

UPLC-MS/MS测定小麦粉及其制品与小麦粉添加剂 中新型非法添加物乙酰羟肟酸

袁利杰¹, 赵光升¹, 张培毅¹, 袁阳蕾¹, 陈欣欣¹, 毛景^{2*}

(1.河南省食品和盐业检验技术研究院, 河南郑州 450003)

(2.郑州大学材料科学与工程学院, 河南郑州 450001)

摘要: 建立了超高效液相色谱-串联质谱法(UPLC-MS/MS)测定小麦粉及其制品与小麦粉添加剂中新型非法添加物乙酰羟肟酸的分析方法。方法选取小麦粉、小麦粉添加剂、面皮、面条、馒头等5种具有代表性的样品为研究基质,以甲醇为提取溶剂,经超声和涡旋振荡提取,高速离心、过滤,通过T3色谱柱(2.1 mm×150 mm, 3 μm)分离,以0.10%(体积分数)甲酸溶液和甲醇作为洗脱流动相,采用大气压化学电离源、多反应监测模式检测,外标法定量。结果表明,乙酰羟肟酸的溶剂和基质标准曲线在0.075~5.00 mg/L范围内线性关系良好,相关系数均大于0.999,检出限为0.25 mg/kg,加标回收率为78.49%~108.61%,相对标准偏差(RSD, n=6)为1.67%~7.50%。该方法抗干扰能力强,准确度高,适用于小麦粉及其制品与小麦粉添加剂中乙酰羟肟酸的测定。

关键词: 小麦粉;乙酰羟肟酸;超高效液相色谱-串联质谱法

文章编号: 1673-9078(2024)01-281-287

DOI: 10.13982/j.mfst.1673-9078.2024.1.0161

Determination of the New Illegal Additive Acetohydroxamic Acid in Wheat Flour, Wheat-flour Products and Wheat-flour Additives using UPLC-MS/MS

YUAN Lijie¹, ZHAO Guangsheng¹, ZHANG Peiyi¹, YUAN Yanglei¹, CHEN Xinxin¹, MAO Jing^{2*}

(1.Henan Institute of Food and Salt Inspection Technology, Zhengzhou 450003, China)

(2.Zhengzhou University School of Material Science and Engineering, Zhengzhou 450001, China)

Abstract: An analytical method based on ultra-performance liquid-chromatography-tandem mass spectrometry was developed for the determination of a new illegal additive, acetohydroxamic acid (AHA), in wheat flour, wheat-flour products, and wheat-flour additives. Five representative samples (wheat flour, a wheat-flour additive, dough, noodles, and steamed bun) were selected as the study matrices. AHA was first extracted using ultrasonic and vortex oscillation with methanol as the extraction solvent, subjected to high-speed centrifugation and filtration, and then separated using a T3 column (2.1 mm×150 mm, 3 μm) with a mixture of 0.10% (volume fraction) aqueous formic acid and methanol as the eluting mobile phase. Finally, it was quantified using an external standard method using an atmospheric pressure chemical ionization source (APCI) and multiple

引文格式:

袁利杰,赵光升,张培毅,等.UPLC-MS/MS测定小麦粉及其制品与小麦粉添加剂中新型非法添加物乙酰羟肟酸[J].现代食品科技,2024,40(1):281-287.

YUAN Lijie, ZHAO Guangsheng, ZHANG Peiyi, et al. Determination of the new illegal additive acetohydroxamic acid in wheat flour, wheat-flour products and wheat-flour additives using UPLC-MS/MS [J]. Modern Food Science and Technology, 2024, 40(1): 281-287.

收稿日期: 2023-02-16

基金项目: 国家市场监督管理总局研究委托任务资助; 河南省科技攻关项目(212102410010); 国家自然科学基金青年基金资助项目(31901820)

作者简介: 袁利杰(1979-),女,硕士,高级工程师,研究方向:食品检验及标准制修订工作, E-mail: 1141016709@qq.com

通讯作者: 毛景(1980-),女,博士,副教授,研究方向:材料化学, E-mail: maojing@zzu.edu.cn

reaction monitoring mode. The results showed that the solvent and matrix standard curves of AHA had good linearity in the 0.075~5.00 mg/L range, with correlation coefficients > 0.999. The limit of detection was 0.25 mg/kg, the spike recovery rate was 78.49%~108.61%, and the relative standard deviation (RSD, $n=6$) was 1.67%~7.50%. This method is suitable for the determination of AHA in wheat flour, wheat-flour products and wheat-flour additives, exhibiting good anti-interference capacity and high accuracy.

Key words: wheat flour; acetohydroxamic acid; ultra-performance liquid-chromatography-tandem mass spectrometry

小麦粉是面制品加工的主要原料,在人们膳食结构中占有重要地位。随着生活水平的提高,消费者对小麦粉的品质要求越来越高,人们通过改良小麦品种、规模化种植和合规使用添加剂等技术提高小麦粉质量^[1,2],但是一些不法分子通过添加非食品原料或超范围使用食品添加剂达到改变小麦粉及其制品的感官性状和稳定性,存在较大的安全隐患。2017年11月,国家食药总局发布《关于进一步加强小麦粉质量安全监管的公告》(2017年第132号),严禁生产企业在小麦粉中添加过氧化苯甲酰、次磷酸钠、硫脲、间苯二酚、过硫酸盐、噻二唑、曲酸等非食品原料^[3]。在小麦粉使用非食品原料的报道中研究较多的化合物有曲酸^[4,5]、偶氮甲酰胺^[6]、间苯二酚^[7]、苯甲羟肟酸^[8-10]、三聚硫氰酸三钠盐^[11-13]、硫脲^[14]、乙二胺四乙酸二钠^[15]、次磷酸盐^[16]、噻二唑^[17]等。近期稽查发现市场存在小麦粉添加剂中违规添加新型非食品原料乙酰氧肟酸的现象,但由于缺乏食品基质中乙酰氧肟酸检测方法的研究和相应的国家检测标准,造成政府部门被动监管。乙酰氧肟酸(Acetohydroxamic Acid, AHA)是上世纪七十年代开发的治疗尿结石及尿道感染的药物^[18],九十年代作为脲酶抑制剂广泛用于畜牧业^[19,20]。同时由于其结构中的肟基,使其具有良好的金属结合能力,在冶金行业作为金属螯合剂被广泛使用。不法分子正是利用AHA的金属螯合能力,使其作用于小麦粉中的多酚氧化酶,降低酶活性,减缓小麦粉酶促褐变过程。AHA未列入《食品安全国家标准食品添加剂使用标准》(GB 2760-2014)^[21]范畴,所以AHA属于非食品原料,在小麦粉中使用没有经过安全验证的非食品原料,存在较大的食品安全风险,文献报道过量使用AHA会产生轻度头痛、胃肠道不适和皮肤瘙痒等不良反应^[22]。

AHA检测方法的报道主要有紫外分光光度法^[23,24]、滴定法^[25]、高效液相色谱法^[26]、拉曼光谱法^[27,28]、红外光谱法^[29]、核磁共振法^[30]等,但关于小麦粉及其制品与小麦粉添加剂等食品基质中AHA

检测方法的研究未见报道。鉴于市场出现的舆情,亟需研究食品基质中AHA的检测方法,本文通过超高效液相色谱-串联质谱法,建立一种小麦粉及其制品与小麦粉添加剂中AHA的选择性强、准确度高的分析方法,为小麦粉及其制品与小麦粉添加剂中AHA的检验检测标准制订提供参考。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

AHA标准品(纯度)、上海安谱科技股份有限公司;乙腈、甲醇(色谱纯),德国默克公司;醋酸铵、甲酸(质谱级)购买于美国SIGMA-ALDRICH;超纯水(电阻率为18.2 M Ω ·cm, 25 $^{\circ}$ C)来自美国密理博公司超纯水器。小麦粉、面皮、馒头、面条、小麦粉添加剂(阴性样品)购买于当地市场,小麦粉添加剂阳性样品来源于稽查部门。

1.2 仪器与设备

Vanquish超高效液相色谱-Altis串联质谱仪,美国Thermo Fisher Scientific公司;XS205电子天平,瑞士梅特勒托利多科技(中国)有限公司;N-EVAP 112自动氮吹浓缩仪,美国Organomation公司;SIGMA 4-16KS超高速离心机,德国Sigma公司;KQ2200B超声波,昆山舒美超声仪器有限公司;Milli-Q去离子水发生器,美国Millipore公司。

1.3 方法

1.3.1 标准溶液的配制

准确称取0.010 16 g AHA标准品,用甲醇溶解并定容至10 mL,配制成质量浓度为1 000 mg/L的AHA标准储备液,此溶液在0~4 $^{\circ}$ C避光保存,可使用6个月。准确移取标准储备液0.5 mL至50 mL容量瓶中,用甲醇定容至刻度,混匀,得到质量浓度为10 mg/L的AHA标准中间液,此溶液在0~4 $^{\circ}$ C避光保存,可使用1个月。

准确移取上述标准中间液适量,用甲醇/水

体积比 4:6 的溶液和空白样品基质溶液分别稀释成质量浓度为 0.075、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00 mg/L 的溶剂和基质标准系列工作液, 临用现配。

1.3.2 样品前处理

准确称取 2.5 g (精确至 0.01 g) 试样, 置于 15 mL 具塞离心管中, 准确加入甲醇 10 mL, 涡旋振荡 10 min, 超声提取 10 min, 8 000 r/min 离心 5 min, 精密量取上清液 2 mL, 用水稀释至 5 mL, 混匀, 经 0.22 μm 有机系滤膜过滤后备用。

取空白面皮或面条样品, 按照上述方法操作, 获得面皮或面条空白样品基质溶液。

1.3.3 色谱条件

色谱柱为 Waters T3 (2.1 mm \times 150 mm, 3 μm); 柱温为 35 $^{\circ}\text{C}$; 进样体积为 2 μL ; 流速为 0.40 mL/min; 流动相为 0.1% (体积分数) 甲酸溶液 (A) 和甲醇 (B); 洗脱程序: 0~1.0 min, 98% A (体积分数, 下同); 1.0~3.5 min, 98%~70% A; 3.5~4.0 min, 70%~10% A; 4.0~4.5 min, 10% A; 4.5~4.6 min, 10%~98% A; 4.6~6.0 min, 98% A。

1.3.4 质谱条件

电离模式: 大气压化学电离源 (Atmospheric Pressure Chemical Ionization, APCI+); 多反应离子监测 (Multiple Reaction Monitoring, MRM); 离子放电电流 4 μA ; 鞘气温度 350 $^{\circ}\text{C}$; 离子传输管温度 325 $^{\circ}\text{C}$; 雾化气流速 45 Arb; 辅助气流速 5 Arb; 气帘气流速 1 Arb; 监测离子对 76.00/43.07 (定量离子对) 和 76.00/34.14 (定性离子对), 碎裂电压 39 V, 碰撞电压分别为 12、10 V。

1.3.5 数据分析

数据采用 SPSS 22.0 软件进行统计学处理, 以 ANOVA 和 Duncan 进行单因素方差分析, 以 $P < 0.05$ 为差异有统计学意义。

2 结果与讨论

2.1 色谱条件的优化

实验考察 Waters T3 (2.1 mm \times 150 mm, 3 μm)、Agilent EC-C₁₈ (3.0 mm \times 100 mm, 2.7 μm)、Agilent Eclips Plus C₁₈ (2.1 mm \times 100 mm, 1.8 μm) 三种极性不同的色谱柱, 结果表明 AHA 在 Agilent Eclips Plus C₁₈ 色谱柱上的保留能力最差, 在 Waters T3

色谱柱上的保留能力较强, 实验最终选择 Waters T3 (2.1 mm \times 150 mm, 3 μm) 作为分离色谱柱。

实验比较了 0.10% (体积分数) 甲酸溶液、0.02 mol/L 醋酸铵溶液、0.10% (体积分数) 甲酸溶液 (含 0.02 mol/L 醋酸铵)、甲醇、乙腈作为流动相进行梯度洗脱时 AHA 的响应及分离情况, 结果表明, 0.10% (体积分数) 甲酸溶液和甲醇洗脱时, AHA 的质谱响应最高, 为了保证 AHA 与杂质的有效分离, 采用 1.3.3 中色谱条件, 见图 1。

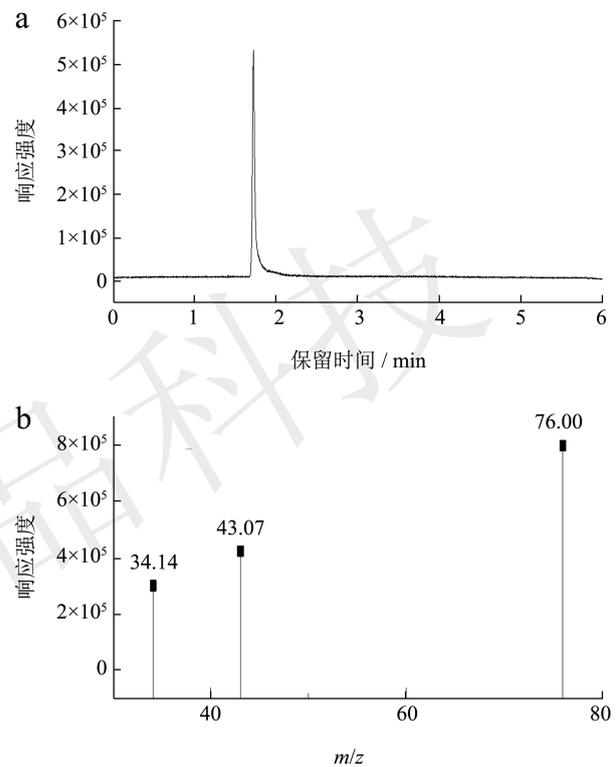


图 1 乙酰氧肟酸的色谱图 (a) 和质谱图 (b)

Fig.1 Mass spectrogram and chromatogram figure of AHA

2.2 质谱条件的优化

实验采用质量浓度为 1.0 mg/L 的 AHA 标准溶液, 通过质谱仪上的蠕动泵直接进样优化质谱条件, 采用电喷雾离子源 (Electron Spray Ionization, ESI) 时, AHA 没有明显的质谱信号峰, 而选用 APCI 源的正离子模式扫描时, 获得 AHA 的 $[\text{M}+\text{H}]^+$ 型分子离子峰, 优化碎裂电压, 当电压为 39 V 时, 母离子 76.00 丰度达到最大; 采用子离子扫描模式, 选择碰撞电压为 10 eV 时, 获得 34.14 和 43.07 两个丰度较高的子离子, 从碎片离子信息分析, 该质谱条件下, AHA 在脲结构碳氮键处发生了断裂 (见图 2), 进一步优化碰撞电压, 当碰撞电压为 12 eV 时, 子离子 43.07 丰度最大, 选择其为定量离子, 34.14 为定

性离子, 其碰撞电压为 10 eV。

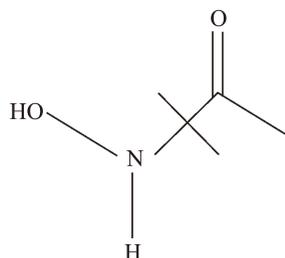


图2 乙酰氧肟酸的结构式

Fig.2 Structural formulate of AHA

2.3 提取溶剂的优化

实验以 AHA 的色谱峰形、空白基质加标回收率、阳性小麦粉添加剂样品中 AHA 提取浓度为评价指标, 考察甲醇、乙醇、乙腈的提取效果。取空白小麦粉、小麦粉添加剂、面条、面皮、馒头进行基质加标回收率实验, AHA 添加浓度为 5.0 mg/kg, 按照 1.3 方法, 图 3 表明甲醇作为提取溶剂时, 加标回收率较高。同时实验考察了甲醇、乙醇和乙腈对阳性小麦粉添加剂中 AHA 提取浓度的影响, 表 1 显示阳性小麦粉添加剂中甲醇提取 AHA 浓度明显高于其他两种溶剂, 但是甲醇作为提取溶剂时, AHA 色谱峰出现了明显的溶剂效应。为了降低溶剂效应, 采用甲醇提取液进一步用水稀释后上机测定。实验考察了甲醇和水的体积比为 9:1、8:2、7:3、6:4、5:5、4:6、3:7、2:8、1:9 时的色谱峰形, 结果显示, 甲醇和水的体积比为 4:6 时可以完全消除溶剂效应。实验最终选择用甲醇作为提取溶剂, 再精密量取甲醇提取液 2 mL, 用水稀释至 5 mL, 混匀, 经 0.22 μm 滤膜过滤后上机测定。

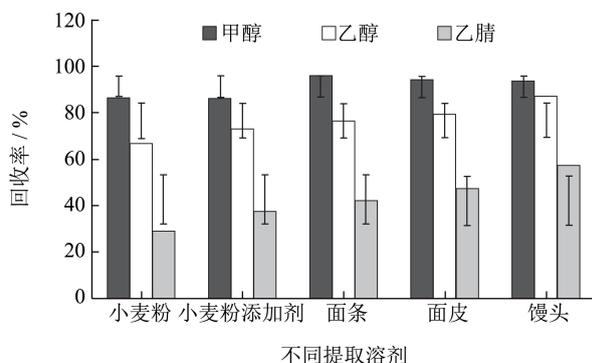


图3 乙酰胺在不同基质中不同提取溶剂的回收率变化

Fig.3 The recoveries of AHA added to different matrices at different extraction solvents

表 1 不同提取溶剂时阳性小麦粉添加剂中AHA的提取浓度

Table 1 Extraction concentration of AHA in positive wheat flour additive by different extraction solvents (n=3)

| 提取溶剂 | 提取浓度/(mg/kg) |
|------|------------------------|
| 甲醇 | 6.79±0.26 ^a |
| 乙醇 | 2.69±0.42 ^b |
| 乙腈 | 1.87±0.74 ^c |

注: 同一个样品中不同字母表示显著性差异。下表同。

2.4 提取溶剂体积和提取次数的优化

实验以阳性小麦粉添加剂中 AHA 的提取浓度为评价指标, 对提取溶剂的体积和提取次数进行考察, 按照 1.3 方法, 加入 5 mL 甲醇提取, 吸出提取液, 再向剩余残渣中继续加入 5 mL 甲醇进行提取, 如此重复, 每次提取液均上机测定。结果表明残渣第三次用 5 mL 甲醇提取时, AHA 的提取浓度分别占三次提取浓度总和的 4.6%, 说明样品经两次 5 mL 甲醇提取后, AHA 基本被完全提取; 实验也考察了提取溶剂体积为 5、10、15 mL, 进行一次提取时的情况, 结果显示 10 mL 和 15 mL 的提取浓度无显著性差异 ($P>0.05$) (见表 2), 考虑方法检出限和节约溶剂, 实验最终确定提取溶剂体积为 10 mL, 进行一次提取的前处理条件。

表 2 不同提取条件时阳性小麦粉添加剂中AHA的提取浓度

Table 2 Extraction concentration of AHA in positive wheat flour additive by different extraction conditions (n=3)

| 提取体积 / 提取次数 | 提取浓度/(mg/kg) |
|-------------|--------------------------|
| 5 mL / 第一次 | 3.96 ± 0.32 ^b |
| 5 mL / 第二次 | 5.19 ± 0.49 ^a |
| 5 mL / 第三次 | 5.44 ± 0.49 ^a |
| 5 mL / 一次 | 3.96 ± 0.32 ^b |
| 10 mL / 一次 | 5.14 ± 0.18 ^a |
| 15 mL / 一次 | 5.32 ± 0.27 ^a |

2.5 称样量的考察

实验以阳性小麦粉添加剂中 AHA 提取浓度为评价指标, 对样品称样量进行考察, 分别称取阳性样品 0.5、1.0、2.0、2.5 (精确至 0.01 g), 按照 1.3 方法, 结果表明, 样品称样量对 AHA 中含量测定影响不大, 考虑到检出限和样品代表性, 实验最终确定称样量为 2.5 g。

2.6 提取方式和提取时间的优化

实验以阳性小麦粉添加剂中 AHA 提取浓度为评价指标, 对提取方式和提取时间进行考察, 按照 1.3

方法,以涡旋振荡时间和超声时间为两个变量条件,固定其中一个变量条件为 10 min,考察另一个变量条件为 0、10、20、30 min 时 AHA 的提取浓度变化。结果表明,仅采用超声提取或振荡提取时,AHA 的提取浓度均低于同时采用两种提取方式,通过单因素分析,当超声提取和涡旋振荡时间均在 10 min 以上时,AHA 的提取浓度无显著性差异 ($P>0.05$) (见表 3)。涡旋振荡和超声时间均为 10 min 时,对空白基质加标样品中 AHA 的回收率进行考察,结果表明五种基质中 AHA 的加标回收率均能达到 80% 以上,考虑到提取效率,实验最终选择超声提取和涡旋振荡两种方式同时提取,提取时间均为 10 min。

表 3 不同提取方式阳性小麦粉添加剂中AHA的提取浓度
Table 3 Extraction concentration of AHA in positive wheat flour additive by different extraction methods (n=3)

| 提取方式 | 提取浓度/(mg/kg) |
|------------------------|------------------------|
| 涡旋振荡 10 min, 超声 0 min | 6.27±0.24 ^b |
| 涡旋振荡 0 min, 超声 10 min | 4.96±0.45 ^c |
| 涡旋振荡 10 min, 超声 10 min | 7.02±0.41 ^a |
| 涡旋振荡 10 min, 超声 20 min | 7.00±0.46 ^a |
| 涡旋振荡 10 min, 超声 30 min | 7.13±0.28 ^a |
| 涡旋振荡 20 min, 超声 10 min | 7.18±0.06 ^a |
| 涡旋振荡 30 min, 超声 10 min | 7.22±0.53 ^a |

2.7 检出限、线性、回收率和精密度实验

在空白基质样品中添加 AHA 标准品,按照 1.3

方法操作,以测得色谱峰响应值 3 倍信噪比的质量浓度确定方法检出限,结果显示五种基质中 AHA 的检出限均为 0.25 mg/kg,以 3 倍检出限计算定量限,定量限均为 0.75 mg/kg。

按照 1.3 方法,在 0.075~5.00 mg/L 质量浓度范围内,分别用溶剂和空白基质溶液配制 AHA 的标准工作溶液,以质量浓度 (X , mg/L) 为横坐标,定量离子响应值 (Y) 为纵坐标,绘制标准曲线,获得溶剂标准曲线回归方程为 $Y=2\ 509\ 982.31 X-27\ 470.42$ ($r=0.999\ 9$)。

采用基质标准曲线和溶剂标准曲线斜率的比值 (A) 评估不同基质的基质效应,当 $A \approx 1$ 时,基质效应为 0; $A > 1$,说明有基质效应增强, $A < 1$,说明有基质效应抑制。结果表明小麦粉、面粉处理剂、馒头基质效应较小,面条和面皮基质存在明显的基质抑制效应,因此在测定小麦粉、面粉处理剂、馒头基质时采用溶剂标准曲线进行定量,面条和面皮基质时采用空白基质标准曲线进行定量。

采用在空白基质样品中添加定量限、2 倍定量限、10 倍定量限的 AHA 量进行加标回收率试验,验证方法的准确度和精密度。称取空白基质样品 2.5 g,添加 AHA 标准品水平为 0.75 mg/kg、1.50 mg/kg 和 7.50 mg/kg,按照 1.3 方法,每个浓度添加水平处理 6 份样品,五种样品基质中 AHA 加标回收率为 78.49%~108.61%,相对标准偏差为 1.67%~7.50% (见表 4),可满足方法学验证要求。

表 4 AHA在五种基质中标准工作曲线方程、A值、检出限和加标回收率

Table 4 Linear equations, A value, LOD and spiked recoveries added to five matrices (n=6)

| 基质 | 回归方程 | A 值 | 检出限/(mg/kg) | 添加水平/(mg/kg) | 回收率/% | RSD/% |
|-------|---|------|-------------|--------------|--------|-------|
| 小麦粉 | $Y=2\ 438\ 716.16X+39\ 999.15$ ($r=0.999\ 8$) | 0.97 | 0.25 | 0.75 | 87.93 | 3.52 |
| | | | | 1.50 | 83.51 | 5.57 |
| | | | | 7.50 | 78.49 | 3.39 |
| 面粉处理剂 | $Y=2\ 583\ 626.84X-13\ 526.88$ ($r=0.999\ 9$) | 1.03 | 0.25 | 0.75 | 101.94 | 3.92 |
| | | | | 1.50 | 80.69 | 4.95 |
| | | | | 7.50 | 80.76 | 5.42 |
| 面条 | $Y=1\ 949\ 510.90X-44\ 358.47$ ($r=0.999\ 6$) | 0.78 | 0.25 | 0.75 | 108.61 | 6.68 |
| | | | | 1.50 | 102.43 | 1.67 |
| | | | | 7.50 | 87.52 | 7.50 |
| 面皮 | $Y=1\ 841\ 575.85X-18\ 940.81$ ($r=0.999\ 0$) | 0.73 | 0.25 | 0.75 | 101.84 | 7.36 |
| | | | | 1.50 | 94.55 | 2.66 |
| | | | | 7.50 | 91.74 | 3.82 |
| 馒头 | $Y=2\ 486\ 304.56X-59\ 564.58$ ($r=0.999\ 4$) | 0.99 | 0.25 | 0.75 | 89.87 | 4.14 |
| | | | | 1.50 | 78.64 | 5.36 |
| | | | | 7.50 | 100.15 | 6.87 |

2.8 样品测定

对采集的 26 批样品用本方法进行检测, 结果表明, 稽查获得的 1 批次小麦粉添加剂检出乙酰氧肟酸, 含量为 6.27 mg/kg (见图 4), 本法可以用于实际样品的定量测定。

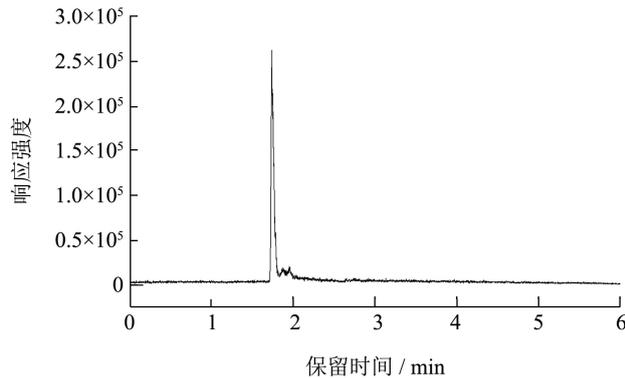


图 4 阳性小麦粉添加剂中乙酰氧肟酸质谱图

Fig.4 MS chromatography of AHA in positive wheat flour additive

3 结论

本文建立了小麦粉及其制品和小麦粉添加剂中新型非法添加物 AHA 的超高效液相色谱-串联质谱法。通过优化不同样品基质的前处理条件和色谱质谱仪器条件, 增强 AHA 的检测信号, 获得色谱良好的保留与分离效果。该方法抗干扰能力强, 准确度高, 填补了现阶段小麦粉及其制品和小麦粉添加剂中新型非法添加物 AHA 检测方法的空白, 为食品安全风险监测及标准制修订提供技术支持。

参考文献

- [1] LIU L P, ZHANG W H. Study on enzymatic kinetics of *Nephelium lappaceum* polyphenol-oxidase [J]. Agric Biotechnol, 2012, 1(4): 39-42.
- [2] 韩文燕, 王凤成, 魏雪, 等. 小麦分级改善小麦及小麦粉品质的研究[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2022, 43(4):85-91.
- [3] 总局关于进一步加强小麦粉质量安全监管的公告(2017年第132号)[J]. 现代面粉工业, 2017, 31(6):28.
- [4] 国振, 周霞, 赵博, 等. 高效液相色谱法测定面粉及面粉处理剂中新型非法添加剂[J]. 分析化学, 2021, 49(4):504-511.
- [5] 周书来, 景赞, 吴丽, 等. 两种色谱法检测小麦粉中曲酸的含量[J]. 现代食品, 2021, 14:151-153, 173.
- [6] 王若男, 杨慧晴, 赵俊峰, 等. 高效液相色谱法快速测定小麦粉中偶氮甲酰胺[J]. 山西化工, 2022, 42(6):39-41.
- [7] 别梅, 宿书芳, 武传香, 等. 高效液相色谱法测定小麦粉及其制品中的间苯二酚[J]. 中国粮油学报, 2020, 35(9):174-178.
- [8] 宇文江, 周传静, 尹丽丽, 等. 高效液相色谱法-二极管阵列法测定小麦粉中苯甲羟肟酸[J]. 分析试验室, 2021, 40(4):429-432.
- [9] 付萌, 韩建勋, 宋薇, 等. HPLC定量检测小麦粉中苯甲羟肟酸[J]. 食品工业, 2021, 42(10):310-315.
- [10] 郑红, 宇文江, 周传静, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定小麦粉改良剂中的苯甲羟肟酸[J]. 中国粮油学报, 2021, 36(5):154-158.
- [11] 巩凡, 郝梨花, 李萍, 等. 紫外分光光度法检测小麦粉改良剂中三聚硫氰酸三钠盐[J]. 食品工业, 2021, 42(11):323-326.
- [12] 尹丽丽, 张艳侠, 武传香, 等. 高效液相色谱法快速测定小麦粉及其添加剂中三聚硫氰酸三钠盐[J]. 分析试验室, 2021, 40(4):416-421.
- [13] 张艳侠, 尹丽丽, 薛霞, 等. 通过式固相萃取/UPLC-MS/MS测定小麦粉及其添加剂中非食用物质三聚硫氰酸三钠盐[J]. 分析测试学报, 2021, 40(5):712-718.
- [14] 丁一, 薛霞, 卢兰香, 等. 通过式固相萃取-高效液相色谱法测定小麦粉及面粉处理剂中的硫脲[J]. 中国食品卫生杂志, 2022, 34(4):750-754.
- [15] 关炳峰, 杜瑞, 陈红, 等. 高效液相色谱法测定小麦粉中乙二胺四乙酸二钠的方法优化[J]. 食品安全质量检测学报, 2020, 11(2):516-520.
- [16] 范小龙, 江丰, 吴婉琴, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法测定小麦粉及面粉中次磷酸盐[J]. 中国食品添加剂, 2020, 3:132-138.
- [17] 陈卓, 周楠, 张培毅, 等. 超高效液相色谱-串联质谱法同时测定小麦粉中4种新型非法添加剂[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(16):6417-6423.
- [18] DONALD P G, FERAIDOUN K, JOAN H S, et al. A randomized trial of acet-ohydroxamic acid for the treatment and prevention of infection-induced urinary stones in spinal cord injury patients [J]. The Journal of Urology, 1988, 140(2): 318-324.
- [19] 王淑香, 闫明伟. 乙酰氧肟酸(AHA)型脲酶抑制剂提高奶牛产奶量的理论与实践[J]. 饲料博览, 2004, 7:46-48.
- [20] 吴丽萍, 张宁宁, 王趁义, 等. 乙酰氧肟酸对蔬菜生长及氮肥利用率的影响[J]. 安徽农业科学, 2010, 38(25):138770-138771.
- [21] 国家卫生和计划生育委员会. GB 2760-2014, 食品安全国家标准 食品添加剂使用标准[S].
- [22] 彭俊英, 李鸣, 戴慧, 等. 乙酰氧肟酸的合成研究[J]. 精细化工中间体, 2018, 48(2):47-49.
- [23] 腾娇琴, 冯清茂. 瘤胃微生物脲酶抑制剂—乙酰氧肟酸分析方法[J]. 黑龙江粮食, 2003, 3:44.
- [24] 黄淑玲. 紫外分光光度法测定醋羟胺胶囊含量[J]. 广东药学, 2003, 13(3):13-14.
- [25] 隗英华, 陈利军, 武志杰. 一种检测土壤中乙酰氧肟酸含量的方法: 中国, CN102109463A[P]. 2011-06-29.

- [26] 刘蕾,崔建兰,吴雁斌.固定pH滴定法与高效液相色谱法测定乙酰氧肟酸含量的有效性比较[J].现代化工, 2013,33(12):133-135.
- [27] IVÁN S G, LAURA J B, HITOS G, et al. Advanced direct method to quant-ify the kinetics of acetohydroxamic acid (AHA) by Raman spectroscopy [J]. Spectrochimica Acta Part A:Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2020, 229(15): 117877.
- [28] DAVID C E, STEEN B N, ANDRZEJ A J, et al. Experimental and theoretical vibrational spectroscopy studies of acetohydroxamic acid and desferrioxamine B in aqueous solution: Effects of pH and iron complexation [J]. Geochimica et Cosmochimica Acta, 2005, 69(13): 3237-3248.
- [29] MAGDALENA S, ZOFIA M. Infrared matrix isolation studies of the acetohydroxamic acid complexes with HF and HCl [J]. Journal of Molecular Structure, 2004, 692(1-3): 163-168.
- [30] AGNIESZKA K, LEONARD M P. The structural study of acetohydroxamic and oxalodi-hydroxamic acids in DMSO solution based on the DFT calculations of NMR spectra [J]. Journal of Molecular Structure, 2004, 704(1-3): 189-196.

现代食品科技