

火焰原子吸收法测定黄豆酱中钠的不确定度评定

樊振江¹, 陶颜娟², 周昆³ (1. 漯河食品职业学院, 河南漯河 462000; 2. 宁波市鄞州区质量技术监督检测中心(鄞州区食品安全检测中心), 浙江宁波 315100; 3. 宁波华标检测技术服务有限公司, 浙江宁波 315100)

摘要 [目的]更科学合理地表征微波消解-空气-乙炔火焰原子吸收法测定食品中钠含量的测量结果。[方法]根据 JJF 1059.1-2012《测量不确定度评定与表示》规范要求,以火焰原子吸收法测定黄豆酱中钠为例对测量不确定度进行评定。[结果]分析表明,影响测量结果的主要因素依次为试剂空白、标准物质和仪器测量时标准曲线的拟合;消解液的定容以及稀释引入的不确定度次之。用该法测得黄豆酱中钠含量为 17 627 mg/kg,扩展不确定度为 1 128 mg/kg (95%, $k=2$)。[结论]该评价方法及结果对营养标签中钠的准确标示有一定的指导意义。

关键词 火焰原子吸收; 黄豆酱; 钠; 不确定度; 营养标签

中图分类号 S509.9 **文献标识码** A **文章编号** 0517-6611(2014)04-01175-03

Evaluation on Uncertainty in Measurement of Sodium in Soybean Paste by Flame Atomic Absorption Spectrometry Method

FAN Zhen-jiang et al (Luohe Vocational College of Food, Luohe, Henan 462000)

Abstract [Objective] In order to express the measurement results for sodium content in food by microwave digestion-air-acetylene flame atomic absorption spectrometry method more reasonably and scientifically. [Method] The uncertainty in measurement of sodium in soybean paste was evaluated according to *Evaluation and Expression of Uncertainty in Measurement* (JJF 1059.1-2012). [Result] The results showed that the key factors of uncertainty were the blank of method, the standard solution and the fitting of calibration curve secondly. Constant volume and dilution were less important factors of uncertainty. The concentration of sodium was 17 627 mg/kg and the expanded uncertainty was 1 128 mg/kg (95%, $k=2$). [Conclusion] The evaluation methods and results were important to label sodium content of nutrition label accuracy.

Key words Flame atomic absorption spectrometry; Soybean paste; Sodium; Uncertainty; Nutrition label

钠是我国预包装食品营养标签中的四大核心营养素之一,食品中的钠是指食品中各种以化合物形式存在的钠的总和,食盐是膳食钠的主要来源。GB 28050-2011 食品安全国家标准预包装食品营养标签通则^[1]已于 2013 年 1 月 1 日正式实施,标准规定,营养标签中的核心营养素包括蛋白质、脂肪、碳水化合物和钠,是预包装食品营养标签强制标示的内容之一。标准规定,钠含量的允许误差范围为 $\leq 120\%$ 标示值。

测量不确定度简称不确定度,是根据所用到的信息,表征赋予被测量值分散性的非负参数^[2]。钠的国家标准检测方法是 GB/T 5009.91-2003 食品中钾、钠的测定^[3],其采用的是火焰发射的方法测定钾、钠的发射强度来定量,原子吸收光谱法测定钠虽然未列入该标准中,但关于该方法的研究已屡见报道^[4-8],而有关火焰原子吸收光谱法测定食品中钠含量的不确定度却鲜有报道^[9]。因此,笔者以黄豆酱为例,利用微波消解法对样品进行消化,采用火焰原子吸收光谱法测定消解液中的钠元素,分析测量结果的不确定度来源并定量,对测量结果进行不确定度评定,了解被检测指标真值所处范围及其大小,以期在实际检测工作中严格控制影响测量不确定度的主要因素,尽可能降低测量结果的不确定度,提高测量结果的准确性,为预包装食品营养标签四大核心营养素之一——钠的准确标示提供理论基础。

1 材料与方法

1.1 材料 黄豆酱为超市购买。主要仪器: Aanalyst800 型

原子吸收分光光度计,美国 PerkinElmer 公司; MARS5 微波消解仪,美国 CEM 公司; 移液管和容量瓶均为 A 级。主要试剂: 钠标准溶液 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ [GBW(E)080127 相对扩展不确定度 0.5%, $k=2$], 中国计量科学研究院; 其他试剂未经说明均为优级纯,试验用水均为纯水。

1.2 仪器工作条件 分析线 Na 589.0 nm, 光谱通带宽度 0.2H nm, 灯电流 15 mA, 空气流量 17.0 L/min, 乙炔流量 2.0 L/min。微波消解条件: 功率 1 600 W, 最大使用量为 100%; 3 min 内升温至 120 $^{\circ}\text{C}$ 保温 5 min; 9 min 内升温至 190 $^{\circ}\text{C}$ 保温 20 min。点火程序: 在 Flame control 窗内点火, 当 Safety Interlocks 按钮为绿色时, 点击 ON 点火。把吸液毛细管用纸擦干净, 放入纯水中, 此时火焰为蓝紫色, 即表示正常。

1.3 方法

1.3.1 样品处理。取一定量黄豆酱样品,于洁净的食品搅拌机中混合均匀备用。准确称取混合均匀的样品 0.499 8 g 于消解罐中,加入 6 ml 硝酸浸泡 15 min,加入 1 ml 过氧化氢,塞好内塞,旋紧外盖,将消解罐均匀放入转盘中,按设定的微波消解条件进行消解。消解完成后,将消解罐转入专用电加热板内,160 $^{\circ}\text{C}$ 赶酸至消解液为黄豆粒大小,冷却后用水少量多次洗涤消解罐,洗液合并于 100 ml 容量瓶中,用纯水定容至刻度,同时做试剂空白。试验中所用容量瓶及比色管均为塑料材质。

1.3.2 钠含量的测定。移取 1 000 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠标准溶液 10.0 ml 于 100 ml 容量瓶中,用纯水定容至刻度,得到含量为 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠标准溶液;移取 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠标准溶液 10.0 ml 于 100 ml 容量瓶中,用纯水定容至刻度,得到含量为 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠标准溶液;分别移取 10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠标准溶液 0、2.0、5.0 ml 于 100 ml 容量瓶中,再分别移取 100 $\mu\text{g}/\text{ml}$ 的钠

作者简介 樊振江(1981-),男,河南漯河人,讲师,硕士,从事食品加工与质量安全的教学与研究。

收稿日期 2014-01-04

标准溶液 1.0、1.5、2.0 ml 于 100 ml 容量瓶中,用纯水定容至刻度,得到终含量为 0、0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 μg/ml 的系列钠标准溶液。开启仪器,设定条件,先用系列标准溶液绘制工作曲线,再用试剂空白调整零点,后对样品溶液依次进行上样,根据标准溶液的吸光值和钠浓度,测定样品溶液的钠浓度,按下式计算该样品的钠含量。

$$X = \frac{C_s \times V \times K}{m \times 10} \times 10$$

式中, X 为样品中含钠量(mg/kg); C_s 为样品消解液质量浓度(mg/L); V 为样品消解液定容体积(ml); m 为样品质量(g), k 为样品消解液的稀释倍数。

2 结果与分析

2.1 不确定度分量的主要来源 由试验部分可以看出,黄豆酱中钠测定的主要步骤包括样品混匀、称重、微波消解、消解液的定容及稀释、标准溶液的配制、火焰仪器分析以及空白试验等。而将样品用搅拌机匀浆,可以认为样品是均匀的,由此所致的不确定度忽略不计^[10]。因此,该试验主要对钠标准物质的配制、标准曲线的拟合、试剂空白、样品称重、样品消解液的定容以及消解液的稀释引入的不确定度进行分析及定量。

2.1.1 标准物质的不确定度。

2.1.1.1 标准储备液的不确定度。钠单元素标准储备液 GBW(E)080127,由中国计量科学研究院生产,证书上给出的相对扩展不确定度($k=2$)为 0.5%,即钠单元素标准储备液的标准不确定度为:

$$u(C_{\text{标}}) = \frac{1\,000 \times 0.005}{2} = 2.5$$

钠单元素标准储备液的相对不确定度为:

$$\frac{u(C_{\text{标}})}{C_{\text{标}}} = 0.002\,5$$

2.1.1.2 逐级稀释引入的不确定度。将 1 000 μg/ml 标准贮备液先按 1:10 稀释一次,得到 100 μg/ml 钠标准溶液,再

按 1:10 稀释一次,得到 10 μg/ml 钠标准溶液;分别移取 10 μg/ml 的钠标准溶液 2.0、5.0 ml 于 100 ml 容量瓶中,再分别移取 100 μg/ml 的钠标准溶液 1.0、1.5、2.0 ml 于 100 ml 容量瓶中,用纯水定容至刻度,得到终含量为 0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 μg/ml 的系列钠标准溶液。稀释过程采用 100 ml 容量瓶及 1 ml、2 ml、5 ml 和 10 ml 移液管完成。容量瓶和移液管的不确定度均从校准、重复性和温度 3 个方面来评定,以 100 ml 容量瓶为例,具体如下,其中移液管的不确定度结果详见表 1。

容量瓶的校准:经计量检定,100 ml A 级容量瓶容量允差为 ±0.1 ml,按 B 类不确定度评定,用均匀分布换算成标准不确定度为:

$$u_1(V_{100}) = \frac{0.1}{\sqrt{3}} = 0.058\text{ ml}$$

容量瓶的重复性:用 100 ml A 级容量瓶重复进行 20 次定容和称量,试验得出测定结果的标准偏差为 0.081 ml,按 A 类不确定度评定,则充满液体至刻度的准确性引起的标准不确定度为:

$$u_2(V_{100}) = 0.081\text{ ml}$$

温度:容量瓶在 20 ℃ 下校准,假设温度在 (20 ± 5) ℃ 变动,水的体积膨胀系数为 2.1 × 10⁻⁴/℃,玻璃的膨胀系数忽略不计,按 B 类不确定度评定,服从均匀分布,则由温度引起的标准不确定度为:

$$u_3(V_{100}) = \frac{\Delta V_{100}}{\sqrt{3}} = \frac{100.00 \times 5 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 0.061\text{ ml}$$

合成以上 3 项得出:

$$u(V_{100}) = \sqrt{u_1(V_{100})^2 + u_2(V_{100})^2 + u_3(V_{100})^2} = 0.12\text{ ml}$$

则 100 ml 容量瓶的相对不确定度为:

$$\frac{u(V_{100})}{V_{100}} = \frac{0.12}{100.00} = 0.001\,2$$

表 1 1 ml、2 ml、5 ml 和 10 ml 移液管的不确定度

移液管	校准		重复性标准	温度		合成不确定度	相对不
	20 ℃ 时容量允差//ml	标准不确定度//ml	不确定度//ml	体积差//ml	标准不确定度//ml	ml	确定度
1 ml	0.008	0.004 6	0.005 9	0.001 0	0.000 58	0.007 5	0.007 5
2 ml	0.010	0.005 8	0.007 2	0.002 1	0.001 2	0.009 3	0.004 6
5 ml	0.015	0.008 7	0.011 0	0.005 2	0.003 0	0.014 0	0.002 8
10 ml	0.020	0.012 0	0.014 0	0.010 0	0.005 8	0.019 0	0.001 9

合成以上几项不确定度分量,则由标准物质引入的不确定度为:

$$\frac{u(C_{\text{std}})}{C_{\text{std}}} = \sqrt{\left(\frac{u(C_{\text{标}})}{C_{\text{标}}}\right)^2 + 7\left(\frac{u(V_{100})}{V_{100}}\right)^2 + \left(\frac{u(V_1)}{V_1}\right)^2 + 3\left(\frac{u(V_2)}{V_2}\right)^2 + \left(\frac{u(V_5)}{V_5}\right)^2 + 2\left(\frac{u(V_{10})}{V_{10}}\right)^2} = 0.012$$

2.1.2 标准曲线拟合的不确定度。用 0.2、0.5、1.0、1.5、2.0 μg/ml 的系列钠标准溶液,用纯水作为试剂空白液校准吸光值,测定标准曲线(每个点重复测定 3 次),用最小二乘法拟合标准曲线,结果见表 2。

标准曲线方程为:

$$A = a + bC = 0.000\,3 + 0.093\,8C, R^2 = 0.999\,5$$

根据标准溶液配制时的质量浓度利用标准曲线求得吸光值的理论值 $a + bC_i$, 计算实际吸光值 A_i 与理论吸光值的残差(n 为标准溶液测定的总次数, $n=18$), 则按贝赛尔公式计算求得残差标准偏差:

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n [A_i - (a + bC_i)]^2}{n - 2}} = 0.001\,6$$

离均差和: $l_{xx} = \sum_{j=1}^n (C_j - \bar{C})^2 = 9.1$, 其中 $\bar{C}$ 为 6 个标准溶液配制浓度的平均值。

p 为样品测定的次数, 实际平行测量消化液 3 次, 则 $p = 3$, 测得消化液中钠的浓度 C_s 为 0.881 mg/L。则标准曲线拟合的标准不确定度为:

$$u(C_{sp}) = \frac{s}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(C_s - \bar{C})^2}{l_{xx}}} = 0.011 \text{ mg/L}$$

标准曲线拟合的相对不确定度为:

$$\frac{u(C_{sp})}{C_{sp}} = \frac{0.011}{0.881} = 0.012$$

表 2 标准曲线校准结果

钠标准溶液的 浓度//mg/L	吸光值 A			平均吸光值 A
	平行 1	平行 2	平行 3	
0	0	0	0	0
0.2	0.020 6	0.021 5	0.022 8	0.021 6
0.5	0.046 2	0.045 9	0.044 7	0.045 6
1.0	0.093 1	0.092 1	0.092 7	0.092 6
1.5	0.140 6	0.139 9	0.142 4	0.141 0
2.0	0.189 5	0.188 1	0.189 0	0.188 9

2.1.3 试剂空白的不确定度。由于所设仪器条件已将试剂空白液钠浓度直接从样品消化液钠浓度中扣除, 因此, 样品中钠浓度计算公式中没有直接体现试剂空白 C_0 。对试剂空白中的钠分别进行了 7 次独立试验, 所得的浓度 C_0 (mg/L) 分别为 0.146、0.122、0.137、0.140、0.126、0.149、0.128 mg/L, 平均值 $\bar{C}_0$ 为 0.135 mg/L, 标准偏差为 0.010 mg/L, 按 A 类不确定度评定, 则试剂空白的标准不确定度为:

$$u(\bar{C}_0) = \frac{0.010}{\sqrt{7}} = 0.003 7$$

试剂空白的相对不确定度为:

$$\frac{u(\bar{C}_0)}{\bar{C}_0} = \frac{0.003 7}{0.135} = 0.027$$

$$\frac{u_c(X)}{X} = \sqrt{\left[\frac{u(C_{std})}{C_{std}}\right]^2 + \left[\frac{u(C_{sp})}{C_{sp}}\right]^2 + \left[\frac{u(\bar{C}_0)}{\bar{C}_0}\right]^2 + \left[\frac{u(V_{100})}{V_{100}}\right]^2 + \left[\frac{u(k)}{k}\right]^2 + \left[\frac{u(m)}{m}\right]^2} = 0.032$$

则钠含量的标准不确定度为:

$$u_c(X) = 0.032X = 0.032 \times 17\ 627 = 564 \text{ mg/kg}$$

表 3 各分量的相对不确定度

分量名称	表示符号	相对不确定度
标准物质	$\frac{u(C_{std})}{C_{std}}$	0.012
标准曲线的拟合	$\frac{u(C_{sp})}{C_{sp}}$	0.012
试剂空白	$\frac{u(\bar{C}_0)}{\bar{C}_0}$	0.027
样品的称量	$\frac{u(m)}{m}$	0.000 12
样品消解液的定容	$\frac{u(V_{100})}{V_{100}}$	0.001 2
样品消解液的稀释	$\frac{u(k)}{k}$	0.001 2

2.1.4 样品的称量。所用电子天平的最大允许误差 $\pm 0.000 1 \text{ g}$, 按 B 类不确定度评定, 可认为服从均匀分布, 标准不确定度为:

$$u(m) = \frac{0.000 1}{\sqrt{3}} = 0.000 058 \text{ g}$$

样品的称样量为 0.499 8 g, 则相对标准不确定度为:

$$\frac{u(m)}{m} = \frac{0.000 058}{0.499 8} = 0.000 12$$

2.1.5 样品消解液的定容。试验过程中, 将消解液从消解罐转移至 100 ml 的容量瓶中并用纯水定容, 因此, 样品消解液定容的相对不确定度即为 100 ml 容量瓶的相对不确定度, 即样品定容的相对不确定度为:

$$\frac{u(V_{100})}{V_{100}} = \frac{0.12}{100.00} = 0.001 2$$

2.1.6 样品消解液的稀释。因样品的钠含量较高, 需要对定容后的样品溶液进行稀释后测定, 试验中将样液稀释了 100 倍, 即用 1 ml 的移液管移取样品消解液 1.00 ml 于 100 ml 的容量瓶中, 用纯水定容至刻度, k 为 100。1 ml 移液管的不确定度亦从校准、重复性和温度 3 个方面来评定, 结果如表 1 所示。样品稀释的标准不确定度为:

$$u(k) = \sqrt{u(V_{100})^2 + u(V_1)^2} = 0.12 \text{ ml}$$

则样品稀释的相对不确定度为:

$$\frac{u(k)}{k} = \frac{0.12}{100} = 0.001 2$$

2.2 合成标准不确定度 根据所做试验数据, 由“2.1.2”知 C_s 为 0.881 mg/L, 由“2.1.4”知 m 为 0.499 8 g, 由“2.1.5”知 V 为 100 ml, 由“2.1.6”知 k 为 100, 按照钠浓度的数学模型, 代入公式计算得出试验样品中钠含量为 17 627 mg/kg, 各分量的不确定度详见表 3。由于各分量是独立的, 因此可以使用合成的方法合成钠含量的相对不确定度:

2.3 扩展不确定度的评定 取包含因子 $k = 2$ (95% 的包含概率), 则 $U(X) = 2u_c(X) = 564 \times 2 = 1\ 128 \text{ mg/kg}$

测量结果可表示为:

$$X = (17\ 627 \pm 1\ 128) \text{ mg/kg}, k = 2$$

3 结论

从评定结果可以看出, 采用微波消解法对样品进行前处理, 利用空气-乙炔火焰原子吸收法测得黄豆酱中的钠含量为 17 627 mg/kg, 扩展不确定度为 1 128 mg/kg。测量结果的不确定度主要源于试剂空白、标准物质以及仪器测量时标准曲线的拟合; 而样品消解液的定容及稀释引入的不确定度次之; 样品的称量引入的不确定度最小。

对火焰原子吸收法测定黄豆酱中的钠测量结果进行不确定度分析及定量, 首先能了解样品中钠含量真值所处范围及其大小; 其次, 在日常检测工作中可以对影响测量不确定度的各因素, 尤其是主要因素, 如试剂空白、标准物质以及仪

96.7%、染料木甙 97.9%、大豆甙元 102.2%、染料木素 103.1%。

表 3 固相萃取法测定 4 种大豆异黄酮的回收率结果				
大豆异黄酮成分	加入值 μg/g	测定值 μg/g	回收率// %	平均回收率// %
大豆甙	65.33	66.76	102.2	96.7
	24.82	22.21	89.5	
	35.02	34.48	98.5	
染料木甙	62.29	58.96	94.7	97.9
	23.66	22.35	94.5	
	33.39	34.90	104.5	
大豆甙元	74.12	77.52	104.6	102.0
	28.16	29.96	106.4	
	39.73	38.02	95.70	
染料木素	77.93	82.84	106.3	103.1
	29.60	29.85	100.8	
	41.77	42.70	102.2	

2.9 发酵豆制品与豆制品原料的测定结果对比 选用 8 种经乳酸、霉菌发酵的豆制品及其豆原料依据该试验的方法进行测定,结果见表 4。可以看出,黄豆原料经发酵后,糖甙类物质基本转化为甙元,发酵豆制品中甙元物质丰富,对人体有很好的保健作用。

表 4 发酵豆制品与黄豆原料测定结果分析					
豆制品及原料	大豆甙	染料木甙	大豆甙元	染料木素	异黄酮总量 mg/kg
发酵豆豉 1	0	0	515.2	431.9	947.1
发酵豆豉 2	0	0	497.3	292.8	790.1
发酵豆豉 3	0	0	509.3	368.5	877.8
发酵豆豉 4	0	0	561.2	443.9	1 005.1
发酵豆豉 5	0	0	521.9	460.8	982.7
发酵豆豉 6	0	0	230.7	225.7	456.4
发酵豆豉 7	0	0	203.7	17.4	221.1
发酵豆豉 8	0	0	548.5	430.4	978.9
黄豆	357.9	402.8	22.9	12.9	773.6

(上接第 1177 页)

器测量时标准曲线的拟合等进行严格控制,尽最大可能降低测量结果的不确定度,提高测量结果的准确性,以利于预包装食品营养标签中核心营养素钠含量的准确标示。除此之外,对不同生产批次的样品,多次测量取平均值,也是营养标签钠含量准确标示的关键。

参考文献

[1] 中华人民共和国卫生部. GB 28050-2011 食品安全国家标准 预包装食品营养标签通则[S]. 北京:中国标准出版社,2011.
[2] 叶德培,赵峰,施昌彦,等. JJF 1059.1-2012 测量不确定度评定与表示[S]. 北京:中国标准出版社,2012.
[3] 中国预防医科学院营养与食品所. GB/T 5009.91-2003 食品中钾、钠的

3 讨论

发酵豆制品经微生物降解后,杂质多,在色谱柱上不易完全分离,且对色谱柱损耗大。该试验选用固相萃取,能很好地除去样品中的杂峰,使样品中目标成分能很好地分离,同时降低液相色谱柱的使用损耗。该试验采用梯度洗脱同时测定 4 种大豆异黄酮,能很好地分离大豆甙与甙元,为准确测定 4 种大豆异黄酮提供了检测依据。

通过对发酵豆制品在发酵前后的对比测定表明,豆制品经发酵后,糖甙类物质能很好地转化为甙元,更容易被人体吸收,是一类很好的保健食品。

参考文献

[1] 刘涛,刘宁. 食品中大豆异黄酮的 HPLC 法测定[J]. 哈尔滨商业大学学报:自然科学版,2006,22(2):47-49.
[2] 孟橘,倪芳妍,夏天文. 大豆异黄酮测定方法的研究[J]. 中国油脂,2010,35(3):78-79.
[3] 姚占静,郭睿,李宁. 大豆与大豆芽中异黄酮提取工艺研究[J]. 大豆科学,2008,27(2):357-360.
[4] 龚丽,郝淑娟,潘珂,等. 腐乳后发酵过程大豆异黄酮含量与存在形式的研究[J]. 食品工业科技,2004,25(4):69-71.
[5] 张晨,杨晓泉,孔慧清,等. 不同加工条件下大豆异共酮组分稳定性的研究现状[J]. 大豆科学,2006,25(1):73-80.
[6] 马兵纲,郝青南,马超. 大豆异黄酮分离检测及保健功效的研究[J]. 食品与生物技术学报,2008,27(6):6-13.
[7] 史桂玲,马欣,杨军,等. 豆制品中大豆异黄酮的含量比较[J]. 华西药学杂志,2006,21(3):305-306.
[8] 殷丽君,李里特,李再贵,等. 采用 HPLC 技术快速检测发酵大豆制品中异黄酮的含量[J]. 食品科学,2002,23(2):100-103.
[9] 孙体健,王浩江,曹晓峰,等. 发酵法水解大豆异黄酮提取条件的研究[J]. 食品研究与开发,2006,27(4):11-12.
[10] 王磊,赵伟. 用高效液相色谱法测定大豆发酵制品中的异黄酮[J]. 江苏农业科学,2011,39(5):408-410.
[11] 周光明,李艳艳,辛丹敏. HPLC 法测定绿豆芽中四种大豆异黄酮的含量[J]. 食品研究与开发,2010,31(8):98-102.
[12] 王华林. 超高效液相色谱法测定大豆异黄酮的含量[J]. 安徽农业科学,2009,37(31):15104,15188.
[13] 谷岩,崔松林,于辅超,等. 反相高效液相色谱法测定大豆异黄酮中 5 种组分[J]. 辽宁化工,2009,38(5):348-349.
[14] 陈凤春,刘忠文,张亦红,等. 快速溶剂萃取-液相色谱法测定食品中大豆异黄酮的含量[J]. 营养学报,2010,32(4):393-396.
[15] 李侠,刘振春,马娜,等. 微波辅助乙醇提取大豆异黄酮的工艺研究[J]. 安徽农业科学,2011,39(34):21335-21337.

测定[S]. 北京:中国标准出版社,2003.
[4] 王竹天. 食品卫生检验方法(理化部分)注解[M]. 北京:中国标准出版社,2008:246-251.
[5] 吴春敏. 原子吸收法和原子发射法测定奶粉中钠的比较[J]. 畜牧与饲料科学,2009,30(3):83-84.
[6] 刘波. 火焰原子吸收光谱法测定食用油脂中钠含量[J]. 理化检验-化学分册,2012,48(12):1444-1449.
[7] 吕光,商博东. 高压消解-火焰原子吸收法同时测定婴幼儿奶粉中钾钠及空白控制[J]. 中国卫生检验杂志,2013,23(2):515-516.
[8] 包先金. 次灵敏线火焰原子吸收法测定食品中钠钾镁的含量[J]. 中国卫生检验杂志,2013,23(11):2554-2555.
[9] 陈妙兰. 火焰原子吸收光谱法测定腊肠中钠含量的不确定度[J]. 生命科学仪器,2013,11(6):31-33.
[10] 陶颜娟,周昆,曹建平. 微波消解-石墨炉法测定雪菜铅的不确定度评定[J]. 食品工业科技,2012,33(10):88-104.