 fluoroquinolones residues in different livestock and poultry products by QuEChERS-high performance liquid chromatography [J]. J Food Saf Qual, 2021, 12(1): 182–186.
- [23] SAKTHISELVI T, PARAMASIVAM M, VASANTHI D, *et al.* Persistence, dietary and ecological risk assessment of indoxacarb residue in/on tomato and soil using GC-MS [J]. Food Chem, 2020, 328: 127134.

(责任编辑: 于梦娇 郑丽)

作者简介



王岩松, 高级工程师, 主要研究方向为食品中多种有机污染物检测方法研究。
E-mail: wys5715@126.com