

液相色谱-串联质谱测定豆芽中 4 种植物生长调节剂

李健^{1,2}, 郑磊²

(1. 北京联合大学应用文理学院, 北京 100191) (2. 合肥工业大学食品科学与工程学院, 安徽合肥 230009)

摘要: 豆芽中植物生长调节剂的滥用是影响其食用安全的主要因素。本文开发了高效液相色谱-串联质谱方法测定豆芽中 3-吲哚乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤、赤霉素, 质谱检测采用多反应监测模式, 采用外标法定量。样品经超声辅助提取后, 加入 NaCl 盐析, 有机相经分散固相萃取净化后, 进液相色谱-串联质谱检测。4 种植物生长调节剂的检出限为 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, 定量限 (limit of quantitation, LOQ) 为 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。以黄豆芽和绿豆芽为基质, 分别做 LOQ、2 LOQ 和 10 LOQ 三个水平的添加试验, 每个水平 6 个重复, 方法的回收率范围为 65.1%~109.8%, 相对标准偏差 (RSD) 范围为 1.49%~10.08%。为降低样品测定时假阳性问题, 做多反应监测的同时做目标离子的增强子离子扫描。本方法可用于市售的豆芽样品中 3-吲哚乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤、赤霉素的监测, 为保障消费安全提供技术支持。

关键词: 豆芽; 植物生长调节剂; 液相色谱-串联质谱

文章编号: 1673-9078(2019)01-257-263

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2019.1.037

Determination of Four Plant Growth Regulators in Bean Sprouts by Liquid Chromatography-tandem Mass Spectrometry

LI Jian^{1,2}, ZHENG Lei²

(1. College of Arts and Sciences, Beijing Union University, Beijing 100191, China)

(2. School of Food Science and Engineering, Hefei University of Technology, Hefei 230009, China)

Abstract: The abuse of plant growth regulator (s) in bean sprouts is a major factor that affects the safety of bean sprouts for consumption. In this study, a high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry (HPLC-MS) method was developed for the determination of 3-indoleacetic acid, 4-chlorophenoxyacetic acid, 6-benzyl adenine and gibberellin in bean sprouts, in which multiple-reaction monitoring mode was employed for simultaneous detection of target analytes and external standards were used for quantification. Test samples were obtained for HPLC-MS analysis, through ultrasonic-assisted extraction, NaCl-induced salting-out, and purification by dispersive solid-phase extraction (to yield organic phase). The detection limit of the 4 plant growth regulators was 5 $\mu\text{g}/\text{kg}$, and the limit of quantitation (LOQ) was 10 $\mu\text{g}/\text{kg}$. The recovery was in range of 65.1%~109.8% and the relative standard deviation (RSD) was in range of 1.49%~10.08% for soybean sprouts and mung bean sprouts when the spiking experiments were performed at the levels of LOQ, 2 LOQ and 10 LOQ with six replicates at each level. The recovery was. Enhanced product ion scan was performed along with the multiple-reaction monitoring in order to reduce false positive results during analysis. This method can be used to monitor the contents of 3-indole acetic acid, 4-chlorophenoxyacetic acid, 6-benzyl adenine and gibberellin in the commercial bean sprouts, and provides technical support for ensuring consumer safety.

Key words: bean sprouts; plant growth regulators; liquid chromatography-tandem mass spectrometry

豆芽, 又称芽苗菜, 是各种谷类、豆类的种子培育出来的可食用的“芽菜”, 常见的有黄豆芽、绿豆芽等。豆芽是人们日常生活中经常食用的食品, 其营养价值丰富, 富含膳食纤维、蛋白质、B 族维生素和微量元素^[1]。近年来, 问题豆芽屡有报道, 究其原因大

收稿日期: 2018-08-23

基金项目: 国家重点研发计划项目 (2017YFC1600600)

作者简介: 李健 (1980-), 女, 讲师, 研究方向: 食品质量安全

通讯作者: 郑磊 (1975-), 男, 博士, 教授, 研究方向: 特殊医学用途配方

食品、农产品品质安全快速/无损检测技术、营养代谢与生物节律调控机制

都是因为在豆芽生产过程中违法使用植物生长调节剂。植物生长调节剂是一类人工合成的、具有与天然植物激素相同功效的活性物质, 它属于农药范畴^[2]。在农业生产中, 使用植物生长调节剂主要是为了达到增产、改善口感、促芽、防倒、催熟等目的^[3]。与农药一样, 盲目、超量使用植物生长调节剂, 可引起人畜急、慢性中毒, 导致疾病发生^[4]。在豆芽生产过程中常添加“AB 粉”(A 粉含 6-苄基腺嘌呤、B 粉含赤霉素)、“无根豆芽素”(4-氯苯氧乙酸)等化学物质, 另外在食品日常监管中还能检出吲哚乙酸等^[5]。国家

食品药品监督管理局、农业部、国家卫计委和计划生育委员会公告第 11 号《关于豆芽生产过程中禁止使用 6-苄基腺嘌呤等物质的公告》中明确规定生产者不得在豆芽生产过程中使用 6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸钠、赤霉素等物质。

植物生长调节剂的测定方法主要有液相色谱法^[6,7]、液相色谱-串联质谱法^[1,8,9]和气相色谱-串联质谱法^[10-12]，也有稳定同位素内标/液相色谱-串联质谱法，另外 QuEChERS 也越来越多应用于植物生长调节剂检测的前处理过程中^[13-15]。本实验拟建立豆芽中 3-吡啶乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤、赤霉素的液相色谱-串联质谱测定方法，针对测定过程中假阳性问题采用增强子离子扫描模式以提高定性结果准确性。

1 实验部分

1.1 仪器与试剂

QTRAP 6500 三重四极杆-线性离子阱复合质谱系统（配有 H-ESI 源），美国 AB Sciex 公司；UFLC 液相色谱系统，日本岛津公司；Sigma 3K13 离心机，德国 Sigma 公司；涡旋仪，德国 IKA；KQ-500DB 超声波清洗器，昆山市超声仪器公司；Thermo Scientific Hypersil GOLD 色谱柱（粒径 1.9 μm，100 mm×2.1 mm），美国。

色谱纯乙腈、甲醇，美国 Fisher Scientific；屈臣氏去离子水，香港；6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸、3-吡啶乙酸、赤霉素标准品（纯度≥98.5%），Supelco Analytical；色谱纯甲酸，美国 Supelco Analytical。

标准储备溶液的配制（1 mg/mL）：分别准确称取 3-吡啶乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤、赤霉素的标准品 10 mg 于 10 mL 容量瓶中，用含甲醇液溶解并定容至刻度，于-20℃保存，可使用三个月。

混合标准工作溶液的配制（10 μg/mL）：分别取 3-吡啶乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤、赤霉素的标准储备溶液（1 mg/mL）100 μL 于 10 mL 容量瓶中，用甲醇定容至刻度，于 4℃储存，可使用一周。

1.2 样品前处理

称取捣碎后的豆芽样品 10 g（精确到 0.1 g）于 50 mL 聚丙烯离心管中，加入 40 μL 甲酸，再加入 20 mL 乙腈，涡旋混匀 1 min 左右，超声提取 30 min，冷却至室温后 9500 r/min 离心 5 min。上清液转移至新的 50 mL 离心管中，加入 3.0 g NaCl（使其饱和有结晶），涡旋混匀，超声 10 min，冷却至室温后 9500 r/min 离心 5 min。取 1 mL 上层清液，加到 QuEChERS 试剂管（50 mg PSA+150 mg 无水硫酸镁），涡旋混匀 30 s，10000 r/min 离心 1 min，过 0.2 μm 的有机滤膜后，供 LC-MS 分析。

1.3 色谱-质谱条件

1.3.1 色谱条件

色谱柱选用 C18 柱，流动相为甲醇和 2 mmol/L 甲酸铵溶液。为实现 4 种分析物的基线分离，采用梯度洗脱，见表 1。流速为 0.3 mL/min，进样体积为 2 μL。在 7.5 min 内完成分析物的分离与色谱柱平衡。

表 1 梯度洗脱条件

Table 1 Gradient elution of condition		
时间/min	甲醇/%	2 mmol/L 甲酸铵溶液/%
0	10	90
1	10	90
4	90	10
5	90	10
5.01	10	90
7.5	10	90

表 2 分析物的质谱参数

Table 2 The mass spectrum parameters of the analytes						
分析物	母离子/(m/z)	去簇电压/V	子离子/(m/z)	碰撞能/V	碰撞池出口电压/V	EP/V
6-苄基腺嘌呤	224.2	-90	133	-30	-20	-10
			106	-48		
			116.9	-49		
4-氯苯氧乙酸	185	-40	126.9	-20	-14	-10
			111.3	-20		
赤霉素	345.1	-80	239.1	-35	-12	-10
			143.1	-21		
			221.2	-31		
3-吡啶乙酸	174.1	-40	130.1	-15	-12	-10
			127.9	-24		

表 3 分析物的 EPI 参数

Table 3 Enhanced product ion scan parameters of the analytes

分析物	扫描速度/(u/s)	母离子/(m/z)	Start / u	Stop / u	碰撞能/V	Collision energy spread
6-苄基腺嘌呤	10000	224.2	80	150	-35	15
4-氯苯氧乙酸		185	80	150	-35	15
赤霉素		345.1	100	279	-35	15
3-吲哚乙酸		174.1	80	150	-35	15

1.3.2 质谱条件

本实验的电离源为电喷雾电离源，电离源温度为 500 ℃；负模式扫描，喷雾电压为-4500 V；气帘气流速 30 L/min；辅助气 1（GS1）流速 50 L/min，辅助气 2（GS2）流速 50 L/min。采用多反应监测（MRM）模式，监测离子及质谱参数见表 2。

为确保定性结果的准确，在 MRM 的基础上，增加了 4 种植物生长调节剂的增强子离子（Enhanced Product Ion）扫描。4 种植物生长调节剂的 EPI 参数见表 3。

2 结果与讨论

2.1 质谱条件的优化

将准备好的 4 种植物生长调节剂的标准溶液(200 ng/mL)，分别注入针泵，通过针泵带到质谱系统优化质谱参数。通过全扫描模式（Q1 full scan）找母离子，选择响应高的离子作为母离子。确定好母离子后，并优化毛细管出口电压，使母离子响应最高；通过二级扫描找到子离子，选择响应最强的两个子离子，优化碰撞能使离子对响应强度最高。喷雾电压、鞘气流速、辅助气流速和雾化器温度，采用仪器推荐值。优化好的质谱参数见表 2。

2.2 色谱条件的优化

试验选择甲醇和乙腈作为有机相，考察分别用甲醇和乙腈作为流动相时的洗脱效果。结果表明甲醇作为流动相时，待测物的响应值较高、灵敏度较高，故采用甲醇作为有机相。由于质谱方法采用的是负离子化模式，流动相中加入甲酸会抑制分析物的离子化，甲酸铵能在负模式下促进化合物的离子化效率，考察了 1 mmol/L 甲酸铵、2 mmol/L 甲酸铵和 5 mmol/L 甲酸铵作为流动相时各分析物的响应。结果表明 2 mmol/L 甲酸铵溶液-甲醇体系下，目标物的响应值最高、峰型最好，故最终采用 2 mmol/L 甲酸铵溶液和甲醇体系做流动相。为实现 4 种植物生长调节剂的基线分离，考察了不同的梯度条件。最终优化好的梯度条件见表 1，在该洗脱条件下 3-吲哚乙酸、4-氯苯氧乙

酸、6-苄基腺嘌呤、赤霉素的出峰时间分别为 3.06 min、3.30 min、3.52 min 和 3.62 min。四种植物生长调节剂的色谱-质谱图见图 1。

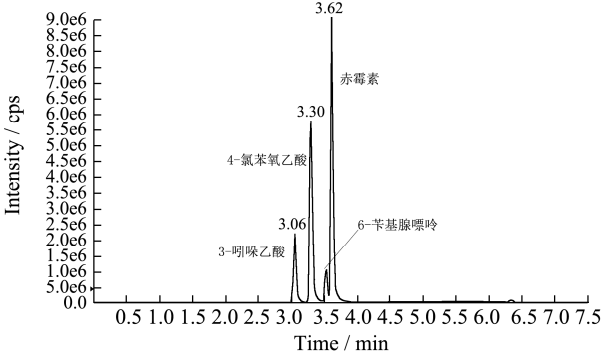


图 1 4 种植物生长调节剂的总离子流图
Fig.1 Total ion chromatography of four plant growth regulators

2.3 方法验证

2.3.1 线性范围、检出限和定量限

我们采用外标法定量，通过制作标准曲线进行定量分析，标准曲线横坐标（x）为分析物浓度（μg/L），纵坐标（y）为分析物的质谱响应。3-吲哚乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤和赤霉素的标准曲线方程分别为： $y=2.21e+004x-2.97e+006$ （ $R^2=0.996$ ）， $y=4.18e+003x-52.065$ （ $R^2=0.997$ ）， $y=4.43e+003x-767.07$ （ $R^2=0.997$ ）和 $y=3.22e+003x-5.10e+003$ （ $R^2=0.996$ ）；4 种植物生长调节剂的线性范围为 5~100 μg/L。以目标物仪器响应信号与仪器噪声比（S/N）约为 3 时的添加值为方法的检出限，以目标物仪器响应信号与仪器噪声比（S/N）约为 10 时的添加值为方法的定量限（LOQ）。本方法 4 种植物生长调节剂的检出限为 5 μg/kg，定量限为 10 μg/kg。

2.3.2 准确度与精密度

本实验中用回收率来评价准确度，以回收率的平行线来评价精密度。以黄豆芽和绿豆芽为基质，分别做 LOQ、2 LOQ 和 10 LOQ 三个水平的添加试验，每个水平 6 个重复。方法的精密度用每个添加水平 6 个回收率结果的相对标准偏差（RSD）表示。回收率范围为 65.1%~109.8%，RSD 范围为 1.49%~10.08%。4 种分析物的回收率、相对标准偏差数据见表 4。

表4 方法的回收率和精密度

Table 4 Method recovery and precision

基 质	分析物	平行样	10 $\mu\text{g/kg}$		20 $\mu\text{g/kg}$		100 $\mu\text{g/kg}$	
			测定值/($\mu\text{g/kg}$)	回收率/%	测定值/($\mu\text{g/kg}$)	回收率/%	测定值/($\mu\text{g/kg}$)	回收率/%
黄 豆 芽	3-吲哚 乙酸	1	6.514	65.14	13.43	67.14	77.50	77.50
		2	7.344	73.44	15.01	75.07	82.17	82.17
		3	6.884	68.84	13.07	65.35	77.22	77.22
		4	7.321	73.21	13.98	69.91	79.74	79.74
		5	6.693	66.93	14.26	71.32	81.04	81.04
		6	7.022	70.22	17.19	85.93	73.42	73.42
		平均值	6.963	69.63	14.70	73.52	78.52	78.52
		RSD/%	4.79	/	10.08	/	4.03	/
	4-氯苯 氧乙酸	1	7.720	77.20	14.27	71.34	76.08	76.08
		2	7.220	72.20	14.50	72.50	76.27	76.27
		3	7.036	70.36	14.62	73.10	79.85	79.85
		4	7.595	75.95	14.32	71.60	76.21	76.21
		5	7.332	73.32	15.68	78.40	75.31	75.31
		6	7.920	79.20	14.68	73.39	75.17	75.17
		平均值	7.470	74.70	14.76	73.80	76.48	76.48
		RSD/%	4.44	/	3.50	/	2.24	/
	6-苄基 腺嘌呤	1	7.194	71.94	14.86	74.31	80.89	80.89
		2	7.844	78.44	14.66	73.29	83.19	83.19
		3	7.914	79.14	15.24	76.22	84.18	84.18
		4	7.854	78.54	14.54	72.68	82.49	82.49
		5	7.592	75.92	14.86	74.31	84.20	84.20
		6	7.968	79.68	14.58	72.89	82.62	82.62
		平均值	7.727	77.27	14.78	73.88	82.93	82.93
		RSD/%	3.77	/	1.77	/	1.49	/
绿 豆 芽	赤霉素	1	7.835	78.35	16.12	80.62	76.07	76.07
		2	7.506	75.06	17.28	86.38	79.50	79.50
		3	7.344	73.44	16.70	83.50	80.18	80.18
		4	8.500	85.00	16.89	84.44	80.44	80.44
		5	8.223	82.23	16.62	83.11	79.75	79.75
		6	8.745	87.45	17.53	87.63	76.08	76.08
		平均值	8.025	80.25	17.00	85.01	78.67	78.67
		RSD/%	6.95	/	2.93	/	2.59	/
	3-吲哚 乙酸	1	10.467	104.67	17.06	85.28	83.79	83.79
		2	10.981	109.81	16.93	84.66	82.72	82.72
		3	8.777	87.77	20.61	103.07	88.74	88.74
		4	8.883	88.83	19.46	97.28	80.42	80.42
		5	9.336	93.36	17.53	87.65	77.19	77.19
		6	10.201	102.01	17.49	87.44	95.17	95.17
		平均值	9.774	97.74	18.18	90.89	84.67	84.67
		RSD/%	9.26	/	8.26	/	7.57	/

转下页

接上页							
4-氯苯 氧乙酸	1	7.498	74.98	14.73	73.64	75.39	75.39
	2	7.439	74.39	14.37	71.85	72.81	72.81
	3	7.358	73.58	16.63	83.14	80.43	80.43
	4	7.066	70.66	15.09	75.46	74.53	74.53
	5	7.172	71.72	14.82	74.11	74.24	74.24
	6	7.688	76.88	14.35	71.74	75.19	75.19
	平均值	7.370	73.70	15.00	74.99	75.43	75.43
	RSD/%	3.06	/	5.65	/	3.46	/
绿豆芽 6-苄基 腺嘌呤	1	7.192	71.92	16.29	81.43	77.76	77.76
	2	8.089	80.89	15.73	78.65	78.32	78.32
	3	7.055	70.55	15.98	79.88	71.18	71.18
	4	7.093	70.93	14.89	74.47	74.64	74.64
	5	7.564	75.64	15.15	75.76	76.02	76.02
	6	7.114	71.14	14.53	72.67	74.73	74.73
	平均值	7.351	73.51	15.43	77.14	75.44	75.44
	RSD/%	5.53	/	3.79	/	3.42	/
赤霉素	1	7.318	73.18	16.29	81.43	85.57	85.57
	2	8.235	82.35	15.73	78.65	83.07	83.07
	3	7.178	71.78	15.98	79.88	88.85	88.85
	4	7.988	79.88	14.89	74.47	84.97	84.97
	5	8.559	85.59	15.15	75.76	87.44	87.44
	6	8.168	81.68	14.53	72.67	92.45	92.45
	平均值	7.907	79.07	15.43	77.14	87.06	87.06
	RSD/%	6.89	/	4.38	/	3.81	/

2.4 实际样品的测定

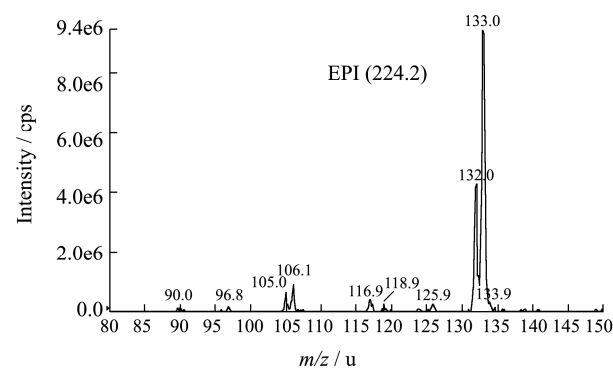
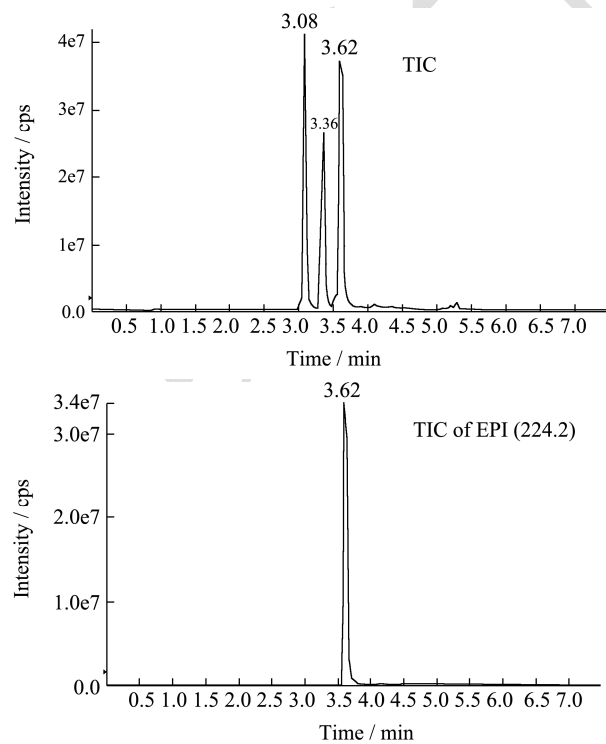


图2 标准溶液中 6-苄基腺嘌呤的 EPI 扫描 (100 ng/mL)

Fig.2 Enhanced product ion scan of 6-benzyl adenine in standard solution with concentration of 100 ng/mL

用建立的方法对从市场购买的 20 份黄豆芽、绿豆芽样品进行检测，检测结果见表 5。有 4 个样品中检出 6-苄基腺嘌呤，但含量都低于定量限，一个样品中检出 3-吡啶乙酸，含量为 430 μg/kg。原国家食品药品监督管理总局、农业部、国家卫生和计划生育委员会关于豆芽生产过程中禁止使用 6-苄基腺嘌呤等物质的

公告(2015 年第 11 号)规定豆芽生产者不得在豆芽生产过程中使用 6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸钠、赤霉素等物质,豆芽经营者不得经营含有 6-苄基腺嘌呤、4-氯苯氧乙酸钠、赤霉素等物质的豆芽。因此,检出 3-吲哚乙酸的样品应视为不合格样品。另外,在检测样品时发现在部分样品基质中 6-苄基腺嘌呤存在干扰,为了准确定性我们在用多反应监测(MRM)同时应用了 Q-trap 的增强子离子扫描(EPI)模式,也就是在做多反应监测的同时做目标离子的二级扫描,标准溶液(100 ng/mL)中 6-苄基腺嘌呤的 EPI 扫描图和样品中 6-苄基腺嘌呤的 EPI 扫描图分别见图 2 和图 3。阳性样品在 EPI 扫描模式中能看到明显的碎片离子峰,而假阳性样品 EPI 模式下看不到碎片离子峰,这就更一步提高了定性结果的准确性。

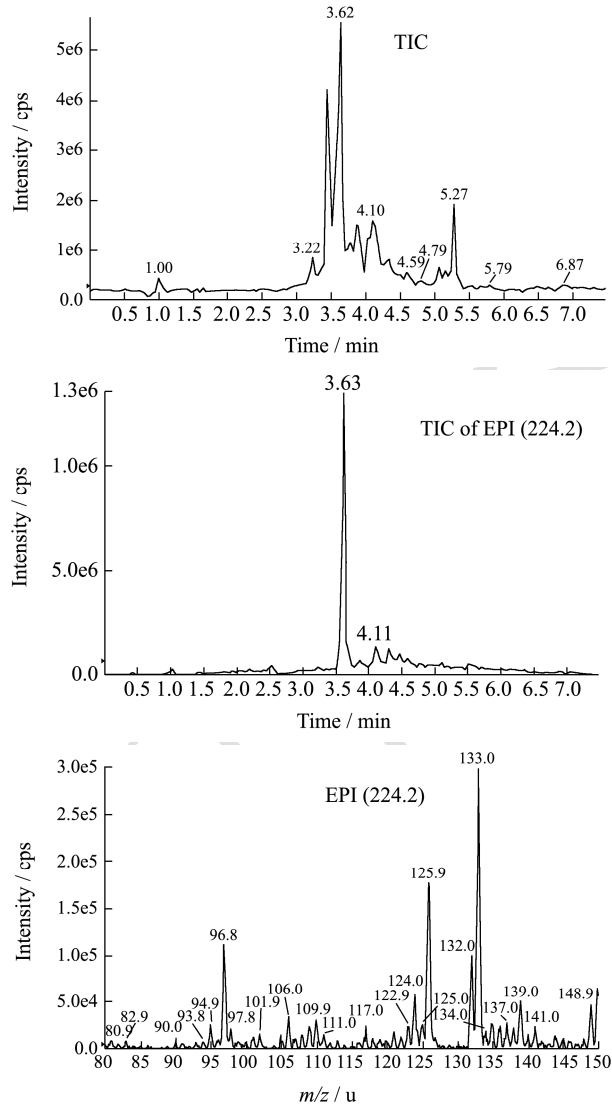


图 3 样品中 6-苄基腺嘌呤的 EPI 扫描
Fig.3 Enhanced product ion scan of 6-benzyl adenine in sample

表 5 实际样品测定结果

Table 5 Results of real samples				
样品	测定结果/($\mu\text{g/kg}$)			
编号	6-BA	4-氯苯氧乙酸	GA3	IAA
样品 1	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 2	<LOQ	未检出	未检出	未检出
样品 3	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 4	<LOQ	未检出	未检出	430
样品 5	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 6	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 7	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 8	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 9	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 10	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 11	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 12	<LOQ	未检出	未检出	未检出
样品 13	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 14	<LOQ	未检出	未检出	未检出
样品 15	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 16	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 17	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 18	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 19	未检出	未检出	未检出	未检出
样品 20	未检出	未检出	未检出	未检出

3 结论

建立了豆芽样品(包括黄豆芽和绿豆芽)中 3-吲哚乙酸、4-氯苯氧乙酸、6-苄基腺嘌呤和赤霉素的液相色谱-串联质谱方法,并对方法进行了方法学验证。用该方法对市售 20 份豆芽样品进行了测定,为排除 6-苄基腺嘌呤的假阳性,我们用了 Q-trap 的增强子离子扫描(EPI)功能,大大提高了方法定性结果的准确性。

参考文献

[1] 叶佳明,王京,钟世欢,等.高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中 6 种植物生长调节剂的残留[J].农产品加工,2018,2:39-42
YE Jia-ming, WANG Jing, ZHONG Shi-huan, et al. Determination of six growth regulators in bean sprouts by HPLC-MS/MS [J]. Farm Products Processing, 2018, 2: 39-42
[2] 徐生坚,曹慧,陈小珍.超高效液相色谱-串联质谱法测定粮谷中 6 种植物生长调节剂残留[J].食品科学,2013,34(18):

- 218-222
XU Sheng-jian, CAO Hui, CHEN Xiao-zhen. Determination of plant growth regulator residues in grains by ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Food Science, 2013, 34(18): 218-222
- [3] 魏赫,王莹,金红宇,等.植物生长调节剂研究进展及其在中药种植中使用和检测[J].中国药学杂志,2016,51(2): 81-85
WEI He, WANG Ying, JIN Hong-yu, et al. Research progress in plant growth regulators and their application, content determination in planting traditional Chinese medicine [J]. Chinese Pharmaceutical Journal, 2016, 51(2): 81-85
- [4] 张泸文,焦广睿,王珂,等.QuEChERS-高效液相色谱-串联质谱法同时测定果蔬中26种植物生长调节剂[J].食品安全质量检测学报,2016,7(7):2677-2689
ZHANG Lu-wen, JIAO Guang-rui, WANG Ke, et al. Simultaneous determination of 26 kinds of plant growth regulator residues in fruits and vegetables by QuEChERS-high performance liquid chromatography- tandem mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety and Quality, 2016, 7(7): 2677-2689
- [5] 刘平,范赛,吴国华,等.超高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中6种植物生长调节剂[J].卫生研究,2016,45(3):483-489
LIU Ping, FAN Sai, WU Guo-hua, et al. Determination of 6 kinds of plant growth regulator in bean sprout by ultra high performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Hygiene Research, 2016, 45(3): 483-489
- [6] 陈亚玲,江阳,李永新,等.高效液相色谱法同时测定瓜果中6种植物生长调节剂[J].现代预防医学,2016,43(5):891-895
CHEN Ya-ling, JIANG Yang, LI Yong-xin, et al. Simultaneous determination of six plant growth regulator in melon and fruit by high-performance liquid chromatography [J]. Modern Preventive Medicine, 2016, 43(5): 891-895
- [7] 仲伶俐,雷绍荣,郭灵安,等.固相萃取-高效液相色谱法同时测定水果中4种植物生长调节剂[J].分析实验室,2016, 35(1):51-55
ZHONG Ling-li, LEI Shao-rong, GUO Ling-an, et al. Simultaneous determination of 4 plant growth regulator in fruits by high performance liquid chromatography with solid phase extraction [J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2016, 35(1): 51-55
- [8] 程盛华,杨春亮,曾绍东,等.分散固相萃取-超高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中10种植物生长调节剂和杀菌剂[J].食品工业科技,2016,37(12):53-59
CHENG Sheng-hua, YANG Chun-liang, ZENG Shao-dong, et al. Simultaneous determination of ten plant growth regulator and fungicides in bean sprouts using QuEChERS-UPLC-MS/MS [J]. Science and Technology of Food Industry, 2016, 37(12): 53-59
- [9] 黄雷芳,朱加进,黄超群.Turboflow 在线净化-液相色谱-串联质谱法测定豆芽中11种植物生长调节剂[J].现代食品,2017,13:115-121
HUANG Lei-fang, ZHU Jia-jin, HUANG Chao-qun. Determination of 11 plant growth regulator in bean sprouts by turboflow online purification-liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Modern Food, 2017, 13: 115-121
- [10] 吴平谷,谭莹,张晶,等.分级净化结合气相色谱-质谱联用法测定豆芽中10种植物生长调节剂[J].分析化学,2014,42(6): 866-871
WU Ping-gu, TAN Yin, ZHANG Jin, et al. Determination of 10 plant growth regulator in bean sprouts by sequential cleaning-gas chromatography-mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Analytical Chemistry, 2014, 42(6): 866-871
- [11] 张文华,谢文,侯建波,等.气相色谱-串联质谱法测定豆芽与番茄中6种植物生长调节剂[J].分析测试学报,2016,35(10): 1241-1247
ZHANG Wen-hua, XIE Wen, HOU Jian-bo, et al. Determination of 6 plant growth regulator in bean sprouts and tomato by gas chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Journal of Instrument Analysis, 2016, 35(10): 1241-1247
- [12] 田丽,胡佳薇,王敏娟,等.气相色谱-串联质谱法测定豆芽中6种植物生长调节剂残留[J].中国卫生检验杂志,2016, 26(20):2913-2915
TIAN Li, HU Jia-wei, WANG Min-juan, et al. Determination of 6 plant growth regulator in bean sprouts by gas chromatography- mass spectrometry [J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2016, 26(20): 2913-2915
- [13] 曹慧,陈小珍,祝颖,等.QuEChERS/超高效液相色谱-串联质谱技术同时测定食品中13种植物生长调节剂残留[J].化学试剂,2013,35(11):1005-1009,1036
CAO Hui, CHEN Xiao-zhen, ZHU Ying, et al. Determination of plant growth regulator in food by QuEChERS and ultra performance liquid chromatography-tandem mass spectrometry [J]. Chemical Reagents, 2013, 35(11): 1005-1009, 1036

(下转第220页)