

芹菜粉中总膳食纤维标准物质的研制

张雪松, 高慧宇, 王国栋, 王 竹*

(中国疾病预防控制中心营养与健康所, 北京 100050)

摘 要: 目的 使用芹菜粉研制天然食品中总膳食纤维标准物质。**方法** 经冷冻干燥、混匀、分装制备了芹菜粉中总膳食纤维标准物质。采 *F*-检验评价标准物质的均匀性, 采用 *T* 检验(*t*-test)评价标准物质的长期和短期稳定性, 6 家实验室统一采用酶重量对芹菜粉中总膳食纤维进行定值, 并对定值结果进行了不确定度评估。

结果 芹菜粉标准物质均匀性、稳定性均符合标准物质定值技术要求。芹菜粉中总膳食纤维标准物质定值结果为 (29.9 ± 2.3) g/100 g, $k=2$ 。**结论** 该标准物质可用于天然食品中总膳食纤维的日常检测的质量控制。

关键词: 总膳食纤维; 标准物质; 芹菜粉; 酶重量法

Preparation for reference material of total dietary fiber in celery powder

ZHANG Xue-Song, GAO Hui-Yu, WANG Guo-Dong, WANG Zhu*

(China Nation Institute for Nutrition and Health, Chinese Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100050, China)

ABSTRACT: Objective To prepare the reference material of total dietary fiber in celery powder. **Methods** The reference material of total dietary fiber in celery powder was prepared by freeze-drying, mixing and repacking. *F*-test was used to evaluate the uniformity of the reference material, and *t*-test was used to evaluate the long-term and short-term stability of the reference material. The enzymatic gravimetric method was used to determine standard value of the total dietary fiber in 6 laboratories, and the uncertainty of the results was evaluated. **Results** The uniformity and stability of celery powder met the technical requirements of reference material. The value of total dietary fiber in celery powder was (29.9 ± 2.3) g/100 g, $k=2$. **Conclusion** The reference material can be used for the quality control of daily detection of total dietary fiber in natural food.

KEY WORDS: total dietary fiber; reference material; celery powder; enzymatic gravimetric method

1 引 言

近年来, 膳食纤维作为具有重要生理作用的营养物质为公众所熟知, 膳食纤维是指在植物中天然存在的、提取或合成的碳水化合物聚合物, 其聚合度 ≥ 3 , 不能被人体小肠消化吸收, 对人体有健康意义^[1]。膳食纤维具有刺激胃肠蠕动、有利于粪便的排出、控制体重和减肥、降

低血糖和胆固醇、预防 2 型糖尿病、降低心血管疾病风险、作为益生元促进肠道菌群的发育等众多促进健康的作用^[2-6]。我国居民膳食纤维的适宜摄入量为 25~30 g/d^[7], 主要来源于蔬菜、谷物、水果等天然食品, 其中有 36.3% 的不溶性膳食纤维来源于蔬菜^[8,9]。

随着膳食纤维定义的不断演化, 其检测方法也在不断发展^[10], 目前有中性洗涤剂法、酶重量法、酶重量-液相

基金项目: 国家卫生健康委员会食物成分监测项目

Fund: Supported by National Food Nutrition Surveillance, National Health Commission of the People's Republic of China

*通讯作者: 王竹, 教授, 主要研究方向为营养与食品卫生学。E-mail: wzblue@163.com

*Corresponding author: WANG Zhu, Professor, National Institute for Nutrition and Health, Chinese Center for Disease Control and Prevention, Beijing 100050, China. E-mail: wzblue@163.com

色谱法等^[11],且不同方法之间由于测定原理的不同,存在较大的差异,2014 年我国修订并实施了 GB 5009.88-2014《食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》^[12],确定采用酶重量法测定天然食品中的总膳食纤维。而目前我国食物成分表中膳食纤维数据多采用中性洗涤剂法,因此在我国食物成分监测项目中,需要采用酶重量法更新我国食品中总膳食纤维含量数据。由于酶重量法试样经酶解、沉淀、抽滤等步骤,还需测定灰分和蛋白质含量后计算得到总膳食纤维含量,实验流程长且操作复杂,可能会导致实验结果出现偏差,而且在食物成分监测工作中,需要全国多个实验室协同完成天然食品的采集和膳食纤维含量的测定,为保证不同实验室检测结果的一致性,需要基质相同的标准物质进行质量控制,但目前我国还没有关于天然食品中总膳食纤维的标准物质。为了满足食物成分监测的需要,本研究选择了总膳食纤维含量丰富的芹菜,按照国家质量技术监督局对标准物质制备的相关要求^[13,14],进行芹菜粉中总膳食纤维标准物质的研制。该标准物质可以在我国食物成分监测以及其他相关膳食纤维检测项目中,用于实验室的能力验证和测定结果的质量控制,从而逐步完善我国食物中膳食纤维含量的数据,为膳食纤维摄入量、功能评价等科学研究提供准确的基础数据。

2 材料与方法

2.1 仪器与试剂

FOSS Fibertec system 膳食纤维测定仪(包括 1023 Filtration Module 真空抽滤装置和 1024 Shaking water bath 恒温振荡水浴箱)、Kjetec2300 全自动凯氏定氮仪(丹麦福斯公司)。

总膳食纤维标准物质(强化早餐谷物 SRM 3233,美国国家标准与技术研究院)。

95%乙醇、丙酮、石油醚(沸程 30~60 °C)、氢氧化钠、重铬酸钾、三羟甲基氨基甲烷(Tris)、2-(N-吗啉代)乙烷磺酸[2-(N-morpholino)ethanesulfonic acid, MES]、冰乙酸、盐酸等(分析纯,中国国药试剂有限公司);热稳定 α -淀粉酶溶液、蛋白酶液、淀粉葡萄糖苷酶液、酸洗硅藻土(德国默克公司);实验用水为 GB/T 6682-2008 中规定的二级水。

2.2 实验方法

2.2.1 总膳食纤维的测定方法

采用 GB 5009.88-2014《食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定》^[12]酶重量法测定标准物质中总膳食纤维的含量。

准确称取双份试样(m)约 0.5 g(确至 0.1 mg),双份试样质量差 ≤ 0.002 g,将试样转置于 400 mL 高脚烧杯中,加入 40 mL 0.05 mol/L pH=8.3 的 MES-TRIS 缓冲液,搅拌混合均匀。向每个烧杯中分别加入 50 μ L 热稳定 α -淀粉酶液缓慢搅拌加盖铝箔,置于 95~100 °C 恒温振荡水浴箱中酶解 35 min,

冷却至 60 °C,用刮勺轻轻将附着于烧杯内壁的环状物以及烧杯底部的胶状物刮下,用 10 mL 水冲洗烧杯壁和刮勺。将试样液置于 60 °C $\pm$ 1 °C 水浴中,向每个烧杯加入 100 μ L 蛋白酶溶液,盖上铝箔,振荡反应 30 min。边搅拌边加入 5 mL 3 mol/L 乙酸溶液,控制试样温度保持在 60 °C $\pm$ 1 °C。用 1 mol/L 氢氧化钠溶液和 1 mol/L 盐酸溶液调节试样液 pH 至 4.5 $\pm$ 0.2。边搅拌边加入 100 μ L 淀粉葡萄糖苷酶液,盖上铝箔,继续于 60 °C $\pm$ 1 °C 水浴中持续振荡,反应 30 min。

向每份试样酶解液中,加入 225 mL 预热至 60 °C $\pm$ 1 °C 的 95%乙醇,盖上铝箔,于室温条件下沉淀 1 h。

取已加入硅藻土并干燥称量的坩埚,用 15 mL 78%乙醇润湿硅藻土并展平,接上真空抽滤装置,抽去乙醇使坩埚中硅藻土平铺于滤板上。将试样乙醇沉淀液转移入坩埚中抽滤,用刮勺和 78%乙醇将高脚烧杯中所有残渣转至坩埚中。

分别用 15 mL 78%乙醇洗涤残渣 2 次,15 mL 95%乙醇洗涤残渣 2 次,15 mL 丙酮洗涤残渣 2 次,抽滤去除洗涤液后,将坩埚连同残渣在 105 °C 烘干过夜。将坩埚置于干燥器中冷却 1 h,称量(m_{GR} ,包括处理后坩埚质量及残渣质量),精确至 0.1 mg。减去处理后坩埚质量计算试样残渣质量(m_R)。

取 2 份试样残渣中的 1 份按照 GB 5009.5-2016《食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定》^[15],测定蛋白质质量(m_P),采用全自动凯氏定氮仪测定。取另一份按照 GB 5009.4-2016《食品安全国家标准 食品中灰分的测定》^[16],测定灰分质量(m_A)。

同时制备 2 个空白样液与试样液进行同步操作,用于校正试剂对测定的影响。试剂空白质量为 m_B 。总膳食纤维

$$\text{的含量(g/100 g)} = \frac{\overline{m_R} - m_P - m_A - m_B}{\overline{m}} \times 100。$$

式中: $\overline{m_R}$ 为双份试样残渣质量均值,g; m_P 为试样残渣中蛋白质质量,g; m_A 为试样残渣中灰分质量,g; m_B 为试剂空白质量,g; $\overline{m}$ 为双份试样取样质量均值,g。

2.2.2 标准物质的制备

于 6 月份采集成熟的新鲜芹菜,约 1 吨,清洗去除泥土等杂质;清洗干净的芹菜,采用大型混合仪粉碎,在 -40 °C 条件下冻干 72 h;在相对湿度小于 35% 的干燥的环境下,收集冻干后的芹菜于大型粉碎混合仪中统一粉碎混合,混合后的芹菜粉过 80 目筛。膳食纤维采用无色西林瓶包装,每瓶装 5 g;采用胶塞和铝塑组合盖封口;采用条码打印机打印标签批号,采用手动贴标签。总共 500 个包装,于干燥阴凉的条件保存。

2.2.3 检测方法的验证

采用美国国家标准与技术研究院有证标准物质:强化早餐谷物 SRM3233 对检测方法进行验证。采用 2.2.1 中描述的酶重量进行测定,与标准值进行比较。

2.2.4 均匀性和稳定性实验

均匀性实验:标准物质分装量为 500 瓶,取样瓶数不

少于 15 瓶,故采用随机取样方式,制作随机抽样表抽取 15 瓶子样,用于标准物质均匀性检验。每个子样取 2 份用于膳食纤维的测定。

稳定性实验: (1)长期稳定性: 在室温、干燥、避光的保存条件下,对生产的芹菜粉中总膳食纤维标准物质的稳定性测试进行了连续 12 个月的测定,在样品分装后当天、0.5、1、2、4、6、12 个月,每次随机的样品进行检测。在 12 个月内对芹菜粉中的膳食纤维进行了 7 次稳定性监测,每次监测时进行 3 次独立测定; (2)短期稳定性: 考察高温的运输环境中对总膳食纤维含量测定结果的影响。随机抽取芹菜粉标准物质 12 个,置于 50 ℃恒温箱中,分别在第 0、8、24、72、144 h 抽取样品进行含量测定,每时间点抽取 3 个独立包装样品。

2.2.5 标准物质的定值

采用单一测定方法,6 家实验室联合定值。

3 结果与分析

3.1 检测方法的验证

采用酶重量法平行测定 NIST SRM3233 标准物质 6 次,结果为 9.11、9.03、9.15、9.14、8.97、9.22 g/100 g,平均值为(9.10±0.99) g/100 g,符合 SRM3222 的标准值(9.0±1.2) g/100g。本研究采用的酶重量法的检测结果准确、可靠。

3.2 均匀性检测分析

随机抽取 15 个单元进行测定,并采用单因素方差分析法,为进行样品均匀性评估,芹菜粉中膳食纤维标准物质均匀性的测定和分析结果见表 1 和表 2。

表 1 芹菜粉中膳食纤维标准物质均匀性检测结果(g/100 g)
Table 1 Uniformity test results of the reference material of total dietary fiber in celery powder (g/100 g)

序号	膳食纤维含量	平均值	总均值
1	29.26, 30.38	29.82	30.56
2	30.23, 30.86	30.55	
3	29.76, 31.03	30.40	
4	30.47, 31.37	30.92	
5	29.94, 31.57	30.76	
6	30.05, 30.44	30.25	
7	30.26, 30.64	30.45	
8	31.61, 31.64	31.63	
9	30.96, 30.59	30.78	
10	31.23, 30.17	30.70	
11	31.15, 29.97	30.56	
12	29.46, 30.55	30.01	
13	30.77, 31.02	30.90	
14	29.87, 30.69	30.28	
15	31.02, 39.78	30.40	

表 2 方差分析结果
Table 2 results of analysis variance

项目	方差和	自由度	均方	F 值
组间	7.77208	14	0.555149	0.94759
组内	17.5756	30	0.585853	

3.3 稳定性检测分析

3.3.1 长期稳定性

长期稳定性是指在规定的保管、储存和使用条件下,在规定的的时间间隔内,使其描述的特性值保持在规定范围内的能力。采用 2.2.4 的方法进行长期稳定性实验,结果见表 3。

表 3 芹菜粉中膳食纤维标准物质长期稳定性检测结果(g/100 g)
Table 3 Long term stability test results of the reference material of total dietary fiber in celery powder (g/100 g)

日期	膳食纤维含量			平均值
2018/7/3	32.15	31.26	30.14	31.18
2018/7/17	30.14	30.79	29.82	30.25
2018/8/16	30.45	31.76	30.64	30.95
2016/9/3	30.15	29.56	30.14	29.95
2018/11/5	29.19	30.12	30.79	30.03
2019/1/7	32.10	31.05	30.63	31.26
2019/7/8	30.60	29.70	29.60	29.97

将表 3 中的数据,以 X 代表时间,以 Y 代表标准物质的特性量值(膳食纤维标准物质的含量值),拟合成一条直线,直线斜率 $\beta_1=-0.0589$,截距为 $s(\beta_1)0=30.701$,直线上每个点的标准偏差 $S_2=0.496$,斜率的标准偏差 $s(\beta_1)=0.0682$,自由度为 $n-2=5$ 和 $P=0.95(95\%置信区间)$ 的 t 因子等于 $t_{0.05,n-2}=2.571$,由于 $|\beta_1|=0.0589 < t_{0.05,n-2} \times s(\beta_1)=0.175$,故斜率是不显著的,因此说明芹菜粉中总膳食纤维标准物质在该包装储存条件下,12 个月内是稳定的。

3.3.2 短期稳定性

按 2.2.4 方法进行短期稳定性实验,试验结果见表 4。采用(t 检验)评价标准物质的稳定性,查 t 分布双侧分位数表知: $t_{0.05,4}=2.776$,高温 $t_{0.05,4}(0,8)=0.4321$ 、高温 $t_{0.05,4}(0,24)=0.8606$ 、高温 $t_{0.05,4}(0,72)=0.5003$ 、高温 $t_{0.05,4}(0,144)=0.1853$,实验结果表明,在高温条件下膳食纤维标准物质样品的含量未发生变化,标准物质样品短期稳定性良好。

表 4 芹菜粉中总膳食纤维标准物质短期稳定性检测结果(g/100 g)
Table 4 Short term stability test results of the reference material of total dietary fiber in celery powder (g/100 g)

时间/h	膳食纤维含量			平均值
0	31.24	30.20	30.78	30.74
8	30.02	29.34	31.22	30.19
24	31.54	30.01	30.36	30.64
72	29.78	30.56	30.89	30.41
144	29.17	30.02	29.44	29.54

3.3.3 标准物质的定值

采用一种测定方法多家实验室协作的定值方法对所研制的芹菜粉标准物质特性量值进行测定。采用 2.2.1 描

述酶重量法进行总膳食纤维含量的测定。芹菜粉中总膳食纤维标准物质 6 家实验室定值结果见表 5。

6 家实验室合作定值时需对测量数据进行处理, 采用狄克逊及格布拉斯法从统计上剔除异常值, 狄克逊法临界值 $Q_{(0.05,6)}=0.628$, 6 组数据检验结果 Q 值为 0.00~0.31, 结果表明所有的数据都符合要求, 没有异常值。采用 $K-S$ 检验进行正态分布验证, $K-S$ 检验当 $P>0.05$ 是为正态分布, 6 组数据检验结果 $P=0.988$, 测定数据属于正态分布采用科克伦法等精度检验准则, 检验各组数据时间是否等精度。6 组数据最大方差为 0.722, 6 组数据方差和为 2.395, 计算 $C=0.303$, 临界值 $C_{(0.05,6,6)}=0.4184$, 结果表明各组数据为等精度。因此本标准物质中总膳食纤维含量, 6 家实验室测定结果的总平均值为 29.9 g/100 g。

表 5 芹菜粉中总膳食纤维标准物质定值结果(g/100 g)
Table 5 Calibration results of reference materials of total dietary fiber in celery powder (g/100 g)

实验室	膳食纤维含量						平均值	总平均值
No.1	31.4	31.6	30.4	30.6	31.6	30.6	31.0	29.9
No.2	29.4	29.2	29.7	30.5	29.4	30.1	29.7	
No.3	29.0	30.1	29.8	28.7	28.9	28.6	29.2	
No.4	30.6	29.5	31.1	29.7	29.9	30.7	30.3	
No.5	28.6	29.5	29.7	29.5	30.2	28.9	28.6	
No.6	30.1	30.6	29.9	30.9	29.1	28.7	30.1	

3.4 不确定度评定

标准物质的不确定度来源主要由 3 个部分组成: 第 1 部分是由定值引入的不确定度 $u(f)$, 第 2 部分是标准物质的均匀性引入的不确定度 u_{bb} , 第 3 部分为标准物质在有效期内的变动性即标准物质的长期稳定性所引起的不确定度 u_{lts} 和短期稳定性引入的不确定度 u_{sts} 。

3.4.1 定值引入的不确定度 $u(f)$

本研究研制的芹菜粉标准物质采用酶重量法定值, 经科克伦检验, 不同方法获得的定值数据为等精度, 方法之间无显著性差异, 因此定值引入的不确定度由检测方法的不确定度获得。根据总膳食纤维的测定方法和数学模型分析可知, 该方法的不确定度分量的主要来源: 1)称量引入的不确定度, 包括试样质量的称量 $u_{rel}(m)=0.05773\%$, 残渣质量的称量 $u_{rel}(m_R)=0.2017\%$; 2)灰分测定引入的不确定度, $u_{rel}(m_A)=1.559\%$; 3)蛋白质测定引入的不确定度, $u_{rel}(m_P)=1.508\%$; 4)重复测定引入的不确定度, $u_{rel}(s)=0.8277\%$ 。

合成得芹菜粉中总膳食纤维标准物质定值引入的相对标准不确定度:

$$u_{rel}(f)=\sqrt{u_{rel}^2(m)+u_{rel}^2(m_R)+u_{rel}^2(m_A)+u_{rel}^2(m_P)+u_{rel}^2(s)}=2.32\%。$$

3.4.2 均匀性引入的不确定度 u_{bb}

用方差分析法计算分析均一性检测数据, 但均匀性评估数据的测量方法重复性较差, 导致 $s_1^2 < s_2^2$ 时, 则均匀性引入的不确定度:

$$u_{bb}=s_{bb}=\sqrt{\frac{s_2^2}{n}}\times\sqrt{\frac{2}{v_{s_2^2}}} = 0.06726\text{ g/100 g}。$$

相对标准不确定度:

$$u_{relbb}=0.22\%。$$

3.4.3 稳定性引入的不确定度 u_s

对芹菜粉中总膳食纤维标准物质进行 5 次短期稳定 (144 h)和 7 次长期稳定性(12 个月)考察, 采用方差法求算短期稳定性和长期稳定性的不确定度值。

长期稳定性引入的不确定度:

$$u(lts)=s(\beta_1)X=0.0682\times12=0.8185\text{ g/100 g}$$

相对标准不确定度:

$$u_{rel}(lts)=2.68\%$$

短期稳定性引入的不确定度:

$$u(sts)=s(\beta_1)X=0.002806\times144=0.3876\text{ g/100 g}$$

相对标准不确定度:

$$u_{rel}(sts)=1.28\%。$$

将上述不确定度分量进行合成, 则芹菜粉中总膳食

纤维标准物质定值结果的合成相对标准不确定度为:

$$u_{\text{rel}}(RM) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(f) + u_{\text{rel}}^2(bb) + u_{\text{rel}}^2(lts) + u_{\text{rel}}^2(lts)} \\ = \sqrt{0.02326^2 + 0.002201^2 + 0.02696^2 + 0.01281^2} \\ = 3.790\%$$

采用置信概率 $P=95\%$, 包含因子 $k=2$ 。则扩展相对标准不确定度为:

$$U_{\text{rel}}(RM) = u_{\text{rel}}(RM) \times k = 0.03790 \times 2 = 7.58\%$$

扩展不确定度为:

$$U(RM) = U_{\text{rel}}(RM) \times \bar{x} = 0.0758 \times 29.9 = 2.3 \text{ g/100 g}$$

芹菜粉标准物质中总膳食纤维的定值结果为 $(29.9 \pm 2.3) \text{ g/100 g}$, $k=2$ 。

4 结 论

本研究完成芹菜粉中总膳食纤维标准物质的研制。将新鲜芹菜冻干粉碎后制备出总膳食纤维标准物质, 采用酶重量对标准物质中总膳食纤维的含量进行测定, 通过美国国家标准与技术研究院标准物质 SRM3233 验证了检测方法的准确性。该标准物质的均匀性、短期稳定性、长期稳定性均满足标准物质要求。该标准物质的研制与应用, 将为我国食物成分监测工作中膳食纤维含量的测定以及营养调查中膳食纤维摄入量的评估工作提供质量控制和技术支撑。

参考文献

- [1] GB/Z 食品营养成分基本术语[S].
GB/Z Fundamental terminology and definition of nutritional component in foods [S].
- [2] Slavin J. Fiber and prebiotics: Mechanisms and health benefits [J]. *Nutrients*, 2013, 5(4): 1417–1435.
- [3] Vries JD, Miller PE, Verbeke K. Effects of cereal fiber on bowel function: A systematic review of intervention trials [J]. *World J Gastroenterol*, 2015, 21(29): 8952–8963.
- [4] Makki K, Deehan CE, Jens WJ, *et al.* The impact of dietary fiber on gut microbiota in host health and disease [J]. *Cell Host Microbe*, 2018, 23(6): 705–715.
- [5] Brunner EJ, Thorogood M, Rees K, *et al.* Dietary advice for reducing cardiovascular risk [J]. *Cochrane Datab Syst Rev*, 2005, 6(12): CD002128.
- [6] Cho SS, Lu Q, Fahey GC, *et al.* Consumption of cereal fiber, mixtures of whole grains and bran, and whole grains and risk reduction in type 2 diabetes, obesity, and cardiovascular disease [J]. *Am J Clin Nutr*, 2013, (2): 594–619.
- [7] 中国营养学会. 中国居民膳食营养素参考摄入量[M]. 北京: 科学出版社, 2013.
Chinese Nutrition Society. Chinese dietary reference intakes [M]. Beijing: China Science Publishing & Media Ltd, 2013.

- [8] 杨月欣, 何梅, 王光亚, 等. 中国农村地区居民蔬菜的纤维含量和摄入状况的研究[J]. *卫生研究*, 2007, 36(6): 698–702.
Yang YX, He M, Wang GY, *et al.* Study on content and intake status of vegetable fiber in rural residents in China [J]. *J Hyg Res*, 2007, 36(6): 698–702.
- [9] 张继国, 王惠君, 王志宏, 等. 中国 15 省(区、直辖市)成年居民膳食纤维摄入状况[J]. *中国食物与营养*, 2018, 24(10): 10–12.
Zhang JG, Wang HJ, Wang ZH, *et al.* Dietary fiber intake status among Chinese adults in 15 provinces in 2015 [J]. *Food Nutr Chin*, 2018, 24(10): 10–12.
- [10] 李建文, 杨月欣. 膳食纤维定义及分析方法研究进展[J]. *食品科学*, 2007, 28(2): 350–355.
Li JW, Yang YX. Review in defining dietary fiber and analysis methods [J]. *Food Sci*, 2007, 28(2): 350–355.
- [11] McCleary BV. Total dietary fiber (CODEX Definition) in foods and food ingredients by a rapid enzymatic-gravimetric method and liquid chromatography: Collaborative study, first action 2017.16 [J]. *J AOAC Int*, 2019, 102(1): 196–207.
- [12] GB 5009.88-2014 食品安全国家标准 食品中膳食纤维的测定[S].
GB 5009.88-2014 National food safety standard-Determination of dietary fiber in foods [S].
- [13] JF 1343-2012 标准物质定值的通用原则及统计学原理[S].
JF 1343-2012 General and statistical principles for characterization of reference materials [S].
- [14] JF 1006-1994 一级标准物质技术规范[S].
JF 1006-1994 Technical norm of primary reference material [S].
- [15] GB 5009.5-2016 食品安全国家标准 食品中蛋白质的测定[S].
GB 5009.5-2016 National food safety standard-Determination of protein in food [S].
- [16] GB 5009.4-2016 食品安全国家标准 食品中灰分的测定[S].
GB 5009.4-2016 National food safety standard-Determination of ash in food [S].

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



张雪松, 助理研究员, 主要研究方向为食物营养成分分析。

E-mail: xuesong_zhang0729@163.com



王 竹, 研究员, 主要研究方向为营养与食品卫生。

E-mail: wzblue@163.com