

高压液相色谱-串联质谱法测定婴幼儿配方奶粉中7种B族维生素含量

武中平, 王莉, 高巍, 曹磊, 朱利利, 汪洪涛, 孙牧, 王薇薇 (江苏省产品质量监督检验研究院, 江苏南京 210007)

摘要 [目的]建立一种高压液相色谱-串联质谱同时测定婴幼儿配方奶粉中7种B族维生素(核黄素、硫胺素、吡哆醇、吡哆胺、吡哆醛、烟酸、烟酰胺)含量的方法。[方法]样品用0.1%甲酸溶液溶解后,加入一定体积的正己烷,经过超声、离心、过滤处理。用0.1%甲酸-甲醇为流动相(梯度洗脱),Eclipse Plus C₁₈色谱柱为分析柱,对滤液进行分离。采用电喷雾正离子模式,多重反应监测(MRM)对7种B族维生素进行检测。[结果]7种B族维生素在5 min内能较好分离,在一定的浓度范围内线性良好,相关系数(R^2)均大于0.99,样品加标回收率(3个加标水平)为75.25%~107.65%,相对标准偏差在3%以下。[结论]该方法具有操作简单、分离度好、灵敏度高、检测速度快等优点,可用于婴幼儿配方奶粉中B族维生素含量的检测。

关键词 B族维生素;婴幼儿配方奶粉;高压液相色谱-串联质谱法

中图分类号 TS252.51 文献标识码 A 文章编号 0517-6611(2018)09-0153-04

Simultaneous Determination of 7 B Vitamins in Infant Formula by HPLC-MS-MS

WU Zhong-ping, WANG Li, GAO Wei et al (Jiangsu Product Quality Supervision and Inspection Institute, Nanjing, Jiangsu 210007)

Abstract [Objective] A high-pressure liquid chromatography and tandem mass spectrometry method for determination of 7 B vitamins (thiamine, riboflavin, pyridoxine, pyridoxal, pyridoxamine, nicotinic acid and nicotinamide) in infant formula was studied. [Method] The samples were dissolved by 0.1% formic acid solution and added certain volume of hexane. After ultrasonic, centrifugal and filter treatment, the filter liquor was separated by an Eclipse plus C₁₈ column through gradient elution using 0.1% formic acid and methanol as the mobile phase. Mass spectral acquisition was done in the positive ion mode by applying multiple reaction monitoring. 7 B vitamins could be separated in 5 minutes. Good linearity in certain concentration range, the correlation coefficients (R^2) were greater than 0.99, the recoveries (three spiked levels) in 75.25% - 107.65%, the relative standard deviation was below 3%. [Conclusion] The method is characterized by simple operation, good separation, high sensitivity and fast detection speed. This method can be applied to detect 7 B vitamins in infant formula.

Key words B vitamins; Infant formula; HPLC-MS-MS

维生素是维持人体健康所必需的一类营养物质^[1]。目前已知的维生素有数十种,绝大多数不能在体内合成,或者所合成的量难以满足机体的需要,必须通过日常饮食进行补充。维生素按溶解性可分为两大类,即水溶性维生素和脂溶性维生素^[2]。水溶性维生素主要包括维生素C和B族维生素,它们易溶于水。B族维生素也叫乙族维生素、维他命B、维生素B杂或维生素B复合群,常见的有硫胺素(B₁)、核黄素(B₂)、烟酸、烟酰胺(B₃)、泛酸(B₅)、吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺(B₆)、生物素(B₇)、叶酸(B₉)、钴胺素(B₁₂)等^[3]。这些维生素全是辅酶,有共同的特性:是把糖、脂肪、蛋白质等转化成热量时不可缺少的物质,可以帮助维持心脏、神经系统功能,维持消化系统及皮肤的健康,但它们在结构上没有同一性。如果缺少B族维生素,则细胞功能马上降低,引起代谢障碍,人体易出现怠滞和食欲不振。在婴幼儿配方奶粉中常添加一定量的B族维生素,以保证婴幼儿摄取的需要^[4]。但添加量必须控制在一定范围,以免产生不良影响。因此检测婴幼儿配方奶粉中的B族维生素含量有着重要的现实意义。

目前,有一系列食品安全国家标准可用于对食品(包含婴幼儿配方奶粉)中B族维生素的检测^[5-12]。在这些标准中,主要有3种检测方法:①微生物法,如维生素B₃(第一法)、维生素B₅(第一法)、维生素B₇、维生素B₉、维生素B₁₂等;②荧光分光光度法,如维生素B₁(第二法)、维生素B₂(第二法)等;③高效液相色谱法,包括荧光检测器法和紫外检测法,如维生素B₁(第一法)、维生素B₂(第一法)、维生素B₃

(第二法)、维生素B₆(第一法)、维生素B₅(第二法)等。微生物法灵敏度高,但操作繁琐、培养时间长、对人员要求较高、影响结果的因素多,重复性稍差^[13-14]。荧光分光光度法有一定的特异性,但参与反应的试剂一般都有毒性,对操作人员有一定的伤害,同时,在实验室要对反应条件进行优化,因此操作也较为繁琐。采用高效液相色谱法测定B族维生素时,样品前处理较为简单,有较高的灵敏度,但测定时经常采用离子对试剂,使得色谱柱寿命大大减低,同时B族维生素结构、化学性质差别大,很难用同一操作条件完成多种B族维生素分离、测定^[15]。随着质谱技术和柱填料技术的不断发展,已有不少用液相色谱-串联质谱法检测食品中维生素含量的报道^[16-24]。液相色谱-串联质谱法可提供可靠、精确的相对分子质量及结构信息,具有快速、灵敏度高的特点,能更好地满足婴幼儿配方奶粉等复杂样品中有机化合物的测定。

笔者对提取溶剂的种类及浓度、超声时间等样品前处理条件、液相色谱-串联质谱操作条件、方法学指标、样品实际测定进行了研究,建立了一种采用高压液相色谱-串联质谱法同时测定婴幼儿配方奶粉中7种B族维生素含量的方法。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂 Agilent1290-G6460C 高压液相色谱串联三重四级杆质谱仪;KQ-500DE 超声波清洗器;SIGMA 3-18K 高速冷冻离心机;HH-S8 恒温水浴锅;BSA224S-CW 电子分析天平;Milli-Q Integral 型超纯水系统;0.45 μm 水相滤膜。

标准品:硫胺素(纯度≥95.3%)、核黄素(纯度≥99.9%)、吡哆醇(纯度≥99.6%)、吡哆醛(纯度≥99.5%)、吡哆胺

基金项目 江苏省质监局科研项目(KJ122710)。

作者简介 武中平(1974—),男,湖南常德人,高级工程师,从事食品相关产品检验方法研究。

收稿日期 2017-12-25

(纯度 $\geq 99.5\%$)、烟酸(纯度 $\geq 99.8\%$)、烟酰胺(纯度 $\geq 99.9\%$)。

单标储备溶液:1.00 g/L,称取硫胺素、核黄素、吡哆醇、吡哆醛、吡哆胺、烟酸、烟酰胺标准品各10.0 mg,分别置于10 mL棕色容量瓶中,用0.1%甲酸溶液(体积分数,下同)溶解并定容,于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下避光保存。

标准溶液:分别移取上述单标储备溶液于10 mL棕色容量瓶中,用0.1%甲酸水溶液稀释,配制质量浓度为0.1、1.0、5.0、10.0、20.0、50.0 mg/L的标准混合溶液,密封后避光于 $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下保存。

甲醇为色谱纯,甲酸、正己烷为分析纯,水为Milli-Q Integral型超纯水系统制备的一级水。

婴幼儿配方奶粉购置于某超市。

1.2 仪器工作条件 液相色谱条件:Agilent Eclipse Plus C_{18} 色谱柱(2.1 mm \times 50 mm,1.8 μm);流动相:A为0.1%甲酸溶液,B为甲醇;流量0.2 mL/min;柱温 $25\text{ }^{\circ}\text{C}$;进样量5 μL 。梯度洗脱程序:0~1.00 min时,A为99%;1.01~4.00 min时,A由99%降为45%;4.01~6.00 min时,A为45%;6.01~6.10 min时,A由45%升为99%;6.11~10.00 min时,A为99%。

质谱条件:ESI⁺离子化模式;雾化气压力40 psi;毛细管电压4.0 kV;脱溶剂气(氮气)流量10 L/min;脱溶剂气温度 $350\text{ }^{\circ}\text{C}$;碰撞气高纯氮(99.999%);MRM监测模式(监测参数见表1)。

表1 MRM模式下的监测参数

Table 1 Monitoring parameters under MRM mode

名称 Name	保留时间 Retention time min	母离子 Parent ion m/z	碰撞电压 Collision pressure V	定量离子 Quantitative daughter ions//m/z	碰撞能量 Collision energy eV	定性离子 Qualitative daughter ions//m/z	碰撞能量 Collision energy eV
吡哆胺 Pyridoxamine	0.652	169.0	80	152.0	10	134.0	20
硫胺素 Thiamine	0.679	264.9	90	122.0	12	143.9	5
烟酸 Niacin	1.172	123.9	120	78.1	25	80.1	25
吡哆醛 Pyridoxal	1.212	168.0	80	150.0	10	94.0	25
烟酰胺 Nicotinamide	1.285	123.0	120	80.1	20	78.1	22
吡哆醇 Pyridoxine	1.450	170.0	100	134.0	25	152.0	10
核黄素 Riboflavin	4.737	376.8	160	242.9	20	171.9	40

1.3 试验方法 称取5.0 g奶粉样品于烧杯中,加入50 mL 0.1%甲酸溶液,在 $45\text{ }^{\circ}\text{C}$ 恒温水浴锅中搅拌2 min,取出,加入5 mL正己烷,超声提取20 min,取35 mL样品溶液于离心管中,在 $15\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下以10 000 r/min离心10 min,用一次性塑料滴管小心取出5 mL中层澄清液,用0.45 μm 水相滤膜过滤,弃去前面2 mL滤液,收集2 mL滤液于样品瓶中,待测。在避光条件下进行试验,待测样品在最短的时间内进行测试。

2 结果与分析

2.1 流动相体系的选择 用液相色谱-串联质谱法测定食品中水溶性维生素含量时,一般采用二元流动相体系:A为0.1%甲酸溶液或10 mmol/L醋酸铵溶液,B为甲醇或乙腈。

笔者对4种流动相体系:0.1%甲酸-甲醇、0.1%甲酸-乙腈、10 mmol/L醋酸铵-甲醇、10 mmol/L醋酸铵-乙腈进行了试验,重点考察7种待测B族维生素在不同流动相体系下的响应值。表2为7种待测B族维生素(浓度10 mg/L)在4种流动相体系下的响应值(用MS2 SIM模式下母离子峰高表示)。从表2可以看出,核黄素、吡哆醇、吡哆醛、烟酸、烟酰胺在0.1%甲酸-甲醇流动相体系下响应值最大,硫胺素、吡哆胺在10 mmol/L醋酸铵-甲醇流动相体系下响应值最大。为了使多数待测物有最大响应值,笔者选择0.1%甲酸-甲醇作为测定时的流动相体系。

表2 不同流动相体系下的7种维生素的响应值

Table 2 Response values of 7 vitamins in different mobile phase systems

流动相 Mobile phase	核黄素 Riboflavin	硫胺素 Thiamine	吡哆醇 Pyridoxine	吡哆胺 Pyridoxamine	吡哆醛 Pyridoxal	烟酸 Niacin	烟酰胺 Nicotinamide
10 mmol/L 醋酸铵-甲醇 10 mmol/L Ammonium acetate-methanol	3.92×10^5	4.78×10^5	3.08×10^5	1.68×10^5	1.09×10^5	2.28×10^5	3.39×10^5
10 mmol/L 醋酸铵-乙腈 10 mmol/L Ammonium acetate-acetonitrile	3.79×10^5	4.48×10^5	2.23×10^5	1.58×10^5	1.91×10^5	2.16×10^5	2.90×10^5
0.1% 甲酸-乙腈 0.1% Formic acid-acetonitrile	5.33×10^5	7.88×10^4	6.82×10^5	8.78×10^4	5.15×10^5	4.62×10^5	2.68×10^5
0.1% 甲酸-甲醇 0.1% Formic acid-methanol	5.83×10^5	1.33×10^5	7.55×10^5	9.95×10^4	7.11×10^5	1.06×10^6	7.10×10^5

2.2 提取溶液及浓度的选择 婴幼儿配方奶粉含有大量的蛋白质、脂肪,还会添加较多种类的营养成分,使得测定其中维生素含量比较困难:一是要找到合适的提取溶液,能最大限度地待测维生素提取出来;二是要采用合适的方式减少

提取液中的蛋白质、脂肪含量,以减轻样品测定时对仪器的损害。笔者对3种提取溶液:0.1 mol/L盐酸、10 mmol/L醋酸铵、0.1%甲酸进行了试验,重点考察5.0 g样品按照“1.3”试验方法处理后滤液的澄清度及7种待测B族维生素含量。

试验表明,用0.1 mol/L盐酸、10 mmol/L醋酸铵作为提取溶液时,样品溶液在离心后依然较为浑浊。而用0.1%甲酸作为提取溶液时,离心后能得到澄清液体。用不同提取溶液提取后,样品中待测维生素的响应值也不一样。表3为不同提取溶液提取后样品中待测维生素的响应值(用MS2 SIM模式下母离子峰面积表示)。研究还考察了不同浓度(0.1%、1%、10%)甲酸溶液提取效果及待测维生素的响应值。试验

表明,随着甲酸浓度的增加,经离心后得到提取液的澄清度反而下降。用不同浓度甲酸溶液提取后,样品中待测维生素的响应值也不同。表4为不同浓度甲酸溶液提取后样品中待测维生素的响应值(用MRM模式下定量离子峰面积表示)。综合考虑后,选择0.1%甲酸作为婴幼儿配方奶粉中7种B族维生素测定时样品提取溶液。

表3 3种提取液提取后样品中待测维生素的响应值

Table 3 Response values of the vitamins in the sample after extraction

提取溶液 Extracting solution	核黄素 Riboflavin	硫胺素 Thiamine	吡哆醇 Pyridoxine	吡哆胺 Pyridoxamine	吡哆醛 Pyridoxal	烟酸 Niacin	烟酰胺 Nicotinamide
0.1 mol/L 盐酸 0.1 mol/L Hydrochloric acid	2.42×10^5	5.50×10^4	9.70×10^3	未检出	3.39×10^4	5.04×10^4	5.55×10^5
10 mmol/L 醋酸铵 10 mmol/L Ammonium acetate	2.31×10^5	6.53×10^4	8.20×10^3	未检出	1.57×10^4	5.40×10^4	5.86×10^5
0.1% 甲酸 0.1% Formic acid	2.51×10^5	4.35×10^4	9.65×10^3	未检出	1.60×10^4	5.50×10^4	6.16×10^5

表4 不同浓度甲酸溶液提取后样品中待测维生素的响应值

Table 4 Response values of vitamins in the samples after extraction by different concentration of formic acid

提取液浓度 Concentration of extracting solution	核黄素 Riboflavin	硫胺素 Thiamine	吡哆醇 Pyridoxine	吡哆胺 Pyridoxamine	吡哆醛 Pyridoxal	烟酸 Niacin	烟酰胺 Nicotinamide
0.1% 甲酸 0.1% Formic acid	89 458	5 852.5	32 432.5	未检出	9 327.5	1 636.5	279 094.0
1% 甲酸 1% Formic acid	94 520	4 955.3	30 900.3	未检出	8 554.3	1 439.3	232 045.7
10% 甲酸 10% Formic acid	93 838	4 808.5	31 316.7	未检出	9 323.5	1 398.2	223 154.4

2.3 超声时间的选择 将超声波应用于化学分析时,应结合样品类型、待测物性质对超声提取时间进行优化^[25],以确保多数待测物有较高的提取效率。笔者在确定好提取溶剂、浓度后,对相同样品在不同超声提取时间(10、15、20、25 min)待测维生素的提取效率进行了比较。相同样品不同超声提取时间待测维生素的响应值(用MRM模式下定量离子峰

面积表示)见表5。试验数据表明,样品中5种待测维生素(吡哆胺为未检出)超声提取20 min时响应值达到最大,而在超声提取25 min后,响应值略有下降,可能是超声波对待测维生素有一定的破坏作用,随着超声提取时间的延长,这种作用的效果会更明显。

表5 不同提取时间样品中待测维生素的响应值

Table 5 Response values of the vitamins to be tested in different time samples

超声时间 Ultrasonic time//min	核黄素 Riboflavin	硫胺素 Thiamine	吡哆醇 Pyridoxine	吡哆胺 Pyridoxamine	吡哆醛 Pyridoxal	烟酸 Niacin	烟酰胺 Nicotinamide
10	105 838.0	3 771.0	26 315.0	未检出	8 721.3	1 134.0	221 876.7
15	106 549.7	3 467.7	26 476.7	未检出	8 706.0	1 128.5	224 907.0
20	109 376.3	3 283.7	26 879.0	未检出	9 179.0	1 373.3	228 328.0
25	108 371.0	3 115.3	26 653.0	未检出	9 049.3	1 282.0	225 774.0

2.4 方法学指标验证

2.4.1 方法的线性范围与检出限。吸取一定体积的7种维生素的标准储备溶液,用0.1%甲酸溶液稀释定容,配制成0.1 mg/L(吡哆胺、烟酰胺)、1、5、10、20、50 mg/L混合标准溶

液,在“1.2”条件下测定。以标准溶液浓度为横坐标,峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。7种待测维生素在线性范围内具有良好相关性。以3倍信噪比计算方法最低检出限。线性范围及最低检出限的结果见表6。

表6 7种维生素的线性范围和检出限

Table 6 Linear range and detection limit of 7 vitamins

名称 Name	线性范围 Linear range//mg/L	线性方程 Linear equation	R^2	最低检出限 Lowest limit of detection//mg/L
核黄素 Riboflavin	1~50	$y = 20\ 884x + 33\ 126.0$	0.997	0.362
硫胺素 Thiamine	1~50	$y = 29\ 341x + 51\ 330.0$	0.999	0.313
吡哆醇 Pyridoxine	1~50	$y = 44\ 010x + 88\ 589.0$	0.994	0.652
吡哆胺 Pyridoxamine	0.1~50.0	$y = 29\ 198x + 46\ 397.0$	0.999	0.098
吡哆醛 Pyridoxal	1~50	$y = 50\ 330x + 177\ 410.7$	0.995	0.444
烟酸 Niacin	1~50	$y = 27\ 259x + 36\ 640.0$	0.997	0.198
烟酰胺 Nicotinamide	0.1~50.0	$y = 78\ 817x + 43\ 430.0$	0.999	0.084

2.4.2 加标回收率及精密度。在5.0 g样品中分别添加低、中、高3个浓度水平(每个浓度进行6次平行试验)的混合标准溶液后,按“1.3”进行处理,在“1.2”条件下测定,得到其中待测维生素的峰面积,计算加标回收率和相对标准偏差。样品加标回收率、相对标准偏差见表7。7种B族维生素加标回收率为75.25%~107.65%,相对标准偏差在3%以下,符合婴幼儿配方奶粉中B族维生素含量测定的要求。

表7 样品加标回收率和相对标准偏差(n=6)

Table 7 The adding standard matter amount and standard deviation of the sample

名称 Name	样品实测含量 加标量		平均加标回收率	
	The measured content of the sample//mg/L	The adding standard matter amount//mg	Average standard recovery rate//%	RSD %
核黄素 Riboflavin	2.26	0.10	103.30	2.13
		0.20	98.95	1.05
		1.00	88.93	1.14
硫胺素 Thiamine	0.06	0.01	75.25	2.98
		0.02	78.45	2.45
		0.10	80.99	1.56
吡哆醇 Pyridoxine	0.46	0.01	107.65	1.71
		0.02	104.18	0.26
		0.10	88.89	1.87
吡哆胺 Pyridoxamine	未检出	0.10	83.25	2.36
		0.20	82.94	1.75
		1.00	82.51	1.63
吡哆醛 Pyridoxal	0.13	0.01	105.50	0.86
		0.02	100.02	0.55
		0.10	81.36	0.98
烟酸 Niacin	0.04	0.01	89.20	1.49
		0.02	85.83	1.62
		0.10	81.42	1.51
烟酰胺 Nicotinamide	3.29	0.10	80.40	2.93
		0.20	89.47	1.12
		1.00	86.82	0.87

2.5 实际样品测定 称取6份相同质量的样品,按“1.3”进行处理,在“1.2”条件下测定,得到其中待测维生素的峰面积,计算峰面积平均值和相对标准偏差,结果见表8。数据表明,奶粉中B族维生素含量实际测定值的相对标准偏差均在5%以下,说明该方法能很好测定婴幼儿奶粉中B族维生素含量。

表8 样品中维生素含量的平行测定(n=6)

Table 8 Parallel determination of vitamin content in sample

名称 Name	峰面积平均值 Average peak area	RSD %
核黄素 Riboflavin	108 147.00	0.43
硫胺素 Thiamine	2 704.00	4.06
吡哆醇 Pyridoxine	27 748.67	0.89
吡哆胺 Pyridoxamine	未检出	—
吡哆醛 Pyridoxal	9 490.92	0.67
烟酸 Niacin	1 317.00	2.05
烟酰胺 Nicotinamide	217 579.00	0.21

3 结论

该研究建立了一种高压液相色谱-串联质谱法同时测定婴幼儿配方奶粉中7种B族维生素(核黄素、硫胺素、吡哆醇、吡哆胺、吡哆醛、烟酸、烟酰胺)含量的方法,该方法具有操作步骤简单、灵敏度高、分离度好、检测效率高等优点,可用于婴幼儿配方奶粉中B族维生素含量的检测。

参考文献

- [1] 蔡翔宇,吴玉杰.奶粉中多种维生素同时测定方法的研究进展[J].中国食品添加剂,2016(2):154-157.
- [2] 宋文利,于超,徐晨,等.乳及乳制品中脂溶性维生素测定方法的研究与进展[J].北京农业,2014(9):18-19,20.
- [3] 刘娜,陈大舟,汤桦,等.婴儿配方奶粉中8种水溶性维生素的高效液相色谱同时测定[J].分析测试学报,2008,27(4):408-411.
- [4] 中华人民共和国卫生部.婴儿配方食品:GB 10765—2010[S].北京:中国标准出版社,2011.
- [5] 中国标准化委员会.食品中维生素B₁的测定:GB 5009.84—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.
- [6] 中国标准化委员会.食品中维生素B₂的测定:GB 5009.85—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.
- [7] 中国标准化委员会.食品中烟酸和烟酰胺的测定:GB 5009.89—2016[S].北京:中国标准出版社,2016.
- [8] 国家卫生和计划生育委员会,国家食品药品监督管理总局.食品中维生素B₆的测定:GB 5009.154—2016[S].北京:中国标准出版社,2017.
- [9] 中国标准化委员会.食品中生物素的测定:GB 5009.259—2016[S].北京:中国质检出版社,2016.
- [10] 中华人民共和国卫生部.婴幼儿食品和乳品中维生素B₁₂的测定:GB 5413.14—2010[S].北京:中国标准出版社,2010.
- [11] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局.婴幼儿食品和乳品中叶酸(叶酸盐活性)的测定:GB 5413.16—2010[S].北京:中国标准出版社,2010.
- [12] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局,中国国家标准化管理委员会.婴幼儿食品和乳品中泛酸的测定:GB 5413.17—2010[S].北京:中国标准出版社,2010.
- [13] 王凤玲,刘爱国,孙佳佳,等.高效液相色谱-质谱法同时测定婴幼儿配方奶粉中叶酸、VB₁₂和生物素[J].食品科学,2013,34(22):269-272.
- [14] 徐双阳,许荣年,汪庆旗,等.超高效液相色谱-质谱联用测定婴幼儿配方奶粉中的维生素B₁₂[J].食品工业,2011(8):103-106.
- [15] 王一红,冯家力,潘振球,等.液相色谱-串联质谱法分析10种水溶性维生素[J].中国卫生检验杂志,2007,17(7):1160-1162.
- [16] 陈美君,王曼,亢美娟,等.超高压液相色谱-串联质谱法同时测定婴幼儿配方乳粉中11种B族维生素[J].食品科学,2016,37(4):144-153.
- [17] 缪璐,莫佳琳,周红尖,等.液质联用仪同步检测婴幼儿配方食品中11种水溶性维生素[J].现代食品科技,2015(7):347-353.
- [18] 朱姜,张鹏,杨嘉,等.高效液相色谱-串联质谱法测定奶粉中的维生素A、维生素D、维生素E[J].中国卫生检验杂志,2015,25(11):1733-1736.
- [19] 梁瑞强,王聪,曹进,等.高效液相色谱-串联质谱法测定保健食品中10种水溶性维生素[J].食品安全质量检测学报,2016,7(3):966-974.
- [20] 夏静,俞婧,孙磊,等.功能性饮料中9种水溶性维生素的HPLC-MS-MS同步检测技术[J].食品科学,2014,35(12):196-199.
- [21] 郎昭滨,程纲领,马世波.婴幼儿配方食品和乳粉中串联四级杆质谱的检测方法[J].中国乳品工业,2009,37(9):39-42.
- [22] 王敬,马育松,刘彩虹,等.液相色谱-串联质谱法测定强化食品中叶酸的含量[J].分析测试学报,2014,33(11):1224-1230.
- [23] 甘宾宾,汤艳荣,蒋世琼.高效液相色谱-质谱联用技术在食品安全中的应用及进展[J].化工技术与开发,2009,38(12):33-37.
- [24] 沃特世科技有限公司.UPLC(R)/MS/MS 质谱检测法:快速分析婴幼儿配方奶粉中的水溶性维生素[J].食品安全导刊,2010(11):34-36.
- [25] 舒俊林.超声提取技术在化学分析中的应用研究[C]//中国环境科学学会.中国环境科学学会2009年学术年会论文集(第四卷).北京:北京航空航天大学出版社,2009.