

酸提取处理 ICP – OES 测定稻谷中镉元素的方法验证试验

李琦¹,熊宁¹,尚艳娥²,刘勇¹,刘子豪¹,倪姗姗¹,朱玫¹,刘召贵³

(1. 湖北国家粮食质量检测中心, 湖北 武汉 430061;

2. 国家粮油质量监督检验中心, 北京 100055;

3. 江苏天瑞仪器股份有限公司, 江苏 昆山 215300)

摘要:采用稀硝酸萃取样品中的镉,再用 ICP – OES 测定萃取液中镉含量。对该方法测定的工作曲线线性范围、检出限、定量限、准确性、台间差、重复性、稳定性等参数进行分析验证。结果表明:酸提取处理 ICP – OES 测定稻谷中镉元素的方法标准曲线线性相关系数为 0.999 8,检出限 0.001 31 mg/L,定量限 0.004 40 mg/L,准确性、台间差、重复性、稳定性等参数测试结果均符合 GB/T 5009.15—2003 等标准和规定的要求,完成一个样品的检测时间不超过 15 min,此方法可满足稻谷中镉含量快速检测的要求。

关键词:酸提取;电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP – OES);稻谷;镉元素;验证试验

中图分类号:TS 207.2 **文献标识码:**A **文章编号:**1007 – 7561 (2015)01 – 0058 – 05

Verification test of determination of cadmium in paddy by acid extraction ICP – OES method

LI Qi¹, XIONG Ning¹, SHANG Yan – er¹, LIU Yong¹, LIU Zi – hao¹, NI Shan – shan¹, ZHU Mei¹, LIU Zhao – gui^{1,3}

(1. National Grain Quality Testing Center of Hubei Province, Wuhan Hubei 430061;

2. National Grain and Oil Quality Supervision and Inspection Center, Beijing 100055;

3. Jiangsu Skyray Instrument Co., LTD, Kunshan Jiangsu 215300)

Abstract: The cadmium in sample was extracted with dilute nitric acid and determined by inductively coupled plasma – optical emission spectroscopy (ICP – OES). The parameters obtained from the test, such as curve linear range, detection limit, quantitative detection limit, accuracy, difference between the measurement station, reproducibility and stability, were validated. The result showed that the linear correlation coefficient of the standard curve was 0.999 8, detection limit 0.001 31 mg/L, quantitative detection limit 0.004 40 mg/L, accuracy, difference between the measurement station, reproducibility and stability accorded with GB/T 5009.15 – 2003 and other standards and requirements. The detection for a sample need less than 15 min, can meet the needs of rapid detection cadmium content in paddy.

Key words: acid extraction; ICP – OES; paddy; cadmium; verification test

我国是世界上最大的稻谷生产国和消费国,产地分布广、环境复杂。稻谷是人类赖以生存的主要粮食之一,其卫生质量直接关系到人身健康,而近年来,稻谷存在一定程度的重金属镉污染的问题。金属镉及其化合物可以通过消化道与呼吸道进入人体,蓄积在人体的肾脏和肝脏,引发免疫系统、神经系统与生殖系统方面的病变,微量的镉就可能对人体产生较大危害^[1-2],国家将稻谷中的镉列入重点监测的指标,我国对镉限量标准为 0.2 mg/kg^[3-5]。

目前,镉的检测方法很多,国标方法有 GB/T 5009.15—2003^[6] 食品中镉的测定中石墨炉原子吸收光谱法、原子吸收光谱法、原子荧光光谱法,以及电感耦合高频等离子体质谱法等^[7-12]。采用湿法消解的石墨炉原子吸收光谱具有较高的灵敏度,准确度高,已成为日常工作中测定食品中镉的首选方法,但其测试时间较长,不便于粮食收购、销售期间镉元素的快速检测。而传统的其他化学分析方法,需要繁琐的前处理步骤,测试周期比较长,不适合大批量粮食中镉元素的快速检测。本实验采用稀硝酸萃取样品中镉,用 ICP – OES 直接测定萃取液中的

收稿日期:2014 – 07 – 26

作者简介:李琦,1986 年出生,男,硕士,工程师。

镉元素,此方法简便、快速,在短时间内可快速地测定中稻谷中的镉含量,再进一步通过有证实物标样和天然阳性样品来验证此方法的适用性。

1 材料与方法

1.1 仪器设备

ICP-2060T型电感耦合等离子体发射光谱仪:江苏天瑞仪器股份有限公司,仪器工作条件:高频发生器 27.12 MHz,中心通道 0.6 mm 的石英炬管,高频功率 900 W,等离子气流量 12 L/min,辅助气流量 0.6 L/min,载气流量 0.8 L/min,蠕动泵转速 3 mL/min,镉的分析线 226.502 nm。

PE700型原子吸收光谱仪:美国 PE 公司,仪器工作条件:干燥:110 °C,30 s,干燥,130 °C,30 s,灰化:300 °C,20 s,原子化:1 300 °C,5 s,除残,2 450 °C,3 s,无基体改进剂。

MARS6型微波消解仪:美国 CEM 公司,仪器工作条件:微波消解程序为温度控制模式:最大功率 1 200 W,功率 100%,爬升时间 30 min,温度 180 °C,保持时间 10 min;

Milli-Q型超纯水机:美国 Millipore 公司。

1.2 样品及试剂

1.2.1 试剂

镉标准储备液:镉单元素溶液标准物质(GBW08612),1 000 μg/mL,20 mL,中国计量科学研究院。

生物成分标准物质:大米标样(GBW10045),镉含量标定值为 0.19 ± 0.02 mg/kg,地球物理地球化学勘查研究所。

硝酸(优级纯):国药集团药业股份有限公司。

1.2.2 标准溶液配置

标准中间液:用 1% 硝酸将标准储备液稀释成 10 μg/mL。

标准使用液:用 1% 硝酸把镉标准中间液稀释至 0.010、0.020、0.050、0.100 μg/L。

1.2.3 样品萃取液配置

移取 15 mL 优级纯硝酸至 500 mL 容量瓶中,加去离子水至刻度摇匀。

1.2.4 容器要求

容器均需用 10% 硝酸浸泡 24 h 以上,临用前用去离子水冲洗干净。

1.3 方法

1.3.1 天然阳性样品制备、均匀性检验与定值

选择镉含量高、中、低的稻谷样品 7 份,每份 2 kg,分别脱壳制备成糙米,将糙米粉碎过 40 目筛,充分混匀后,用四分法缩分至 50 g 左右,装入样品

袋,每组样品总体中随机各抽取 5 个样品用于均匀性检验,按照 GB/T 5009.15 食品中镉的测定,第一法石墨炉原子吸收光谱法测定混合均匀度,每个样品重复测定 2 次。

定值检验:7 份不同镉含量的糙米粉,送 8 家省级粮食质检机构按照 GB/T 5009.15 第一法进行测定并定值。

1.3.2 酸提取处理 ICP-OES 测定法的样品前处理

称取 0.500 0 g 样品于 15 mL 塑料离心管中,加入 10 mL 萃取液后震荡 3 min,在 500 0 r/min 下离心 5 min,离心完成后取出,用带有 0.45 μm 水系滤头的注射器过滤上清液,滤液直接上机测试,以外标法对样品进行定量分析。

1.3.3 方法验证与分析

从 1.3.1 中已定值 7 份天然阳性样品随机选取 3 份样品,并和实物标样一同作为验证样品,作为盲样,随机编号,对酸提取处理 ICP-OES 测定稻谷中镉元素的方法的国标适用性进行分析与验证。

1.3.3.1 方法线性范围

随机挑选一台 ICP-OES 测定标准溶液。以浓度为横坐标,响应信号为纵坐标,得到标准曲线。

1.3.3.2 方法检出限和定量限

检出限(LOD):测定 20 次试剂空白值,通过公式 $3 \times SD/Slope$ 计算,其中 SD 为 20 个试剂空白的标准偏差,Slope 为梯度浓度做出线性方程的斜率。

定量限(LOQ):测定 20 次试剂空白值,通过公式 $10 \times SD/Slope$ 计算。定量限要求在检测线性范围之内。

1.3.3.3 方法准确性和台间差

采用酸提取处理 ICP-OES 测定稻谷中镉元素的方法,两台 ICP-OES 仪器对大米标样(GBW10045)和稻谷阳性样品同时进行双试验检测。两台设备测定均值进行配对 t 检验,考察酸提取处理 ICP-OES 测定稻谷中镉元素的方法的测定准确性、台间差结果是否存在显著性差异。

1.3.3.4 方法重复性

采用酸提取处理 ICP-OES 测定稻谷中镉元素的方法,随机挑选一台 ICP-OES 仪器对中间浓度梯度的大米阳性样品,采用酸提取处理 ICP-OES 测定方法重复处理、测定 6 次。

采用 χ^2 检验,将国家标准方法中提供的重复性要求转换成标准差,按照 GB/T 4889—2008 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验中 7.1 单总体方差或标准差检验实施 χ^2 分布检验,判断该方法重复性测定标准差是否超过标准方

法中规定的重复性要求。

1.3.3.5 方法稳定性

采用酸提取处理 ICP-OES 测定稻谷中镉元素的方法,随机挑选一台 ICP-OES 仪器对中间浓度梯度的大米阳性样品进行连续 6 h 测试,一瓶氦气持续开机使用的时间在 6 h 左右,所以稳定性考察缩短为 6 h,每 0.5 h 测定一次,以该方法 6 h 测定数据的标准差和极差是否超过标准方法中规定的重复性要求来考察方法的稳定性。

分析同 1.3.3.4,同时采用 6 次测定极差与现有国家标准规定的 6 次测定重复性临界极差进行对照,考察该方法的重复性。

1.3.4 数据处理

数据处理参照 GB/T 5009.15—2003 食品中镉的测定,GB/T 4883—2008 数据的统计处理和解释 正态样本离群值的判断和处理^[13]、GB/T 4889—2008 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验^[14]、国际理论与应用化学家联合(IUPAC)规定进行统计分析。

2 结果与分析

2.1 天然阳性样品混合均匀度测定

通过表 1 分析得到,7 份不同镉含量的糙米粉测定结果符合均匀度的要求。

表 1 混合均匀度测定结果

测定次数	1号	2号	3号	4号	5号	6号	7号
1	0.061 0	0.142	0.261	0.232	0.284	0.435	0.355
2	0.069 0	0.137	0.267	0.220	0.237	0.419	0.291
3	0.059 0	0.136	0.226	0.228	0.254	0.414	0.360
4	0.064 0	0.148	0.243	0.229	0.248	0.439	0.304
5	0.069 0	0.142	0.248	0.219	0.256	0.428	0.318
平均值 /(mg/kg)	0.064 4	0.141	0.249	0.226	0.256	0.427	0.326
SD	0.004 56	0.004 80	0.0161	0.005 77	0.017 4	0.010 5	0.030 7
变异系数 (CV)/%	7.1	3.4	6.5	2.6	6.8	2.5	9.4

2.2 天然阳性样品定值测定

通过表 2 分析得到,测定结果符合精密度要求。

表 2 样品定值结果

测试实验室	1号	2号	3号	4号	5号	6号	7号	大米标样
A	0.062 0	0.179	0.262	0.239	0.257	0.416	0.366	0.191
B	0.058 0	0.166	0.260	0.228	0.259	0.460	0.346	0.180
C	0.059 0	0.152	0.232	0.221	0.245	0.396	0.342	0.202
D	0.064 0	0.174	0.259	0.227	0.252	0.394	0.356	0.183
E	0.039 0	0.156	0.260	0.239	0.275	0.446	0.357	0.189
F	0.100 *	0.206	0.278	0.286	0.312	0.417	0.362	0.194
G	0.073 0	0.186	0.288	0.268	0.304	0.452	0.387	0.190
H	0.064 0	0.141	0.249	0.226	0.256	0.427	0.326	0.190
定值结果 /(mg/kg)	0.065 0	0.170	0.261	0.242	0.270	0.426	0.355	/

续表

测试实验室	1号	2号	3号	4号	5号	6号	7号	大米标样
SD	0.017 2	0.020 80	0.016 90	0.023 10	0.025 00	0.024 90	0.018 1	/
CV/%	26.4	12.2	6.5	9.6	9.3	5.8	5.1	/

注: A~H,代表参与定值的 8 家实验室代码。Grubbs 检验: 0.0390,0.100 * 均应保留

2.3 酸提取 ICP-OES 测定法线性范围测定

以配制的镉标准溶液浓度为横坐标,ICP 响应值为纵坐标,0~0.100 mg/L 范围内呈线性,线性回归方程为 $Y = 78\ 824.232X + 2\ 967.528$,相关系数为 0.999 8。

表 3 线性范围

浓度/(mg/L)	0	0.010	0.020	0.050	0.100
响应值	3 115	3 753	4 492	6 702	10 964
回归方程	$Y = 78\ 824.232X + 2\ 967.528$				
相关系数	0.999 8				

2.4 酸提取 ICP-OES 测定法检出限及定量限测定

酸提取处理 ICP-OES 测定 LOD 及 LOQ 的检测结果见表 4,LOD 0.001 31 mg/L,LOQ 0.004 40 mg/L,得到的值均符合要求。

表 4 检出限及定量限

测定次数	响应值	测定次数	响应值
1	2 988	11	2 994
2	3 008	12	2 958
3	2 978	13	2 997
4	2 945	14	2 877
5	2 931	15	2 971
6	2 988	16	2 945
7	2 984	17	3 034
8	2 959	18	2 969
9	2 936	19	2 983
10	2 989	20	2 934
平均值	2 968.4		
SD	34.313		
标准曲线	$Y = 78\ 824.232X + 2\ 967.528$		
LOD/(mg/L)	0.001 31		
LOQ/(mg/L)	0.004 4		

2.5 酸提取 ICP-OES 测定法准确性和台间差分析

仪器 1 的 ICP-OES 快速萃取法准确性测定结果见表 5,经计算,仪器 1 $t_d = 0.090$,仪器 2 $t_d = 2.180$,查 t 分布表, $t_{0.05,9} = 2.262$,两台仪器的 t_d 均小于 $t_{0.05,9}$,说明仪器 1 与 2 的测定结果与国家标准方法测定结果之间无显著性差异。

通过直接比较,采用酸提取处理 ICP-OES 测定法的两台仪器测定大米标样实物标准样的结果均在认定值范围,该方法具有良好的准确性和精密度。

台间差测定结果见表 6,经计算, $t_d = 1.870$,查 t 分布表, $t_{0.05,9} = 2.262$, $t_d < t_{0.05,9}$,采用酸提取处理 ICP-OES 测定法的两台设备的测定结果无显著性差异。

表5 准确性

样品编号	53		56		80		9		大米标样	
定值浓度/(mg/kg)	0.065 0		0.242		0.261		0.426		0.190	
仪器1/(mg/kg)	0.059 7	0.059 4	0.236 0	0.237 0	0.265 8	0.261 0	0.436 0	0.442 0	0.180	0.188
差值(di)/(mg/kg)	-0.005 30	-0.005 60	-0.006 1	-0.005 0	0.004 8	0.000 2	0.010 2	0.015 5	-0.009 5	-0.001 6
均值(d)/(mg/kg)	-0.000 2									
SD	0.008									
t _d	0.090									
仪器2/(mg/kg)	0.060 0	0.059 0	0.217	0.237	0.241	0.236	0.404	0.439	0.193	0.191
di/(mg/kg)	-0.005	-0.006	-0.025	-0.005	-0.020	-0.025	-0.022	0.013	0.003	0.001
d/(mg/kg)	-0.009 1									
SD	0.013 8									
t _d	2.180									

表6 台间差测定

序号	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
样品号	53		56		80		9		大米标样	
仪器1/(mg/kg)	0.059 7	0.059 4	0.235 9	0.237 0	0.265 8	0.261 2	0.436 2	0.441 5	0.180 5	0.188 4
仪器2/(mg/kg)	0.060 0	0.059 0	0.210 7	0.237 0	0.241 0	0.236 0	0.404 0	0.439 0	0.193 0	0.191 0
di/(mg/kg)	0.000 28	-0.000 4	-0.018 9	0	-0.024 8	-0.025 2	-0.032 2	-0.002 5	0.012 5	0.002 6
d/mg/kg	-0.008 86									
SD	0.015 1									
t _d	1.870									

2.6 酸提取 ICP - OES 测定法重复性测定

重复性测定次数 n = 6, 平均值为 0.260 0 mg/kg, SD = 0.003 9, 极差 = 0.010 5; GB/T 5009.15 规定: 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%, 则两次测定绝对差(即重复性限 r) ≤ 0.052, 6 次测定的重复性临界极差 CrR₉₅(6) = f(6) × r/2.8 = 4.0 × 0.052/2.8 = 0.0740, 标准规定的重复性标准差 s_r = 0.052/2.8 = 0.0186, 显著性水平 α = 0.05 情况下, 查表得 χ²_{0.95}(5) = 11.070, χ² = (n - 1) s²/s_r² = 0.22 < χ²_{0.95}(5), 极差 0.010 5 < 重复性临界极差 CrR₉₅(6), 说明该方法测定的重复性标准差和极差均没有超过标准方法中规定的重复性要求。

表7 重复性测定

测定次数	1	2	3	4	5	6
测定值/(mg/kg)	0.265 8	0.261 2	0.263 6	0.255 3	0.257 90	0.258 9
平均值/(mg/kg)	0.260 0					
SD	0.003 9					
χ ²	0.220 0					
χ ² _{0.95} (5)	11.070 5					
极差	0.010 5					

2.7 稳定性测定

稳定性测定次数 n = 13, 平均值 = 0.192 7 mg/L, SD = 0.005 7, 极差 = 0.020 1; GB/T 5009.15 规定: 在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的 20%, 则两次测定绝对差(即重复性限 r) ≤ 0.038 5, 13 次测定的重复性临界

表8 稳定性测定

测定次数	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
测定结果/(mg/L)	0.205 1	0.197 3	0.199 4	0.197 4	0.192 9	0.190 3	0.191 1	0.192 9	0.191 3	0.187 6	0.185 0	0.187 90	0.187 0
平均值/(mg/L)	0.192 7												
SD	0.005 7												
CV/%	3												
χ ²	2.064 0												
χ ² _{0.95} (12)	21.026 1												
极差	0.020 1												

极差 CrR₉₅(13) = f(13) × r/2.8 = 0.064 7, 国标规定的重复性标准差 s_r = 0.013 8, 显著性水平 α = 0.05 情况下, 查表得 χ²_{0.95}(12) = 21.026 1, χ² = (n -

1) s²/s_r² = 2.064 < χ²_{0.95}(12), 极差 0.020 1 < 重复性临界极差 CrR₉₅(13), 说明该方法测定的稳定性测定标准差和极差均没有超过标准方法中规定的重复

性要求。

2.8 检测时间

酸提取处理 ICP-OES 测定法测定稻谷中镉元素样品前处理时间约 11 min, 上机时间约 3 min, 完成一个样品, 双试验的检测时间为 14 min。前处理简便, 试剂用量少, 前处理成本较低。

3 结论

酸提取处理 ICP-OES 测定稻谷中镉元素的方法测定稻谷中镉前处理简便, 试剂用量少, 有利于环境保护, 且具有较高的准确度及较好的重现性, 并且测试速度快, 提高了工作效率。

通过对该方法工作曲线线性范围、检出限、定量限、准确性、台间差、重复性、稳定性等参数验证, 测试结果符合 GB/T 5009.15—2003 等标准和规定的要求, 完成一个样品的检测时间不超过 15 min, 该方法可满足稻米中镉含量快速检测的要求。

参考文献:

[1] ZHAO X L, SAIGUSA MASAIHIKO. Amelioration of Cadmium Polluted Paddy Soils by Porous Hydrated Calcium Silicate[J]. Water, Air, and Soil Pollution, 2007, 183(1-4): 309-315.
 [2] DAUM D K, BOGDAN M K, Schenk, et al. Influence of the field water management on accumulation of arsenic and cadmium in paddy rice[J]. Developments in Plant and Soil Sciences, 2001, 92:290-

191.

[3] 柯娴, 邓金兰, 李海丽. 微波消解-石墨炉 AAS 法测定大米中镉含量[J]. 价值工程, 2014, (11): 318-319.
 [4] 李俊伟, 鞠福龙, 杨光, 等. ICP-OES 轴向观测法测定大米中镉含量[J]. 化学工程师, 2010, 175(4): 32-33, 48.
 [5] 章月莹, 李琛. 不同加工程度对粮食中镉含量的影响研究[J]. 粮食储藏, 2014, 43(1): 37-39.
 [6] GB/T 5009.15-2003, 食品中镉的测定[S].
 [7] 张亚冬, 韩北琦. 石墨炉原子吸收法测定大米中镉含量的不确定度评定[J]. 河南工业大学学报(自然科学版), 2012, 33(2): 74-77.
 [8] 唐英, 甘云娟, 郭春媚, 等. 原子吸收法测定大米中镉不同消化方式的比较[J]. 热带农业工程, 2010, 34(1).
 [9] 刘宏伟, 秦宗会, 谢华林, 等. ICP-OES/ICP-MS 测定葵花子中 28 种无机元素[J]. 光谱学与光谱分析, 2013, 33(1): 225-227.
 [10] 李沛青, 轩春江, 李燕. 微波消解-石墨炉原子吸收分光光度法测定粮食中镉含量[J]. 粮食与油脂, 2008, (9): 45-46.
 [11] KATHRYN J L, STEVE J H. Microwave Digestion Procedures for Environmental Matrices[J]. Analyst, 1998, 123(7): 103-133.
 [12] 刘淑君, 平庆杰, 李菊, 等. 电感耦合等离子体质谱(ICP-MS)法测定大米及米粉类食品中有害元素[J]. 食品与生物技术学报, 2012, 31(7): 111-115.
 [13] GB/T 4883-2008, 数据的统计处理和解释 正态样本离群值的判断和处理[S].
 [14] GB/T 4889-2008, 数据的统计处理和解释 正态分布均值和方差的估计与检验[S].

(上接第 29 页)

参考文献:

[1] 杨玉玲, 许时婴. 淀粉为基质的脂肪替代品[J]. 食品工业科技, 2002, 23(12): 85-87.
 [2] 陈颖, 姚惠源. 淀粉基质的脂肪模拟物及在冰淇淋中的应用现状[J]. 粮油加工与食品机械, 2004, (10): 64-66.
 [3] 董吉林, 张静雯, 张文丽, 等. 小麦糊精低脂蛋黄酱研究[J]. 粮食与油脂, 2012, (3): 16-19.
 [4] 酆渊, 张连富. 大米水解物替代氢化植物油的研究[J]. 中国粮油学报, 2009, 24(3): 66-71.
 [5] 徐聃, 杜宇虹, 孔保华. 脂肪替代品在乳制品中的研究与应用进展[J]. 食品科技, 2006, (11): 28-32.
 [6] 潘亚萍. 米糠的开发与应用[J]. 中国油脂, 2010, 3(56): 52-54.
 [7] 亦森. “RICEO”米糠水溶性功能性制品[J]. 粮食与油脂, 2001, 5: 46.
 [8] 陈季旺, 姚惠源, 张小勇, 等. 米糠可溶性蛋白的提取工艺和特性研究[J]. 中国油脂, 2003, 28(2): 46-50.
 [9] 吕银德, 赵俊芳. 蒸谷米糠蛋白乳化性的研究[J]. 粮食加工, 2010, 35(6): 37-40.
 [10] 陈清婵, 王劲松. 米糠饮料的开发与研究进展[J]. 食品科技, 2012, 37(9): 156-159.
 [11] 张薇, 宋春春, 徐玉娟等. 米糠蛋白复合乳饮料制备及其乳化稳定性[J]. 乳业科学与技术, 2013, 36(4): 7-10.
 [12] Yamagishi T, Tsuboi T, Kikuchi K, et al. Potent natural immunomodulator rice water-soluble polysaccharide fractions with anti-complementary activity[J]. Cereal Chemistry, 2003, 80(1): 5-8.

[13] 易翠平. 米糠多糖研究进展[J]. 粮食与油脂, 2003, (2): 20-22.
 [14] 胡国华, 杨帆, 马正智, 等. 米糠多糖的研究及应用进展[J]. 中国食品添加剂, 2007: 80-85.
 [15] 王学辉. 米糠膳食纤维的应用研究进展[J]. 海军医学杂志, 2005, 26(4): 373-375.
 [16] 许晖, 孙兰萍. 从米糠中制备水溶性膳食纤维的比较研究[J]. 粮食与饲料工业, 2007, 5: 13-15.
 [17] 谢莹, 林亲录, 吴伟. 米糠微波稳定化工艺优化[J]. 粮食与油脂, 2012, 12: 17-19.
 [18] 王秀军, 张晖, 王立. 小麦麸皮淀粉水解工艺的研究[J]. 粮食与饲料工业, 2009, (1): 20-21.
 [19] 潘英明, 李宁, 葛春玉, 等. 膳食纤维测定方法的改进[J]. 食品科学, 2002, 23(11): 106-108.
 [20] 蔡凯凯, 黄占旺, 沈柱英, 等. 双酶法水解米糠淀粉的工艺研究[J]. 中国粮油学报, 2013, 28(5): 17-22.
 [21] 李东锐, 苏明华, 汪海波. 超声波及匀浆技术在米糠多糖和米糠蛋白提取中的应用研究[J]. 粮油加工, 2007, (11): 92-95.
 [22] 王莉, 陈正行, 张兵. 不同方法提取米糠多糖工艺的优化研究[J]. 食品科学, 2007, 28(4): 112-116.
 [23] 杨玉玲, 许时婴. 淀粉基质脂肪替代品的制备[J]. 食品与发酵工业, 2005, 31(3): 87-90.
 [24] 徐良增, 许时婴, 杨瑞金. 麦芽糊精[J]. 粮食与油脂, 2000, (7): 36-38.
 [25] 邢明, 王展, 黄华, 等. 燕麦淀粉为基质的脂肪替代品的 DE 值选择[J]. 食品科学, 2011, 32(13): 111-114.