

doi: 10.3969/j. issn. 2095 - 0780. 2011. 06. 003

## 微波消解-FAAS 测定虾肉中钙的质量分数

马海霞，杨贤庆，杨燕

(农业部水产品加工重点实验室，中国水产科学研究院南海水产研究所，国家水产品加工技术研发中心，广东 广州 510300)

**摘要：**采用微波消解-火焰原子吸收光谱法（flame atomic absorption spectrometry, FAAS）测定虾肉中钙（Ca）元素的质量分数，对微波消解前处理的条件进行了研究。试验结果显示，最佳的微波消解体系为取样量 0.500 g，以硝酸（HNO<sub>3</sub>）作为消解溶剂，用量 5.0 mL，最适微波消解程序为多步消解程序 D，包含 3 个步骤：1) 功率 400 W，比例 100%，升温 5 min，消解温度 120 °C，保持 5 min；2) 功率 800 W，比例 100%，升温 5 min，消解温度 150 °C，保持 10 min；3) 功率 800 W，比例 100%，升温 10 min，消解温度 180 °C，保持 10 min。样品消解液在常温或冷藏条件下保存 48 h 之内的稳定性良好。经微波消解前处理后虾肉样品中 w(Ca) 的相对标准偏差 (relative standard deviation, RSD) 为 5.284%，加标回收率为 91% ~ 98%。微波消解-FAAS 测定虾肉中的 w(Ca) 具有样品处理时间短、试剂用量少、结果准确和安全性高等优点。

**关键词：**微波消解；火焰原子吸收光谱法；虾肉；钙（Ca）质量分数

中图分类号：TS 207.3 文献标志码：A 文章编号：2095 - 0780 - (2011) 06 - 0013 - 06

## Determination of calcium content in prawn meat using microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry

MA Haixia, YANG Xianqing, YANG Yan

(Key Lab. of Aquatic Product Processing, Ministry of Agriculture, South China Sea Fisheries Research Institute, Chinese Academy of Fishery Sciences, National R&D Center for Aquatic Product Processing, Guangzhou 510300, China)

**Abstract:** The calcium content in prawn meat was determined by using microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry (FAAS), and the optimal conditions of microwave digestion and FAAS program were studied. The results show that the optimal amount of digestion reagent HNO<sub>3</sub> is 5.0 mL when the sampling amount of prawn meat is 0.500 g. The optimal microwave digestion program for calcium determination in prawn meat is multistep digestion process D, which includes 3 steps: 1) power 400 W, ratio 100%, heat-up time 5 min, digestion temperature 120 °C for 5 min; 2) power 800 W, ratio 100%, heat-up time 5 min, digestion temperature 150 °C for 10 min; 3) power 800 W, ratio 100%, heat-up time 10 min, and digestion temperature 180 °C for 10 min. The calcium content in microwave-digested solution remains stable within 48 h. Under those conditions, the relative standard deviation (RSD) of determination is 5.284%, and the recovery of calcium is 91% ~ 98%. The microwave digestion-FAAS method is rapid, accurate, economical and safe in determining the calcium content in prawn meat.

**Key words:** microwave digestion; flame atomic absorption spectrometry (FAAS); prawn meat; calcium content

火焰原子吸收光谱法（flame atomic absorption spectrometry, FAAS）因具有较好的灵敏度、精确

度和选择性等优点已成为目前测定无机离子最有效的技术之一。但是样品的前处理是准确测定样品中

收稿日期：2011-03-17；修回日期：2011-05-06

资助项目：广东省海洋渔业科技推广专项 [A2009001-011 (b), A200901B02]；中央级公益性科研院所基本科研业务费专项资金（中国水产科学研究院南海水产研究所）资助项目（2010YD08, 2010TS09）

作者简介：马海霞（1977 -），女，硕士，助理研究员，从事水产品质量安全和水产品综合利用研究。E-mail: haixia928@yahoo.com.cn

微量或恒量金属元素的关键，因为样品的前处理直接影响分析结果的准确度和精密度。钙（Ca）是人体必需的微量元素，对人体的生理机能的正常发挥具有重要作用。在测定食品中的 Ca 时，湿消化法和干灰化法是常用的国家标准规定的前处理方法<sup>[1-6]</sup>，它们虽然具有较好的准确性，但前处理方法时间较长、操作繁琐，而且在操作过程中会产生大量有毒有害气体。随着微波技术的发展，微波消化法用于各类样品的前处理日益普遍。与常规消解方法相比，由于微波消解样品处理过程在一个密闭容器内完成，因此具有处理时间短、试剂用量少、结果更准确等优点<sup>[7]</sup>。近十年来国内发布的采用微波消解前处理样品来测定食品中的 Ca 等金属元素质量分数的国家标准主要是关于蜂蜜、谷物及其制品等方面<sup>[8-9]</sup>，涉及到水产品方面的国家标准还未见发布。目前，采用微波消解前处理食品样品测定 Ca 等金属元素质量分数的研究报道主要是关于婴幼儿奶粉、海带、芦荟、黑米米糠、白米米糠、鸡骨、啤酒及茶叶等方面<sup>[10-16]</sup>，涉及水产品方面的研究报道甚少。已有的研究报道表明，采用微波消解前处理样品时如果食品类型不同，最适取样量、消解溶剂及其用量和消解程序也会不同<sup>[8-19]</sup>。

此研究采用微波消解-FAAS 测定凡纳滨对虾 (*Litopenaeus vannamei*) 虾肉中 Ca 的质量分数，对微波消解前处理的条件进行了试验和探讨，以期为其他水产品中金属离子质量分数的检测提供方法参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 试验材料

1.1.1 仪器 AA240FS 原子吸收分光光度计 (VARIAN, 美国产)，MARS5 微波消解器 (CEM, 美国产)，超纯水仪 (Millipore, 美国产)。

1.1.2 原料和试剂 鲜活凡纳滨对虾购于广州市海珠区华润万家超市；Ca 标准溶液（质量浓度为  $1\text{ 000 }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ , Sigma），硝酸 ( $\text{HNO}_3$ ) (优级纯)、氧化镧 ( $\text{La}_2\text{O}_3$ ) (纯度 99.99%)；试验过程中所有用水均为超纯水。

### 1.2 试验方法

1.2.1 仪器测定参数 Ca 元素的仪器测定参数为波长 422.7 nm, 夹缝 0.5 nm, 空气流量  $13.50 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , 乙炔 ( $\text{C}_2\text{H}_2$ ) 流量  $2.00 \text{ L}\cdot\text{min}^{-1}$ , 灯电

流  $10.0 \text{ mA}$ 。

1.2.2 标准溶液和标准曲线 将质量浓度为  $1\text{ 000 }\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  的 Ca 标准储备液分别配制成  $0$ 、 $3.00 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $6.00 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $9.00 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ 、 $12.00 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  和  $15.00 \mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$  标准系列稀释液，稀释溶液为  $20.00 \text{ g}\cdot\text{L}^{-1} \text{ La}_2\text{O}_3$ ，用 FAAS 测定标准系列各质量浓度的吸光度值，绘制标准曲线（图 1），得标准曲线方程为  $A = 0.03445 \times C$  ( $A$  为吸光度,  $C$  为质量浓度)，相关系数  $R = 0.9994$ ，特征质量浓度为  $0.128 \text{ mg}\cdot\text{L}^{-1}$ 。

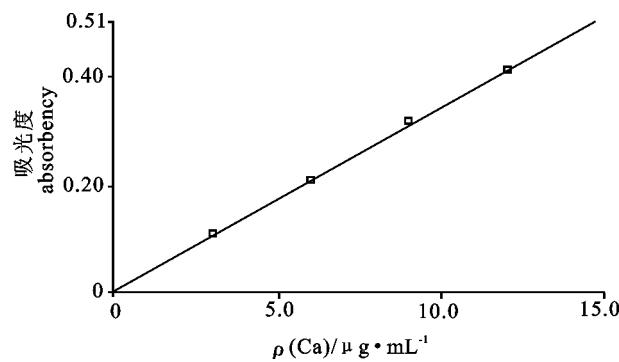


图 1 标准曲线

Fig. 1 Standard regression curve between absorbency and calcium content

1.2.3 微波消解前处理 用组织捣碎机将虾肉搅碎均匀，经称质量（精确至  $0.001 \text{ g}$ ）后置于消解罐中，加入  $\text{HNO}_3$  加盖密封，放入微波消解仪中，设定微波消解程序进行消解。消解结束后取出消解罐、冷却，将消解液转移至聚四氟乙烯 (polytetrafluoroethylene, PTEE) 溶样杯中，在电热板上于  $180^\circ\text{C}$  赶酸直至消解液为无色透明，冷却，然后将其转移至  $25 \text{ mL}$  容量瓶中定容、摇匀。同时作空白试验。

1.2.4 消解液的稳定性试验 将定容好的消解液分别置于常温 [ $(25 \pm 1)^\circ\text{C}$ ] 和冷藏 [ $(4 \pm 1)^\circ\text{C}$ ] 条件下贮藏，分别于第 0、第 1、第 2、第 3、第 4、第 5 和第 6 天取样进行测定。

1.2.5 统计分析 采用 SPSS 17.0 对试验数据进行单因素方差分析 (ANOVA)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 消解程序的选择

分别采用表 1 中的 4 种消解程序对样品进行

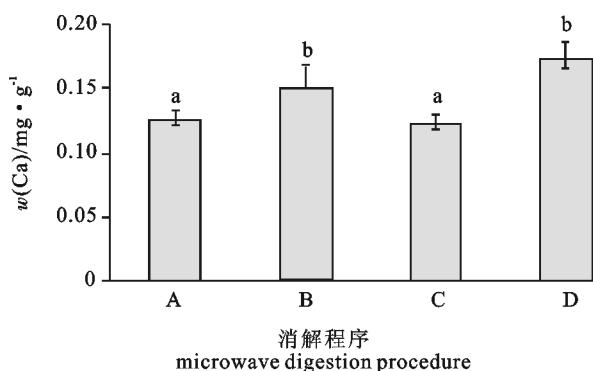
消解后测定其  $w(\text{Ca})$ , 测定结果见图 2。微波消解的功率和消解温度对消解效果有一定影响, 消解程序 B、D 的测定结果均明显高于 A、C ( $P < 0.05$ ), 而且样品经多步消解程序 D 处理后的  $w(\text{Ca})$  要比一步消解程序 B 的略高。李小华等<sup>[17]</sup>的研究结果也表明, 与一步消解法相比, 采用多

步消解程序可提高大米、小麦和玉米中铬 (Cr) 的消解效率从而提高样品分析的准确性。多步消解程序升温较平缓使得样品各部分受热更均匀, 所以消解效果更好, 而且还可以防止升温过快而导致消解罐过热, 因此, 试验中的消解程序选择多步消解程序 D。

表 1 4 种消解程序

Tab. 1 Four microwave digestion procedures

消解程序 digestion procedure		功率/W power	比例/% ratio	升温时间/min heat-up time	消解温度/℃ digestion temperature	保持时间/min retention time
一步消解 one-step digestion	A	400	100	15	180	25
	B	800	100	15	180	25
多步消解 multistep digestion	C 步骤 1 step 1	400	100	5	120	5
	步骤 2 step 2	400	100	5	150	10
	步骤 3 step 3	800	100	10	180	10
	D 步骤 1 step 1	400	100	5	120	5
	步骤 2 step 2	800	100	5	150	10
	步骤 3 step 3	800	100	10	180	10

图 2 消解程序对样品  $w(\text{Ca})$  测定的影响

$\bar{X} \pm \text{SD}$ ,  $n=3$ ; 各数据系列上的不同字母表示数据间差异显著 ( $P < 0.05$ )

Fig. 2 Effect of microwave digestion procedure on calcium content in samples

$\bar{X} \pm \text{SD}$ ,  $n=3$ ; values with different letters on the columns are significantly different ( $P < 0.05$ )

## 2.2 取样量和 $\text{HNO}_3$ 用量的确定

食品样品采用微波消解时取样量的多少主要取决于试样的类型及待测元素质量分数的高低。当  $\text{HNO}_3$  用量为 10.0 mL 时, 取样量分别为 0.750 g 和 1.000 g 的样品中的  $w(\text{Ca})$  均明显小于取样量

为 0.250 g 和 0.500 g 的 ( $P < 0.05$ )。当取样量分别为 0.250 g 和 0.500 g 时,  $\text{HNO}_3$  用量对  $w(\text{Ca})$  测定结果的影响差异均不显著 ( $P > 0.05$ ) (表 2)。在相同条件下取样量少时样品消解质量会更好一些, 取样量 (特别是有机质含量高的样品) 太大会使反应过于剧烈, 易导致反应失控。因此, 只要测定方法有足够的灵敏度, 应尽可能减少取样量<sup>[17]</sup>。鉴于称取样品的可操作性和方便性, 在试验中确定取样量为 0.500 g。

微波消解试样时使用的溶剂通常有硫酸 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ )、 $\text{HNO}_3$ 、盐酸 ( $\text{HCl}$ )、氢氟酸 ( $\text{HF}$ )、硼酸 ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) 和过氧化氢 ( $\text{H}_2\text{O}_2$ ), 除  $\text{HNO}_3$  外其余溶剂很少单独使用, 一般是根据不同样品的特性, 选取上述 2 种或多种溶剂组成混合溶剂<sup>[17]</sup>。笔者在试验中发现使用  $\text{HNO}_3 + \text{H}_2\text{O}_2$  与单独使用  $\text{HNO}_3$  消解相比, 两者的消解效果差异不显著 ( $P > 0.05$ , 试验数据未在文章中列出), 此结果与牛金梅等<sup>[14]</sup>微波消解前处理鸡骨粉测定其  $w(\text{Ca})$  的试验结果一致。当  $\text{HNO}_3$  用量为 5.0 mL 时, 取样量分别为 0.500 g、0.075 g 和 1.000 g, 三者的  $w(\text{Ca})$  测定结果差异不显著 ( $P > 0.05$ )。所以, 试验中确定消解溶剂为  $\text{HNO}_3$ , 用量为 5.0 mL。

表2 取样量和HNO<sub>3</sub>用量对w(Ca)的影响Tab. 2 Effect of sampling amount and HNO<sub>3</sub> addition on calcium content mg·g<sup>-1</sup>

取样量/g sampling amount	HNO <sub>3</sub> 用量/mL	
	HNO <sub>3</sub> addition amount	
	5.0	10.0
0.250	0.154 ± 0.021 <sup>a</sup>	0.156 ± 0.023 <sup>a</sup>
0.500	0.143 ± 0.006 <sup>ab</sup>	0.152 ± 0.010 <sup>a</sup>
0.750	0.128 ± 0.007 <sup>bA</sup>	0.115 ± 0.005 <sup>BB</sup>
1.000	0.145 ± 0.004 <sup>abA</sup>	0.099 ± 0.004 <sup>BB</sup>

注:  $\bar{X} \pm SD$ ,  $n=3$ ; 同一列数据右上角不同小写字母表示差异显著 ( $P < 0.05$ ), 同一行数据右上角不同大写字母表示差异显著 ( $P < 0.05$ ), 后表同此

Note:  $\bar{X} \pm SD$ ,  $n=3$ ; values with different small letters in the same row are significantly different from each other ( $P < 0.05$ ); values with different capital letters in the same row are significantly different from each other ( $P < 0.05$ ); the same case in the following tables.

### 2.3 消解液的稳定性

称取8份样品做消解液稳定性试验, 其结果见表3和表4。样品消解液在冷藏( $4 \pm 1$ )℃和常温贮藏( $25 \pm 1$ )℃条件下, 从贮藏第3天开始w(Ca)

的测定结果均比第0天明显偏小 ( $P < 0.05$ ), 并随着贮藏时间的延长而减小。因此, 样品经消解后可常温贮藏和冷藏, 但应在2 d(即48 h)内测定完毕。

### 2.4 精密度和回收率

2.4.1 精密度 称取6份样品做精密度试验。经微波消解前处理后样品w(Ca)的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)为5.284%, 精密度符合定量分析的要求(表5)。

2.4.2 回收率 方法的准确度通常用加标回收率来衡量, 加标量不得大于样品中待测物质含量的3倍<sup>[20]</sup>。方法的回收率试验结果见表6, 回收率在91%~98%加标回收情况良好, 加标回收率符合定量分析的要求。

### 3 结论

采用微波消解-FAAS测定虾肉中的w(Ca), 当取样量为0.500 g, HNO<sub>3</sub>为消解溶剂且用量为5.0 mL时, 最佳消解程序为多步消解程序D, 包

表3 消解液冷藏时w(Ca)的变化

Tab. 3 Variation in calcium content in digested solution during cold storage

mg·g<sup>-1</sup>

时间/d time	样品编号 sample No.				$\bar{X} \pm SD$
	1	2	3	4	
0	0.149	0.158	0.159	0.149	0.154 ± 0.006 <sup>a</sup>
1	0.147	0.160	0.132	0.132	0.142 ± 0.013 <sup>a</sup>
2	0.145	0.164	0.136	0.122	0.142 ± 0.017 <sup>a</sup>
3	0.125	0.127	0.107	0.114	0.118 ± 0.009 <sup>b</sup>
4	0.116	0.115	0.095	0.108	0.108 ± 0.010 <sup>bc</sup>
5	0.111	0.112	0.092	0.102	0.104 ± 0.009 <sup>bc</sup>
6	0.108	0.107	0.087	0.099	0.100 ± 0.010 <sup>c</sup>

表4 消解液常温贮藏时w(Ca)的变化

Tab. 4 Variation in calcium content in digested solution during storage at room temperature

mg·g<sup>-1</sup>

时间/d time	样品编号 sample No.				$\bar{X} \pm SD$
	5	6	7	8	
0	0.158	0.148	0.146	0.156	0.152 ± 0.006 <sup>a</sup>
1	0.150	0.134	0.133	0.149	0.141 ± 0.009 <sup>ab</sup>
2	0.153	0.127	0.136	0.140	0.139 ± 0.011 <sup>ab</sup>
3	0.133	0.118	0.123	0.138	0.128 ± 0.009 <sup>bc</sup>
4	0.124	0.111	0.122	0.134	0.123 ± 0.009 <sup>cd</sup>
5	0.120	0.106	0.111	0.124	0.115 ± 0.009 <sup>cd</sup>
6	0.120	0.107	0.102	0.124	0.113 ± 0.011 <sup>d</sup>

表5 精密度试验结果

Tab. 5 Result of precision test

样品编号 sample No.	1	2	3	4	5	6
w(Ca) /mg·g <sup>-1</sup> calcium content	0.149	0.144	0.159	0.158	0.139	0.148
平均值 average	0.150					
相对标准偏差/% RSD	5.284					

表6 回收率试验结果

Tab. 6 Result of recovery experiment

本底值/mg·g <sup>-1</sup> intrinsic Ca amount	加标量/mg·g <sup>-1</sup> addition amount	测定值/mg·g <sup>-1</sup> measured value	回收率/% recovery	回收率相对标准偏差/% RSD of recovery
		0.545	97.900	
0.153	0.400	0.517	91.021	3.646
		0.533	94.971	

含3个步骤: 1) 功率400 W, 比例100%, 升温5 min, 消解温度120 °C, 保持5 min; 2) 功率800 W, 比例100%, 升温5 min, 消解温度150 °C, 保持10 min; 3) 功率800 W, 比例100%, 升温10 min, 消解温度180 °C, 保持10 min。该测定方法的精密度、回收率均符合定量分析的要求, 而且样品消解液在常温或冷藏条件下放置48 h之内, 其稳定性良好。

微波消解仪由于采用了现代智能化控制技术, 与传统的电炉、平板加热器及水浴加热设备相比, 在加热均匀性、温度精度、交叉污染、抗腐蚀性和安全性等方面均具有优势, 而且在不同操作人员处理之间具有良好重复性。此外, 采用微波消解方法前处理样品还具有处理时间短、试剂用量少等优点。因此, 测定水产品中的Ca等金属元素时微波消解可作为一种较好的样品前处理方法。

## 参考文献:

- [1] 赵榕, 尹燕亭, 王杨, 等. GB/T 9695.13-2009 肉与肉制品: 钙含量的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.  
ZHAO Rong, YIN Yanting, WANG Yang, et al. GB/T 9695.13-2009 Meat and meat products-method for determination of calcium content [S]. Beijing: Standard Press of China, 2009. (in Chinese)
- [2] 任凤山, 张丙春, 王磊, 等. GB/T 23375-2009 蔬菜及其制品中铜、铁、锌、钙、镁、磷的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.  
REN Fengshan, ZHANG Bingchun, WANG Lei, et al. GB/T 23375-2009 Determination of copper, iron, zinc, calcium, magnesium and phosphorus content in vegetables and derived products [S]. Beijing: Standard Press of China, 2009. (in Chinese)
- [3] 伍松陵, 薛雅琳, 程树峯, 等. GB/T 14610-2008 粮油检验: 谷物及制品中钙的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.  
WU Songling, XUE Yalin, CHENG Shufeng, et al. GB/T 14610-2008 Inspection of grain and oils-determination of calcium in cereals and cereal products [S]. Beijing: Standard Press of China, 2009. (in Chinese)
- [4] 周兴汉, 门建华, 王光亚. GB/T 5009.92-2003 食品中钙的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.  
ZHOU Xinghan, MEN Jianhua, WANG Guangya. GB/T 5009.92-2003 Determination of calcium in foods [S]. Beijing: Standard Press of China, 2004. (in Chinese)
- [5] GB 5413.21-2010 食品安全国家标准: 婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.  
GB 5413.21-2010 National food safety standard: determination of calcium, iron, zinc, sodium, potassium, magnesium, copper and manganese, in foods for infants and young children, milk and milk products [S]. Beijing: Standard Press of China, 2010. (in Chinese)
- [6] 庞国芳, 李学民, 张进杰, 等. GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、铁、铜、锰、铬、铅、镉含量的测定方法: 原子吸收光谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.  
PANG Guofang, LI Xuemin, ZHANG Jinjie, et al. GB/T 18932.12-2002 Method for the determination of potassium, sodium, calcium, magnesium, zinc, iron, copper, manganese, chromium, lead, cadmium contents in honey: atomic absorption spectrometry [S]. Beijing: Standard Press of China, 2003. (in Chinese)
- [7] KORN M G A, SANTOS M E S B, CASTRO D C M. B, et al. All Rights Reserved. South China Fisheries Science http://www.schinafish.cn

23375-2009 Determination of copper, iron, zinc, calcium, magnesium and phosphorus content in vegetables and derived products [S]. Beijing: Standard Press of China, 2009. (in Chinese)

[3] 伍松陵, 薛雅琳, 程树峯, 等. GB/T 14610-2008 粮油检验: 谷物及制品中钙的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.  
WU Songling, XUE Yalin, CHENG Shufeng, et al. GB/T 14610-2008 Inspection of grain and oils-determination of calcium in cereals and cereal products [S]. Beijing: Standard Press of China, 2009. (in Chinese)

[4] 周兴汉, 门建华, 王光亚. GB/T 5009.92-2003 食品中钙的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2004.  
ZHOU Xinghan, MEN Jianhua, WANG Guangya. GB/T 5009.92-2003 Determination of calcium in foods [S]. Beijing: Standard Press of China, 2004. (in Chinese)

[5] GB 5413.21-2010 食品安全国家标准: 婴幼儿食品和乳品中钙、铁、锌、钠、钾、镁、铜和锰的测定 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2010.  
GB 5413.21-2010 National food safety standard: determination of calcium, iron, zinc, sodium, potassium, magnesium, copper and manganese, in foods for infants and young children, milk and milk products [S]. Beijing: Standard Press of China, 2010. (in Chinese)

[6] 庞国芳, 李学民, 张进杰, 等. GB/T 18932.12-2002 蜂蜜中钾、钠、钙、镁、铁、铜、锰、铬、铅、镉含量的测定方法: 原子吸收光谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.

PANG Guofang, LI Xuemin, ZHANG Jinjie, et al. GB/T 18932.12-2002 Method for the determination of potassium, sodium, calcium, magnesium, zinc, iron, copper, manganese, chromium, lead, cadmium contents in honey: atomic absorption spectrometry [S]. Beijing: Standard Press of China, 2003. (in Chinese)

[7] KORN M G A, SANTOS M E S B, CASTRO D C M. B, et al.

- Sample preparation for the determination of metals in food samples using spectroanalytical methods: a review [J]. *Appl Spectrosc Rev*, 2008, 43 (2): 67–92.
- [8] 庞国芳, 高建文, 刘永明. GB/T 18932.11-2002 蜂蜜中钾、磷、铁、钙、锌、铝、钠、镁、硼、锰、铜、钡、钛、钒、镍、钴、铬含量的测定方法: 电感耦合等离子体原子发射光谱 (ICP-AES) 法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.
- PANG Guofang, GAO Jianwen, LIU Yongming. GB/T 18932.11-2002 Method for the determination of potassium, phosphorus, iron, calcium, zinc, aluminium, sodium, magnesium, boron, manganese, copper, barium, titanium, vanadium, nickel, cobalt, chromium contents in honey: inductively coupled plasma atomic emission spectrometric method [S]. Beijing: Standard Press of China, 2003. (in Chinese)
- [9] 陈国友, 刘峰, 杜英秋, 等. GB/T 14609-2008 粮油检验 谷物及其制品中铜、铁、锰、锌、钙、镁的测定: 火焰原子吸收光谱法 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2009.
- CHEM Guoyou, LIU Feng, DU Yingqiu, et al. GB/T 14609-2008 Inspection of grain and oils: determination of copper, iron, manganese, zinc, calcium, magnesium in cereals and derived products by atomic absorption and flame spectrophotometry [S]. Beijing: Standard Press of China, 2009. (in Chinese)
- [10] 杨彦丽, 林立, 周培非, 等. 微波消解 ICP-AES 法测定婴幼儿配方奶粉中 9 种微量元素 [J]. 现代食品科技, 2010, 26 (2): 209–211.
- YANG Yanli, LIN Li, ZHOU Anfei, et al. Determination of 9 kinds of trace elements in infant formula milk powder by inductively coupled plasma optical emission spectrometry with microwave digestion sample preparation [J]. *Mod Food Sci Technol*, 2010, 26 (2): 209–211. (in Chinese)
- [11] 张金生, 赵爽, 李丽华, 等. 微波消解-MPT-AES 法测定海带中钙和锌 [J]. 石油化工高等学校学报, 2006, 19 (3): 41–44.
- ZHANG Jinsheng, ZHAO Shuang, LI Lihua, et al. Determination of calcium and zinc in kelp by microwave digestion-microwave plasma torch atomic emission spectrometry [J]. *J Petrochem Univ*, 2006, 19 (3): 41–44. (in Chinese)
- [12] 赵爽, 张金生. 微波技术消解芦荟样品研究 [J]. 江西师范大学学报: 自然科学版, 2010, 34 (2): 178–182.
- ZHAO Shuang, ZHANG Jinsheng. The study on microwave technology application in digesting the sample of aloe [J]. *J Jiangxi Normal Univ: Natural Science*, 2010, 34 (2): 178–182. (in Chinese)
- Chinese)
- [13] 王砚. 微波消解——火焰原子吸收光谱法测定黑米米糠和白米米糠中的矿质元素 [J]. 安徽农业科学, 2010, 38 (24): 13382–13383.
- WANG Yan. Determination on mineral elements in black rice bran and white rice bran by using microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry [J]. *J Anhui Agric Sci*, 2010, 38 (24): 13382–13383. (in Chinese)
- [14] 牛金梅, 沈乐琴, 张豪. 微波消解——火焰原子吸收法测定鸡骨中的钙 [J]. 河南预防医学杂志, 2004, 15 (1): 15–16.
- NIU Jinmei, SHEN Leqin, ZHANG Hao. Determination of calcium in chicken bone by microwave digestion-flame atomic absorption spectrometry [J]. *Henan J Prev Med*, 2004, 15 (1): 15–16. (in Chinese)
- [15] 李鹏飞, 郑飞云, 李崎, 等. 微波消解-FAAS 法测定啤酒中钠、钾、钙和镁 [J]. 啤酒科技, 2008 (10): 17–19.
- LI Pengfei, ZHENG Feiyun, LI Qi, et al. Microwave-assisted digestion with flame atomic absorption spectrometry for determination of Na, K, Ca and Mg in beer [J]. *Beer Sci Technol*, 2008 (10): 17–19. (in Chinese)
- [16] NOOKABKAEW S, RANGKADILOK N, SATAYAVIVAD J. Determination of trace elements in herbal tea products and their infusions consumed in Thailand [J]. *J Agric Food Chem*, 2006, 54 (18): 6939–6944.
- [17] 李小华, 魏昌华, 申志兵, 等. 微波消解预处理技术在食品分析中的应用 [J]. 安全与环境工程, 2009, 16 (6): 48–51.
- LI Xiaohua, WEI Changhua, SHEN Zhibing, et al. Application of microwave digestion pretreatment to foodstuff analysis [J]. *Saf Environ Eng*, 2009, 16 (6): 48–51. (in Chinese)
- [18] IKEM A, NWANKWOALA A, ODUEYUNGBO S, et al. Levels of 26 elements in infant formula from USA, UK, and Nigeria by microwave digestion and ICP-OES [J]. *Food Chem*, 2002, 77 (4): 439–447.
- [19] BARON G, BRUN S, GRIÈRE A S, et al. Microwave digestion for rapid radiostrontium analyses in salmon fishbone [J]. *J Radioanal Nucl Chem*, 2004, 260 (2): 283–289.
- [20] 王叔淳. 食品卫生检验技术手册 [M]. 3 版. 北京: 化学工业出版社, 2002: 93.
- WANG Shuchun. Food hygiene inspection manual [M]. 3<sup>th</sup> edition. Beijing: Chemical Industry Press, 2002: 93. (in Chinese)