

高效液相色谱法测定食用槟榔中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的不确定度评定

Evaluation of uncertainty in determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in edible betel nut by HPLC

袁 河^{1,2} 肖晓义^{1,2,3} 刘 佳^{1,2} 赵志友^{1,2} 夏延斌³

YUAN He^{1,2} XIAO Xiao-yi^{1,2,3} LIU Jia^{1,2} ZHAO Zhi-you^{1,2} XIA Yan-bin³

(1. 湖南省槟榔加工与食用安全工程技术研究中心, 湖南 湘潭 411100; 2. 湖南宾之郎食品科技有限公司检测中心, 湖南 湘潭 411100; 3. 湖南农业大学食品科技学院, 湖南 长沙 410128)

(1. Hunan Betel Nut Processing and Food Safety Engineering Technology Research Center, Xiangtan, Hunan 411100, China; 2. Testing Center, Hunan Bingzhilang Food Science and Technology Co., Ltd., Xiangtan, Hunan 411100, China; 3. College of Food Science and Technology, Hunan Agricultural University, Changsha, Hunan 410128, China)

摘要:依据 GB 5009.28—2016《食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》中的高效液相色谱法,建立了高效液相色谱法测定食用槟榔中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的不确定度评定方法,较全面地考察整个测定过程中产生不确定度的来源,并对其进行分析和量化。样品中苯甲酸、山梨酸、糖精钠含量测定的扩展不确定度分别为 0.004 10, 0.030 7, 0.200 g/kg。食用槟榔中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的检测不确定度主要来源于标准曲线的拟合。

关键词:槟榔; 苯甲酸; 山梨酸; 糖精钠; 不确定度; 高效液相色谱法

Abstract: According to GB 5009.28—2016 "National Standards for Food Safety Determination of Benzoic Acid, Sorbic Acid and Saccharin Sodium in Foods" of High Performance Liquid Chromatography, established an uncertainty evaluation method for the determination of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in *Areca catechu* L. by HPLC, comprehensively investigates the sources of uncertainty in the whole measurement process, and analyzes and quantifies it. The expanded uncertainty of benzoic acid, sorbic acid and saccharin sodium in the sample is 0.004 10, 0.030 7, 0.200 g/kg, respectively. The main source of uncertainty for the detection in *Areca catechu* L. is the fitting of

the standard curve.

Keywords: *Areca catechu* L.; benzoic acid; sorbic acid; saccharin sodium; uncertainty; HPLC

槟榔是棕榈科植物槟榔干燥成熟种子,含有人体所需的生物碱、多酚、氨基酸以及不饱和脂肪酸等多种营养成分和活性成分^[1]。槟榔主要种植在中国的海南和台湾,海南 95% 以上的槟榔以干果的形式直接销往湖南加工成食用槟榔(亦称槟榔嚼块)^[2]。食用槟榔在加工过程中,为了保证食用槟榔的安全性和可口性,根据 GB 2760—2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》,食用槟榔添加量适用于日化类标准,山梨酸和苯甲酸最大添加量不得超过 0.5 g/kg,糖精钠最大添加量不得超过 5 g/kg。因此如何客观准确地测量其含量对企业防腐剂的添加具有指导作用,而槟榔成分复杂且加工时会添加数十种添加剂,增加了准确测量的难度。现有研究^[3-4]多是检测槟榔中多种食品添加剂的含量,并未对其不确定进行评定。

为了能够直观反映各个分量对测量结果的分散性,试验拟依据 GB 5009.28—2016《食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》开展试验,依据不确定度评定的相关准则^[5-6],建立模型,对整个操作过程中产生不确定度进行分析得到相对标准不确定度。

1 材料与方法

1.1 试剂、仪器及材料

乙酸铵:分析纯,湖南汇虹试剂有限公司;

基金项目:湖南省科技创新计划项目(编号:2017TP2028, 2017ZK3138);长株潭国家自主创新示范区专项(编号:2017SK2430)

作者简介:袁河(1989—),男,湖南宾之郎食品科技有限公司工程师,硕士。E-mail: yh285146066@163.com

收稿日期:2020-03-19

甲醇:色谱纯,美国天地(TEDIA)试剂公司;

高效液相色谱仪:LC-20A 型,配 DAD 检测器,株式会社岛津制作所;

超声波清洗机:型号 KQ-700E,昆山美超声仪器有限公司;

分析天平:型号 EX125DZH,奥豪斯仪器(常州)有限公司;

宾之郎爆珠槟榔:市售;

苯甲酸(CAS 号:65-85-0):99.0%,中国食品药品检定研究院;

山梨酸(CAS 号:110-44-1):99.8%,中国食品药品检定研究院;

糖精钠标准品(CAS 号:128-44-9):99.9%,中国食品药品检定研究院。

1.2 试验过程

采用 GB 5009.28—2016《食品安全国家标准 食品中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的测定》中第一法(高效液相色谱法)对食用槟榔中苯甲酸、山梨酸及糖精钠含量进行测定。

准确称取约 2 g(精确到 0.001 g)试样于 50 mL 具塞离心管中,加水约 25 mL,涡旋混匀,于 50 °C 水浴超声 20 min,冷却至室温后转移至 50 mL 容量瓶中,于残渣中加水 20 mL,涡旋混匀后超声 5 min,于 8 000 r/min 离心 5 min,将溶液转移到同一容量瓶中,并用水定容至刻度,混匀。取适量上清液过 0.22 μm 滤膜,待液相色谱仪测定。

2 数学模型的建立

试样中苯甲酸、山梨酸和糖精钠的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{\rho \times V}{m \times 1\,000}, \quad (1)$$

式中:

X ——食用槟榔中待测组分含量, g/kg;

ρ ——样品溶液中待测组分的浓度, mg/L;

V ——试样定容体积, mL;

m ——试样质量, g。

3 不确定度来源

根据试验方法可知,食用槟榔中苯甲酸、山梨酸和糖精钠含量测定的不确定度包括:① 标准溶液的配制;② 标准曲线的拟合;③ 样品定容;④ 样品称量;⑤ 回收率及仪器随机效应。

4 结果与分析

4.1 标准物质引入的不确定度

分别称取苯甲酸标准品 59.32 mg、山梨酸标准品

30.55 mg、糖精钠标准品 85.69 mg 于 50 mL 容量瓶中,将苯甲酸、山梨酸标准品用甲醇溶解并定容,糖精钠用超纯水溶解定容。从 3 种标准储备液中分别取 5 mL 置于同一 50 mL 容量瓶中,用超纯水定容至刻度,即为标准母液。

上述操作中不确定度来源于标准物质纯度、称量及容量瓶定容。

4.1.1 标准物质引入的不确定度 根据中检院给出的标准物质纯度为 99.0%, 99.8%, 99.9%, 按矩形分布, 则其相对标准不确定度分别为:

$$u_{\text{rel 苯}}(p) = (1 - 99.0\%) / \sqrt{3} = 5.77 \times 10^{-3};$$

$$u_{\text{rel 山}}(p) = (1 - 99.8\%) / \sqrt{3} = 1.16 \times 10^{-3};$$

$$u_{\text{rel 糖}}(p) = (1 - 99.9\%) / \sqrt{3} = 5.77 \times 10^{-4}。$$

4.1.2 称量引入的不确定度 分析天平精确至 0.000 01 g, 区间半宽度 $\alpha_m = 0.005$ mg, 假设其为矩形分布, 标准不确定度为:

$$u(m) = \alpha_m / \sqrt{3} = 2.89 \times 10^{-3} \text{ mg}。$$

称取苯甲酸标准品 59.32 mg、山梨酸标准品 30.55 mg、糖精钠标准品 85.69 mg, 则称量产生的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel 苯}}(m) = 2.89 \times 10^{-3} / 59.32 = 4.87 \times 10^{-5};$$

$$u_{\text{rel 山}}(m) = 2.89 \times 10^{-3} / 30.55 = 9.46 \times 10^{-5};$$

$$u_{\text{rel 糖}}(m) = 2.89 \times 10^{-3} / 85.69 = 3.37 \times 10^{-5}。$$

4.1.3 定容引入的不确定度

(1) 容器及移液引入的不确定度: 根据中华人民共和国国家计量检定规程^[7], (25±1) °C 时, 50 mL 单标线容量瓶(A 级)容量允差为±0.05 mL, 5 mL (B 级)单标线移液管允差为 0.030 mL, 假设其为矩形分布, 则

$$\begin{aligned} \text{两个容量瓶定容引入的不确定度为: } u_{\text{rel}}(V_{\text{容}}) &= \\ \frac{\sqrt{2} \times 0.05}{\sqrt{3} \times 50} &= 8.16 \times 10^{-4}; \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} \text{移液管引入的不确定度为: } u_{\text{rel}}(V_{\text{移}}) &= \frac{0.03}{\sqrt{3} \times 5} = \\ 3.46 \times 10^{-3}。 \end{aligned}$$

因此容器及移液引入的不确定度为: $u_{\text{rel}}(V_1) = \sqrt{(8.16 \times 10^{-4})^2 + (3.46 \times 10^{-3})^2} = 3.56 \times 10^{-3}。$

(2) 温度引入的不确定度: 实验室温度在 (20±5) °C 之间变化, 溶液温度与校准温度 (20 °C) 不同所引起的变化为 $5 \text{ °C} \times 2.08 \times 10^{-4} \text{ °C}^{-1} = 1.04 \times 10^{-3}$ ($2.08 \times 10^{-4} \text{ °C}^{-1}$ 为水的膨胀系数), 假设其为矩形分布, 则

温度对定容体积影响所引入的不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V_2) = \frac{(\sqrt{2} + 1) \times 1.04 \times 10^{-3}}{\sqrt{3}} = 1.45 \times 10^{-3};$$

定容及移液引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(V) = \sqrt{u_{\text{rel}}(V_1)^2 + u_{\text{rel}}(V_2)^2} = 3.84 \times 10^{-3}。$$

由此得出标准物质的配制引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel 苯}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}(p)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(V)^2} = 6.93 \times 10^{-3};$$

$$u_{\text{rel 山}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}(p)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(V)^2} = 4.01 \times 10^{-3};$$

$$u_{\text{rel 糖}}(c) = \sqrt{u_{\text{rel}}(p)^2 + u_{\text{rel}}(m)^2 + u_{\text{rel}}(V)^2} = 3.88 \times 10^{-3}。$$

4.2 绘制工作曲线引入的相对标准不确定度

4.2.1 移取定容引入的不确定度

(1) 移液管引入的不确定度:分别用 10 mL 移液管准确吸取苯甲酸、山梨酸和糖精钠混合标准中间溶液 0.5, 2.0, 4.0, 6.0, 8.0 mL 置于 10 mL 容量瓶中,加入超纯水定容至刻度,摇匀后配制成苯甲酸浓度为 5.9, 13.7, 47.5, 71.2, 94.9, 118.6 mg/L;山梨酸浓度为 3.1, 12.2, 24.4, 36.7, 48.9, 61.1 mg/L;糖精钠浓度为 8.6, 34.3, 68.6, 102.8, 137.1, 171.4 mg/L 的混合标准工作液。10 mL 分度移液管(A 级)允差为 ±0.02 mL,假设其为矩形分布,则

$$u_{\text{rel}}(b_1) = \frac{0.02}{\sqrt{3} \times 0.5} = 2.31 \times 10^{-2}。$$

(2) 容量瓶引入的不确定度:10 mL 单标线容量瓶(A 级)容量允差为 ±0.025 mL,假设其为矩形分布,则

$$u_{\text{rel}}(b_2) = \frac{0.025}{\sqrt{3} \times 10} = 1.44 \times 10^{-3}。$$

移取定容引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(b) = \sqrt{u_{\text{rel}}(b_1)^2 + u_{\text{rel}}(b_2)^2} = 2.31 \times 10^{-2}。$$

4.2.2 标准曲线拟合引入的不确定度 根据 HPLC 检出浓度和峰面积之间的关系如表 1 所示。

采用最小二乘法对浓度 x 和峰面积 y 进行线性回归计算,得到苯甲酸标准曲线为 $y = 32.534\ 7x - 6.605\ 2$, $r = 0.999\ 9$;山梨酸标准曲线为 $y = 63.799\ 7x - 16.607\ 3$, $r = 0.999\ 8$;糖精钠标准曲线为 $y = 22.411\ 4x - 1.719\ 2$, $r = 0.999\ 9$ 。

则由标准曲线拟合引入的标准不确定度为:

$$u(q) = \frac{s(A)}{a} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c - \bar{c})^2}{Scc}}, \quad (2)$$

式中:

$s(A)$ ——工作液峰面积残差的标准差;

$\bar{c}$ ——工作液的平均浓度,mg/L;

Scc ——溶液含量残差的平方和;

n ——测量次数;

p ——浓度梯度,mg/L;

a ——标准曲线的斜率,苯甲酸、山梨酸、糖精钠斜率分别为 32.534 7, 63.799 7, 22.411 4;

表 1 浓度与峰面积关系

Table 1 Relationship between concentration and peak

组分	浓度/ (mg · L ⁻¹)	测量次数			峰面积 平均值
		1	2	3	
苯甲酸	118.6	3 782.4	3 841.7	3 894.7	3 839.6
	94.9	3 019.0	3 111.2	3 176.1	3 102.1
	71.2	2 293.7	2 321.4	2 316.7	2 310.6
	47.5	1 514.4	1 540.5	1 538.4	1 531.1
	23.7	791.2	744.5	739.2	758.3
	5.9	199.6	183.5	191.1	191.4
山梨酸	61.1	3 771.3	3 856.8	3 977.7	3 868.8
	48.9	3 006.8	3 114.5	3 264.2	3 128.5
	36.7	2 286.7	2 304.9	2 394.5	2 328.7
	24.4	1 509.3	1 511.2	1 503.5	1 508.0
	12.2	787.8	754.1	745.9	762.6
	3.1	198.2	189.2	188.0	191.8
糖精钠	171.4	3 728.6	3 860.6	3 884.9	3 824.7
	137.1	2 969.1	3 185.4	3 100.8	3 085.1
	102.8	2 250.6	2 333.6	2 340.4	2 308.2
	68.6	1 488.6	1 560.2	1 570.9	1 539.9
	34.3	774.9	744.3	746.1	755.1
	8.6	194.7	189.7	189.5	191.3

b ——标准曲线截距,苯甲酸、山梨酸、糖精钠截距分别为 6.605 2, 16.607 3, 1.719 2。

标准曲线拟合得相对标准不确定度按式(3)计算:

$$u_{\text{rel}}(q) = \frac{u(q)}{c}。 \quad (3)$$

标准不确定度 $u(q)$ 和相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(q)$ 如表 2 所示。

由此得出标准曲线拟合引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel 苯}}(g) = \sqrt{u_{\text{rel}}(b)^2 + u_{\text{rel}}(q)^2} = 0.047\ 1;$$

$$u_{\text{rel 山}}(g) = \sqrt{u_{\text{rel}}(b)^2 + u_{\text{rel}}(q)^2} = 0.058\ 4;$$

$$u_{\text{rel 糖}}(g) = \sqrt{u_{\text{rel}}(b)^2 + u_{\text{rel}}(q)^2} = 0.029\ 8。$$

4.3 定容引入的相对标准不确定度

4.3.1 容器定容引入的不确定度 样品溶液定容于 25 mL

表 2 标准曲线不确定度结果分析

Table 2 Analysis of uncertainty results of standard curve

组分	$c /$ (mg · L ⁻¹)	$\bar{c} /$ (mg · L ⁻¹)	$s(A)$	Scc	$u(q)$	$u_{\text{rel}}(q)$
苯甲酸	22.10	60.3	38.4	9 178.4	0.906 9	0.041 0
山梨酸	13.04	31.1	74.8	2 433.7	0.698 7	0.053 6
糖精钠	65.42	87.1	55.5	19 153.5	1.230 8	0.018 8

容量瓶中,容量瓶(量入式,A 级)容量允差为 ± 0.03 mL,按矩形分布,则

$$u_{\text{rel}}(d_1) = \frac{0.03}{\sqrt{3} \times 25} = 6.93 \times 10^{-4}。$$

4.3.2 温度引入的不确定度 温度代入的体积影响为 $25 \text{ mL} \times 5 \text{ }^{\circ}\text{C} \times 2.08 \times 10^{-4} \text{ }^{\circ}\text{C}^{-1} = 2.6 \times 10^{-2} \text{ mL}$,假设为矩形分布,则

$$u_{\text{rel}}(d_2) = \frac{2.6 \times 10^{-2}}{\sqrt{3} \times 25} = 6.00 \times 10^{-4}。$$

样品定容引入的相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(d) = \sqrt{u_{\text{rel}}(d_1)^2 + u_{\text{rel}}(d_2)^2} = 9.17 \times 10^{-4}。$$

4.4 称量引入的相对标准不确定度

称取粉碎后的宾之郎爆珠槟榔 2 g,考虑到称量分两次进行,分析天平最大的允差为 0.000 5 g,假设为矩形分布,则

$$u_{\text{rel}}(m) = \frac{5 \times 10^{-4}}{\sqrt{3} \times \sqrt{2} \times 2} = 1.02 \times 10^{-4}。$$

4.5 提取过程对样品回收率影响引入的相对标准不确定度

提取过程对样品回收率的影响所引入的不确定度具体表现为 9 次测量样品回收率(加标至标准曲线的检测最低浓度、中间浓度和最高浓度)平均值的标准偏差 $s(c_{R_{\text{ec}}})$,标准不确定度 $u(c_{R_{\text{ec}}})$ 及相对标准不确定度 $u_{\text{rel}}(c_{R_{\text{ec}}})$ 为:

$$s(c_{R_{\text{ec}}}) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}, \quad (4)$$

$$s(c_{R_{\text{ec}}}) = \frac{s(c_{R_{\text{ec}}})}{\sqrt{n}}, \quad (5)$$

$$u(c_{R_{\text{ec}}}) = s(c_{R_{\text{ec}}}) / \sqrt{n}, \quad (6)$$

$$u_{\text{rel}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(g) + u_{\text{rel}}^2(d) + u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(c_{R_{\text{ec}}}) + u_{\text{rel}}^2(\omega_{\text{rep}})} = 0.049 3;$$

$$u_{\text{rel}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(g) + u_{\text{rel}}^2(d) + u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(c_{R_{\text{ec}}}) + u_{\text{rel}}^2(\omega_{\text{rep}})} = 0.059 0;$$

$$u_{\text{rel}}(x) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(c) + u_{\text{rel}}^2(g) + u_{\text{rel}}^2(d) + u_{\text{rel}}^2(m) + u_{\text{rel}}^2(c_{R_{\text{ec}}}) + u_{\text{rel}}^2(\omega_{\text{rep}})} = 0.030 8。$$

4.8 扩展不确定度

在 95% 置信区间下,取包含因子 $k=2$,得相对扩展不确定度为:

$$U_{\text{rel}}(X) = k \times u_{\text{rel}}(x) = 2 \times 0.049 3 = 0.098 6;$$

$$U_{\text{rel}}(X) = k \times u_{\text{rel}}(x) = 2 \times 0.059 0 = 0.118;$$

$$u_{\text{rel}}(c_{R_{\text{ec}}}) = u(c_{R_{\text{ec}}}) / \bar{R}_{\text{ec}}, \quad (7)$$

式中:

n ——测量次数, $n=9$ 。

经计算提取过程不确定度结果如表 3 所示。

4.6 随机效应引入的相对标准不确定度

用同一样品做 6 个平行得到苯甲酸、山梨酸、糖精钠的平均含量,取矩形分布,则

$$u(c_{\text{rep}}) = s(c_{\text{rep}}) / \sqrt{6}, \quad (8)$$

$$u_{\text{rel}}(c_{\text{rep}}) = u(c_{\text{rep}}) / c。 \quad (9)$$

经计算随机效应不确定度结果如表 4 所示。

4.7 合成标准不确定度

综上所述,相对标准不确定度如表 5 所示。

上述各分量相对不确定度合成标准不确定度为:

表 3 提取过程不确定度结果分析

Table 3 Analysis of uncertainty in extraction process

组分	平均回收率/%	$s(c_{R_{\text{ec}}})$	$s(c_{R_{\text{ec}}})$	$u(c_{R_{\text{ec}}})$	$u_{\text{rel}}(c_{R_{\text{ec}}})$
苯甲酸	98.4	1.13×10^{-2}	3.78×10^{-3}	2.18×10^{-3}	2.22×10^{-3}
山梨酸	99.9	3.78×10^{-2}	1.26×10^{-2}	7.28×10^{-3}	7.29×10^{-3}
糖精钠	99.6	4.03×10^{-2}	1.65×10^{-2}	5.50×10^{-3}	6.70×10^{-3}

表 4 随机效应不确定度结果分析

Table 4 Analysis of uncertainty results of random effects

组分	平均含量/ (g · kg ⁻¹)	标准偏差 ω_{rep}	$u(\omega_{\text{rep}})$	$u_{\text{rel}}(\omega_{\text{rep}})$
苯甲酸	0.043 8	1.33×10^{-3}	5.43×10^{-4}	1.25×10^{-2}
山梨酸	0.260	1.05×10^{-3}	4.28×10^{-4}	1.65×10^{-3}
糖精钠	3.25	8.16×10^{-3}	3.33×10^{-3}	1.02×10^{-3}

表 5 各个分量相对标准不确定度汇总

Table 5 Summary of relative standard uncertainty of each component

组分	标准物质	标准曲线	样品定容	样品称量	提取过程	随机效应
苯甲酸	6.93×10^{-3}	4.71×10^{-2}	9.17×10^{-4}	1.02×10^{-4}	2.22×10^{-3}	1.25×10^{-2}
山梨酸	4.01×10^{-3}	5.84×10^{-2}	9.17×10^{-4}	1.02×10^{-4}	7.29×10^{-3}	1.65×10^{-3}
糖精钠	3.88×10^{-3}	2.98×10^{-2}	9.17×10^{-4}	1.02×10^{-4}	6.70×10^{-3}	1.02×10^{-3}

综上所述: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.