

食品中红 2G、二甲基黄、二乙基黄工业染料的同时测定

The simultaneous determination of red 2G, methyl yellow and diethyl yellow in food

梁 锋^{1,2}

徐文泐^{1,2}

赵红清^{1,2}

王 凯^{1,2}

刘漾伦^{1,2}

LIANG Feng^{1,2} XU Wen-yang^{1,2} ZHAO Hong-qing^{1,2} WANG Kai^{1,2} LIU Yang-lun^{1,2}

(1. 湖南省食品质量监督检验研究院, 湖南 长沙 410017;

2. 食品安全监测与预警湖南省重点实验室, 湖南 长沙 410017)

(1. Hunan Institute of Food Supervision Inspection and Research, Changsha, Hunan 410017, China;

2. Hunan Provincial Key Laboratory of Food Safety Monitoring and Early Warning, Changsha, Hunan 410017, China)

摘要:建立了肉制品、豆制品、调味品中红 2G、二甲基黄和二乙基黄的高效液相色谱及液相色谱—质谱联用测定方法。结果表明,红 2G 的检出限为 0.5 mg/kg, 二甲基黄、二乙基黄的检出限均为 0.1 mg/kg, 回收率为 80.7%~91.8%, 相对标准偏差为 3.8%~7.8%。

关键词:同时测定;红 2G;二甲基黄;二乙基黄

Abstract: A method for the simultaneous determination of red 2G, dimethyl yellow and diethyl yellow in meat products, soybean products and flavoring was established by HPLC and LC-MS. The samples were extracted by acetonitrile aqueous solution, with solid phase column, and determined by HPLC with diode array detector or UV detector, and then quantified by external standard method. The detection limit of red 2G was 0.5 mg/kg, and those of dimethyl yellow and diethyl yellow were 0.1 mg/kg, with the recovery rate ranging from 80.7% to 91.8% and the relative standard deviation of 3.8%~7.8%.

Keywords: simultaneous determination; red 2G; dimethyl yellow; diethyl yellow

红 2G(又称酸性红、单偶氮)和二甲基黄、二乙基黄同属偶氮型工业染料,这类偶氮染料着色性好,成本低。但多含有 R—N=N—R 键和其他芳香环或其衍生物的结构,人体食用后易在肠道还原或分解为易致癌的芳香

胺类,不属于 GB 2760 中允许添加的着色剂。偶氮染料如苏丹红、甲苯胺红、对位红、罗丹明 B 等早已被禁止添加至食品中。2007 年欧盟宣布禁止在食品中使用红 2G^[1],随后中国等国家也明确禁止食品中使用红 2G。然而,近几年来,食品中非法添加这几种工业染料的现象屡有发生:中国市售的熟肉制品及调味品中曾检出红 2G,香港、台湾等地也相继曝出使用二甲基黄进行豆制品着色^[2],因此,如何在此类食品中有效、准确地检出这类非食用色素成为当前食品安全研究的热点之一。

偶氮型工业染料的提取溶剂多为无机酸、甲醇、丙酮、乙腈、乙酸乙酯、水^[3-4]等,试剂的种类应根据目标物的极性进行选择;检测采用的净化手段有液液萃取^[5]、固相萃取^[6]、基质分散固相萃取^[7]和凝胶渗透色谱技术^[8]等。液相色谱及液相色谱质谱联用法以其高选择性和高灵敏度的特点,常被用来筛查和确证食品中的痕量工业染料^[9-11]。Lim 等^[12]以 C₁₈ SPE 小柱对食品中的二甲基黄和二乙基黄净化,结合液相色谱进行检测,液相色谱质谱联用仪确证,定量限分别达 0.09, 0.14 mg/kg。Yoshioka 等^[13]采用聚酰胺粉小柱实现饮料、糖浆和糖果基质样品的净化,光电二极管阵列液相色谱仪检测水溶性色素红 2G,其定量限可达 0.1 mg/kg。Miniotti 等^[14]以水为溶剂,稀释或超声提取饮料、果酱、糖果中包括红 2G 在内的 13 种合成染料,重点优化了流动相的选择和洗脱程序。目前尚未建立这 3 种工业染料在食品中同时测定的检验方法,为了加强对这种在食品生产经营活动中可能出现的非法添加行为的监管,国家市场监督管理总局在 2019 年公开征集食品补充检验方法需求后,根据重要紧

基金项目:湖南创新型省份建设专项社会发展领域重点研发项目(编号:2019SK2121)

作者简介:梁锋(1979—),男,湖南省食品质量监督检验研究院工程师,硕士。E-mail: leungfung@126.com

收稿日期:2020-07-04

急以及科学可行的原则进行筛选,并组织专家评审将调味品、豆制品和肉制品中二甲基黄、二乙基黄和红 2G 的检测方法列为目前急需建立的食品补充检验方法,以加强对食品安全案件调查、食品安全事故处置等工作的技术支持,提高监管效能。试验拟建立 3 种工业染料在食品中的同时测定方法,采用液相色谱法定量,液相色谱—质谱联用色谱仪进行定性确证,旨在为监测监督此类物质的非法使用提供依据。

1 试验部分

1.1 仪器与设备

高效液相色谱仪:1260 Infinity 型,美国 Agilent 公司;
液相色谱—质谱仪:Q Exactive Focus/U3000 Rs UPLC 型,美国赛默飞世尔科技公司;

分析天平:CP214 型,奥豪斯仪器(上海)有限公司;
旋转蒸发仪:RE-2000A 型,上海亚荣生化仪器厂。

1.2 材料与试剂

水:GB/T 6682 规定的一级水;

盐酸、无水硫酸钠、乙酸铵:分析纯,国药集团化学试剂有限公司;

乙腈:色谱纯,上海安谱实验科技股份有限公司;

红 2G、二甲基黄、二乙基黄标准品:纯度 99.9%,北京坛墨质检科技有限公司;

HLB 固相萃取小柱:6 mL,300 mg,美国 Waters 公司。

1.3 样品前处理

称取 5 g 均质后的样品于 50 mL 离心管中,加入 15 mL 盐酸酸化的 50% 乙腈—水溶液,涡旋混匀,4 500 r/min 离心 2 min,重复提取一次后合并上清液,旋转蒸发至近干,以 50% 乙腈—水溶液定容至 2 mL,上清液待净化。

HLB 固相萃取小柱用 3 mL 乙腈活化,加入待净化液,弃去流出液;加入 3 mL 乙腈,弃去流出液,加入 4 mL 10% 氨水—甲醇,收集流出液。将流出液于 50 ℃ 下氮吹至干,用 50% 乙腈—水溶液定容至 1 mL,过 0.22 μm 微孔滤膜,供高效液相色谱分析。如实际样品中有检出,通过保留时间及 DAD 光谱图不能准确定性,可通过高效液相色谱—三重四极杆串联质谱法进行确证。聚酰胺粉小柱、DMY 固相萃取柱、PSA 小柱的方法分别参考文献[15—16]。

1.4 标准溶液配制

(1) 标准储备液:分别称取红 2G、二甲基黄、二乙基黄各 0.010 0 g 于 100 mL 容量瓶中,用 50% 乙腈—水溶液溶解并稀释至刻度,摇匀,制成浓度为 100 μg/mL 的标准储备液,0~4 ℃ 冷藏保存,有效期 6 个月。

(2) 混合标准中间液:分别准确吸取红 2G、二甲基黄、二乙基黄标准储备液各 5 mL 于同一 25 mL 容量瓶中,用 50% 乙腈—水溶液稀释至刻度,摇匀。0~4 ℃ 冷

藏保存,有效期 1 个月。

(3) 混合标准工作液:分别准确吸取不同体积的混合标准中间液,用 50% 乙腈—水溶液稀释成一系列标准工作液,临用新制。

1.5 色谱条件

色谱柱:C₁₈ (2.1 mm×50 mm,1.8 μm);流动相:A 为 0.02 mol/L 乙酸铵,B 为乙腈,洗脱梯度程序见表 1;流速 1.0 mL/min;柱温 30 ℃;检测波长:二甲基黄 410 nm,二乙基黄 418 nm,酸性红 507 nm;进样量 10 μL。

1.6 液相色谱—质谱条件

1.6.1 二甲基黄及二乙基黄液相色谱—串联质谱/质谱测定

(1) 液相色谱条件:色谱柱为 ACQUITY UPLC® BEH C₁₈ 50 mm×2.1 mm,1.7 μm,进样量 5 μL;柱温 40 ℃;流速 0.2 mL/min;流动相 A 为含 0.1% 甲酸+0.05 mol/L 乙酸铵—水溶液,流动相 B 为乙腈,按表 2 进行梯度洗脱。

(2) 质谱条件:离子化方式为电喷雾电离;正离子扫描;多反应监测(MRM);喷雾电压 3 000 V;传输毛细管温度 500 ℃;MRM 模式下参数设置见表 3。

1.6.2 红 2G 液相色谱—串联质谱/质谱测定

(1) 液相色谱条件:色谱柱为 ACQUITY UPLC® BEH C₁₈ 50 mm×2.1 mm,1.7 μm;进样量 5 μL;柱温 40 ℃;流速 0.2 mL/min;流动相 A 为含 0.05 mol/L 乙酸

表 1 色谱柱梯度洗脱程序

Table 1 Gradient eluted program for LC conditions

时间	流动相 A/%	流动相 B/%
0.01	80	20
1.00	60	40
10.00	40	60
10.10	20	80
11.00	0	100
19.00	0	100
19.10	80	0
20.00	80	0

表 2 二甲基黄及二乙基黄液梯度洗脱程序

Table 2 Gradient eluted program

时间/min	流动相 A/%	流动相 B/%
0.00	80	20
2.00	80	20
2.10	10	90
7.60	10	90
7.70	80	20
10.00	80	20

表 3 多反应监测模式下二甲基黄、二乙基黄的质谱参数

Table 3 MS parameters for the dimethyl yellow and diethyl yellow

组分名称	定量离子对(m/z)	碰撞气能量/eV	定性离子对(m/z)	去簇电压/V	碰撞气能量/eV
二甲基黄	226.10/76.90	20	226.10/106.00	25	25
二乙基黄	254.20/76.90	25	254.20/134.00	30	25

铵—水溶液,流动相 D 为乙腈,按表 4 进行梯度洗脱。

(2) 质谱条件:离子化方式为电喷雾电离;负离子扫描;多反应监测(MRM);喷雾电压 2 500 V;传输毛细管温度 500 ℃;质谱参数设置见表 5。

将标准系列工作液按液相色谱参考条件进行测定,测定相应的色谱峰面积,以标准工作液的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,以色谱峰的峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。按前述仪器条件测定样品和混合标准系列工作溶液,记

表 4 红 2G 的梯度洗脱程序

Table 4 Gradient eluted program

时间/min	流动相 A/%	流动相 D/%
0.00	90	10
3.00	90	10
3.10	20	80
6.00	20	80
6.10	90	10
8.00	90	10

表 5 多反应监测模式下红 2G 的质谱参数

Table 5 MS parameters of red 2G for MRM mode

组分名称	定量离子对(m/z)	碰撞气能量/eV	定性离子对(m/z)	去簇电压/V	碰撞气能量/eV
红 2G	231.50/157.90	13	231.50/171.30	10	16
			231.50/178.70		

录样品和混合标准系列工作溶液中目标物的保留时间。若样品中检出与混合标准系列工作溶液中待测物保留时间一致的色谱峰(变化范围在 $\pm 2.5\%$ 内),且其定性离子与浓度相当的标准溶液中相应的定性离子的相对丰度相比偏差不超过表 6 规定的范围,则可以确定样品中检出相应的待测物。

2 结果与讨论

2.1 仪器条件优化

二甲基黄、二乙基黄呈碱性带正电荷,以 0.1% 甲酸—水溶液和乙腈作为流动相峰形和信号灵敏度较好,红 2G 可电离出 H^+ ,用乙酸铵或甲酸铵—水溶液作为流动相出峰峰形较好。采用液相色谱质谱联用进行测定,当使用同一流动相时,3 个化合物不能同时达到峰形良好的状态。而液相色谱法采用 0.02 mol/L 乙酸铵和乙腈为流动相时,峰形良好,无杂质峰干扰,3 个峰得到较好的分

离。因此选用液相色谱法作为定量方法,当液相色谱法无法进行准确定性时,采用液相色谱质谱联用对其进行确证。由图 1~3 可知,流动相中二甲基黄、二乙基黄、红 2G 分别在 410,418,507 nm 处有最大吸收波长,因此分别选择这 3 个波长为检测波长。

2.2 前处理条件优化

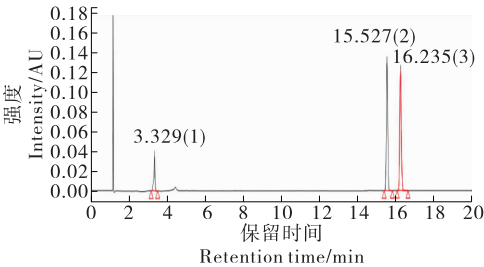
2.2.1 溶剂的选择 配制的标准溶液澄清透明,静置 24 h 后无沉淀物或悬浮物,说明所选的溶剂对这 3 种色素的溶解性较好。

2.2.2 净化柱的选择 由图 4 可知,聚酰胺粉对二甲基黄和二乙基黄的回收率不高,可能是由于 pH 为 3~4 时,其对色素的吸附效果最好;DMY 的固相萃取小柱更适合于二甲基黄和二乙基黄的检测,对于红 2G 的净化效果不理想;PSA 固相萃取柱的平均回收率不高。HLB 是一种

表 6 定性确定时相对离子丰度的最大允许偏差

Table 6 The maximum allowable deviation of relative ion abundance in qualitative determination

相对离子丰度/%	允许的最大偏差/%
$k > 50$	± 20
$50 \geq k > 20$	± 25
$20 \geq k > 10$	± 30
$k \leq 10$	± 50



1. 红 2G 2. 二甲基黄 3. 二乙基黄

图 1 混合标准品溶液色谱图

Figure 1 Chromatogram of mixed standard solution

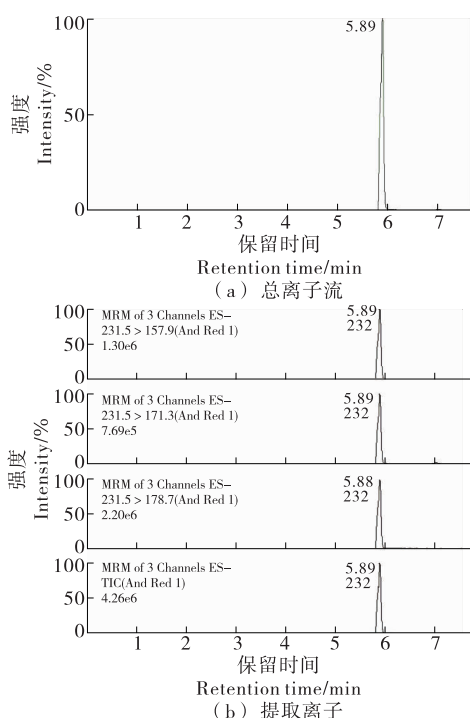


图 2 红 2G 标准物质的总离子流色谱图和提取离子色谱图

Figure 2 Total ion chromatogram and extracted ion chromatogram of red 2G

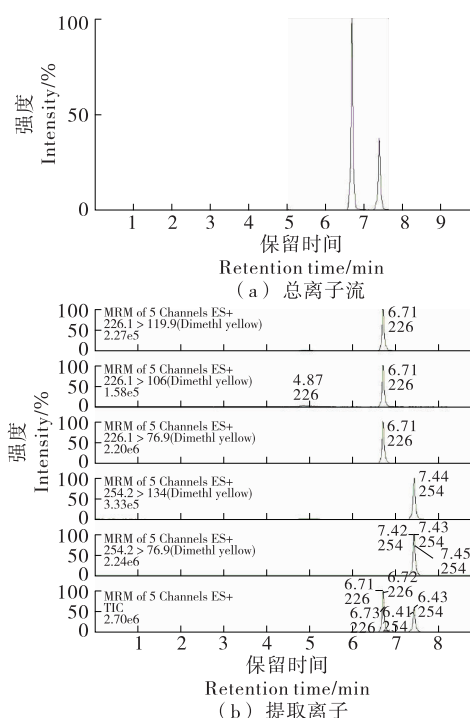


图 3 二甲基黄和二乙基黄的标准物质的总离子流色谱图和提取离子色谱图

Figure 3 Total ion chromatogram and extracted ion chromatogram of dimethyl yellow and diethyl yellow

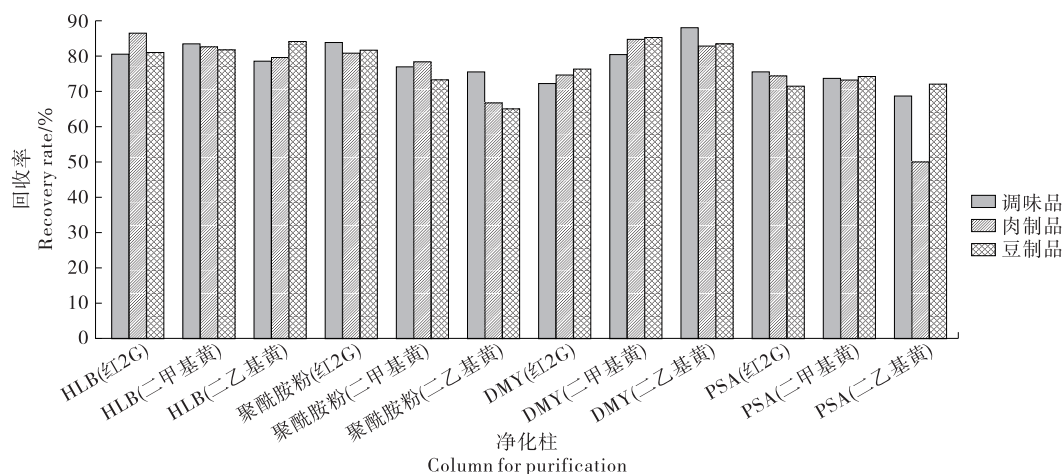


图 4 4 种净化方式对不同食品类别中 3 种偶氮性化合物回收率的影响

Figure 4 The effects of four purification methods on the recovery rates of three azo compounds in different food

亲脂性与亲水性填料混合的固相萃取柱^[17-18],其准确性较其他 3 种净化方式高。因此,在固相萃取柱的选择方面采用具有亲水性和疏水性的 HLB 固相萃取柱。

2.3 基质效应的测定

基质效应是以液相色谱—质谱联用仪对复杂基质的痕量样品进行检测时应考虑的因素^[19]。试验方法的研究对象为调味品、肉制品和豆制品,其蛋白质和脂肪易影响净化结果。选取 3 种不同的基质,其斜率比为 80%~115%。因此可不考虑基质效应的影响。

2.4 线性范围和检出限

试验表明,二甲基黄的线性回归方程为 $Y = 1.36 \times 10^5 x - 7.03 \times 10^3$, 相关系数 $r = 0.9998$; 二乙基黄的线性回归方程为 $Y = 1.49 \times 10^5 x - 8.66 \times 10^3$, 相关系数 $r = 0.9997$; 红 2G 的线性回归方程为 $Y = 2.07 \times 10^5 x + 9.18 \times 10^3$, 相关系数 $r = 0.9997$, 表明在 5.0~100.0 $\mu\text{g/mL}$ 内呈线性关系,符合定量要求。当称样量为 5 g 时,红 2G 的检出限为 0.5 mg/kg, 二甲基黄、二乙基黄的检出限均为 0.1 mg/kg。由此可知,采用此方法的检出限低,3 种偶氮

型化合物的线性良好。

2.5 回收率和精密度

由表 7 可知,调制品中的回收率为 81.2%~90.5%,

肉制品中的回收率为 80.7%~91.8%,豆制品中的回收率为 81.4%~85.2%。试验方法对加标食品中的 3 种偶氮型化合物检测具有理想的回收率和精密度。

表 7 辣椒酱中红 2G、二甲基黄、二乙基黄的回收率和精密度

Table 7 Recoveries and RSDs of red 2G, dimethyl yellow and diethyl yellow in the chili sauce

化合物	加标量/ (g · kg ⁻¹)	调味品		肉制品		豆制品	
		回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%
红 2G	0.000 5	81.2	5.7	83.4	8.2	85.2	3.8
	0.001 0	82.2	6.8	82.6	8.6	82.2	5.4
	0.005 0	85.2	9.8	83.2	9.2	81.4	6.2
二甲基黄	0.000 1	90.5	5.4	91.5	5.6	82.6	7.3
	0.000 2	82.3	6.1	81.6	8.8	82.8	4.9
	0.001 0	82.5	7.2	82.0	9.1	83.1	6.2
二乙基黄	0.000 1	81.7	9.2	80.7	6.6	82.6	6.9
	0.000 2	83.5	7.6	82.3	8.4	83.1	7.4
	0.001 0	84.2	8.2	91.8	9.2	82.5	7.8

3 结论

建立了同时测定调味品、肉制品及豆制品中红 2G、二甲基黄和二乙基黄等偶氮性工业染料的液相色谱法和 LC-MS/MS 方法。结果表明,试验方法在 0.1~10.0 μg/mL 内呈良好的线性关系,在添加浓度为 0.000 5,0.001 0,0.005 0 mg/kg 时的回收率为 80.7%~91.8%,具有较为理想的回收率和精密度,满足新方法确认的技术参数要求,为进一步强化检验检测技术对食品安全监管的支撑作用提供了方法参考。后续可进一步增加偶氮型工业染料的数量,扩展研究的食品基质,建立多种工业染料的同时测定方法。

参考文献

[1] 欧盟全面禁用 6 种食品色素[J]. 现代食品科技, 2008 (6): 512.

[2] 张晓雪. 食品安全视野下豆腐乳食品中二甲基黄和二乙基黄检测方法及安全管控[J]. 中国调味品, 2019, 44(12): 197-200.

[3] 张艳侠, 尹丽丽, 薛霞, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定食品中柑橘红 2 号和苏丹红 I~IV 染料[J]. 食品工业科技, 2018, 39(23): 286-292.

[4] 肖艳, 袁云霞, 王全林, 等. 高蛋白食品中多种人工合成色素的提取及检测[J]. 分析科学学报, 2010(5): 578-580.

[5] LONG Chao-yang, MAI Zhi-bin, YANG Ying-fen, et al. Synthesis and characterization of a novel molecularly imprinted polymer for simultaneous extraction and determination of water-soluble and fat-soluble synthetic colorants in chilli products by solid phase extraction and high performance liquid chromatography[J]. J Chromatogr A, 2009, 1 216 (47): 8 379-8 385.

[6] CHAI Wei-bo, WANG Hui-juan, ZHANG Ying, et al. Preparation of polydopamine-coated magnetic nanoparticles for dispersive solid-phase extraction of water-soluble synthetic colorants in beverage samples with HPLC analysis[J]. Talanta, 2016, 149: 13-20.

[7] ENRÍQUEZ-GABEIRAS L, GALLEGO A, GARCINÚÑO R M, et al. Interference-free determination of illegal dyes in sauces and condiments by matrix solid phase dispersion (MSPD) and liquid chromatography (HPLC-DAD)[J]. Food Chemistry, 2012, 135(1): 193-198.

[8] 刘畅, 迟秋池, 徐慧, 等. 凝胶渗透色谱净化-高效液相色谱串联质谱法测定食品中 9 种偶氮类染料[J]. 中国卫生检验杂志, 2016, 26(4): 504-507.

[9] SHEN Yi-xiao, ZHANG Xiu-mei, PRINYAWIWATKUL W, et al. Simultaneous determination of red and yellow artificial food colourants and carotenoid pigments in food products[J]. Food Chem, 2014, 157: 553-558.

[10] KHALIKOVA M A, ŠATŮSKÝ D, SOLICH P, et al. Development and validation of ultra-high performance supercritical fluid chromatography method for determination of illegal dyes and comparison to ultra-high performance liquid chromatography method[J]. Anal Chim Acta, 2015, 874: 84-96.

[11] KARANIKOLOPOULOS G, GERAKIS A, PAPADOPOULOU K, et al. Determination of synthetic food colorants in fish products by an HPLC-DAD method[J]. Food Chemistry, 2015, 177(15): 197-203.

[12] LIM H S, CHOI E, LEE J H, et al. Analysis of illegal colourants (citrus red II, diethyl yellow, dimethyl yellow, metanil yellow and rhodamine B) in foods by LC-UV and LC-MS/MS[J]. Food Addit Contam Part A Chem Anal Control Expo Risk Assess, 2020: 1-10.

(下转第 81 页)

综上可得:食用槟榔中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量测定结果为:

$$X_{\text{苯}} = (0.043\ 8 \pm 0.004\ 10)\ \text{g/kg}\ (k=2);$$

$$X_{\text{山}} = (0.260 \pm 0.030\ 7)\ \text{g/kg}\ (k=2);$$

$$X_{\text{糖}} = (3.25 \pm 0.200)\ \text{g/kg}\ (k=2)。$$

5 结论

通过对食用槟榔检测过程中标准溶液配制、标准曲线拟合、样品定容、样品称量、回收率及仪器随机效应产生的不确定度进行分析。测定苯甲酸含量中标准曲线拟合和随机效应代入的不确定度分别为 67.5%, 17.9%; 测定山梨酸和糖精钠含量中标准曲线拟合的不确定度分别为 80.7%, 10.1%, 提取过程代入的不确定度分别为 70.2%, 15.8%。因此在今后的检测工作中,针对标准曲线拟合代入不确定度的问题应该增加标准系列储备液的测定次数、使用精密度更高的量器具和合理确定标液浓度的区间范围;其次是随机效应和提取过程代入的不确定度的问题应该加强操作人员的熟练度、规范试验操作,减少人为因素对提取过程的影响,从而提高检测结果的

准确性。

参考文献

- [1] 周文化, 李忠海, 张海德, 等. 不同槟榔果常规营养成分和槟榔碱含量分析[J]. 食品与机械, 2009, 25(3): 27-30.
- [2] 游小珺, 韦素琼, 戴文远. 台湾槟榔产业可持续发展研究[J]. 台湾农业探索, 2010(6): 20-24.
- [3] 周艳华, 李涛, 张帆, 等. 高效液相色谱法同时检测食用槟榔中常见甜味剂和防腐剂的方法研究[J]. 中国食品添加剂, 2018(6): 155-160.
- [4] 汪辉, 曹小彦, 陈利国, 等. 高效液相色谱法同时测定蜜饯中 5 种常见食品添加剂[J]. 分析试验室, 2007(11): 119-122.
- [5] 中国合格评定国家认可委员会. CNAS-GL006: 2019 化学分析中不确定度的评估指南[S]. 北京: 中国标准出版社, 2019.
- [6] 国家质量技术监督总局. JJF 1059.1—2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京: 中国计量出版社, 2012.
- [7] 国家质量技术监督检验检疫总局. JJG 196—2006 常用玻璃量器检定规程[S]. 北京: 中国计量出版社, 2006.
- [8] 曾令彬, 赵思明, 熊善柏, 等. 风干白鲢的热风干燥模型及内部水分扩散特性[J]. 农业工程学报, 2008(7): 288-291.
- [9] 刘云宏, 苗帅, 孙悦, 等. 接触式超声强化热泵干燥苹果片的干燥特性[J]. 农业机械学报, 2016, 47(2): 228-236.
- [10] 和大奎, 朱文学, 于斌, 等. 地黄浸膏超声真空干燥特性和动力学研究[J]. 江苏农业科学, 2017, 45(13): 157-164.
- [11] 刘云宏, 孙畅莹, 曾雅. 直触式超声功率对梨片超声强化热风干燥水分迁移的影响[J]. 农业工程学报, 2018, 34(19): 284-292.
- [12] DILIP J, PANKAJ B P. Study the drying kinetics of open sun drying of fish[J]. Journal of Food Engineering, 2007, 78(4): 1 315-1 319.
- [13] ERTEKIN C, YALDIZ O. Drying of eggplant and selection of a suitable thin layer drying model[J]. Journal of Food Engineering, 2004, 63(3): 349-359.
- [14] 朱文学, 尤秦斐, 白喜婷, 等. 基于低场核磁的马铃薯切片干燥过程水分迁移规律研究[J]. 农业机械学报, 2018, 49(12): 364-370.
- [15] 徐建国, 张森旺, 徐刚, 等. 莲子薄层热风干燥特性与水分变化规律[J]. 农业工程学报, 2016, 32(13): 303-309.
- [16] 张绪坤, 祝树森, 黄俭花, 等. 用低场核磁分析胡萝卜切片干燥过程的内部水分变化[J]. 农业工程学报, 2012, 28(22): 282-287.
- [17] 李娜, 李瑜. 利用低场核磁共振技术分析冬瓜真空干燥过程中的内部水分变化[J]. 食品科学, 2016(23): 92-96.
- [18] 周四晴, 段续, 任广跃, 等. 厚度控制对怀山药远红外干燥过程中水分迁移的影响[J]. 食品与机械, 2019, 35(12): 75-81.
- [19] YOSHIOKA N, ICHIHASHI K. Determination of 40 synthetic food colors in drinks and candies by high-performance liquid chromatography using a short column with photodiode array detection[J]. Talanta, 2008, 74(5): 1 408-1 413.
- [20] MINIOTI K S, SAKELLARIOU C F, THOMAIDIS N S. Determination of 13 synthetic food colorants in water-soluble foods by reversed-phase high-performance liquid chromatography coupled with diode-array detector[J]. Anal Chim Acta, 2007, 583(1): 103-110.
- [21] 李优, 徐敦明, 伊熊海, 等. 固相萃取/液相色谱—串联质谱法测定食品中二甲基黄[J]. 色谱, 2017, 35(4): 398-404.
- [22] 范素芳, 李强, 马俊美, 等. 改进的 QuEChERS 方法结合液相色谱—串联质谱法测定腐竹和豆干中的二甲基黄和二乙基黄[J]. 色谱, 2015, 33(6): 657-661.
- [23] 韩智, 王会霞, 龚蕾, 等. UPLC-MS/MS 同时测定红糖中 9 种雌性激素[J]. 食品与机械, 2019, 35(5): 96-100.
- [24] 何亚斌. UPLC-MS-MS 法测定水产品中克百威及其代谢物[J]. 食品与机械, 2012, 28(4): 89-92.
- [25] 周兴旺, 康绍英, 张继红, 等. 液相色谱串联质谱测定狗肉中的氯化琥珀胆碱[J]. 食品与机械, 2015, 31(6): 102-104.