

凯氏定氮蒸馏装置-高效液相色谱法同时测定 蚝油等食品中丙酸钠（钙）和双乙酸钠

赖国银, 林建忠, 曾 琪, 林立毅, 丁亦男, 张志刚, 徐敦明
(厦门出入境检验检疫局技术中心, 福建 厦门 361026)

摘 要: 利用凯氏定氮蒸馏装置, 建立同时检测蚝油、酱油、鱼露中丙酸钠(钙)和双乙酸钠的高效液相色谱法。蚝油等食品中的丙酸钠(钙)和双乙酸钠经过磷酸酸化后转化为相应的酸, 通过凯氏定氮蒸馏装置, 水蒸气蒸馏法提取, 加磷酸调节蒸馏液pH值至3.0, 采用高效液相色谱法进行测定。丙酸钠(钙)和双乙酸钠在0.005~1.000 mg/mL内线性良好, 相关系数为0.999 9。丙酸钠(钙)(以丙酸计)、双乙酸钠的回收率分别为88.5%~108.3%和86.5%~108.7%, 相对标准偏差为2.13%~6.42%和2.02%~6.37% ($n=6$)。方法简便快捷、稳定可靠, 适用于蚝油、酱油和鱼露中丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量的测定。

关键词: 凯氏定氮蒸馏装置; 丙酸钠(钙); 双乙酸钠; 蚝油; 高效液相色谱

Simultaneous Determination of Sodium (or Calcium) Propionate and Sodium Diacetate in Oyster Sauce and Other Similar Seasonings by High Performance Liquid Chromatography Using Kjeldahl Distillation Apparatus

LAI Guoyin, LIN Jianzhong, ZENG Qi, LIN Liyi, DING Yinan, ZHANG Zhigang, XU Dunming
(Technical Center of Xiamen Entry-Exit Inspection and Quarantine Bureau, Xiamen 361026, China)

Abstract: Using a Kjeldahl distillation apparatus, a method for the simultaneous determination of sodium (or calcium) propionate and sodium diacetate in oyster sauce, soy sauce and fish sauce by high performance liquid chromatography (HPLC) was established. The sodium (or calcium) propionate and sodium diacetate in samples were converted to the corresponding acids by treatment with phosphoric acid. After that, both acids were collected by steam distillation using a Kjeldahl apparatus. The pH of the distillates was then adjusted to around 3.0 by adding phosphoric acid. Finally, the analysis was completed with HPLC. A good linear relationship was gained in the range from 0.005 to 1.000 mg/mL with a correlation coefficient of 0.999 9. Recoveries of sodium (or calcium) propionate and sodium diacetate were 88.5%–108.3% and 86.5%–108.7% with relative standard deviations (RSDs) of 2.13%–6.42% and 2.02%–6.37% ($n=6$), respectively. This method is simple, rapid, easy to operate, stable, reliable, and suitable for the determination of sodium (or calcium) propionate and sodium diacetate in oyster sauce, soy sauce, fish sauce and other liquid seasonings.

Key words: Kjeldahl distillation apparatus; sodium (or calcium) propionate; sodium diacetate; oyster sauce; high performance liquid chromatography (HPLC)

DOI:10.7506/spkx1002-6630-201704044

中图分类号: TS207.3

文献标志码: A

文章编号: 1002-6630 (2017) 04-0270-05

引文格式:

赖国银, 林建忠, 曾琪, 等. 凯氏定氮蒸馏装置-高效液相色谱法同时测定蚝油等食品中丙酸钠(钙)和双乙酸钠[J]. 食品科学, 2017, 38(4): 270-274. DOI:10.7506/spkx1002-6630-201704044. <http://www.spkx.net.cn>

LAI Guoyin, LIN Jianzhong, ZENG Qi, et al. Simultaneous determination of sodium (or calcium) propionate and sodium diacetate in oyster sauce and other similar seasonings by high performance liquid chromatography using Kjeldahl distillation apparatus[J]. Food Science, 2017, 38(4): 270-274. (in Chinese with English abstract) DOI:10.7506/spkx1002-6630-201704044. <http://www.spkx.net.cn>

食品添加剂的使用在加工食品和方便食品中的应用已经越来越广泛。加工食品, 如蚝油、酱油、鱼露在制

收稿日期: 2016-06-05

作过程中添加防腐剂以抑制微生物生成, 维持营养价值和其他特性, 进而延长食品保质期^[1-3]。然而, 非法添加

基金项目: 福建省自然科学基金项目(2016J05045); 国家质量监督检验检疫总局科技计划项目(2016IK186)
作者简介: 赖国银(1984—), 男, 工程师, 博士, 研究方向为食品安全检测。E-mail: gylai_ustc@163.com

和过量添加防腐剂会使消费者有过敏反应和慢性中毒风险。因此, GB 2760—2014《食品添加剂使用标准》规定了所有防腐剂的允许添加量^[4]。

蚝油^[5]、酱油^[6]、鱼露^[7]是人们餐桌上倍受欢迎的调味品。丙酸钠(钙)、双乙酸钠作为化学防腐剂,被广泛应用于糕点、酱油等食品中。GB 2760—2014中规定,丙酸及其钠盐、钙盐在酱油中的最大允许使用量为2.5 g/kg,而蚝油、鱼露中不得使用;双乙酸钠在蚝油、酱油和鱼露中的最大使用量均为2.5 g/kg^[4]。食品中丙酸的检测方法有气相色谱法^[2,8-15]和高效液相色谱法等^[11,16-18]。双乙酸钠的检测方法有高效液相色谱法^[19-21]和离子色谱法^[22]等。林清河^[23]、吴忠兴^[24]和项林敏^[25]等报道了高效液相色谱同时测定糕点中丙酸钠(钙)和双乙酸钠的方法。向文娟等^[26]报道了全自动固相萃取-高效液相色谱法测定食品中的丙酸钠(钙)和双乙酸钠。朱洪亮等^[27]报道了高效液相色谱同时测定食品中丙酸钠(钙)和双乙酸钠的方法。李敏等^[28]报道了高效液相色谱法同时测定苍山蒜米中双乙酸钠和丙酸钙含量。2014年9月29日,我国收到了韩国通报的厦门某企业蚝油检测出丙酸的不合格食品信息,GB 2760—2014^[4]也规定蚝油中不得使用丙酸,但有关蚝油等食品中丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量的检测方法尚未见报道。

GB/T 5009.120—2003《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定》^[8]、GB/T 23382—2009《食品中丙酸钠、丙酸钙的测定 高效液相色谱法》^[16]及GB/T 23383—2009《食品中双乙酸钠的测定 高效液相色谱法》^[19]中有关丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量检测的蒸馏法均是称取25 g样品于500 mL蒸馏瓶中,蒸馏至250 mL容量瓶中,最终定容体积为250 mL。该检测方法需样品量大,定容体积较大,且较为费时。本实验参考国标^[16,19]规定方法基础上改进,以蚝油、酱油和鱼露为基质,采用凯氏定氮蒸馏装置,利用高效液相色谱技术,建立了可同时检测蚝油、酱油和鱼露中丙酸钠(钙)和双乙酸钠的方法,需用样品量仅为5 g,定容体积为25 mL。该方法在丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量检测中运用凯氏定氮蒸馏装置,快速、简便、准确、实用。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

蚝油 厦门洋江食品有限公司; 酱油 佛山市海天(高明)调味食品有限公司; 鱼露 厦门洋江食品有限公司。

甲醇为色谱纯; 磷酸氢二铵(纯度99.0%) 德国

Sigma公司; 丙酸钠(纯度98.0%)、双乙酸钠(纯度98.0%) 日本TCI公司; 其余试剂均为分析纯; 实验室用水为超纯水。

1.2 仪器与设备

1260液相色谱仪(配有二极管阵列检测器) 美国Agilent公司; 电子天平(感量0.1 mg和0.01 g) 德国赛多利斯公司; 凯氏定氮蒸馏装置。

1.3 方法

1.3.1 标准混合溶液配制

准确称取1.3 g(精确至0.000 1 g)丙酸钠,用水定容至100 mL,配制成相当于含10 mg/mL丙酸的丙酸钠标准储备液。准确称取1.0 g(精确至0.0001 g)双乙酸钠,用水定容至100 mL,配制成10 mg/mL的双乙酸钠标准储备液。依次吸取0.012 5、0.05、0.125、0.5、1.25、2.5 mL丙酸钠及双乙酸钠标准储备液于凯氏定氮蒸馏装置,加入1 mol/L的磷酸溶液1 mL,蒸馏出约24 mL时,用1 mol/L的磷酸溶液调pH值至3左右,定容至25 mL。得到丙酸钠(相当于丙酸)、双乙酸钠的混合工作液质量浓度分别为0.005、0.02、0.05、0.2、0.5、1.0 mg/mL。经过0.22 μ m微孔滤膜过滤,浓度由低到高进样,以质量浓度为横坐标、峰面积为纵坐标,绘制标准曲线。

1.3.2 样品处理

准确称取试样5.00 g(精确到0.01 g)于凯氏定氮蒸馏装置中,加入1 mL 1 mol/L的磷酸溶液,进行水蒸气蒸馏,蒸馏液经过冷凝后,用25 mL比色管作为接收装置,待蒸馏出约24 mL时停止接收,用1 mol/L的磷酸溶液调pH值至3左右,加水定容至25 mL,摇匀。经0.22 μ m微孔滤膜过滤后,供高效液相色谱测定。

1.3.3 高效液相色谱条件

色谱柱: Sapphire C₁₈ (250 mm×4.6 mm, 5 μ m), 柱温: 30 $^{\circ}$ C; 流动相: 1.5 g/L磷酸二氢铵溶液(溶剂为甲醇-水(10:90, V/V)), 用1 mol/L磷酸溶液调节pH值至2.7~3.5; 流速: 1 mL/min; 进样量: 10 μ L。

2 结果与分析

2.1 流动相的确定

本实验考察了水、甲醇-水(10:90, V/V)、甲醇-水(15:85, V/V) 3种溶剂,称取1.5 g磷酸氢二铵于1 L上述溶剂中,用1 mol/L磷酸溶液调节至pH值至2.7~3.5。分别用这3种流动相分离丙酸和双乙酸钠。使用纯水做流动相,对色谱柱的伤害较大,丙酸的出峰时间较晚,且峰形比较宽。使用甲醇-水(15:85, V/V)作为流动相,双乙酸钠的峰出峰时间过早,受基质干扰较大,且由于选用214 nm波长作为检测波长,有机相比比例过高后

基线不平。最后选定甲醇-水（10:90，*V/V*）作为溶剂的流动相，双乙酸钠和丙酸钠出峰时间分别为4.91 min和10.18 min，如图1所示。

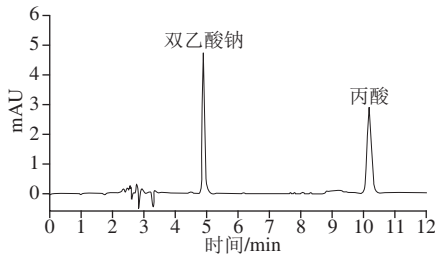


图1 丙酸和双乙酸钠标准品色谱图

Fig. 1 Chromatogram of mixed standards of propionate acid and sodium diacetate

2.2 目标物馏出液体积的确定

本实验取空白试样5.00 g，丙酸及双乙酸钠加标量均为1.0 g/kg，样品中的丙酸钠（钙）和双乙酸钠，经磷酸酸化转化成丙酸和乙酸，再经过水蒸气蒸馏，冷凝管冷却后，用比色管接收馏出液。本实验对馏出液体积进行了优化，每个蒸馏体积均平行6组实验，见图2。

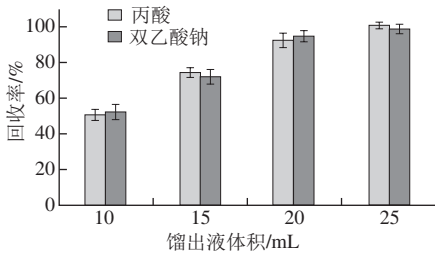


图2 丙酸、双乙酸钠馏出液体积与回收率关系图

Fig. 2 Relationship between recoveries of propionate acid and sodium diacetate and distillate volume

由图2可知，丙酸及双乙酸钠的回收率随着馏出液体积的增加而增大，馏出液体积为10 mL时，丙酸钠（钙）和双乙酸钠的平均回收率仅有50.2%（相对标准偏差为3.2%，*n*=6）和52.1%（相对标准偏差为4.3%，*n*=6）；馏出液体积为15 mL时，丙酸钠（钙）和双乙酸钠的平均回收率仅有74.3%（相对标准偏差为2.5%，*n*=6）和71.9%（相对标准偏差为4.1%，*n*=6）；馏出液体积为20 mL时，丙酸钠（钙）和双乙酸钠的平均回收率为92.1%（相对标准偏差为4.1%，*n*=6）和94.5%（相对标准偏差为3.1%，*n*=6）；当馏出液体积达到25 mL时，丙酸钠（钙）和双乙酸钠的回收率平均分别为100.3%（相对标准偏差为2.0%，*n*=6）和98.2%（相对标准偏差为2.5%，*n*=6）。因此，选取蒸馏体积25 mL为最终定容体积。

2.3 方法的线性回归方程及定量限测定结果

取丙酸钠（钙）（以丙酸计）、双乙酸钠质量浓度0.005、0.02、0.05、0.2、0.5、1.0 mg/mL的6个混合标准

溶液，按照质量浓度由低到高依次进样，以各自的质量浓度（mg/mL）为横坐标，峰面积为纵坐标，得到线性回归方程，丙酸的线性方程为 $y=284.58x+0.210$ ，双乙酸钠的线性方程为 $y=236.24x+0.298$ 。线性方程的线性相关系数均为0.999 9，丙酸钠（钙）（以丙酸计）、双乙酸钠在0.005~1.000 mg/mL的线性范围内呈现良好的线性关系。以3 倍信噪比（ $R_{SN}=3$ ）对应的目标物质质量浓度为检出限，以10 倍信噪比（ $R_{SN}=10$ ）对应的目标物质质量浓度作为定量限，获得丙酸钠（钙）（以丙酸计）、双乙酸钠的仪器检出限均为0.002 mg/mL，仪器定量限均为0.005 mg/mL。仪器的检出限和定量限，再乘以定容体积（25 mL），除以样品质量（5.00 g），得到方法的检出限为0.010 g/kg，定量限为0.025 g/kg。取阴性样品，加入丙酸钠和双乙酸钠，使样品中丙酸钠（以丙酸计）和双乙酸钠的含量为0.010 g/kg，按照1.3.2节实验方法处理样品，测得目标物信号的信噪比大于3。取阴性样品，加入丙酸钠和双乙酸钠，使样品中丙酸钠（以丙酸计）和双乙酸钠的含量为0.025 g/kg，按照1.3.2节实验方法处理样品，测得目标物信号的信噪比大于10。从而确定方法的检出限为0.010 g/kg，定量限为0.025 g/kg。

表1 本实验建立方法与国标方法对比
Table 1 Comparison between the detection method used this study and the national standard method

检测方法	丙酸			双乙酸钠		
	本实验建立方法	GB/T 23382—2009 ^[16]	GB/T 23383—2009 ^[19]	本实验建立方法	GB/T 23382—2009 ^[16]	GB/T 23383—2009 ^[19]
是否可检测	是	是	否	是	否	是
需要样品量/g	5.00	25.00		5.00		25.00
定容体积/mL	25	250		25		250
水蒸气蒸馏时间/min	10	40		10		40
方法回收率/%	88.5~108.3	90.0~110.0		86.5~108.7		90.0~110.0
方法定量限/(g/kg)	0.025	0.10		0.025		0.05

本实验建立方法与国标方法对比如表1所示。本实验建立方法可同时检测丙酸和双乙酸钠两个项目，而GB/T 23382—2009和GB/T 23383—2009只可分别单独检测丙酸和双乙酸钠项目。本检测方法需要样品量仅为5.00 g，最终定容体积为25 mL，与国标检测方法相比^[16,19]，所需样品量减少且定容体积减小；同时，单个样品水蒸气耗费时间也缩短至仅需10 min。本检测方法的回收率能与国标方法保持一致，均在86.5%以上；方法定量限方面，丙酸由0.10 g/kg精确至0.025 g/kg，双乙酸钠由0.05 g/kg精确至0.025 g/kg。

2.4 方法的准确度和精密度实验结果

分别对蚝油、酱油及鱼露等进行添加回收实验，其中蚝油为阳性样品，丙酸的检出量为0.132 g/kg，其余两种为阴性样品。按照优化的色谱条件、本方法的蒸馏方法进行加标回收实验。加标量选取3 个水平：最低

加入量选取定量限附近0.030 g/kg;第2个加入量选取最大允许使用量^[4]为2.5 g/kg;第3个加入量为线性范围外6.0 g/kg(定容后的蒸馏溶液稀释1倍后用仪器检测)。称取100 g样品3份,分别加入3.9 mg丙酸钠和3.0 mg双乙酸钠、324.3 mg丙酸钠和250.0 mg双乙酸钠以及778.4 mg丙酸钠和600.0 mg双乙酸钠,充分溶解,使样品中丙酸钠和双乙酸钠的加标量为0.030、2.5 g/kg和6.0 g/kg。分别准确称取加标试样5.00 g(精确到0.01 g)于凯氏定氮蒸馏装置中,按照1.3.2节方法处理测定,每个质量浓度重复6次平行实验,准确度和精密度的结果见表2。由表2可知,3种基质中,丙酸钠(钙)(以丙酸计)和双乙酸钠的回收率分别为88.5%~108.3%和86.5%~108.7%,相对标准偏差分别为2.13%~6.42%和2.02%~6.37%。本方法的回收率高、精密度好,能够满足丙酸钠(钙)和双乙酸钠的检测需要。

表2 丙酸钠(钙)(以丙酸计)、双乙酸钠回收率及相对标准偏差(n=6)

Table 2 Recoveries and relative standard deviations (n = 6) of sodium propionate (or calcium) (calculated as propionic acid) and sodium diacetate

样品	加标量/ (g/kg)	丙酸		双乙酸钠	
		回收率/%	相对标准偏差/%	回收率/%	相对标准偏差/%
蚝油	0.030	88.9~99.4	6.42	87.3~98.6	5.13
	2.500	89.3~102.4	4.38	93.4~101.2	3.12
	6.000	89.7~99.2	3.29	90.2~102.4	2.12
酱油	0.030	88.5~98.6	2.62	86.5~97.9	4.66
	2.500	95.1~103.4	2.13	96.4~104.1	2.02
	6.000	90.7~105.3	2.51	88.9~98.6	4.57
鱼露	0.030	89.3~97.8	6.21	86.8~102.3	6.37
	2.500	92.3~108.3	2.21	93.4~108.7	2.47
	6.000	90.2~101.4	2.34	88.5~105.6	2.74

3 讨论与结论

蚝油是一种风味独特的调味品,它具有天然的海产品风味、鲜美浓郁的滋味,而且使用方便,营养丰富,富含Ca、Fe、Zn、Se等微量元素^[5]。酱油是人们生活中常用的调味品之一,而且它除了调味作用外,还具有抗氧化等营养保健作用^[6]。鱼露富含多种氨基酸以及Cu、Cr、Zn、I等微量元素,不仅有独特的海鲜风味,还有抗氧化、降血压、降低胆固醇等功能特性。蚝油、酱油、鱼露都是人们餐桌上倍受欢迎的调味品^[7],而其中食品添加剂含量的检测和监控是保障食品安全的重要途径。本研究结合凯氏定氮蒸馏装置,建立了可同时检测蚝油、酱油和鱼露中丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量的高效液相色谱法,蚝油中丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量的检测方法。

本研究以蚝油、酱油和鱼露为基质,参考国标规定

方法,并结合本实验室对分析方法的验证经验,方法学验证指标包括流动相的确定、目标物蒸馏体积的确定、线性方程、定量限、准确度和精密度的验证。本研究考察了3种流动相,最终选定甲醇-水(10:90, V/V)作为溶剂流动相,双乙酸钠和丙酸钠出峰时间分别为4.91 min和10.18 min,基线平稳,峰形和出峰时间稳定;同时,考察4种馏出液体积,最终确定馏出液体积为25 mL,丙酸钠(钙)和双乙酸钠的回收率可分别达到100.3%和98.2%。本方法的检出限为0.010 g/kg,定量限为0.025 g/kg;在3种基质中,丙酸钠(钙)(以丙酸计)和双乙酸钠的回收率分别为88.5%~108.3%和86.5%~108.7%,相对标准偏差为2.13%~6.42%和2.02%~6.37%,均能满足丙酸钠(钙)和双乙酸钠的检测需要。

综上所述,本方法极大节约了样本处理时间,基质干扰少,操作简便;方法的线性关系良好、回收率高、定量限低、重复性好;实用性强,可同时适用于蚝油、酱油和鱼露中丙酸钠(钙)和双乙酸钠含量的测定。

参考文献:

- [1] DING X J, XIE N, ZHAO S, et al. Simultaneous determination of ten preservatives in ten kinds of foods by micellar electrokinetic chromatography[J]. Food Chemistry, 2015, 181: 207-214. DOI:10.1016/j.foodchem.2015.02.060.
- [2] 陈幸莹. 食品中12种防腐剂多通量测定方法的研究[J]. 食品与机械, 2015, 31(2): 134-139; 215. DOI:10.13652/j.jissn.1003-5788.2015.02.029.
- [3] 续颖, 黄秋娜, 陈金体. 酱油中防腐剂检测研究进展[J]. 食品安全导刊, 2016(12): 95. DOI:10.16043/j.cnki.cfs.2016.12.060.
- [4] 国家卫生和计划生育委员会. 食品添加剂使用标准: GB 2760—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
- [5] 郑立红. 精制蚝油的研制开发[J]. 江苏调味副食品, 2005, 22(3): 33-34. DOI:10.3969/j.issn.1006-8481.2005.03.011.
- [6] 黄持都, 鲁维, 纪凤娣, 等. 酱油研究进展[J]. 中国酿造, 2009, 28(10): 7-9; 28. DOI:10.3969/j.issn.0254-5071.2009.10.003.
- [7] 吴帅, 杨锡洪, 解万翠, 等. 鱼露的发酵新技术及风味改良研究进展[J]. 食品与发酵工业, 2014, 40(10): 184-188.
- [8] 卫生部. 食品中丙酸钠、丙酸钙的测定: GB/T 5009.120—2003[S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.
- [9] CHUNG H J, JANG Y J, LEE M S, et al. Improvement of distillation and extraction conditions for analysis of propionic acid in bakery products[J]. Food Science and Biotechnology, 2003, 12(4): 337-341.
- [10] YANG M H, CHOONG Y M. A rapid gas chromatographic method for direct determination of short-chain (C2—C12) volatile organic acids in foods[J]. Food Chemistry, 2001, 75(1): 101-108. DOI:10.1016/S0308-8146(01)00211-4.
- [11] SHUKLA S, CHOI T B, PARK H K, et al. Determination of non-volatile and volatile organic acids in Korean traditional fermented soybean paste (Doenjang)[J]. Food and Chemical Toxicology, 2010, 48(8/9): 2005-2010. DOI:10.1016/j.fct.2010.04.034.
- [12] 张思群, 王志元, 许毅. 自动进样顶空气相色谱法连续测定食品中丙酸盐[J]. 食品科学, 2002, 23(11): 104-106. DOI:10.3321/j.jissn:1002-6630.2002.11.025.

- [13] 焦宏, 王国桢, 黄思敏, 等. 气相色谱法测定食品中丙酸钠丙酸钙方法的改进[J]. 农业技术与装备, 2015(7): 9-11. DOI:10.3969/j.issn.1673-887X.2015.07.003.
- [14] 刘沛明. 毛细管柱气相色谱法同时测定月饼中苯甲酸、山梨酸、丙酸钙及脱氢乙酸[J]. 现代预防医学, 2015, 42(22): 4077-4080.
- [15] 马艳秋, 张琪, 韩凤霞. 食品中丙酸钙(钠)含量的测定[J]. 食品安全导刊, 2015(36): 132-134. DOI:10.16043/j.cnki.cfs.2015.36.082.
- [16] 国家质量监督检验检疫总局. 食品中丙酸钠、丙酸钙的测定 高效液相色谱法: GB/T 23382—2009[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [17] TORMO M, IZCO J M. Alternative reversed-phase high-performance liquid chromatography method to analyse organic acids in dairy products[J]. Journal of Chromatography A, 2004, 1033(2): 305-310. DOI:10.1016/j.chroma.2004.01.043.
- [18] 刘莹, 王晓蕾, 李伟, 等. 变波长高效液相法同时测定糕点中的丙酸钙和纳他霉素[J]. 食品工业科技, 2015, 36(1): 316-318; 323. DOI:10.13386/j.issn1002-0306.2015.01.058.
- [19] 国家质量监督检验检疫总局. 食品中双乙酸钠的测定 高效液相色谱法: GB/T 23383—2009[S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- [20] 黄思瑜, 汤晓艳, 胡长坤, 等. 高效液相色谱法测定 冷鲜肉表面乳酸、柠檬酸及双乙酸钠[J]. 江苏农业科学, 2012, 40(1): 251-252. DOI:10.3969/j.issn.1002-1302.2012.01.095.
- [21] 吴新, 包梦醒, 余雯静, 等. 高效液相色谱法测定牛奶中双乙酸钠[J]. 农产品加工(学刊), 2012(10): 143-145; 153. DOI:10.3969/j.issn.1671-9646(X).2012.10.043.
- [22] 赵娅鸿. 离子色谱法测定食品中防腐剂双乙酸钠的研究[J]. 现代仪器, 2011, 17(1): 79-80; 91. DOI:10.3969/j.issn.1672-7916.2011.01.026.
- [23] 林清荷. 高效液相色谱法同时测定糕点中丙酸钙(钠)、双乙酸钠、苯甲酸、山梨酸、脱氢乙酸[J]. 福建轻纺, 2012(12): 45-47. DOI:10.3969/j.issn.1007-550X.2012.12.005.
- [24] 吴忠兴. 高效液相色谱法同时测定糕点中5种防腐剂和2种甜味剂[J]. 农业工程, 2013, 3(4): 80-82. DOI:10.3969/j.issn.2095-1795.2013.04.028.
- [25] 项林敏, 金煜彬. HPLC法同时测定糕点中7种食品添加剂[J]. 武汉轻工大学学报, 2015, 34(3): 16-19. DOI:10.3969/j.issn.2095-7386.2015.03.004.
- [26] 向文娟, 王吉祥, 冯雷, 等. 全自动SPE-HPLC法测定食品中丙酸钙(钠)和双乙酸钠[J]. 食品研究与开发, 2014, 35(2): 70-72. DOI:10.3969/j.issn.1005-6521.2014.02.017.
- [27] 朱洪亮. 高效液相色谱法测定食品中双乙酸钠和丙酸盐含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(7): 2204-2207.
- [28] 李敏, 李喜宏, 刘佳, 等. HPLC法同时测定苍山蒜米中双乙酸钠和丙酸钙含量[J]. 食品科技, 2016, 41(3): 298-301. DOI:10.13684/j.cnki.spkj.2016.03.059.