

超高效液相色谱-串联质谱法测定菜籽油中 乙基麦芽酚残留量的不确定度评定

施元旭,张水锋,潘项捷,冯婷婷,王璐璐

(浙江方圆检测集团股份有限公司,杭州310018)

摘要:利用超高效液相色谱-串联质谱法测定菜籽油中乙基麦芽酚的残留量,并根据建立的数学模型评定该方法的不确定度的各分量。结果表明,标准曲线拟合和标准溶液配制所产生的不确定度分量最大。当菜籽油中乙基麦芽酚含量为10.096 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,其扩展不确定度为1.544 $\mu\text{g}/\text{kg}$ ($k=2$)。

关键词:超高效液相色谱-串联质谱法;乙基麦芽酚;不确定度;菜籽油

中图分类号:TS207.3;O657.63 文献标识码:A 文章编号:1003-7969(2021)01-0141-05

Evaluation of uncertainty in determination of ethyl maltol residues in rapeseed oil by ultra performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry

SHI Yuanxu, ZHANG Shuifeng, PAN Xiangjie, FENG Tingting, WANG Lulu
(Zhejiang Fangyuan Checking Group Co., Ltd., Hangzhou 310018, China)

Abstract: The mathematical model for ethyl maltol residues in rapeseed oil by ultra performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry was established and it was used to evaluate the uncertainty components. The results showed that the main sources of uncertainty arose from the standard curve fitting and preparation of standard solution. The expanded uncertainty was 1.544 $\mu\text{g}/\text{kg}$ for ethyl maltol contents of 10.096 $\mu\text{g}/\text{kg}$ in rapeseed oil ($k=2$).

Key words: ultra performance liquid chromatography – tandem mass spectrometry; ethyl maltol; uncertainty; rapeseed oil

乙基麦芽酚(2-乙基-3-羟基-4-吡喃酮)是一种人工合成的香精,能增进并调和食品的香气,掩盖不良的风味,同时也具有还原性,可以作为食品抗氧化剂使用^[1-3]。根据GB 2760—2014《食品安全国家标准 食品添加剂使用标准》,乙基麦芽酚是允许在食品、饮料中作为食品香精添加的。但GB 2760—2014附录B.1中明确规定,植物油脂等28种产品中不允许添加乙基麦芽酚。不良商家为了以次充好,往往会在菜籽油中添加一定量的乙基麦芽酚^[4-5]。乙基麦芽酚过量使用会损伤人体肝脏,使骨骼和关节提前变脆,严重的还能导致恶心、

呕吐、呼吸困难等一系列症状^[6]。

测量不确定度的大小反映了测量结果质量的高低,并直接与检验结果合格判定相关,是实验室质量体系的重要组成部分^[7-13]。本文依据BJS 201708《食用植物油中乙基麦芽酚的测定》,对菜籽油中的乙基麦芽酚残留量进行测定。根据数学模型,分析检测过程中引起检测结果的不确定性的来源,并对这些不确定来源进行分析和评定,依据JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》和JJF 1135—2005《化学分析测量不确定度评定》评定菜籽油中乙基麦芽酚残留量检测的不确定度,以保证检测结果的准确性。

1 材料与方法

1.1 实验材料

菜籽油,购于当地市场。甲醇、甲酸为市售色谱

收稿日期:2020-03-12;修回日期:2020-08-25

作者简介:施元旭(1990),女,工程师,硕士,研究方向为食品质量与检测(E-mail)346150774@qq.com。

纯;乙基麦芽酚标准品,购于曼哈格公司。

Agilent 1290 - AB Sciex 5500 串联质谱仪, MilliQ 去离子水发生器, Thermo 高速冷冻离心机。

1.2 实验方法

1.2.1 样品前处理

准确称取 10.00 g 试样于 50 mL 离心管中,用移液管准确加入 10 mL 甲醇,涡旋振摇 2 min,高速离心后将上清液移入 25 mL 容量瓶中,下层油液再用 10 mL 甲醇重复提取一次,合并上清液,用甲醇定容至 25 mL,经微孔滤膜(0.22 μm,有机相)过滤,上机测试。

1.2.2 标准溶液的配制

准确称取 10 mg 乙基麦芽酚标准品于 10 mL 容量瓶内,用甲醇定容,配制成质量浓度为 1.0 mg/mL 的标准储备液。用移液枪准确吸取 100 μL 标准储备液至 10 mL 容量瓶内,用甲醇定容,配制成 10.0 mg/L 中间标准溶液。准确吸取适量中间标准溶液,用甲醇定容,分别配制成 10、20、50、100、250 μg/L 标准工作溶液,供上机测定。

1.2.3 液相色谱条件

Agilent RRHD SB - C18 色谱柱(2.1 mm × 100 mm, 1.8 μm);柱温 35℃;流动相 A 为甲醇,流动相 B 为 0.1% 甲酸溶液;流速 0.2 mL/min;进样量 5 μL;柱温 35℃;液相色谱梯度洗脱程序为 0~1.0 min 90% B, 1.0~3.0 min 90%~10% B, 3.0~3.5 min 10% B, 3.5~5.0 min 10%~90% B, 5.0~6.0 min 90% B。

1.2.4 质谱条件

电喷雾(ESI)离子源为正离子模式,扫描模式为多反应检测(MRM),喷雾电压 5.0 kV;脱溶剂气温度 550℃,气帘气压力 0.24 MPa,雾化气压力 0.34 MPa。乙基麦芽酚的主要质谱参数见表 1。

表 1 乙基麦芽酚的主要质谱参数

母离子(<i>m/z</i>)	子离子(<i>m/z</i>)	去簇电压/V	碰撞能量/eV
141.1	126.1 *	130	26
	71.0	130	39

注: * 为定量离子。

1.2.5 数学模型

$$X = \frac{C \times V}{m \times f_r} \times f_Q \quad (1)$$

式中:*X* 为样品中乙基麦芽酚的含量, μg/kg; *C* 为样品中乙基麦芽酚测定质量浓度, μg/L; *V* 为提取液的定容体积, mL; *m* 为样品质量, g; *f_r* 为待测物质的回收率; *f_Q* 为液相色谱 - 串联质谱校正影响因子。

2 结果与分析

2.1 不确定度来源分析

根据测量过程和建立的数学模型,液相色谱 - 串联质谱法测定菜籽油中乙基麦芽酚残留量的不确定度主要有以下几个方面:①测试过程随机效应引入的不确定度 $u_{rel}(X)$;②样品称量引入的不确定度 $u_{rel}(m)$;③样品定容引入的不确定度 $u_{rel}(V)$;④标准曲线拟合引入的不确定度 $u_{rel}(curve)$;⑤标准溶液配制引入的不确定度 $u_{rel}(c)$;⑥回收率测试过程随机效应引入的不确定度 $u_{rel}(rec)$;⑦液相色谱 - 串联质谱仪器引入的不确定度 $u_{rel}(f_Q)$ 。

2.2 不确定度的评定

2.2.1 测试过程随机效应引入的不确定度 $u_{rel}(X)$

测试过程随机效应引入的不确定度,包括样品的均匀、试剂的浓度和纯度、天平的重复性、容量瓶和移液器等因素引入的不确定度。

用液相色谱 - 串联质谱平行测定 6 份样品 ($n=6$),结果见表 2。

表 2 重复性相对标准不确定度 $u_{rel}(X)$ 计算结果

测定值/(μg/kg)						平均值/(μg/kg)	<i>s</i> (<i>X</i>)	$u_{rel}(X)$
1	2	3	4	5	6			
25.078	25.308	25.658	25.980	25.324	25.084	25.405	0.352 3	0.005 661

用贝塞尔公式计算,单个测得值的标准偏差

$$s(X) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (X_i - \bar{X})^2}{n-1}}, \text{标准不确定度 } u(X) =$$

$$\frac{s(X)}{\sqrt{n}}, \text{相对标准不确定度 } u_{rel}(X) = \frac{u(X)}{\bar{X}}。$$

2.2.2 样品称量引入的不确定度 $u_{rel}(m)$

利用百分之一天平称取菜籽油 10.00 g,天平校准证书说明天平最大容许误差为 ±0.05 g,取均匀

分布, $u(m) = 0.05/\sqrt{3} \approx 0.028 87$ (g), $u_{rel}(m) = 0.028 87/10 = 0.002 887$ 。

2.2.3 样品定容引入的不确定度 $u_{rel}(V)$

样品定容引入的不确定度来源为:25 mL 容量瓶引入的不确定度和定容液的体积膨胀引入的不确定度。

25 mL 容量瓶经检定或校准,符合其技术指标。根据容量瓶检定规程 JJG 196—2006《常用玻璃量具》,A 级容量瓶的允许误差为 ±0.03 mL,欧洲分

析化学中心认为其服从三角分布,由此引入的不确定度为: $u(V_1) = 0.03/\sqrt{6} \approx 0.01225$ (mL), $u_{rel}(V_1) = 0.01225/25 = 0.00049$ 。

根据容量瓶检测规程 JJG 196—2006《常用玻璃量具》规定,25 mL 容量瓶检定是在 20 °C 环境条件下进行的,本实验在 (20 ± 5) °C 环境条件下操作,甲醇的体积膨胀系数为 $1.1 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $\Delta V = 25 \times 1.1 \times 10^{-3} \times 5 = 0.1375$ (mL),服从均匀分布, $u(V_1) = 0.1375/\sqrt{3} \approx 0.07939$ (mL), $u_{rel}(V_1) = 0.07939/$

$25 \approx 0.003176$ 。

因此,定容样品的合成相对不确定度为: $u_{rel}(V) = \sqrt{[u_{rel}(V_1)]^2 + [u_{rel}(V_2)]^2} \approx 0.003214$ 。

2.2.4 标准曲线拟合引入的不确定度 $u_{rel}(curve)$

标准曲线采用 5 种质量浓度的标准溶液,每个质量浓度点重复测定 3 次,以标准溶液质量浓度 (x_i) 为横坐标,以标准溶液外标峰面积 (A_i) 为纵坐标,用最小二乘法拟合,线性回归方程以及线性相关系数 (R^2) 见表 3。

表 3 乙基麦芽酚残留量线性回归方程及相关系数

$x_i/(\mu\text{g/L})$	A_i			线性方程	R^2
	1	2	3		
10	2 347 639	2 348 105	2 348 236	$A_i = 237.686x_i + 46.088$	0.999 8
20	5 016 896	5 017 894	5 016 899		
50	11 986 550	11 985 953	11 985 778		
100	23 526 887	23 527 008	23 526 988		
250	59 557 097	59 557 089	59 557 230		

测试样品 6 次 ($p=6$),将 A_0 带入直线方程得到样品平均质量浓度 x_0 ,线性回归方程导致 x_0 的标准

不确定度 $u(curve) = \frac{S}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(x_0 - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$ 。式

中: $S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + bx_i)]^2}{n-2}}$,为标准曲线的标准偏

差; b 为拟合曲线的斜率; a 为拟合曲线的截距;

$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$,为标准溶液质量浓度的平均值; $n=15$,为

测试标准溶液的次数。 $u_{rel}(curve) = u(curve)/x_0$,计算结果见表 4。

表 4 $u_{rel}(curve)$ 计算结果

$x_0/(\mu\text{g/L})$	$\bar{x}/(\mu\text{g/L})$	S	b	a	$u_{rel}(curve)$
10.096	86.0	184 057	237 686	46 088	0.039 35

2.2.5 标准溶液配制引入的不确定度 $u_{rel}(c)$

标准溶液配制引入的不确定度主要包括标准品的纯度、标准品称量和定容、标准溶液稀释定容、标准曲线溶液配制引入的不确定度。

2.2.5.1 原始标准物质引入的不确定度

乙基麦芽酚标准品的纯度为 (98.0 ± 1.0)%,由于标准物质给出的是扩展不确定度,属于正态分布,包含因子 $k=2$,相对标准不确定度 $u(P) = 1.0\%/2 = 0.005$, $u_{rel}(P) = 0.005/0.98 \approx 0.005102$ 。

2.2.5.2 标准品称量引入的不确定度

用十万分之一电子天平称取乙基麦芽酚标准品

10 mg,天平校准证书说明天平最大允许误差为 ±0.05 mg,在该区间的概率分布为均匀分布,测量

不确定度 $u(c_2) = 0.05/\sqrt{3} \approx 0.02887$ (mg),相对标准不确定度 $u_{rel}(c_2) = 0.02887/10 = 0.002887$ 。

2.2.5.3 标准储备液定容引入的不确定度

定容引入的不确定度来源为:10 mL 容量瓶引入的不确定和定容液的体积膨胀引入的不确定度。

10 mL 容量瓶经检定或校准,符合其技术指标。根据容量瓶检定规程 JJG 196—2006《常用玻璃量具》,A 级容量瓶的允许误差为 ±0.020 mL,欧洲分析化学中心认为其服从三角分布,由此引入的不确定度为: $u(c_{31}) = 0.020/\sqrt{6} \approx 0.008165$ (mL), $u_{rel}(c_{31}) = 0.008165/10 = 0.0008165$ 。

根据容量瓶检测规程 JJG 196—2006《常用玻璃量具》规定,10 mL 容量瓶检定是在 20 °C 环境条件下进行的,本实验在 (20 ± 5) °C 环境条件下操作,甲醇的体积膨胀系数为 $1.1 \times 10^{-3} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, $\Delta V = 10 \times 1.1 \times 10^{-3} \times 5 = 0.055$ (mL),服从均匀分布, $u(V_{21}) = 0.055/\sqrt{3} \approx 0.03175$ (mL), $u_{rel}(V_{21}) = 0.03175/10 = 0.003175$ 。

因此,定容乙基麦芽酚标准储备液的合成相对不确定度为: $u_{rel}(c_3) = \sqrt{[u_{rel}(c_{31})]^2 + [u_{rel}(V_{21})]^2} \approx 0.003279$ 。

2.2.5.4 标准溶液稀释引入的不确定度

取 100 μL 质量浓度为 1.0 mg/mL 的乙基麦芽酚标准储备液于 10 mL 容量瓶中,用甲醇配制成 10.0 mg/L 的标准溶液。使用 20 ~ 200 μL 量程的

移液枪取 100 μL 的标准溶液,允许误差为 ±2.0%,服从均匀分布,引入的不确定度为: $u(c_{41}) = 100 \times 2.0\% / \sqrt{3} \approx 1.1547 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{41}) = 1.1547 / 100 \approx 0.01155$ 。

根据 JJG 196—2006《常用玻璃量具鉴定规程》,10 mL 容量瓶的允许误差为 ±0.020 mL,服从三角分布,引入的不确定度为 $u(c_{42}) = 0.020 / \sqrt{6} \approx 0.008165 (\text{mL})$, $u_{\text{rel}}(c_{42}) = 0.008165 / 10 = 0.0008165$ 。根据容量瓶检测规程规定,检定是在 20℃ 环境条件下进行的,本实验在 (20 ± 5)℃ 环境条件下操作,甲醇的体积膨胀系数为 $1.1 \times 10^{-3} \text{℃}^{-1}$, $\Delta V = 10 \times 1.1 \times 10^{-3} \times 5 = 0.055 (\text{mL})$,服从均匀分布, $u(V_{31}) = 0.055 / \sqrt{3} \approx 0.03175 (\text{mL})$, $u_{\text{rel}}(V_{31}) = 0.03175 / 10 = 0.003175$ 。

乙基麦芽酚标准溶液稀释引起的合成相对不确定度为: $u_{\text{rel}}(c_4) = \sqrt{[u_{\text{rel}}(c_{41})]^2 + [u_{\text{rel}}(V_{31})]^2 + [u_{\text{rel}}(c_{42})]^2} \approx 0.012007$ 。

2.2.5.5 标准曲线溶液配制引入的不确定度

分别取 10、20、50、100 μL 质量浓度为 10.0 mg/L 的乙基麦芽酚标准溶液,甲醇定容。用到的 2 ~ 20 μL 和 20 ~ 200 μL 量程的移液器,根据校准证书,每个质

$$u_{\text{rel}}(c_5) = \sqrt{u_{\text{rel}}(c_{51})^2 + u_{\text{rel}}(c_{52})^2 + u_{\text{rel}}(c_{53})^2 + u_{\text{rel}}(c_{54})^2 + u_{\text{rel}}(c_{55})^2 + u_{\text{rel}}(c_{56})^2 + 5u_{\text{rel}}(c_{10 \text{ mL}})^2} \approx 0.05891$$

$$u_{\text{rel}}(c) = \sqrt{[u_{\text{rel}}(c_2)]^2 + [u_{\text{rel}}(c_3)]^2 + [u_{\text{rel}}(c_4)]^2 + [u_{\text{rel}}(c_5)]^2 + [u_{\text{rel}}(P)]^2} \approx 0.06050$$

2.2.6 回收率测试过程随机效应引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(\text{rec})$

由于目标化合物从样品基质中不能完全提取出来,加上提取、氮吹过程的损失导致了较大的不确定度,对样品前处理产生的不确定度用回收率方法计算。

表 5 $u_{\text{rel}}(\text{rec})$ 计算结果

回收率/%						平均值/%	$s(X)$	$u(\text{rec})$	$u_{\text{rel}}(\text{rec})$
1	2	3	4	5	6				
100.31	101.23	102.63	103.92	101.30	100.34	101.62	1.4085	1.4085	0.01386

2.2.7 液相色谱 - 串联质谱仪器引入的不确定度 $u_{\text{rel}}(f_Q)$

由《仪器校准证书》知, $u_{\text{rel}}(f_Q) = 0.02$ 。

$$u_{\text{rel}}(W) = \sqrt{[u_{\text{rel}}(X)]^2 + [u_{\text{rel}}(m)]^2 + [u_{\text{rel}}(V)]^2 + [u_{\text{rel}}(\text{curve})]^2 + [u_{\text{rel}}(c)]^2 + [u_{\text{rel}}(\text{rec})]^2 + [u_{\text{rel}}(f_Q)]^2} \approx 0.07649$$

表 6 乙基麦芽酚的相对不确定度分量

不确定度分量	不确定度来源	相对标准不确定度	不确定度分量	不确定度来源	相对标准不确定度
$u_{\text{rel}}(X)$	测试过程随机效应	0.005661	$u_{\text{rel}}(c)$	标准溶液配制	0.06050
$u_{\text{rel}}(m)$	样品称量	0.002887	$u_{\text{rel}}(\text{rec})$	回收率测试过程的随机效应	0.01386
$u_{\text{rel}}(V)$	样品定容	0.003214	$u_{\text{rel}}(f_Q)$	液相色谱 - 串联质谱校准	0.02
$u_{\text{rel}}(\text{curve})$	标准曲线拟合	0.03935			

量浓度点移液器允许误差分别为 ±8.0%、±4.0%、±3.0%、±1.5%,服从均匀分布,由此引入的不确定度分别为: $u(c_{51}) = 10 \times 8.0\% / \sqrt{3} \approx 0.4619 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{51}) = 0.4619 / 10 = 0.04619$; $u(c_{52}) = 20 \times 4.0\% / \sqrt{3} \approx 0.4619 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{52}) = 0.4619 / 20 \approx 0.02310$; $u(c_{53}) = 50 \times 3.0\% / \sqrt{3} \approx 0.8660 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{53}) = 0.8660 / 50 = 0.01732$; $u(c_{54}) = 100 \times 1.5\% / \sqrt{3} \approx 0.8660 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{54}) = 0.8660 / 100 = 0.008660$ 。取 250 μL 质量浓度为 1.0 mg/L 的乙基麦芽酚标准溶液,需吸取 200 μL 和 50 μL 各一次,甲醇定容。用到 20 ~ 200 μL 量程的移液器, $u(c_{55}) = 200 \times 1.5\% / \sqrt{3} \approx 1.7321 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{55}) = 1.7321 / 200 \approx 0.008660$; $u(c_{56}) = 50 \times 3.0\% / \sqrt{3} \approx 0.8660 (\mu\text{L})$, $u_{\text{rel}}(c_{56}) = 0.8660 / 50 = 0.01732$ 。

10 mL 容量瓶定容引入的不确定度,可根据 2.2.5.3 的计算方法,得到的相对不确定度 $u_{\text{rel}}(c_{10 \text{ mL}}) = 0.003279$ 。

配制乙基麦芽酚标准曲线引入的合成相对不确定度以及标准曲线稀释配制过程中引入的总合成相对不确定度分别为:

按照方法的要求对同一个样品重复加标 6 次,样品加标水平为 25.0 μg/kg,上机测定乙基麦芽酚的加标回收率,结果见表 5。根据贝塞尔公式计算得到 6 次实验结果的标准偏差,即 $s(X)$ 。 $u_{\text{rel}}(\text{rec}) = s(X) / 100\%$, $u_{\text{rel}}(\text{rec}) = u(\text{rec}) / \bar{X}$ 。

2.3 合成不确定度

乙基麦芽酚的相对不确定度分量见表 6,若不考虑各不确定度的相关性,则其合成不确定度为:

2.4 扩展不确定度及结果表示

根据 CNAS—GL006:2018《化学分析中不确定度的评估指南》,取包含因子 $k=2$ (95%置信度)时,扩展不确定度 $U = u_{rel}(W) \times 2 \times X$,由此得到菜籽油中乙基麦芽酚的测量结果,见表7。由表7可知,菜籽油中乙基麦芽酚含量为 10.096 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,其扩展不确定度为 1.544 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

表7 菜籽油中乙基麦芽酚不确定度评定结果

实测值 $X/$ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)	合成相对 不确定度	扩展不确 定度/($\mu\text{g}/\text{kg}$)	检测结果/ ($\mu\text{g}/\text{kg}$)
10.096	0.076 49	1.544	10.096 \pm 1.544

3 结论

分析超高效液相色谱-串联质谱法测定菜籽油中的乙基麦芽酚含量时的不确定度分析,得出菜籽油中乙基麦芽酚含量为 10.096 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 时,其扩展不确定度为 1.544 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。影响测定结果的不确定度最主要来源于标准曲线的拟合和标准溶液的配制过程,其次是仪器的影响和回收率测试过程的随机效应,其他因素的影响较小。因此,在检测过程中要确保标准溶液的准确可靠,增加标准曲线的测定次数。检测人员在实验过程也需要增加平行测定次数,减小不准确性。

参考文献:

- [1] 杨海燕. 多功能增香剂——麦芽酚与乙基麦芽酚[J]. 中国食品工业,1998(11):29-31.
- [2] 杨华梅,杭莉. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定食品中4种常用香精[J]. 色谱,2015,33(3):250-255.

(上接第131页)

- [10] COAKLEY M, ROSS R P, NORDGREN M, et al. Conjugated linoleic acid biosynthesis by human-derived bifidobacterium species[J]. J Appl Microbiol, 2003, 94(1):138-145.
- [11] 杨波,陈卫,陈海琴,等. 一株短双歧杆菌及其制备共轭亚油酸或共轭亚麻酸的应用:CN 201610547034. 1 [P]. 2016-09-07.
- [12] YANG B, GAO H, CATHERINE S, et al. Bacterial conjugated linoleic acid production and their applications [J]. Prog Lipid Res, 2017, 68:26-36.
- [13] 杨波,陈海琴,刘李至,等. 生物转化共轭亚麻酸乳酸菌的快速筛选[J]. 中国油脂, 2016, 41(10):44-47.
- [14] 张白曦,宋宇航,杨芹,等. 甲酯化方法对甘油三酯和

- [3] 肖立群. 超高效液相色谱法测定婴儿配方奶粉中的增香剂[J]. 食品工业,2019,40(8):306-308.
- [4] 杨小珊. 气相色谱法测定食用植物油中乙基麦芽酚的含量[J]. 食品与发酵科技,2019,55(1):119-121.
- [5] 唐韵熙,白亚敏,毛庆,等. 芝麻油、芝麻调和油中乙基麦芽酚 HPLC-MS/MS 分析[J]. 分析实验室, 2016,35(4):468-471.
- [6] 周宏霞,臧汝瑛. HPLC 法检测液态乳中的乙基麦芽酚[J]. 中国乳品工业,2018,46(9):55-56.
- [7] 陈毓芳,林海丹,官咏仪,等. 高效液相色谱法测定饮料中乙基麦芽酚含量的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报,2018(9):2175-2180.
- [8] 宋阳,管咏仪,林海丹,等. 高效液相色谱法测定植物油中苯并芘含量的不确定度评价[J]. 工业计量,2017,36(16):231-235.
- [9] 唐满生,李治章,李文艺,等. 原子吸收光谱法测定山茶油中钙、铜、锌含量的不确定度分析[J]. 中国油脂, 2017,42(12):137-141.
- [10] 李静,张居舟,余晓娟,等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定豆芽中植物生长调节剂残留量的不确定度评定[J]. 食品科学,2019, 40(10):292-297.
- [11] 王嘉权. 液相色谱串联质谱法测定水产品喹诺酮类药物残留的不确定度评定[J]. 广东化工, 2018,45(12):227-229.
- [12] 吾建祥,杨德毅,虞冰,等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定禽蛋喹诺酮类药物残留的不确定度分析[J]. 河北农业科学, 2018,22(4):104-108.
- [13] 曹慧,施元旭,王璐璐. UPLC-MS/MS 技术测定猪肉中甲氧氯普胺不确定度评价[J]. 食品工业科技, 2017,38(9):267-270.
- [14] 游离型脂肪酸混合物脂肪酸分析的影响[J]. 中国粮油学报, 2016, 31(9):95-99.
- [15] 陈忠周,李艳梅,赵刚,等. 共轭亚油酸的性质及合成[J]. 中国油脂, 2000, 25(5):41-45.
- [16] 付金衡,丁宜春,李海星,等. 乳中共轭亚油酸异构体合成机制的研究进展[J]. 食品科学, 2013, 34(23):338-343.
- [17] KISHINO S, OGAWA J, OMURA Y, et al. Conjugated linoleic acid production from linoleic acid by lactic acid bacteria[J]. J Am Oil Chem Soc, 2002, 79(2):159-163.
- [18] 杨波. 乳酸菌生物转化共轭亚油酸的研究[D]. 江苏无锡:江南大学, 2014.