

doi: 10.19969/j.fxcxb.22042705

# 基于QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法 检测八角中莽草毒素的研究

钟玉心<sup>1,2</sup>, 王宇<sup>2</sup>, 钱振杰<sup>2</sup>, 陈彦宏<sup>2</sup>, 张辉<sup>2</sup>, 王伟<sup>3</sup>, 何咏欣<sup>2</sup>,  
杨嘉鑫威<sup>2</sup>, 龚海锬<sup>2</sup>, 徐振林<sup>1\*</sup>

(1. 华南农业大学 食品学院 广东省食品质量安全重点实验室, 广东 广州 510640; 2. 广州市食品检验所, 广东 广州 511405; 3. 黄埔海关技术中心, 广东 广州 510700)

**摘要:** 该文建立了八角中莽草毒素的高效液相色谱-串联质谱检测方法。样品在乙酸盐缓冲体系下经乙腈溶液提取, 200 mg N-丙基乙二胺(PSA)和50 mg 石墨化碳黑(GCB)净化后, 使用 Accucore aQ C<sub>18</sub>(2.1 mm × 150 mm, 2.6 μm)柱分离, 以甲醇和0.1%甲酸水溶液为流动相进行梯度洗脱, 采用电喷雾离子源负离子模式(ESI<sup>-</sup>)及多反应监测模式(MRM)进行测定, 外标法定量。结果显示, 莽草毒素在1.0~100.0 ng/mL范围内线性关系良好, 相关系数( $r^2$ )大于0.99。样品在0.02、0.20、0.40、1.00 mg/kg加标水平下的平均回收率为92.5%~112%, 相对标准偏差(RSD,  $n=6$ )为1.1%~6.0%, 检出限和定量下限分别为0.006 mg/kg和0.02 mg/kg。用于市售八角中莽草毒素含量的测定, 10份样品中有1份莽草毒素含量超过1.00 mg/kg。该方法简便、快速、灵敏、准确, 可为八角的质量评价与真伪鉴别提供技术支撑。

**关键词:** 八角; 莽草毒素; QuEChERS; 高效液相色谱-串联质谱; 质量评价

**中图分类号:** O657.7; O657.6 **文献标识码:** A **文章编号:** 1004-4957(2022)11-1690-06

## Determination of Anisatin in Star Anise by High Performance Liquid Chromatography – Tandem Mass Spectrometry with QuEChERS Method

ZHONG Yu-xin<sup>1,2</sup>, WANG Yu<sup>2</sup>, QIAN Zhen-jie<sup>2</sup>, CHEN Yan-hong<sup>2</sup>, ZHANG Hui<sup>2</sup>,  
WANG Wei<sup>3</sup>, HE Yong-xin<sup>2</sup>, YANG Jia-xin-wei<sup>2</sup>, GONG Hai-kun<sup>2</sup>, XU Zhen-lin<sup>1\*</sup>

(1. Guangdong Provincial Key Laboratory of Food Quality and Safety, College of Food Science, South China Agricultural University, Guangzhou 510640, China; 2. Guangzhou Institute for Food Inspection, Guangzhou 511405, China; 3. Huangpu Customs Technical Center, Guangzhou 510700, China)

**Abstract:** Chinese star anise (*Illicium verum*) is used as a spice in Asian while it is used as herbal remedy for infantile colic in America or Europe. Toxic *Illicium* species such as Japanese star anise (*Illicium anisatum* L.), resembling Chinese anise star, contain higher concentrations of sesquiterpene lactone neurotoxin named anisatin. Consumption of Chinese anise star contaminated or adulterated by such toxic *Illicium* species may cause fatal poisoning. However, it is difficult to distinguish between Chinese star anise and its adulterants just according to dried fruit appearance due to the morphological similarity. Therefore, it is of great significance to establish a method to identify Chinese star anise from its adulterants to ensure food safety. The aim of this work was to establish high performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry (HPLC – MS/MS) with a quick, easy, cheap, effective, rugged and safe (QuEChERS) pretreatment for the determination of anisatin in star anise. The sample was extracted with acetonitrile in acetate buffer system. Then the extracted supernatant was purified with 200 mg of primary secondary amine (PSA) and 50 mg of graphitized carbon black (GCB). The chromatographic separation was carried out on an Accucore aQ C<sub>18</sub> column (2.1 mm × 150 mm, 2.6 μm) by gradient elution, using methanol and 0.1% formic acid aqueous solution as the mobile phases. Anisatin was detected in negative electrospray ionization (ESI<sup>-</sup>)

收稿日期: 2022-04-27; 修回日期: 2022-06-02

基金项目: 国家自然科学基金(32061160473); 广东省食品质量安全重点实验室开放课题(2020KF006)

\* 通讯作者: 徐振林, 博士, 教授, 研究方向: 食品安全与营养, E-mail: jallent@163.com

mode under multiple reaction monitoring (MRM) mode, then quantified by external standard method. The result showed that the calibration curve for anisatin had a good linear correlation in the range of 1.0 – 100.0 ng/mL, with a correlation coefficient ( $r^2$ ) higher than 0.99. At the four spiked levels of 0.02, 0.20, 0.40 and 1.00 mg/kg, the average recoveries ranged from 92.5% to 112%, with the relative standard deviations (RSDs) from 1.1% to 6.0%. The limit of detection (LOD) and the limit of quantification (LOQ) were 0.006 mg/kg and 0.02 mg/kg, respectively. The established method was applied to the determination of anisatin in 10 batches of Chinese star anise samples purchased from the local market, of which 1 batch was found containing anisatin exceeding 1.00 mg/kg. The result indicated that there was a potential adulteration risk of Chinese star anise in the market. This proposed method is simple, rapid, sensitive and accurate, and it could provide a technical support for the quality evaluation and authenticity discrimination on Chinese star anise.

**Key words:** star anise; anisatin; QuEChERS; high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry; quality assessment

八角 (*Illicium verum* Hook. f), 也称八角茴香 (*Illicium verum*), 为八角属八角种植物, 其种植历史悠久, 用途广泛, 在亚洲地区常用作烹饪调料<sup>[1]</sup>, 因具有镇痛和镇静功能, 通常被当作中药用于治疗呕吐、胃痛<sup>[2]</sup>。同属多种植物如莽草、野八角、日本莽草与八角形态相似, 但均含有莽草毒素 (Anisatin) (结构式见图 1), 因此具有不同程度的毒性, 误用会引起中毒<sup>[3]</sup>。莽草毒素属于倍半萜内酯神经毒素, 其半数致死量 ( $LD_{50}$ ) 为 0.76 mg/kg<sup>[4]</sup>。在欧美地区, 因饮用混淆或掺假了日本莽草 (*Illicium anisatum* L.) 的八角茴香茶引起的中毒事件时有发生<sup>[5]</sup>。在中国也发生过误服莽草而导致的中毒事件<sup>[6]</sup>。由于八角与其伪品莽草等同科植物的外观形态非常相似, 仅从完整干果外观难以将其准确区分; 对于缺乏形态特征的八角茴香粉, 更无法通过外形鉴别真伪, 导致八角产品易因原料误掺莽草而引发中毒事件。因此, 建立一种准确的八角掺伪鉴别和质量控制方法显得尤为重要。

目前, 已有研究报道八角茴香及其伪品的鉴别方法, 如采用形态学分析方法, 通过荧光显微镜、扫描电子显微镜对八角及其伪品进行显微结构鉴别<sup>[4,7]</sup>; 采用顶空固相萃取-气相色谱-质谱法比较八角茴香及其伪品中的挥发性风味成分种类与含量的差异<sup>[6]</sup>; 基于八角茴香与伪品在毒性成分莽草毒素含量上的差异<sup>[8]</sup>, 采用高效液相色谱-串联质谱法 (HPLC-MS/MS) 对引起中毒的特征成分莽草毒素进行定量分析<sup>[4]</sup>。其中, HPLC-MS/MS 是最常用的八角伪品毒性成分检测方法, 可在中毒事故发生后早诊断早干预, 降低莽草毒素中毒的死亡率。目前中国药典仅规定了八角中反式茴香脑的含量<sup>[9]</sup>, 而对莽草毒素尚未指定标准检测方法。现有的 HPLC-MS/MS 法主要采用液液萃取、固相萃取的前处理方式, 耗时较长。QuEChERS 前处理技术具有快速、简单、廉价、高效、安全的优点, 已广泛应用于农药残留分析, 在生物毒素领域也开始得到应用<sup>[10]</sup>。本文基于 QuEChERS 前处理方法, 建立了八角中莽草毒素的 HPLC-MS/MS 检测方法, 并用于市售八角茴香中莽草毒素含量的检测。

## 1 实验部分

### 1.1 材料与试剂

莽草毒素标准品 (CAS: 5230-87-5, 纯度 97.4%)、甲酸 (色谱纯) (美国 Sigma Aldrich 公司); 甲醇、乙腈 (LC/MS 级, 美国 Thermo 公司); 乙酸 (色谱纯, 天津科密欧化学试剂公司); QuEChERS 盐包 (4.0 g 无水硫酸镁, 1.0 g 氯化钠)、乙酸缓冲盐萃取盐包 (6.0 g 无水硫酸镁, 1.5 g 乙酸钠)、柠檬酸缓冲盐萃取盐包 (4.0 g 无水硫酸镁, 1.0 g 氯化钠, 1.0 g 二水合柠檬酸钠, 0.5 g 柠檬酸氢二钠) 均购于美国 Agilent 公司; N-丙基乙二胺 (PSA)、 $C_{18}$  和石墨化碳黑 (GCB) 均购于上海安谱实验科技股份有限公司。实验所用八角样品均为市售。

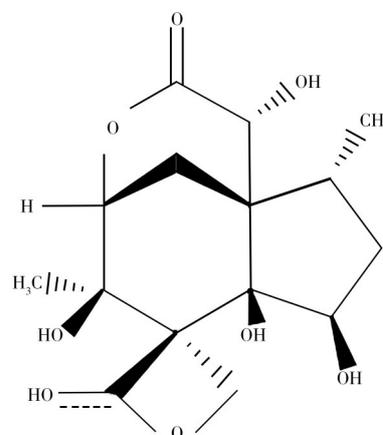


图 1 莽草毒素化学结构式  
Fig. 1 Chemical structure of anisatin

## 1.2 仪器与设备

高效液相色谱-串联质谱仪(AB Sciex 5500 QTRAP, 美国 AB SCIEX 公司); 电子天平(CP225D, 德国 Sartorius 公司); Milli-Q Academic 超纯水系统(德国 Millipore 公司); 高速冷冻离心机(Sorvall ST 16R, 美国 Thermo 公司); 多位点涡旋振荡器(Multi Reax, 德国 Heidolph 公司); 圆周振荡器(MA 3 basic, 德国 IKA 公司); Accucore aQ C<sub>18</sub> 色谱柱(2.1 mm × 150 mm, 2.6 μm, 美国 Thermo 公司)。

## 1.3 标准溶液的配制

莽草毒素标准储备液(1.0 mg/mL): 准确称取莽草毒素标准品 10 mg(精确至 0.01 mg), 以甲醇溶解后, 转移至 10 mL 容量瓶中, 用甲醇定容至刻度, 于 -20 °C 保存。

莽草毒素标准中间液(1.0 μg/mL): 准确吸取 100 μL 莽草毒素标准储备液至 100 mL 容量瓶中, 用乙腈定容至刻度, 于 -20 °C 保存。

莽草毒素标准工作液: 分别移取适量莽草毒素标准中间液, 用乙腈稀释定容, 配制成 1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 ng/mL 的标准工作液, 现用现配。

## 1.4 样品前处理

称取 0.5 g 样品(精确至 0.01 g)至 50 mL 具塞离心管中, 加入 1 颗陶瓷均质子、5 mL 超纯水、10 mL 乙腈, 涡旋提取 10 min, 加入乙酸缓冲盐萃取盐包, 盖上离心管盖, 剧烈振荡 1 min, 以 8 000 r/min 离心 3 min。吸取 2 mL 上清液至 QuEChERS 样品净化管中(内含 200 mg PSA、50 mg GCB), 涡旋 1 min, 以 8 000 r/min 离心 3 min, 过 0.22 μm 有机微孔滤膜, 供 HPLC-MS/MS 检测。

## 1.5 分析条件

1.5.1 色谱条件 色谱柱: Accucore aQ C<sub>18</sub> 柱(2.1 mm × 150 mm, 2.6 μm); 流动相: A 为甲醇, B 为含 0.1% 甲酸的水溶液; 流速: 0.3 mL/min; 进样量: 2 μL; 柱温: 40 °C; 梯度洗脱程序: 0 ~ 4.0 min, 95% B; 4.0 ~ 7.0 min, 95% ~ 20% B; 7.0 ~ 9.0 min, 20% B; 9.0 ~ 9.1 min, 20% ~ 95% B; 9.1 ~ 12.0 min, 95% B。

1.5.2 质谱条件 离子源: 电喷雾离子源; 离子扫描模式: 负离子模式(ESI<sup>-</sup>); 扫描方式: 多反应监测(MRM)模式; 离子源温度: 500 °C; 气帘气: 206.8 kPa(30 psi); 离子化电压: 4 500 V; 碰撞气: 55.2 kPa(8 psi); 辅助加热器 1(GS1): 344.7 kPa(50 psi); 辅助加热器 2(GS2): 344.7 kPa(50 psi)。

## 1.6 数据处理

采用 AB Sciex Analyst Software 软件进行数据采集, Multi Quant(3.0.2)软件处理数据, Origin 2019b 软件作图。

# 2 结果与讨论

## 2.1 质谱条件优化

以甲醇-水(1:1)为溶剂, 配制 100 ng/mL 的莽草毒素标准溶液, 注入质谱系统, 进行正负离子扫描, 筛选母离子。结果表明: 负离子模式下分子离子[M-H]<sup>-</sup>(*m/z* 327.1)的响应值最高。在 -5 ~ -50 eV 范围内逐步改变碰撞能量, 直至母离子强度为基峰强度的 1/3, 筛选出 *m/z* 297.1、126.9 的子离子, 组建 MRM 离子对, 并优化去簇电压及碰撞能量。质谱参数见表 1。

表 1 莽草毒素质谱参数

Table 1 Mass spectrometric parameters for anisatin

Compound	Retention time(min)	Parent ion( <i>m/z</i> )	Daughter ion( <i>m/z</i> )	Declustering potential(V)	Collision energy(eV)
Anisatin	7.02	327.1	126.9*	-80	-20
	7.02	327.1	297.1	-80	-22

\*quantitative ion

## 2.2 流动相优化

考察了普通 C<sub>18</sub> 色谱柱和 aQ 柱对莽草毒素的分离效果, 结果表明, 两者均可对莽草毒素进行测定, 但不同色谱柱上的峰形差别较大。莽草毒素在 aQ 色谱柱上的峰形尖锐, 分离效果好, 故选择 aQ 柱作为分析柱。考察了乙腈-水、甲醇-水、甲醇-0.1% 甲酸水溶液作为流动相的效果。结果表明, 以乙

腈-水为流动相的分离效果较差, 存在峰重叠现象, 调节梯度洗脱程序也无法得到满意的分离效果; 而甲醇极性弱于乙腈, 能实现目标化合物和杂质的分离; 加入 0.1% 甲酸虽抑制了莽草毒素电离导致响应有所降低, 但可减少基质效应的影响。故选择甲醇-0.1% 甲酸水溶液为流动相。在优化洗脱程序下, 莽草毒素标准溶液与加标样品的色谱图见图 2。

### 2.3 样品前处理方法优化

#### 2.3.1 提取溶剂的选择

QuEChERS 常用的提取溶剂为甲醇、乙腈、丙酮、乙酸乙酯等。相较于其它提取溶剂, 乙腈具有很好的破壁作用及无机盐盐析作用, 加入无机盐可使乙腈与水相分层, 提高提取效率<sup>[11-12]</sup>。本实验首先考察了乙腈为提取溶剂时的提取效率; 同时考察了加入 1% 乙酸对提取效果的影响。结果显示, 乙腈的提取率达 97%, 而 1% 乙酸的加入对提取率的影响不明显, 最终选择乙腈作为提取溶剂。

2.3.2 缓冲盐体系的选择 本实验比较了普通 QuEChERS 盐包(1.0 g 氯化钠, 4.0 g 无水硫酸镁)、乙酸缓冲盐萃取盐包(6.0 g 无水硫酸镁, 1.5 g 乙酸钠)、柠檬酸缓冲盐萃取盐包(4.0 g 无水硫酸镁, 1.0 g 氯化钠, 1.0 g 二水合柠檬酸钠, 0.5 g 柠檬酸氢二钠)、氯化钠对提取效果的影响。结果表明, 使用普通 QuEChERS 盐包及氯化钠作为盐析剂时, 回收率分别为 92.9% 及 94.4%; 使用柠檬酸缓冲盐萃取盐包的回收率最低, 仅为 77.7%; 而使用乙酸缓冲盐萃取盐包的回收率可达 98.0%。因此本实验采用乙酸缓冲盐萃取体系。

2.3.3 净化剂及其用量的选择 八角中含有大量的反式茴香醚及莽草酸<sup>[13]</sup>, 必须进行净化, 避免杂质干扰检测、污染质谱系统。QuEChERS 方法常用的净化剂有 PSA、C<sub>18</sub>、GCB<sup>[12]</sup>。PSA 可以消除样品中的有机酸、色素、糖类、脂肪酸等杂质<sup>[14]</sup>, C<sub>18</sub> 可去除油脂和弱极性杂质<sup>[15-16]</sup>, GCB 可去除色素及平面结构物质<sup>[17-18]</sup>。因此, 考察了上述 3 种净化剂对莽草毒素回收率的影响(图 3)。结果显示, C<sub>18</sub> 对莽草毒素的吸附作用最大, 其平均回收率仅为 64%; 而随着 PSA 用量的增加, 莽草毒素的回收率不断提高, PSA 用量为 200 mg 时与 500 mg 的回收率相近, 因此选择 200 mg PSA 作为净化剂; GCB 虽对莽草毒素有一定的吸附, 但其对色素的净化效果更佳, 经 GCB 净化后的提取液最澄清。因此考察了 PSA 与 GCB 复合净化的回收率。在综合考虑回收率、色素净化效果与成本的基础上, 200 mg PSA + 50 mg GCB 可取得最佳的净化效果。

### 2.4 方法学评价

2.4.1 基质效应的评价 八角中反式茴香醚、有机酸、色素等杂质的存在对莽草毒素的检测存在干扰。本实验将莽草毒素配制在乙腈中得到样品 A; 对八角样品进行前处理得到样品 B; 对八角样品进行前处理后加入标准溶液得到样品 C, 对上述 3 个样品进行同时检测, 并分别以 A、B、C 作为其回收率值考察基质效应(ME)。

$$ME = [(B - C)/A - 1] \times 100\%$$

当 ME 为正值, 表示存在基质增强效应; 当 ME 为负值, 表示存在基质抑制效应。ME 的绝对值大于 50% 为强基质效应, 20% ~ 50% 为中等基质效应, 而小于 20% 则为弱基质效应<sup>[19-21]</sup>。结果表明, 莽草毒素经本方法处理后存在弱的基质抑制效应(-8.6%), 对结果影响较小。

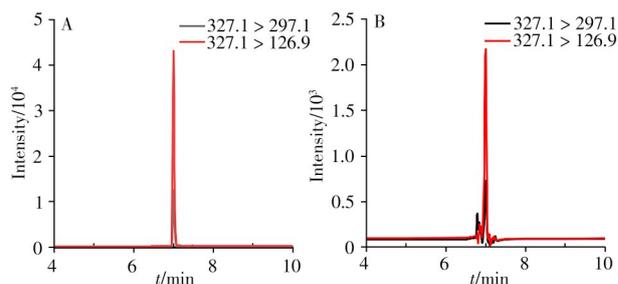


图 2 莽草毒素标准溶液(A)与加标样品(B)的色谱图  
Fig. 2 Chromatograms of anisatin standard solution (A) and a spiked sample (B)

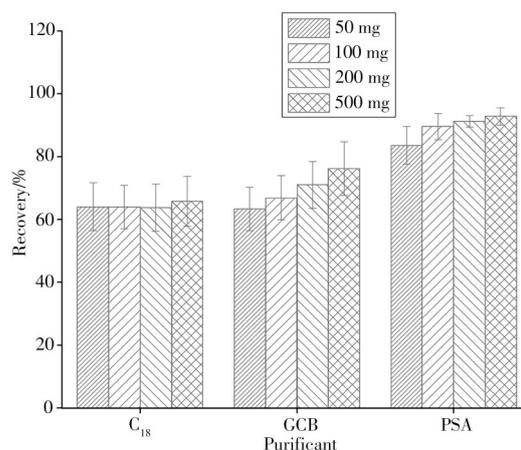


图 3 不同净化剂对莽草毒素回收率的影响( $n = 6$ )  
Fig. 3 Effect of different purificants on anisatin recoveries ( $n = 6$ )

2.4.2 线性范围与检出限 以乙腈为溶剂, 配制1.0、5.0、10.0、20.0、50.0、100.0 ng/mL质量浓度的标准溶液, 在优化条件下进行测定, 以质量浓度为横坐标( $x$ ), 定量离子对的峰面积为纵坐标( $y$ )绘制标准曲线, 得到线性方程为 $y = 2\,029.358\,55x + 133.657\,11$ 。结果显示, 莽草毒素在1.0 ~ 100.0 ng/mL质量浓度范围内呈现良好的线性关系, 相关系数( $r^2$ )达到0.999 99。分别以3倍和10倍信噪比( $S/N$ )确定方法的检出限(LOD)和定量下限(LOQ)<sup>[22]</sup>, 莽草毒素的LOD和LOQ分别为0.006 mg/kg和0.02 mg/kg。与现行方法相比, 本方法具有操作简单、快速和定量准确的优点<sup>[1,4]</sup>。

2.4.3 回收率与相对标准偏差 以八角粉为基质, 添加0.02、0.20、0.40、1.00 mg/kg 4个水平的莽草毒素标准品, 每个水平进行6次平行实验, 考察回收率与相对标准偏差(RSD), 结果见表2。由表2可知, 莽草毒素的平均回收率为92.5% ~ 112%, RSD为1.1% ~ 6.0%, 方法准确度和精密度满足GB/T 27404-2008<sup>[23]</sup>的要求, 可应用于八角中莽草毒素的分析检测。

表2 莽草毒素的回收率及相对标准偏差( $n = 6$ )  
Table 2 Recoveries and relative standard deviations of anisatin ( $n = 6$ )

Analyte	Spiked(mg/kg)	Recovery(%)	Average recovery(%)	RSD(%)
Anisatin	0.02	102 ~ 119	112	5.4
	0.20	85.9 ~ 100	92.5	6.0
	0.40	102 ~ 112	107	4.1
	1.00	94.8 ~ 97.8	96.3	1.1

## 2.5 实际样品检测

采用本方法对市售的10份八角样品进行测定, 其中2份样品莽草毒素的含量小于0.02 mg/kg, 7份含量为0.02 ~ 0.30 mg/kg, 1份含量为2.96 mg/kg。由于莽草毒素含量大于1.00 mg/kg应考虑存在掺假可能<sup>[8]</sup>, 因此市售八角存在潜在的掺假问题, 有一定的安全风险。

## 3 结 论

本研究建立了一种八角中莽草毒素的QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱检测方法。该方法前处理简单快捷, 方法学指标满足检测要求, 适用于八角中莽草毒素的含量检测及八角的真伪鉴别, 在八角的安全监管和风险监控方面具有一定的应用价值。

### 参考文献:

- [1] Mathon C, Bongard B, Duret M, Ortelli D, Christen P, Bieri S. *Food Addit. Contam.*, **2013**, 30(9): 1598-1605.
- [2] Wang G W, Hu W T, Huang B K, Qin L P. *J. Ethnopharmacol.*, **2011**, 136(1): 10-20.
- [3] Wang W, Zhao X, Chu X, Lu Y, Jia B B. *Trans. Chin. Soc. Agric. Mach.* (王伟, 赵昕, 褚璇, 鹿瑶, 贾贝贝. 农业机械学报), **2019**, 50(11): 373-379.
- [4] Zhang X Y, Cai X X. *Chin. J. Anal. Chem.* (张秀尧, 蔡欣欣. 分析化学), **2011**, 39(12): 1917-1920.
- [5] Madden G R, Schmitz K H, Fullerton K. *Pediatr. Emerg. Care*, **2012**, 28(3): 284-285.
- [6] Wang L M, Qiu H H, Zhou T. *Food Ferment. Technol.* (王丽梅, 邱红汉, 周涛. 食品与发酵科技), **2016**, 52(2): 96-100.
- [7] Fritz E, Ölzant S M, Langer R. *Sci. Pharm.*, **2008**, 76(1): 65-76.
- [8] Lederer I, Schulzki G, Gross J, Steffen J. *J. Agric. Food Chem.*, **2006**, 54(6): 1970-1974.
- [9] Pharmacopoeia of the People's Republic of China. 2020, Vol I. Beijing: China Medical Science and Technology Press (中华人民共和国药典. 2020年版, 一部. 北京: 中国医药科技出版社), **2020**.
- [10] Ma S, Wang M, Han P, Wang J H, Feng X Y. *J. Food Saf. Qual.* (马帅, 王蒙, 韩平, 王纪华, 冯晓元. 食品安全质量检测学报), **2016**, 7(8): 3020-3024.
- [11] Liu S N, Tian X, Gao J, Lan T, Li M, Li Y M, Zhao Y, Dong X Q, Pan C P. *Food Sci.* (刘松南, 田旭, 高晶, 兰韬, 李曼, 李延梅, 赵焱, 董晓倩, 潘灿平. 食品科学), **2022**, 43(4): 284-290.
- [12] Yin Y, Zhao C, Yu Q, Li L C, Liu S G, Shan Q, Ma L S, Zheng G M. *J. Chin. Inst. Food Sci. Technol.* (尹怡, 赵城, 余权, 李丽春, 刘书贵, 单奇, 马丽莎, 郑光明. 中国食品学报), **2019**, 19(11): 255-260.
- [13] Huang L Z, Xie Y, Jiang L, Deng J G, He Y P, Tan M M, You J M. *J. Liaoning Univ. Tradit. Chin. Med.* (黄丽贞, 谢滢, 姜露, 邓家刚, 何育佩, 谈美明, 游健敏. 辽宁中医药大学学报), **2015**, 17(2): 83-85.
- [14] Yao X L, Han L, Liu X D, Luo Y, Wu Q, An H M, Wu X M. *Food Sci.* (姚小龙, 韩磊, 刘旭东, 罗跃, 吴琼, 安华明, 吴小毛. 食品科学), **2021**, 40(11): 1561-1570.

- [15] Hu B, Jiang K L, Lian S Y, Cui Z Y, Fan C L, Wang M L, Chen H, Lian Y J, Lü M L, Wang W W. *J. Food Saf. Qual.* (扈斌, 蒋康丽, 连思雨, 崔宗岩, 范春林, 王明林, 陈辉, 连玉晶, 吕美玲, 王雯雯. 食品安全质量检测学报), **2022**, 13(4): 1114–1122.
- [16] Rong J F, Zhang Z Y, Zhang S Y, Zhong J H, Weng C W, Le Y D, She Z W. *J. Instrum. Anal.* (荣杰峰, 张志勇, 张松艳, 钟坚海, 翁城武, 乐有东, 余紫文. 分析测试学报), **2022**, 41(8): 1242–1246.
- [17] Xue R X, Huang C, Wen Y L, Qiu F B. *J. Food Saf. Qual.* (薛荣旋, 黄诚, 温伊蕾, 丘福保. 食品安全质量检测学报), **2021**, 12(1): 187–191.
- [18] Jin H, Zhao C, Zheng G M, Wei L T, Shi X N, Lin J W, Li L C, Shan Q, Ma L S, Yin Y. *J. Instrum. Anal.* (金慧, 赵城, 郑光明, 魏琳婷, 史晓娜, 林嘉薇, 李丽春, 单奇, 马丽莎, 尹怡. 分析测试学报), **2022**, 41(6): 835–842.
- [19] Zheng J, Xi C X, Cao S R, Wang G M, Tang B B, Wang Z, Mu Z D. *Chin. J. Chromatogr.* (郑佳, 郗存显, 曹淑瑞, 王国民, 唐柏彬, 王智, 母昭德. 色谱), **2017**, 35(12): 1257–1265.
- [20] Yu F F, Kuai P, Wang L L, Wang X L, Yan H G, Cai Y P. *Food Ind.* (于飞飞, 邹鹏, 王丽丽, 王学亮, 阎华国, 蔡燕萍. 食品工业), **2022**, 43(1): 304–307.
- [21] Liu F, Gong F, Qing J, Yang C Y, Meng T Y, Ding L. *J. Instrum. Anal.* (刘芳, 龚芳, 清江, 杨楚悦, 孟桃子, 丁利. 分析测试学报), **2021**, 40(12): 1765–1771.
- [22] Dong Y L, Qiao Y S, Huang C F, Wang H Y, Sun L. *J. Instrum. Anal.* (董亚蕾, 乔亚森, 黄传峰, 王海燕, 孙磊. 分析测试学报), **2022**, 41(2): 220–226.
- [23] GB/T 27404–2008. Criterion on Quality Control of Laboratories – Chemical Testing of Food. National Standards of the People’s Republic of China(实验室质量控制规范—食品理化检测. 中华人民共和国国家标准).

(责任编辑: 盛文彦)