

乳粉中矿物质检测稳定性分析研究

刘志楠¹, 王俊英¹, 喻东威^{2*}, 宋晓东², 刘萍萍²,
赵源¹, 张利珍¹, 莎日娜¹, 吴春香¹

(1. 内蒙古欧世蒙牛乳制品有限公司, 呼和浩特 011500; 2. 内蒙古蒙牛乳业(集团)股份有限公司,
呼和浩特 011500)

摘要: 目的 对乳粉中矿物质元素检测的稳定性进行分析研究。**方法** 依据国标方法对 GB 10765-2010 中必需要求的 12 种矿物质元素进行检测, 在同一实验室对同一乳粉中的矿物质元素进行重复检测确定产品的稳定性; 在不同实验室对同一乳粉中的矿物质元素进行检测, 发现实验室检测稳定性的差异。**结果** 发现同一实验室对同一批次乳粉中矿物质元素检测的稳定性较好, 不同实验室间矿物质元素检测稳定性相对较差。**结论** 统一实验室检测方法, 提升实验室检测水平, 是确保检测稳定性的前提, 有利于为企业生产时提供准确的检测数据, 对制定产品配方具有重要指导意义。

关键词: 乳粉; 矿物质; 检测; 稳定性

Study on the stability detection of mineral in milk powder

LIU Zhi-Nan¹, WANG Jun-Ying¹, YU Dong-Wei^{2*}, SONG Xiao-Dong², LIU Ping-Ping²,
ZHAO Yuan, ZHANG Li-Zhen¹, SHA Ri-Na¹, WU Chun-Xiang¹

(1. Inner Mongolia Mengniu Arla Dairy Products Co., Ltd., Huhhot 011500, China; 2. Inner Mongolia Mengniu Dairy Industry (Group) Limited Company, Huhhot 011500, China)

ABSTRACT: Objective To analyze the stability of minerals in milk powder. **Methods** According to the national standard method, 12 mineral elements required in GB 10765-2010 were tested, and the stability of the product was determined by repeated testing of the mineral elements in the same milk powder in the same laboratory. The mineral elements of the same milk powder were tested in different laboratories, and the stability of the laboratory was detected. **Results** It was found that the same laboratory had better stability in the detection of mineral elements in the same batch of milk powder, and the stability of mineral elements in different laboratories was relatively poor. **Conclusion** Unifying laboratory testing method, improving laboratory test level are the premise to ensure the stability of testing. It is helpful to provide accurate test data for the production of enterprises, which is of important guiding significance for formulating product formulations.

KEY WORDS: milk powder; mineral; detection; stability

基金项目: 国家重大科学仪器设备开发专项(2013YQ14037108)

Fund: Supported by National Major Scientific Instruments and Equipment Development Special (2013YQ14037108)

*通讯作者: 喻东威, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为乳品快速检测技术开发和研究。E-mail: yudongwei@mengniu.cn

*Corresponding author: YU Dong-Wei, Ph.D, Senior Engineer, Inner Mongolia Mengniu Arla Dairy Products Co., Ltd., Huhhot 011500, China. E-mail: yudongwei@mengniu.cn

1 引言

当今时代, 母乳喂养呈现下降的趋势^[1], 婴幼儿配方乳粉作为母乳的替代物是婴幼儿补充能量的最佳选择, 具有很高的营养价值。婴幼儿配方乳粉是以脱脂乳粉、乳清蛋白粉、大豆蛋白粉、蔗糖、乳糖等为主要原料, 加入适量的维生素和矿物质以及其他营养物质调配而成, 专为婴幼儿设计的乳制品^[2]。婴幼儿配方乳粉中既包含有提供能量的脂肪、蛋白质等成分, 也包括维生素在内的人体大部分所需的营养成分^[3], 还需要有人体中不可缺少的矿物质元素。乳粉中既含有氯、钙、磷、钾、钠、镁等常量元素, 又含有锌、铁、锰、铜、碘、硒等微量元素^[4], 这些都是儿童成长必需的营养元素^[5]。

矿物质的生理功能极为丰富, 矿物质是构成人体组织的重要成分, 如钙、镁为组成骨骼、牙齿的成分, 铁为组成血红蛋白的成分。长期缺乏矿物质元素会对婴幼儿健康产生不利影响, 如儿童生长发育迟缓、缺铁性贫血、佝偻病等^[6]。随着人们物质生活水平的不断提高, 人们对婴幼儿食品的质量要求也越来越高, 对婴幼儿健康发育成长所需的常量元素和微量元素也提出了更高的要求^[7]。所以, GB 10765-2010《食品安全国家标准 婴儿配方食品》和 GB 10767-2010《食品安全国家标准 较大婴儿和幼儿配方食品》中对婴幼儿配方食品中的 12 种矿物质的含量有明确规定^[8,9]。鉴于此, 本文依据国标方法对 GB 10765-2010 中必需要求的 12 种矿物质元素进行检测, 研究乳粉中矿物质元素的检测稳定性。以期为企业在制定婴配乳粉中矿物质元素的强化方案提供一定的指导意义, 以保证在保质期之内抽检时符合国家标准要求, 为宝宝提供优质的配方乳粉。

2 材料与方法

2.1 试剂与材料

硝酸、高氯酸(优级纯, 北京西陇化工有限公司); 硫酸、盐酸、磷酸二氢铵、过硫酸铵、过氧化氢、氢氧化钠、铁氰化钾、硼氢化钠、硼氢化钾、硫脲、硝酸镁、氧化镁(分析纯, 北京西陇化工有限公司); 抗坏血酸(分析纯, 美国 Sigma 公司)。

铅、硒、钾、钠、钙、镁、铁、锌、铜、锰、砷、镉标准溶液(1000 μg/mL, 中国计量科学研究院)。

市售婴儿配方乳粉, 900 g/听, 12 听, 购于当地市场。

2.2 仪器及设备

AA-7000 原子吸收光谱仪(配石墨炉原子化器、铬空心阴极灯和铅空心阴极灯, 岛津有限公司); AFS-230E 原子荧光光谱仪(配硒空心阴极灯和砷空心阴极灯, 北京科创海光仪器有限公司); optima5300DV 电感耦合等离子体发

射光谱仪(铂金埃尔默仪器有限公司); HP-10 可调式控温电热板(德国 IKA); AL-204 分析天平(梅特勒-托利多国际贸易(上海)有限公司); SXZ-12-10MP 马弗炉(上海一恒科技有限公司); TANK/PRO 微波消解仪(配有消解内罐, 上海新仪微波化学科技有限公司); DHG-9070A 恒温干燥箱(上海一恒科技有限公司); QL-1 可调式恒温电热炉(北京中兴伟业有限公司)。

2.3 实验方法

将同一乳粉由同一家实验室对氯、钾、钠、钙、磷、镁、铁、锌、铜、锰、碘、硒共 12 种矿物质元素进行重复测定 8 次, 通过平均值、标准偏差、变异系数及结果离散程度分析实验室内部检测的稳定性。

将同一乳粉送检 8 家实验室对其中含有的氯、钾、钠、钙、磷、镁、铁、锌、铜、锰、碘、硒 12 种矿物质元素进行测定, 通过平均值、标准偏差、变异系数等统计量进行分析实验室间检测的稳定性。

不同矿物质元素检测项目根据国标方法或实验室内部方法进行检测, 方法见表 1。

表 1 维生素检测方法
Table 1 The detection methods of vitamins

| 项目 | 方法 | 参考文献 |
|-----|------------------|------|
| 氯 | GB 5009.44-2016 | [10] |
| 钾 | GB 5413.21-2010 | [11] |
| 钠 | GB 5413.21-2010 | [11] |
| 钙 | GB 5009.92-2016 | [12] |
| 磷 | GB 5009.87-2016 | [13] |
| 镁 | GB 5413.21-2010 | [11] |
| 铁 | GB 5009.90-2016 | [14] |
| 锌 | GB 5413.21-2010 | [11] |
| 铜 | GB 5413.21-2010 | [11] |
| 锰 | GB 5413.21-2010 | [11] |
| 碘 | GB 5009.267-2016 | [15] |
| 硒 | GB 5009.93-2010 | [16] |
| 多元素 | GB 5009.268-2016 | [17] |

3 结果与分析

3.1 同一实验室矿物质检测稳定性分析

某一实验室对同一批次的样品中的氯、钾、钠、钙、磷、镁、铁、锌、铜、锰、碘、硒 12 种矿物质元素进行检测, 每批样品重复检测 8 次, 检测结果统计值见表 2。

从表 2 可以看出, 12 种矿物质元素中碘、硒的变异系

数超出 10%, 钾、钠、钙、镁、磷、氯、铁、锌、铜、锰的变异系数均小于 10%。针对变异系数较大的碘和硒, 可能由于方法本身的不稳定所导致的检测波动性较大, 故企业在制定配方和制定标准时要将此波动范围考虑在内, 以免出现不合格产品的现象发生。

3.2 不同实验室矿物质检测稳定性分析

不同实验室对同一乳粉中的 12 种矿物质元素进行检

测, 对每种元素检测结果的平均值、标准偏差、变异系数的统计结果见表 3。

从表 3 可以看出 12 种矿物质元素中钾、钙、磷、碘、硒的变异系数均超出 10%, 氯、钠、镁、铁、锌、铜、锰的变异系数均小于 10%。由此可以得出实验室间的波动更大, 可能与实验室的检测稳定性有关, 故企业在制定配方时要考虑实验室间的差异, 以免不符合标准。

表 2 同一实验室对同一乳粉检测矿物质统计数值($n=8$)
Table 2 The statistic results for detecting kinds of mineral in milk powder from the same laboratory ($n=8$)

| 项目 | 单位 | 平均值 | 标准偏差 | 变异系数(%) |
|----|----------------------------|--------|-------|---------|
| 氯 | mg/100 g | 648.93 | 43.96 | 6.77 |
| 钾 | mg/100 g | 881.11 | 76.29 | 8.66 |
| 钠 | mg/100 g | 232.78 | 22.79 | 9.79 |
| 钙 | mg/100 g | 662.87 | 55.75 | 8.41 |
| 磷 | mg/100 g | 472.01 | 15.46 | 3.28 |
| 镁 | mg/100 g | 92.06 | 4.60 | 5.00 |
| 铁 | mg/100 g | 6.27 | 0.29 | 4.70 |
| 锌 | mg/100 g | 4.77 | 0.33 | 6.90 |
| 铜 | $\mu\text{g}/100\text{ g}$ | 346.26 | 17.29 | 4.99 |
| 碘 | $\mu\text{g}/100\text{ g}$ | 103.02 | 18.16 | 17.63 |
| 硒 | mg/kg | 0.15 | 0.02 | 13.85 |
| 锰 | $\mu\text{g}/100\text{ g}$ | 96.45 | 8.41 | 8.72 |

表 3 不同实验室矿物质元素检测结果统计分析($n=8$)
Table 3 The statistic results for detecting kinds of mineral in milk powder from different laboratories ($n=8$)

| 项目 | 单位 | 平均值 | 标准偏差 | 变异系数(%) |
|----|----------------------------|--------|-------|---------|
| 氯 | mg/100 g | 345.02 | 28.17 | 8.17 |
| 钾 | mg/100 g | 571.05 | 74.02 | 12.96 |
| 钠 | mg/100 g | 166.73 | 13.08 | 7.85 |
| 钙 | mg/100 g | 345.17 | 49.55 | 14.35 |
| 磷 | mg/100 g | 246.46 | 43.07 | 17.47 |
| 镁 | mg/100 g | 56.69 | 4.30 | 7.59 |
| 铁 | mg/100 g | 6.27 | 0.33 | 5.33 |
| 锌 | mg/100 g | 4.34 | 0.13 | 2.96 |
| 铜 | $\mu\text{g}/100\text{ g}$ | 426.67 | 20.18 | 4.73 |
| 锰 | $\mu\text{g}/100\text{ g}$ | 72.94 | 4.14 | 5.68 |
| 碘 | $\mu\text{g}/100\text{ g}$ | 92.88 | 12.44 | 13.39 |
| 硒 | mg/kg | 0.22 | 0.05 | 21.61 |

4 结 论

同一实验室对同一批次乳粉中的 12 种矿物质元素进行检测, 仅有微量元素碘和硒的变异系数超出 10%; 不同实验室间钾、钙、磷、碘、硒的变异系数均超出 10%, 氯、钠、镁、铁、锌、铜、锰的变异系数均小于 10%。说明不同实验室间矿物质元素检测波动性较大, 可能由于所采用的检测方法不同或者元素本身含量较少导致实验室间检测差异较大。故统一实验室检测方法, 提升实验室检测水平, 是确保检测稳定性的前提。只有保证准确的检测数据, 才能给企业在生产时提供准确的检测数据, 对制定产品配方具有重要指导意义。除此之外, 企业在制定配方时, 也需要将以上不稳定性考虑在内, 以免出现不符合国家标准和市场抽检的情况。

参考文献

- [1] 纪若思, 朱丽萍, 华嘉增. 母乳喂养研究进展[J]. 中国妇幼保健, 2011, (26): 149-151.
Ji RX, Zhu LP, Hua JZ. Research progress in breast feeding [J]. Mater Child Health Care China, 2011, (26): 149-151.
- [2] 贾晓旭. 婴幼儿乳粉关键营养素分析方法研究[D]. 苏州: 苏州大学, 2014.
Jia XX. Study of key nutrients in infant milk powder [D]. Suzhou: Soochow University, 2014.
- [3] 吴景, 邢书霞, 曹进. 食品中维生素检测技术研究进展[J]. 食品安全质量检学报, 2015, 6(8): 2881-2887.
Wu J, Xing SX, Cao J. Research progress of the detection technology for vitamins in food [J]. J Food Saf Qual, 2015, 6(8): 2881-2887.
- [4] 陈丹瑾, 牟光庆, 姜铁民, 等. 乳及乳制品中矿物质元素检测方法的研究进展[J]. 食品与机械, 2015, 31(3): 246-250.
Chen DJ, Mou GQ, Jiang TM, *et al.* Research progress determination method of mineral elements in milk and dairy products [J]. Food Mach, 2015, 31(3): 246-250.
- [5] 陈永焯. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定乳粉中钙、磷、镁等 9 种元素的含量[J]. 福建轻纺, 2011, (2): 29-32.
Chen YX. Determination of 9 elements such as calcium, phosphorus and magnesium in milk powder by microwave digestion inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Fujian Textile, 2011, (2): 29-32.
- [6] 程琴. 中山市坦洲镇某医院 352 例儿童头发 8 种矿物质元素分析[D]. 广州: 南方医科大学, 2013.
Cheng Q. The analysis of eight kinds of minerals in the hair of 352 children in a hospital in Tanzhou Town, Zhongshan [D]. Guangzhou: Southern Medical University, 2013.
- [7] 王朝瑾, 李云峰, 刘振华, 等. 母乳与婴儿乳粉中所含矿物质元素的分析[J]. 食品科学, 2002, 23(8): 286-288.
Wang ZJ, Li YF, Liu ZH, *et al.* Analysis of mineral elements in breast milk and infant milk powder [J]. Food Sci, 2002, 23(8): 286-288.
- [8] GB 10765-2010 食品安全国家标准 婴儿配方食品[S].
GB 10765-2010 National food safety standard-Infant formula [S].
- [9] GB 10767-2010 食品安全国家标准 较大婴儿和幼儿配方食品[S].
GB 10767-2010 National food safety standard-Older infants and young children formula [S].
- [10] GB 5009.44-2016 食品安全国家标准食品中氯化物的测定[S].
GB 5009.44-2016 National food safety standard-Determination of chlorides in foods [S].
- [11] 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].
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].
- [12] GB 5009.92-2016 食品安全国家标准 食品中钙的测定[S].
GB 5009.92-2016 National food safety standard-Determination of calcium in foods [S].
- [13] GB 5009.87-2016 食品安全国家标准 食品中磷的测定[S].
GB 5009.87-2016 National food safety standard-Determination of phosphorus in foods [S].
- [14] GB 5009.90-2016 食品安全国家标准 食品中铁的测定[S].
GB 5009.90-2016 National food safety standard-Determination of iron in foods [S].
- [15] GB 5009.267-2016 食品安全国家标准 食品中碘的测定[S].
GB 5009.267-2016 National food safety standard-Determination of iodine in foods [S].
- [16] GB 5009.93-2010 食品安全国家标准 食品中硒的测定[S].
GB 5009.93-2010 National food safety standard-Determination of selenium in foods [S].
- [17] GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定[S].
GB 5009.268-2016 National food safety standard-Determination of polyelement in foods [S].

(责任编辑: 武英华)

作者简介



刘志楠, 硕士, 工程师, 主要研究方向为乳品检测技术研究和实验室管理。
E-mail: liuzhinan@mengniu.com



喻东威, 博士, 高级工程师, 主要研究方向为乳品快速检测技术开发和研究。
E-mail: yudongwei@mengniu.cn