

微波消解-原子吸收法测定小麦粉中镉的不确定度评定

郭智广, 张颖, 宋延娟, 段鹿梅, 邵利锋, 徐为霞* (郑州市农产品质量检测流通中心, 河南郑州 450006)

摘要 [目的] 评定微波消解-原子吸收法测定小麦粉中镉的不确定度。[方法] 按照《GB 5009.15—2014 食品安全国家标准 食品中镉的测定》的要求, 采用微波消解-原子吸收分光光度法测定小麦粉中镉含量, 根据该测量过程建立的数学模型, 从样品称量、样品溶液定容、标准溶液的配制、标准曲线的拟合、样品的重复测定、回收率等方面进行不确定度分析计算。[结果] 小麦粉样品中的镉含量为 0.142 mg/kg, 扩展不确定度为 0.010 5 mg/kg, $k=2$ 。[结论] 测量过程中不确定度主要来源于样品消解回收率和标准曲线的拟合。

关键词 微波消解-原子吸收法; 小麦粉; 镉; 不确定度; 评定

中图分类号 TS 207.3 文献标识码 A

文章编号 0517-6611(2019)17-0210-04

doi: 10.3969/j.issn.0517-6611.2019.17.060

开放科学(资源服务)标识码(OSID):



Evaluation of Uncertainty in Determination of Cadmium in Wheat Flour by Microwave Digestion-Atomic Absorption Spectrometry
GUO Zhi-guang, ZHANG Ying, SONG Yan-juan et al (Zhengzhou Agricultural Products Quality Inspection and Distribution Center, Zhengzhou, Henan 450006)

Abstract [Objective] The research aimed to evaluate the uncertainty of determination of cadmium in wheat flour by microwave digestion-atomic absorption spectrometry. [Method] According to the requirements of GB 5009.15-2014 National Food Safety Standard for Determination of Cadmium in Foods, the content of cadmium in wheat flour was determined by microwave digestion-atomic absorption spectrophotometry. According to the mathematical model established by the measurement process, the uncertainty analysis was performed from the aspects of sample weighing, sample solution constant volume, standard solution preparation, standard curve fitting, sample repeat determination and recovery rate. [Result] The cadmium content in the wheat flour sample was 0.142 mg/kg, and the spreading uncertainty was 0.010 5 mg/kg, $k=2$. [Conclusion] The uncertainty in the measurement process mainly comes from the fitting of the standard curve and the sample digestion recovery rate.

Key words Microwave digestion-atomic absorption spectrometry; Wheat flour; Cadmium; Uncertainty; Evaluation

近 30 年来,随着我国工业化进程的加速和社会经济的快速发展,农田土壤污染和质量下降问题日趋突出。2014 年 4 月国家环境保护部与国土资源部联合发布的《全国土壤污染状况调查公报》显示,我国耕地土壤镉污染点位超标率达 7.0%,耕地土壤镉污染会导致农产品镉含量超标^[1]。小麦是人类最重要的食物和营养来源之一,是食品安全监测的重点。近年来,国内已发生了镉大米、镉小麦等镉污染相关的事件。长期食用镉含量超标的食物会影响人的骨骼,导致骨质疏松,肾脏功能也会受到影响,对人体健康造成严重危害^[2-3]。

测量不确定度是现代误差理论的重要内容,用不确定度来评价测量结果的质量是较为可靠的方法^[4],不确定度的评估是国际检测实验室互认和通用准则接轨的基础,是评定测量结果质量的一个重要指标^[5]。基于不确定度的评定结果,检验人员在检验过程中可重点关注产生测量不确定度的环节,并尽量降低测量不确定度的形成^[6]。笔者通过对测量中各参数进行不确定度来源分析,找出对检测结果影响较大的不确定度分量,对提高实验室检测质量具有十分重要意义。

1 材料与与方法

1.1 材料与试剂 小麦(某专项抽检样品);镉标准溶液(1 000 mg/L, GSB 04-1721-2004),国家有色金属及电子材料分析测试中心;国家标准物质——湖南大米 GBW10045 (GSB-23);硝酸、双氧水,均为苏州晶瑞化学有限公司

UP 级。

1.2 仪器与设备 石墨炉原子吸收分光光度计(德国耶拿 ZEEnit-700P);微波消解仪(美国 CEM 公司 MARS);XP204 电子天平(精密度 0.0001,梅特勒-托利多)。

1.3 试验方法

1.3.1 试样处理。将小麦粉样品于 80 °C 烘干 3 h 后,置于干燥器中冷却至室温后,准确称取小麦粉样品(视为干燥、均匀)约 0.250 0 g(精确至 0.000 1 g),于微波消解罐中,加入 7 mL 浓硝酸和 1 mL 过氧化氢,进行微波消解。消解液赶酸至 1 mL 左右后,纯水定容至 25 mL 容量瓶中。同时做试剂空白。全程采用湖南大米国家标准物质做质控样。

1.3.2 仪器条件。灯电流 6 mA,波长 228.8 nm,狭缝 0.2 nm,背景矫正方式为塞曼。

1.3.3 标准曲线绘制及试样测定。将镉标准溶液用 0.5 mol/L 的硝酸溶液逐级稀释成浓度 2.00 ng/mL 的镉标准使用溶液(母液)。再由仪器自动稀释成 0、0.4、0.8、1.2、1.6、2.0 ng/mL 的镉系列标准溶液,基体改进剂使用 20 g/L 的磷酸二氢铵溶液,进样体积为 3 μ L,用测得吸光度对镉的浓度绘制标准曲线。对未知浓度试样溶液进行测定,利用该线性方程求出样品中镉含量。

2 结果与分析

2.1 不确定度来源分析 根据测量不确定度的一般评定步骤以及测定过程,分析对测量结果有影响的不确定度分量来源,如图 1。具体引入不确定度的来源包括测量重复性、样品称量、样品溶液定容、仪器稳定性、标准系列的配制、标准曲线的拟合、样品溶液的测定、样品空白、消解回收率。

作者简介 郭智广(1975—),男,河南辉县人,农艺师,从事农产品质量安全检测工作。*通信作者,高级农艺师,硕士,从事农产品质量安全检测工作。

收稿日期 2019-02-18

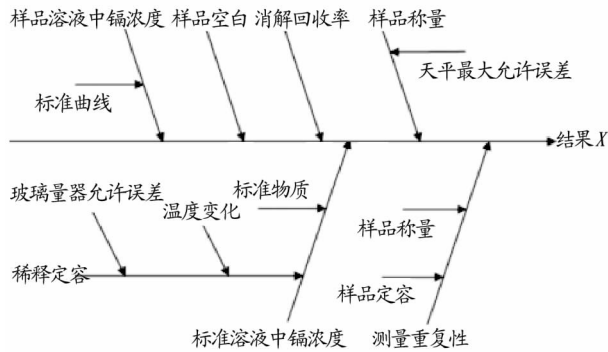


图1 不确定度来源分析

Fig.1 Analysis of uncertainty sources

2.1.1 测量重复性。测量重复性是在相同测量方法、相同观测者、相同测量仪器、相同场所、相同工作条件、短时间内,对同一被测量指标连续测量所得结果之间的一致程度。每次重复测试的结果波动均会引入不确定度,来源包括样品称量、样品溶液定容、仪器波动以及人员操作等重复性操作。为避免重复引入,该试验过程将天平称量、移液、定容体积重复性等几个分量合并为总测量过程的一个分量,由测定结果重复性表示^[7]。

2.1.2 样品称量。样品称量引入的不确定度包括天平最大允许误差和天平重复称量的波动性(该因素合并于测量重复性)。

2.1.3 样品溶液定容。样品溶液定容引入的不确定度包括容量瓶的允许误差、操作过程中的温度变化、定容的随机性(该因素合并于测量重复性)。

2.1.4 仪器稳定性。仪器稳定性引入的不确定度参见仪器检定证书给出的不确定度。

2.1.5 标准曲线绘制。标准曲线绘制引入的不确定度包括标准物质证书给出的镉标准溶液(1 000 mg/L)的相对不确定度、稀释过程中容量瓶和吸量管的允许误差、操作过程中的温度变化、量器定容、移取的随机性(该因素合并于测量重复性)、进样器自动稀释(合并于仪器稳定性)。

2.1.6 样品溶液的测定。通过标准曲线拟合方程求得样品溶液中镉浓度,由标准曲线拟合引入的不确定度。

2.1.7 样品空白。根据以往的检测经验,把空白溶液的波动性对检测结果的影响作为由样品空白测定引入的相对标准不确定度^[7]。

2.1.8 消解回收率。消解回收率主要来源于样品消解、转移过程中的损失或污染,以及在测定时可能产生的基体干扰^[7]。

2.2 建立数学模型 小麦粉中镉含量由下式计算得出:

$$X = \frac{(C - C_0) \times V}{m \times R \times 1\,000} \quad (1)$$

测定按照 GB 5009.15—2014《食品安全国家标准食品中镉的测定》^[1]中的石墨炉原子吸收法进行,式(1)中, X 为小麦粉中的镉含量(mg/kg); C 为测定小麦粉上机液中的镉含量(ng/mL); C_0 为测定空白溶液中的镉含量(ng/mL); V 为小麦粉消化液定容总体积(mL); m 为称量小麦粉的质量

(g); R 为回收率(%);1 000为转换系数。

2.3 各分量不确定度的评定

2.3.1 测量重复性引入的相对标准不确定度 $U_{rel}(1)$ 。准确称取小麦粉样品9份,测定其中的镉含量,结果见表1,精密度的为2.36%。按A类评定:测量重复性的标准不确定度可用 n 次测量结果算术平均值的标准偏差来表示^[8],即 $u_1 = S(x)/\sqrt{n} = 0.003\,35/\sqrt{9} = 1.12 \times 10^{-3}$ mg/kg。测量重复性的相对标准不确定度: $U_{rel}(1) = u_1/c = 1.12 \times 10^{-3}/0.142 = 7.89 \times 10^{-3}$ 。

表1 9次重复测定镉含量结果

Table 1 Results of 9 repeated measurements of cadmium content

重复 Repeat	吸光度 Absorbance	浓度 Concentration ng/mL	镉含量 Cadmium content mg/kg
1	0.034 96	1.536	0.140
2	0.034 64	1.523	0.139
3	0.034 53	1.518	0.138
4	0.034 74	1.527	0.139
5	0.035 27	1.549	0.141
6	0.036 60	1.605	0.147
7	0.035 95	1.578	0.145
8	0.036 43	1.598	0.146
9	0.035 74	1.569	0.143
平均值 Mean value		1.556	0.142
$S(c_i)$		0.032 90	0.003 35
RSD//%		2.11	2.36

2.3.2 样品称量的引入相对不确定度 $U_{rel}(2)$ 。采用XP204(分辨率为0.000 1 g,梅特勒-托利多)分析天平进行称量,校准证书给出的扩展不确定度为0.000 2 g,按均匀分布,即 $u(m_0) = 0.000\,2/\sqrt{3} = 1.15 \times 10^{-4}$ g,样品称量由2次称取完成(空罐和样品),则天平质量最大误差引入的不确定度为 $u(m) = \sqrt{2}u(m_0) = 1.63 \times 10^{-4}$ g,因此,称量0.25 g样品质量的引入相对不确定度为 $U_{rel}(2) = 1.63 \times 10^{-4}/0.25 = 6.52 \times 10^{-4}$ 。

2.3.3 样品溶液定容引入的相对不确定度 $U_{rel}(3)$ 。试样消化溶液定容至25 mL容量瓶(A级)的相对不确定度 $U_{rel}(3)$ 包括两部分:①25 mL容量瓶(A级)的容量允差为 ± 0.03 mL^[9], $k = \sqrt{6}$ (按三角分布),按B类评定,所以 $u_{31} = 0.03/\sqrt{6} = 0.012$ mL;②假设温差为 ± 3 °C,水在20 °C的膨胀系数为 2.1×10^{-4} °C,产生的体积变化为 $\pm(25 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}) = 0.015\,8$ mL,按B类评定,假定温度变化为矩形分布, $k = \sqrt{3}$,则温度不同引起的体积不确定度为 $u_{32} = 0.015\,8/\sqrt{3} = 0.009\,1$ mL,定容的相对不确定度为 $U_{rel}(3) = \sqrt{0.012^2 + 0.009\,1^2} = 6.02 \times 10^{-4}$ 。

2.3.4 标准溶液配制引入的相对不确定度 $U_{rel}(4)$ 。标准曲线绘制及试样测定:用1 mL单标线吸量管准确吸取镉标准溶液1 mL于100 mL容量瓶(A级)中,用0.5 mol/L的硝酸溶液定容,得到浓度为10 mg/L的镉标准中间溶液;再用1 mL单标线吸量管准确吸取镉标准中间溶液(10 mg/L)1 mL于100 mL容量瓶(A级)中,用0.5 mol/L的硝酸溶液定容,得到浓度为0.1 mg/L的镉标准使用溶液;再次用1 mL

单标线吸量管准确吸取镉标准使用溶液(0.1 mg/L) 1 mL于50 mL容量瓶(A级)中,用0.5 mol/L的硝酸溶液定容,得到浓度为2 ng/mL的镉标准使用溶液。

2.3.4.1 标准溶液引入的不确定度 U_{41rel} 。镉单元素标准溶液(1 000 mg/L)给出的不确定度:0.7%(扩展不确定度), $k=2$,按B类评定,则相对标准不确定度: $U_{41rel} = 7.0 \times 10^{-3}/2 = 3.5 \times 10^{-3}$ 。

2.3.4.2 1 mL单标线吸量管引入的相对不确定度 U_{42rel} 。3次使用1 mL单标线吸量(A级)管配制镉标准使用溶液(0.1 mg/L)引入的标准不确定度 u_{42} :①1 mL单标线吸量(A级)的允差为 ± 0.007 mL^[9],按B类评定, $k=\sqrt{3}$ (按均匀分布),所以 $u_{421} = 0.007/\sqrt{3} = 4.0 \times 10^{-3}$ mL。②温度对1 mL单标线吸量(A级)体积的影响引入的标准不确定度 u_{422} 。假设温差为 ± 3 °C,水在20 °C的膨胀系数为 2.1×10^{-4} °C⁻¹,产生的体积变化为 $(1 \times 3 \times 2.1 \times 10^{-4}) = 0.00063$ mL,假定温度变化为矩形分布, $k=\sqrt{3}$,则温度不同引起的体积不确定度为 $u_{422} = 0.00063/\sqrt{3} = 0.00036$ mL。则合成相对标准不确定度 $U_{42rel} = u_{42}/V = \sqrt{3 \times (0.0040^2 + 0.00036^2)}/1 = 6.96 \times 10^{-3}$ 。

2.3.4.3 100、50 mL容量瓶定容引入的相对不确定度 U_{43rel} 、 U_{44rel} 。参照“2.3.3”的计算方法,2次使用100 mL容量瓶(A级)引入的相对不确定度为 $U_{43rel} = \sqrt{2 \times (0.0408^2 + 0.0364^2)}/100 = 7.73 \times 10^{-4}$ 。使用50 mL容量瓶(A级)引入的相对不确定度为 $U_{44rel} = \sqrt{2 \times (0.0204^2 + 0.0182^2)}/50 = 5.47 \times 10^{-4}$ 。所以标准溶液配制过程引入的合成相对不确定度为 $U_{rel}(4) = \sqrt{U_{41rel}^2 + U_{42rel}^2 + U_{43rel}^2 + U_{44rel}^2} = 7.85 \times 10^{-3}$ 。

2.3.5 样品空白引入的不确定度 $U_{rel}(5)$ 。样品空白溶液中镉浓度反映了样品在前处理过程中受到污染的情况,平行测定的6个空白样品中均有镉检出,详见表2。因此,将样品空白溶液中检出的镉浓度的标准偏差作为其由样品空白变动性引入的标准不确定度为 $u_5 = 0.0052$ ng/mL。

平行测定9份样品溶液中镉浓度的平均值为1.56 ng/mL(表1),因此由样品空白变动性引入的相对标准不确定度为 $U_{rel}(5) = 0.0052/1.56 = 3.33 \times 10^{-3}$ 。

表2 样品空白测定结果

Table 2 Measurement results of sample blanks

序号 No.	吸光度 Absorbance	浓度 Concentration//ng/mL
1	0.00155	0.1324
2	0.00149	0.1298
3	0.00168	0.1378
4	0.00136	0.1224
5	0.00152	0.1311
6	0.00169	0.1382
平均值 Mean value	0.00155	0.1323
SD	0.00012	0.0052
RSD//%	7.74	3.93

2.3.6 标准曲线拟合相对标准不确定度 $U_{rel}(6)$ 。标准曲线的拟合方程为 $y = 0.0237x - 0.0015$, $a = 0.0237$, $b = -0.0015$, $r = 0.9958$,标准曲线的剩余标准差是根据JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》^[8]中贝塞尔公式计算:

$$S(y) = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n |y_i - (a + bx_i)|^2}{n-2}} = 1.11 \times 10^{-3}$$

$$S(x_p) = \frac{S(y)}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{n} + \frac{(c_0 - \bar{c})^2}{\sum_{i=1}^n (c_i - \bar{c})^2}} = 3.53 \times 10^{-2}$$

式中, $S(y)$ 为标准曲线的剩余标准差; p 为小麦粉样品溶液的测定次数, $p=9$; b 为标准曲线的斜率, $b=0.0237$; a 为校准曲线的截距, $a=-0.0015$; n 为标准溶液(含空白)测量次数, $n=18$; c_i 为镉标准系列各点浓度; \bar{c} 为镉标准系列浓度均值, $\bar{c}=1.00$; c_0 为样品溶液中镉浓度;计算结果如表3所示。

标准曲线拟合引入的标准不确定度 $U_{rel}(6)$,由标准工作曲线求得 $X_p = 1.56$ ng/mL,引入的相对不确定度为 $U_{rel}(6) = S(X_p) = S(x_p)/X_p = 2.26 \times 10^{-2}$ 。

表3 标准曲线参数及测得的吸光度

Table 3 Standard curve parameters and measured absorbance

序号 No.	浓度 Concentration//ng/mL	吸光度 Absorbance			理论值 Theoretical value	残差 Residual		
		1	2	3		1	2	3
1	0	-0.00059	-0.00060	-0.00058	-0.00150	0.00091	0.00090	0.00092
2	0.4	0.00795	0.00787	0.00790	0.00798	-0.00003	-0.00011	-0.00008
3	0.8	0.01711	0.01712	0.01707	0.01746	-0.00035	-0.00034	-0.00039
4	1.2	0.02563	0.02565	0.02558	0.02694	-0.00131	-0.00129	-0.00136
5	1.6	0.03548	0.03542	0.03547	0.03642	-0.00094	-0.00100	-0.00095
6	2.0	0.04783	0.04753	0.04759	0.04590	0.00193	0.00163	0.00169

2.3.7 消解回收率引入的相对不确定度 $U_{rel}(7)$ 。由于试样消解不完全或消解过程中导致镉得损失或者污染等,使得小麦粉试样中的镉不能100%进入到测定液中,质控样湖南大米检出结果分别为0.181、0.189、0.196 mg/kg,质控回收率分别为94.7%、98.4%、104.0%。试样回收率的不确定度按照JJF 1059.1—2012《测量不确定度评定与表示》计算,被测量

可能值区间的半宽为 $(104.0\% - 94.7\%)/2 = 4.65\%$ 。按矩形分布, $U_{rel}(6) = 4.65\%/\sqrt{3} = 0.0268$ 。

2.3.8 仪器稳定性引入的相对不确定度 $U_{rel}(8)$ 。仪器检定证书给出的仪器不确定度为1.3%,按均匀分布,所以由仪器稳定性引入的相对不确定度为 $U_{rel}(8) = 1.3\%/\sqrt{3} = 0.75\%$ 。

2.3.9 小麦粉中镉的总相对合成标准不确定度。由 U_{rel}

(1)、 $U_{rel}(2)$ 、 $U_{rel}(3)$ 、 $U_{rel}(4)$ 、 $U_{rel}(5)$ 、 $U_{rel}(6)$ 、 $U_{rel}(7)$ 、 $U_{rel}(8)$ (表 4)组成的镉的总相对合成标准不确定度,各分量之间彼此独立或不相关。因此, $U(\bar{X})=\sqrt{\sum_{i=1}^n(U_{rel}(i))^2}=3.69\times 10^{-2}$, 式中, n 为不确定度分量个数, $n=8$ 。

表 4 各分量的相对标准不确定度

Table 4 Relative standard uncertainty of each component

序号 No.	分量 Component	相对标准不确定度 Relative standard uncertainty
1	测量重复性 $U_{rel}(1)$	7.89×10^{-3}
2	样品称量 $U_{rel}(2)$	6.52×10^{-4}
3	消化液定容 $U_{rel}(3)$	6.02×10^{-4}
4	标准溶液配制 $U_{rel}(4)$	7.85×10^{-3}
5	样品空白 $U_{rel}(5)$	3.33×10^{-3}
6	标准曲线拟合 $U_{rel}(6)$	2.26×10^{-2}
7	消解回收率 $U_{rel}(7)$	2.68×10^{-2}
8	仪器稳定性 $U_{rel}(8)$	7.50×10^{-3}

2.3.10 扩展不确定度评定镉测定的合成标准不确定度。由以上分析得出 $U_{rel}(\bar{X})\times\bar{X}=3.69\times 10^{-2}\times 0.142=0.00524$ 。置信概率取 $P=95\%$ 时,包含因子 $k=2$,则扩展不确定度为 $U=0.00524\times 2=0.0105$ 。

2.3.11 测定结果。样品镉浓度 $C_{\text{镉}}$ 最终测定结果为 $C_{\text{镉}}=(0.142\pm 0.0105)\text{mg/kg}(k=2)$ 。

3 结论与讨论

影响测定结果的不确定度主要来源于样品消解回收率

和标准曲线拟合 2 个方面,测量重复性、仪器稳定性、标准溶液的配制、样品空白也对检测结果有较大影响,样品称量和消化溶液定容引入的不确定度相对较小。所以样品消解过程中应控制好样品量,选好消解升温程序,控制好赶酸温度,既要保证样品消解完全,又要保证待测物质不损失;尽量选用国家有证标准物质,定期做好期间核查,配制标准溶液要选用经过检定的 A 级玻璃量器;测量过程中必须认真做好每个环节的质量控制,做好精密度、稳定性、重复性和加标回收试验,确保检测结果的准确可靠。

参考文献

- [1] 中华人民共和国国家卫生和计划生育委员会. 食品中镉的测定:GB 5009.15—2014[S]. 北京:中国标准出版社,2014.
- [2] 环境保护部,国土资源部. 全国土壤污染状况调查公报[EB/OL]. (2014-04-17)[2018-12-20]. http://www.gov.cn/foot/2014-04/17/content_2661768.htm.
- [3] 邓新,温璐璐,迟鑫妹. 镉对人体健康危害及防治研究进展[J]. 中国医疗前沿,2010,5(10):4-5.
- [4] 刘烨潼,陈秋生,张强,等. 食用菌重金属污染对人体的健康风险分析[J]. 湖北农业科学,2015,54(2):440-443.
- [5] 李倩. 浅谈测量不确定度的意义及其在实验室质量管理中的应用[J]. 科技创新与应用,2015(14):176-177.
- [6] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估指南[M]. 北京:中国计量出版社,2002:4-5.
- [7] 苏祖俭,胡曙光,蔡文华,等. 高效液相色谱-电感耦合等离子体质谱法测定大米中无机砷的不确定度评定[J]. 食品安全质量检测学报,2018,7(14):3603-3610.
- [8] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 测量不确定度评定与表示:JJF 1059.1—2012[S]. 北京:中国标准出版社,2013.
- [9] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 常用玻璃量器检定规程:JJG 196—2006[S]. 北京:中国计量出版社,2007.
- [10] 分布[J]. 湛江海洋大学学报,2000,20(3):75-79.
- [11] NISHIGAWA T, NAGAMACHI S, CHOWDHURY V S, et al. Taurine and β -alanine intraperitoneal injection in lactating mice modifies the growth and behavior of offspring[J]. Biochemical and biophysical research communications, 2018, 495(2):2024-2029.
- [12] LI M, REYNOLDS C M, SLOBODA D M, et al. Maternal taurine supplementation attenuates maternal fructose-induced metabolic and inflammatory dysregulation and partially reverses adverse metabolic programming in offspring[J]. The journal of nutritional biochemistry, 2015, 26(3):267-276.
- [13] 佩利特 P L, 扬 V R. 蛋白质食物的营养评价[M]. 北京:人民卫生出版社,1984:35-70.
- [14] 周建设, 王万良, 朱挺兵, 等. 黑斑原肌肉营养成分与品质评价[J]. 水产科学, 2018, 37(6):775-780.
- [15] 代文婷, 李爱军, 郑楠, 等. 亮氨酸水平对奶牛乳腺上皮细胞增殖及 κ -酪蛋白合成相关基因表达的影响[J]. 动物营养学报, 2015, 27(5):1559-1566.
- [16] 陈璐, 赵艳丽, 郭晓宇, 等. 赖氨酸对奶牛乳腺上皮细胞内乳蛋白合成相关基因表达和蛋白磷酸化的影响[J]. 动物营养学报, 2018, 30(8):3142-3150.

(上接第 209 页)

- [5] 赵巧灵. 紫贻贝多糖提取分离、结构鉴定及其生物活性的初步研究[D]. 杭州:浙江工商大学,2010:33.
- [6] 李莉. 文蛤多糖的提取纯化、结构分析及抗氧化、免疫活性初步研究[D]. 无锡:江南大学,2015:8-9.
- [7] 赵亭亭, 张岩, 陈超, 等. 3 种养殖石斑鱼的肌肉营养成分分析与品质评价[J]. 渔业科学进展, 2018, 39(6):89-96.
- [8] 叶蕾, 张文, 阎洁, 等. 东海中华小公鱼的营养成分分析及营养评价[J]. 营养学报, 2018, 40(5):512-514.
- [9] 周海. 脂肪在中华鳄鱼性腺发育过程中的作用及其相关机制研究[D]. 武汉:华中农业大学,2018:15.
- [10] MCGURK M D, GREEN J M, MCKONE W D, et al. Condition indices energy density and water lipid content of Atlantic herring (*Clupea harengus harengus*) of southeastern Newfoundland Canada[J]. Can Tech Rep Fish Aquat Sci, 1980, 958:1-41.
- [11] 王竹清, 张凯, 侯虎, 等. 皱纹盘鲍性腺多糖的提取及其体内免疫调节活性研究[J]. 中国海洋药物, 2015, 34(2):34-38.
- [12] 马之明, 徐实怀, 陈怡飏, 等. 真鲷肌肉营养成分及氨基酸含量分析[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(2):1059-1061.
- [13] 谭乐义, 章超桦, 薛长湖, 等. 牛磺酸的生物活性及其在海洋生物中的