

高效液相色谱法测定水果和蔬菜中维生素 C 含量的不确定度评定

Uncertainty evaluation of the determination of vitamin C in fruits and vegetables by high performance liquid chromatography

王霞 张维谊 韩奕奕 陈美莲 丰东升

WANG Xia ZHANG Wei-yi HAN Yi-yi CHEN Mei-lian FENG Dong-sheng

(上海市农产品质量安全中心, 上海 201708)

(Shanghai Center of Agri-products Quality and Safety, Shanghai 201708, China)

摘要:通过分析维生素 C 测定过程中不确定度的来源, 建立数学模型, 评定出各不确定度分量, 计算出合成标准不确定度和扩展不确定度。结果表明, 当样品中维生素 C 含量为 33.7 mg/100 g 时, 扩展不确定度为 1.4 mg/100 g ($k=2$); 标准储备溶液的配制和测量重复性是不确定度的主要来源。

关键词: 不确定度; 维生素 C; 高效液相色谱法; 水果; 蔬菜

Abstract: To evaluate the uncertainty of the determination of vitamin C in fruits and vegetables by high performance liquid chromatography, a mathematical model was established to evaluate each uncertainty component, and the standard uncertainty and extended uncertainty of the synthesis were calculated. The results showed that the amounts of vitamin C in samples was 33.7 mg/100 g, and the expanded uncertainty was 1.4 mg/100 g ($k=2$). The uncertainties of the determination mainly come from the preparation of standard solution and the repeatability of determination.

Keywords: uncertainty; vitamin C; high performance liquid chromatography; fruits; vegetables

维生素 C (Vitamin C), 又叫抗坏血酸, 水溶性维生素的一种, 是维持人体正常活动不可缺少的营养物质^[1-2]。从结构上, 维生素 C 分为左式(L 型)和右式(D 型), 左式维生素 C 包括还原型和脱氢型两种, 其中还原型抗坏血酸极不稳定, 易被氧化成脱氢抗坏血酸; 脱氢 L-抗坏血酸

经 L-半胱氨酸溶液还原后, 采用紫外检测器测定 L(+)-抗坏血酸总量^[3-4]。维生素 C 广泛存在于新鲜水果和蔬菜中, 其含量是评定蔬菜和水果营养价值的重要指标。

目前, 维生素 C 含量的测定方法主要有滴定法、紫外分光光度法、荧光光谱法、高效液相色谱法等^[5-8]。其中, 高效液相色谱法因分离效果好、操作步骤简单、灵敏度高、准确度高被广泛用于蔬菜水果中维生素 C 含量的测定。不确定度反映了测量值的分散性, 是表征测量结果质量的指标, 其数值大小反映了测量结果质量的高低, 并影响检验结果的符合性判定^[9-10]。关于荧光光谱法和紫外—分光光度法测定维生素 C 含量的不确定度评定的报道较多, 而关于液相色谱法测定蔬菜和水果中维生素 C 含量的不确定度报告尚未见报道。文章拟依据 JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》和 CNAS-GL 006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》, 对高效液相色谱法测定蔬菜和水果中维生素 C 含量进行不确定度评定, 分析不确定度的主要原因, 为科学评价测量结果的准确性和可靠性提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

L-抗坏血酸: 纯度 98.5%, 北京曼哈格生物科技有限公司;

甲醇: 色谱纯, 德国 Merck 公司;

L-半胱氨酸: 优级纯, 国药集团化学有限公司;

偏磷酸、磷酸三钠、磷酸: 分析纯, 国药集团化学有限公司。

1.2 主要仪器设备

高效液相色谱仪: Agilent 1260 型, 配有紫外检测器, 美国 Agilent 公司;

基金项目: 上海市科技兴农项目 (编号: 沪农科产字[2019]第 2 号)

作者简介: 王霞, 女, 上海市农产品质量安全中心工程师, 硕士。

通信作者: 丰东升 (1966—), 男, 上海市农产品质量安全中心高级农艺师, 硕士。E-mail: dosfeng@qq.com

收稿日期: 2020-07-30

天平:ML204 型,梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;

天平:MS105 型,梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;

pH 计:S220 型,精度 ± 0.01 ,梅特勒—托利多仪器(上海)有限公司;

高速冷冻离心机:Heraeus X1R 型,美国 Thermo 公司;

超纯水仪:Mill-Q 型,德国 Merck 公司。

1.3 方法

1.3.1 样品处理 根据 GB 5009.86—2016 中第一法,修改如下:称取样品约 1.000 0 g 于 50 mL 烧杯中,加入适量 20 g/L 的偏磷酸溶液进行搅拌、提取,重复 2~3 次,将试样转移至 50 mL 容量瓶中,定容;将样品溶液转移至 50 mL 离心管中,超声提取 10 min,4 000 r/min 离心 5 min。准确吸取 20 mL 上清液于另一 50 mL 离心管中,加入 10 mL 40 g/L 的 L-半胱氨酸溶液,加入 100 g/L 磷酸三钠溶液,调节 pH 至 7.0~7.2,涡旋、振荡,用磷酸调节 pH 至 2.5~2.8,用蒸馏水将试液全部转移至 50 mL 容量瓶中,定容。混匀,样品溶液过 0.45 μm 水相滤膜后,供高效液相色谱仪检测分析。

1.3.2 色谱条件 色谱柱为 C_{18} 柱(250 mm $\times$ 4.6 mm, 5 μm);柱温(25.0 $\pm$ 0.5) $^{\circ}\text{C}$;紫外检测器波长 245 nm;流动相为甲醇和 20 g/L 偏磷酸溶液($V_{\text{甲醇}}:V_{\text{偏磷酸}}$ 为 3:97);流速 0.7 mL/min;进样量 10 μL 。

2 试验与结果分析

2.1 数字模型

试样中维生素 C 含量按照标准曲线法计算,保留 3 位有效数字,其数学模型为:

$$X = \frac{C_i \times V_1 \times V_3}{m \times V_2} \times f \times \frac{100}{1\,000}, \quad (1)$$

式中:

X ——试样中维生素 C 含量,mg/100 g;

C_i ——从标准曲线得到的样品待测液中维生素 C 的质量浓度,mg/L;

V_1 ——样品提取液总体积,mL;

V_2 ——样品提取液 V_1 中分取的溶液体积,mL;

V_3 ——试样溶液最终体积,mL;

m ——样品称样质量,g;

f ——稀释倍数;

100、1 000——换算系数。

2.2 不确定度来源分析

测定过程中,水果、蔬菜中维生素 C 含量测定的不确定度来源如图 1 所示。

(1) 标准品引入的不确定度。主要包括称量引入的不确定度,纯度引入的不确定度,标液配制、稀释过程中

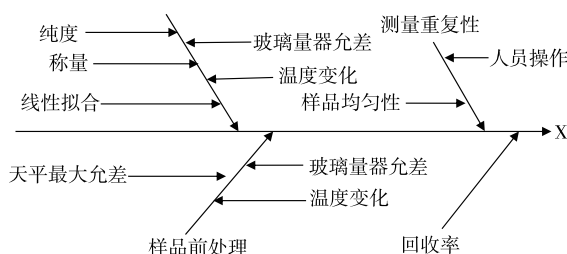


图 1 高效液相色谱法测定水果和蔬菜中维生素 C 含量的不确定度来源

Figure 1 Uncertainty source for the determination of vitamin C in fruits and vegetables with HPLC

产生的不确定度,线性拟合引入的不确定度。

(2) 样品前处理引入的不确定度。主要包括样品称量引入的不确定度,样品定容、稀释过程中产生的不确定度。

(3) 样品检测重复性引入的不确定度。包括样品的均匀性和代表性、重复性进样、前处理过程的一致性、液相色谱仪响应和面积积分等因素引入的不确定度。

(4) 加标回收引入的不确定度。

2.3 不确定度的评定

2.3.1 标准品引入的不确定度

(1) 称量引入的不确定度:准确称取 25.38 mg 维生素 C (L-抗坏血酸标准品纯度 98.5%),用 20 g/L 的偏磷酸溶液定容至 25.00 mL,得到质量浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。

采用感量为 0.01 mg 的分析天平,称量 25.38 mg 标准物质,十万分之一天平检定证书给出称量范围在 $0 \leq m \leq 50$ g 时最大允许误差为 ± 0.08 mg,按矩形分布计算,

标准不确定度 $u(m) = \frac{0.08}{\sqrt{3}} = 0.046\,2$ mg,其相对标准不

确定度 $u_{\text{ref}}(m) = \frac{0.046\,2}{25.38} = 0.182\%$ 。

(2) 纯度引入的不确定度:依据 L(+)-抗坏血酸标准品证书上给出的不确定度 $u_p = 2\%$ ($k=2$),则标准品引入的标准不确定度 $u(p)_{\text{标}} = 2\%/2 = 0.01$,相对标准不

确定度为 $u_{\text{ref}}(p)_{\text{标}} = \frac{0.01}{0.985} = 1.0\%$ 。

(3) 标准溶液配制、稀释过程中量器校准引入的不确定度:① 标准溶液配制过程引入的不确定度主要来自于容量瓶的允差和温度变化引起的误差。其中,体积引入的不确定度:根据 JJG 196—2006《常用玻璃量具检定规程》25 mL A 级单线容量瓶的允许误差为 ± 0.03 mL,按矩形分布计算,产生的相对标准不确定度 $u(V_{25})_V = \frac{0.03}{\sqrt{3} \times 25} = 0.000\,693$ mL。温度变化引入的不确定度:试

验测试温度为 $(20 \pm 5) ^{\circ}\text{C}$,水的膨胀系数 $\alpha = 2.1 \times$

$10^{-4}\text{ }^{\circ}\text{C}^{[11]}$,因此产生的体积变化为 $\pm(10\times5\times2.1\times10^{-4})\text{ mL}=0.010\text{ mL}$,按照矩形分布计算,因温度变化引入的相对标准不确定度 $u(V_{25})_{\text{T}}=\frac{25\times5\times2.1\times10^{-4}}{\sqrt{3}\times25}=0.000\ 606$ mL。合并两项,标准溶液配制过程中容量瓶引入的合成相对标准不确定度即 $u(V_{25})_{\text{标}}=\sqrt{u(V_{25})_{\text{V}}^2+u(V_{25})_{\text{T}}^2}=\sqrt{0.000\ 693^2+0.000\ 606^2}=0.092\ 1\%$ 。

② 标准溶液稀释过程引入的不确定度:采用 1 mL 单标线吸量管移取储备液于 10 mL 容量瓶(A 级)中,用 20 g/L 的偏磷酸溶液定容,摇匀,得到质量浓度为 0.1 mg/mL 的标准中间液。稀释过程中引入的不确定度主要来自于 1 mL A 级单标线吸量管和 10 mL A 级容量瓶引入的误差,计算过程同 25 mL A 级单线容量瓶,具体结果见表 1。

综上,标准溶液配制和稀释过程吸量管和容量瓶引入的相对合成标准不确定度即 $u_{\text{ref}}(V)_{\text{标}}=\sqrt{u_{\text{ref}}(V_{25})_{\text{标}}^2+u_{\text{ref}}(V_{10})_{\text{标}}^2+u_{\text{ref}}(V_{1.0})_{\text{标}}^2}=\sqrt{0.092\ 1^2+0.130^2+0.409^2}=0.439\%$ 。

(4) 标准系列工作溶液配制过程引入的不确定度:配制质量浓度为 1.0,2.0,5.0,10.0,20.0 mg/L 5 个梯度的标准工作溶液,采用的量器有 10 mL 容量瓶和 100,200,1 000 μL 移液器。配制过程中引入的不确定根据 JJG 196—2006《常用玻璃量具检定规程》和 JJG 646—2006《移液器检定规程》规定的容量允许误差进行计算,同时考虑试验测试温度为 $(20\pm5)\text{ }^{\circ}\text{C}$,标准系列工作溶液配制过程中移液器引入的标准不确定度见表 2。

标准溶液稀释过程中,使用 10 mL 容量瓶 5 次,1 000 μL 移液器移取 1 000 μL 体积 3 次,1 000 μL 移液器移取 500 μL 体积 1 次,200 μL 移液器移取 200 μL 体积 1 次,100 μL 移液器移取 100 μL 体积 1 次,则由标准系列溶液配制过程中容量瓶与移液器引入的相对不确定度 $u_{\text{ref}}(S)_{\text{标}}=\sqrt{3\times u_{V_{1\ 000}}^2+u_{V_{500}}^2+u_{V_{200}}^2+u_{V_{100}}^2+5\times u_{V_{10}}^2}=0.327\%$ 。

(5) 标准曲线拟合引入的不确定度:上述 5 种标准系列工作溶液重复测定 3 次,采用最小二乘对每个浓度峰面积 y 的平均值与质量浓度 x 进行拟合,线性方程如表 3 所示。

表 1 标准溶液配制、稀释过程玻璃量器引入的不确定度

Table 1 The uncertainty from the preparation and dilution of standard solution by glass container

玻璃量器	最大允许 误差/mL	容量误差产生的相对 标准不确定度/mL	温度变化产生的相对 标准不确定度/mL	相对合成标准 不确定度/%
10 mL A 级单标线容量瓶	± 0.02	0.001 15	0.000 606	0.130
25 mL A 级单标线容量瓶	± 0.03	0.000 693	0.000 606	0.092 1
1 mL A 级单标线吸量管	± 0.007	0.004 04	0.000 606	0.409

表 2 标准系列工作溶液配制移液器引入的不确定度

Table 2 The uncertainty from the preparation of series standards solution by pipette

量器	最大允许 误差/ μL	容量误差产生的相对 标准不确定度/ μL	温度变化产生的相对 标准不确定度/ μL	合成标准 不确定度/%
100 μL 移液器移取 100 μL 时引入的不确定度	± 0.02	0.000 115	0.000 606	0.061 7
200 μL 移液器移取 200 μL 时引入的不确定度	± 0.015	0.000 043 3	0.000 606 2	0.060 8
1 000 μL 移液器移取 500 μL 时引入的不确定度	± 0.01	0.000 011 5	0.000 606	0.060 6
1 000 μL 移液器移取 1 000 μL 时引入的不确定度	± 0.01	0.000 005 77	0.000 606	0.060 6

表 3 标准曲线结果

Table 3 Results of standard curve

质量浓度 $C_i/$ ($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$)	测定次数			均峰面积 y	线性方程及 相关系数	S_R	$C_0-\bar{C}_i$
	1	2	3				
1.0	93.61	92.46	89.69	91.9	$y=102.98x-13.915$ $R^2=0.999\ 9$	6.89	7.60
2.0	199.70	198.60	197.30	198.5			
5.0	494.10	495.60	496.30	495.3			
10.0	1 008.00	1 006.00	1 008.00	1 007.3			
20.0	2 051.00	2 045.00	2 056.00	2 050.7			

由标准曲线拟合引入的不确定度

$$u(L)_{\text{标}} = \frac{S_R}{a} \times \sqrt{\frac{1}{N} + \frac{1}{n} + \frac{(C_0 - \bar{C}_i)^2}{\sum_{i=1}^n (C_i - \bar{C}_i)^2}}, \quad (2)$$

$$S_R = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a C_i + b)^2]}{n-2}}, \quad (3)$$

式中:

a ——线性拟合方程斜率;

N ——样品溶液待测组分测定次数;

n ——标准系列工作溶液总的测定次数;

C_0 ——样品溶液中待测组分的质量浓度, mg/L;

C_i ——各标准工作溶液的质量浓度, mg/L;

$\bar{C}_i$ ——标准系列工作溶液的平均质量浓度, mg/L;

S_R ——标准溶液峰面积残差的标准差;

A_i ——标准溶液的峰面积^[12]。

上述各值代入式(2)可得 $u(L)_{\text{标}} = 0.0218$, 则由标准工作曲线拟合过程所引入的相对标准不确定度

$$u_{\text{ref}}(L)_{\text{标}} = \frac{u(L)_{\text{标}}}{C_0} = \frac{0.0218}{2.860} = 0.764\%。$$

综上, 整个检测过程中, 标准物质各分量合成的相对不确定度为

$$u_{\text{ref}} \left(\begin{array}{c} \text{标} \\ \text{} \end{array} \right) = \sqrt{u_{\text{ref}}(m)_{\text{标}}^2 + u_{\text{ref}}(p)_{\text{标}}^2 + u_{\text{ref}}(V)_{\text{标}}^2 + u_{\text{ref}}(S)_{\text{标}}^2 + u_{\text{ref}}(L)_{\text{标}}^2} = 1.40\%。$$

2.3.2 样品前处理过程引入的不确定度

(1) 样品称量引入的不确定度: 采用感量为 0.1 mg 的电子天平, 称取 1 g 样品。根据天平检定证书, 当称量范围在 $0 \leq m \leq 50$ g 时, 最大误差为 ± 0.3 mg, 按矩形分布计算, 其相对标准不确定度 $u(m) = \frac{0.0003}{1 \times \sqrt{3}} = 0.0173\%。$

(2) 样品处理过程中量器引入的不确定度: 样品经提取后, 定容至 50 mL, 再采用 20 mL 单标线吸量管分取至 50 mL A 级单线容量瓶。根据 JJG 196—2006《常用玻璃量具检定规程》规定的容量的允许误差和温度波动变化 (20 ± 5) °C, 按矩形分布计算, 得到相应的不确定度结果如表 4 所示。样品前处理过程中使用两次 50 mL A 级单线容量瓶和 1 次 20 mL A 级单标线吸量管, 则样品前处理过程玻璃量具引入的合成标准不确定度 $u_{\text{ref}}(V)_{\text{样}} =$

$$\sqrt{2 \times u_{\text{ref}}(V_{50})_{\text{样}}^2 + u_{\text{ref}}(V_{20})_{\text{样}}^2} = \sqrt{2 \times 0.0837^2 + 0.106^2} = 0.159\%。$$

综上, 样品前处理过程中, 各分量合成的相对不确定度为

$$u_{\text{ref}} \left(\begin{array}{c} \text{样} \\ \text{} \end{array} \right) = \sqrt{u_{\text{ref}}(m)_{\text{样}}^2 + u_{\text{ref}}(V)_{\text{样}}^2} = \sqrt{0.0173^2 + 0.159^2} = 0.160\%。$$

2.3.3 样品检测重复性因素引起的不确定度 重复称量辣椒样品 6 次, 相同条件下进行检测, 测得维生素 C 含量分别为 34.44, 32.32, 33.50, 33.69, 34.14, 33.90 mg/kg。

重复测定引入相对标准不确定度 $u_{\text{ref}}(r) = \frac{S_r}{\bar{X} \times \sqrt{n}} =$

$$\frac{0.74}{33.7 \times \sqrt{6}} = 0.90\%。$$

重复称量橙子样品 6 次, 相同条件下进行检测, 测得维生素 C 含量分别为 41.99, 43.45, 42.43, 41.32, 43.38, 41.32 mg/kg。重复测定引入相对标准不确定度 $u_{\text{ref}}(r) =$

$$\frac{S_r}{\bar{X} \times \sqrt{n}} = \frac{0.95}{42.3 \times \sqrt{6}} = 0.92\%。$$

2.3.4 加标回收引入的不确定度 对空白样品进行 6 次加标回收试验, 测试回收率分别为 102.5%, 97.5%, 96.5%, 97.5%, 97.5%, 102.5%, 平均回收率为 99.0%, 标准偏差为 2.79。因此, 加标回收引入的相对不确定度为

$$u_{\text{ref}}(R) = \frac{S_r}{\bar{R} \times \sqrt{n}} = \frac{2.79}{99.0 \times \sqrt{6}} = 1.15\%。$$

2.4 测量不确定度的评定与报告

2.4.1 合成标准不确定度 辣椒中维生素 C 含量的合成相对标准不确定度为

$$u_{\text{ref}} \left(\begin{array}{c} X \\ \text{} \end{array} \right) = \sqrt{u_{\text{ref}}(\text{标})^2 + u_{\text{ref}}(\text{样})^2 + u_{\text{ref}}(r)^2 + u_{\text{ref}}(R)^2} = 2.03\%;$$

橙子中维生素 C 含量的合成相对标准不确定度为

$$u_{\text{ref}} \left(\begin{array}{c} X \\ \text{} \end{array} \right) = \sqrt{u_{\text{ref}}(\text{标})^2 + u_{\text{ref}}(\text{样})^2 + u_{\text{ref}}(r)^2 + u_{\text{ref}}(R)^2} = 2.04\%。$$

2.4.2 扩展不确定度 根据 CNAS-GL006:2019《化学分析中不确定度的评估指南》, 扩展不确定度由合成标准不确定度乘以包含因子得到。取置信水平 95%, 则 $k=2$, 辣椒中维生素 C 含量的扩展不确定度为 $U(X) = u_{\text{ref}}(X) \times X \times 2 = 2.03\% \times 33.7 \times 2 = 1.4$ mg/kg; 橙子中维生素 C 含量的扩展不确定度为: $U(X) = u_{\text{ref}}(X) \times X \times 2 = 2.04\% \times 42.3 \times 2 = 1.7$ mg/kg。

表 4 样品提取、稀释过程吸量管和容量瓶引入的不确定度

Table 4 The uncertainty from pipettes and volumetric flasks during the extraction and dilution of sample

玻璃量器	最大允许 误差/mL	容量误差产生的相对 标准不确定度/mL	温度变化产生的相对标准 不确定度 $u_{\text{ref}}(V)$ /mL	相对合成标准 不确定度/%
50 mL A 级单标线容量瓶	± 0.05	0.000 58	0.000 606	0.083 7
20 mL A 级单标线吸量管	± 0.03	0.000 87	0.000 606	0.106

2.4.3 测定结果 采用高效液相色谱法测定辣椒和橙子中维生素C,当取样量为1.000 0 g, $k=2$ (置信水平95%)时,辣椒中维生素C含量为 (33.7 ± 1.4) mg/kg;橙子中维生素C含量为 (42.3 ± 1.7) mg/kg。

3 结论

从样品的称量、提取、稀释及标准物质的称量、配制、线性拟合以及测量的重复性等方面对高效液相色谱法测定蔬菜和水果中维生素C含量的不确定度进行了分析与评定。结果表明,高效液相色谱法测定蔬菜和水果中维生素C含量的不确定度主要来源于标准物质的纯度、配制及标准曲线的拟合过程,其次是测试的重复性和回收率,样品的前处理过程影响较小。针对水果、蔬菜中维生素C含量的测定,国家标准中规定了液相色谱法、荧光光度法和滴定法,试验仅对液相色谱法进行了不确定度评估,未对另外两种方法进行不确定度评估,后续有待进行另外两种方法的不确定度评估,并进行3种方法的比较。

参考文献

- [1] 徐攀攀,许会艳.果蔬中维生素C含量测定方法研究进展[J].广州化工,2020,48(8):18-20.
- [2] SHANAMIRIFARDS A, GHAEDI M. A new electrochemical sensor for simultaneous determination of arbutin and vitamin C based on hydroxyapatite-ZnO-Pd nanoparticles modified carbon paste electrode[J]. Biosensors and Bioelectronics, 2019, 141: 111474.
- [3] 张秀芹,王敏,顾莹,等. HPLC检测食品中L-抗坏血酸、D-异抗坏血酸及抗坏血酸总量[J]. 中国卫生检验杂志, 2013, 23(9):

2 056-2 061.

- [4] MAZUREK A, WLODARCZYK-STASIAK M, PANKIEWICZ U, et al. Development and validation of a differential pulse polarography method for determination of total vitamin C and dehydroascorbic acid contents in foods[J]. LWT, 2020, 118: 108828.
- [5] 罗志辉,陈丽娜,陈冠丹,等. 新型紫外可见光法测定沙田柚中维生素C的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2018, 9(10): 2 321-2 325.
- [6] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品安全国家标准 食品中抗坏血酸的测定: GB 5009.86—2016[S]. 北京: 中国标准出版社, 2016: 2-3.
- [7] 李晓东. 磷钼钼蓝分光光度法测定水果、蔬菜及饮料中L-抗坏血酸[J]. 理化检验(化学分册), 2018, 54(5): 579-583.
- [8] 杨媛,冯晓元,石磊,等. 高效液相色谱法同时测定水果蔬菜中L-抗坏血酸、d-异抗坏血酸、脱氢抗坏血酸及总维生素C的含量[J]. 分析测试学报, 2015, 34(8): 934-938.
- [9] 宁霄,金绍明,梁瑞强,等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定猪肉中 β -受体激动剂残留量的不确定度分析[J]. 食品科学, 2017, 38(6): 315-320.
- [10] 刘柱,徐潇颖,赵超群,等. 同位素稀释—超高效液相色谱—串联质谱法测定水产品中孔雀石绿、结晶紫及其代谢物残留量的不确定度评定[J]. 食品工业科技, 2020, 48(5): 206-214.
- [11] 黄坤,王会霞,范小龙,等. 超高效液相色谱—串联质谱法测定炒货中组胺含量的不确定度评定[J]. 食品与机械, 2019, 35(8): 64-68.
- [12] 陈梦,卢光英,王伟影,等. 高效液相色谱—串联质谱法测定红酒中安赛蜜含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(5): 1 611-1 615.

(上接第32页)

参考文献

- [1] 刘延波,张世凯,赵志军,等. 高产淀粉酶细菌的分离鉴定及产酶条件优化[J]. 食品与机械, 2020, 36(1): 65-71.
- [2] 申孟林,张超,王玉霞,等. 白酒大曲微生物酶系研究进展[J]. 中国酿造, 2018, 37(4): 7-11.
- [3] 黄治国,刘娜,卫春会,等. 高温大曲曲房空气中可培养细菌的分离鉴定及产酶特性研究[J/OL]. 食品与机械. (2020-11-24) [2021-04-19]. <https://kns.cnki.net/KCMS/detail/detail.aspx?dbcode=CJFQ&dbname=CAPJLAST&filename=SPJX20201123002&v=MDIxOTFHWk9zTlI3OU16bVJuNm01N1QzMxxV00wQ0xMN1I3cWRadVpyRkNua1c3ckpJVjA9TmozQmRyRzRITkhOcm8x>.
- [4] 柯涛,周业皓,姜鹏,等. 中高温强化大曲生产工艺及特性研究[J]. 中国酿造, 2019, 38(2): 47-52.
- [5] LI Pan, LIN Wei-feng, LIU Xiong, et al. Effect of bioaugmented inoculation on microbiota dynamics during solid-state fermentation of Daqu starter using autochthonous of Bacillus, Pediococcus, Wickerhamomyces and Saccharomycopsis[J]. Food Microbiology, 2017, 61: 83-92.
- [6] 刘宇,管桂坤,万自然,等. 复合功能微生物在酱香型白酒生产中的应用研究[J]. 酿酒科技, 2019(12): 98-104, 118.
- [7] 姜鹏. 一种增香高酯中高温强化大曲的生产及应用[D]. 南阳:

南阳师范学院, 2017: 36-37.

- [8] 王晓娜. 夏秋茶大曲的研制及混合固态发酵茶酒的研究[D]. 合肥: 安徽农业大学, 2019: 10-22.
- [9] 刘静,李湘利,许秀媛,等. 茯砖茶中冠突散囊菌的分离及培养条件优化[J]. 食品科技, 2020, 45(10): 41-45.
- [10] 张亚,黄亚亚,韩卓潇,等. 微型茯砖茶加工及“金花”菌鉴定[J]. 食品科技, 2018, 43(7): 116-122.
- [11] 张月,崔旋旋,刘英学,等. 茯砖茶中冠突散囊菌的分离鉴定及其发酵工艺和生物活性研究[J]. 食品与发酵工业, 2020, 46(22): 202-207.
- [12] 肖哈油,李滔滔,汤涵,等. 冠突散囊菌繁殖体提取物抑菌活性研究[J]. 食品与发酵工业, 2020, 46(14): 65-69.
- [13] 李鹏程,肖咪,薛宏坤,等. 冠突散囊菌发酵枸杞工艺优化及其抗氧化活性研究[J]. 食品科技, 2021, 46(2): 51-58.
- [14] 刘梦培,铁珊珊,王璐,等. 发酵条件对杜仲茶组分及抗氧化性的影响[J]. 食品科技, 2018, 43(2): 105-108.
- [15] 卢恒谦. 冠突散囊菌液态发酵制备速溶黑茶及其功能研究[D]. 合肥: 安徽农业大学, 2016: 37-40.
- [16] 刘安然,罗俊,易贵云,等. 包包曲生产和应用试验[J]. 酿酒科技, 2006(7): 62-64.
- [17] 潘菲. 高糖化力霉菌的筛选及其对特香型白酒酿造出酒率和风味的影响[D]. 南昌: 南昌大学, 2018: 23-25.