

奶粉中营养元素检测方法的研究进展

丁玉龙^{1*}, 于学雷², 周峰¹

[1. 上海市质量监督检验技术研究院, 上海 200233; 2. 美国铂金艾尔默公司(上海), 上海 200233]

摘 要: 奶粉中营养元素的检测是奶粉质量检验的重要组成部分。目前奶粉中营养元素主要有钾、钙、钠、镁、铁、锌、铜、锰、磷、硒、碘元素, 各元素的样品前处理方法不一, 采用的检测方法使用的分析仪器不同, 从而导致检验时间长, 与此同时经过学者们的深入研究探索, 有部分元素可用同一种前处理方法和同一种分析仪器进行同时测定, 从而大大缩短了检验时间, 因此奶粉中多元素的同时检测一直是奶粉分析检测领域的重点研究对象。本文着重论述目前国内外婴幼儿奶粉中营养元素的检测方法研究进程, 阐述各种方法的基本原理, 并对多元素同时测定的样品前处理方法和仪器分析方法进行总结, 提出了开展研究微波酸消解样品代替其他前处理方法, 采用电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)同时测定奶粉中营养元素的新趋势。

关键词: 奶粉; 营养元素; 检测方法; 电感耦合等离子体质谱法

Progress on the determination method of nutritional elements in milk powder

DING Yu-Long^{1*}, YU Xue-Lei², ZHOU Feng¹

[1. Shanghai Quality Supervision and Inspection Technology Research Institute, Shanghai 200233, China;
2. Perkin Elmer (Shanghai) Co., Ltd., Shanghai 200233, China]

ABSTRACT: It is an important part of milk powder quality inspection for the detection of nutritional elements in milk powder. At presents, the nutrients in milk powder mainly include potassium, calcium, sodium, magnesium, iron, zinc, copper, manganese, phosphorus, selenium and iodine. Because of the different of the sample pretreatment methods of each element, the different of the analytical instruments are used in the detection methods, leading to a long test time. At the same time, through the in-depth research and exploration of researchers, it can be determined for some elements by the same pretreatment method and the same analytical instrument at the same time, which greatly shortens the test time. Therefore, it will be key research objects in the field of milk powder analysis and detection for the simultaneous detection of multiple elements in milk powder. The research progress of the method of the determination of nutritional elements in infant milk powder at home and abroad was reviewed, and the basic principle of various methods was expatiated. The pretreatment methods and determination methods of nutritional elements in infant milk powder were summarized. The new trend of studying microwave acid-digestion of samples instead of other pretreatment methods was put forward, and the application range of inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) in the detection of nutritional elements in milk powder was further expanded.

基金项目: 上海市市场监管局课题项目(2018-43)

Fund: Supported by Shanghai Market Supervision Bureau Program (2018-43)

***通信作者:** 丁玉龙, 硕士, 工程师, 主要研究方向为仪器分析。E-mail: sdjndingyulong@163.com

***Corresponding author:** DING Yu-Long, Master, Engineer, Shanghai Quality Supervision and Inspection Technology Research Institute, 381 Cangwu Road, Xuhui District, Shanghai 200233, China. E-mail: sdjndingyulong@163.com

KEY WORDS: milk powder; nutritional elements; test method; inductively coupled plasma mass spectrometry

0 引言

微量元素对人体健康具有重要意义,国家对配方奶粉中微量元素的含量有具体的标准要求,主要基于任何一种微量元素缺乏,都将对婴儿的健康产生不利影响。因此奶粉是世界上生产管理最严格的食物之一,其质量问题关系到广大婴儿特别是没有母乳的婴儿的身体健康,而奶粉中矿物质元素的种类和含量是评价其营养质量的关键指标,准确测定这些产品中添加的元素含量至关重要。目前奶粉中添加矿物质元素主要有钾、钙、钠、镁、铁、锌、铜、锰、磷、碘、硒,其中钾、钙、钠、镁、铁、锌、铜、锰为金属元素,磷、碘、硒为非金属元素,目前已有很多关于奶粉中矿物质元素的研究^[1-8],通过这些研究^[9-15]发现采用统一的前处理方法和同一种仪器进行多元素的同时测定逐渐成为研究热点。本文综述近年来国内外奶粉中这些元素的检测方法,并对未来的发展趋势进行了展望。

1 奶粉中金属元素的检测方法

奶粉中常见添加的金属元素主要包括钾、钙、钠、镁、铁、锌、铜、锰,这些元素的检测方法研究文献报道很多^[16-28],目前常用的检测方法已形成国家标准^[29-37],如表 1,从表中可以看出,8 种元素都可以用火焰原子吸收光谱法(flame atomic absorption spectrometry, FAAS)检测,其中 GB 5009.268—2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》^[29]给出了电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma mass spectrometry, ICP-MS)和电感耦合等离子体发射光谱法(inductively coupled plasma atomic emission spectrometry, ICP-AES),可以实现 8 种元素的同时检测,由于这几种元素含量较高,目前实验室普遍使用电感耦合等离子体发射光谱法。从表中可以看出 ICP-MS 方法检出限较低,火焰原子吸收和 ICP-AES 次之,但都能够满足奶粉中元素含量的检测要求,由于 ICP-MS 和 ICP-AES 可进行多元素同时测定,检测速度快,同时抗干扰能力强,应用更加便捷。

表 1 金属元素检测方法
Table 1 Determination method of metal elements

待测元素	检测方法	检出限	食品安全国家标准
钾	FAAS 法	0.2 mg/100 g	GB 5009.91—2017 ^[33]
	ICP-AES 法	7 mg/kg	GB 5009.91—2017/GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	7 mg/kg	GB 5009.91—2017/GB 5009.268—2017
钙	FAAS 法	0.5 mg/kg	GB 5009.92—2016 ^[34]
	ICP-AES 法	5 mg/kg	GB 5009.92—2016/GB 5009.268-2017
	ICP-MS 法	1 mg/kg	GB 5009.92—2016/GB 5009.268—2017
钠	FAAS 法	0.8 mg/100 g	GB 5009.91—2017
	ICP-AES 法	3 mg/kg	GB 5009.91—2017/GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	1 mg/kg	GB 5009.91—2017/GB 5009.268—2017
镁	FAAS 法	0.6 mg/kg	GB 5009.242—2017 ^[36]
	ICP-AES 法	5 mg/kg	GB 5009.242—2017/GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	1 mg/kg	GB 5009.242—2017/GB 5009.268—2017
铁	FAAS 法	0.75 mg/kg	GB 5009.90—2016
	ICP-AES 法	1 mg/kg	GB 5009.90—2016 ^[32] /GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	1 mg/kg	GB 5009.90—2016/GB 5009.268—2017
锌	FAAS 法	1 mg/kg	GB 5009.14—2017 ^[31]
	ICP-AES 法	0.5 mg/kg	GB 5009.14—2017/GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	0.5 mg/kg	GB 5009.14—2017/GB 5009.268—2017
铜	FAAS 法	0.2 mg/kg	GB 5009.13—2017
	ICP-AES 法	0.2 mg/kg	GB 5009.13—2017 ^[30] /GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	0.05 mg/kg	GB 5009.13—2017/GB 5009.268—2017
锰	FAAS 法	0.2 mg/kg	GB 5009.242—2017
	ICP-AES 法	0.1 mg/kg	GB 5009.242—2017/GB 5009.268—2017
	ICP-MS 法	0.1 mg/kg	GB 5009.242—2017/GB 5009.268—2017

上述方法之外,近年来兴起了一种新的直接测定奶粉中元素的检测方法X射线荧光光谱法,该方法相对于ICP、ICP-MS前处理更简单,按激发、色散和探测方法的不同,分为X射线光谱法(波长色散)和X射线能谱法(能量色散)。其原理是利用初级X射线光子或其他微观离子激发待测物质中的原子,使之产生荧光(次级X射线)而进行物质成分分析和化学态研究的方法。目前已有不少学者对该类快速检测方法进行了快速的研究^[38-43],其中无标半定量分析应用范围不广,全定量分析需要有标准方法定值的奶粉标样进行基体校正,从而建立标准曲线进行准确定量。该方法实验过程中不产生有害气体,节省人力、物力、时间,能够作为一种方便快捷的方法检测奶粉中的部分元素,其缺点是需要有标准方法定值的奶粉标样进行基体校正,从而限制了其应用范围。

2 奶粉中硒元素的检测方法

检测实验室奶粉中硒元素的测定方法主要为氢化物原子荧光光谱法^[44-46]和电感耦合等离子体质谱法^[47-50]。

2.1 氢化物原子荧光光谱法

GB 5009.93—2017《食品安全国家标准 食品中硒的测定》^[37],第一法为氢化物原子荧光光谱法,其原理为试样经酸加热消化后,在6 mol/L盐酸介质中,将试样中的六价硒还原成四价硒,用硼氢化钠作还原剂,将四价硒在盐酸介质中还原成硒化氢,由载气带入原子化器中进行原子化,在硒空心阴极灯照射下,基态硒原子被激发至高能态,再活化回到基态时,发射出特征波长的荧光,其荧光强度与硒含量成正比,与标准系列比较定量。该方法检出限为0.002 mg/kg,由于氢化物原子荧光光谱法分析仪器简单,操作方便,干扰少,目前实验室奶粉中硒的测定普遍采用此法。

2.2 电感耦合等离子体质谱法

试样经消解后,由电感耦合等离子体质谱仪测定,以元素特定质量数(质荷比, m/z)定性,采用外标法,以待测元素质谱信号与内标元素质谱信号的强度比与待测元素的浓度成正比进行定量分析。检出限为0.01 mg/kg,该方法较氢化物荧光光谱法检出限高,但是ICP-MS法具有进样快、检测时间短等优点,目前在奶粉中硒的检测中得到了广泛应用。

2.3 荧光分光光度法

试样经混合酸消化,使硒化合物转化为无机硒 Se^{4+} ,在酸性条件下 Se^{4+} 与2,3-二氨基萘,反应生成4,5-苯并苯硒脑,然后用环己烷萃取后上机测定。4,5-苯并苯硒脑在波长为376 nm的激发光作用下,发射波长为520 nm的荧光,

测定其荧光强度,与标准系列比较定量。该方法的检出限为0.01 mg/kg,定量限值0.03 mg/kg,该方法前处理操作比较繁琐,费时长,而奶粉中的硒干扰较少,目前实验室较少采用该方法检测奶粉中的硒。

3 奶粉中磷元素的检测方法

磷为非金属元素,如果婴幼儿缺乏磷元素,会引起骨骼和牙齿的发育不正常、骨质的疏松等,目前,奶粉中磷的检测方法最常用的是分光光度法和电感耦合等离子体发射光谱法,而电感耦合等离子体质谱法尚未形成食品安全国家标准。

3.1 分光光度法

目前磷元素的检测方法研究中,用分光光度法较多,其中钼蓝分光光度法和钒钼黄分光光度法已经成为食品安全标准的检测方法^[37],其原理和方法检出限介绍如下。

3.1.1 钼蓝分光光度法

试样经消解,磷在酸性条件下与钼酸铵结合生成磷钼酸铵,此化合物被对苯二酚、亚硫酸钠或氯化亚锡、硫酸肼还原成蓝色化合物钼蓝。钼蓝在660 nm处的吸光度与磷的浓度成正比。用分光光度计测定试样溶液的吸光度,与标准系列比较定量。检出限为20 mg/100 g。

3.1.2 钒钼黄分光光度法

试样经消解,磷在酸性条件下与钒钼酸铵生成黄色络合物钒钼黄。钒钼黄的吸光度值与磷的浓度成正比。于440 nm测定试样溶液中钒钼黄的吸光度,与标准系列比较定量。检出限为20 mg/100 g。

3.2 电感耦合等离子体发射光谱法

目前GB 5009.268—2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》^[29]采用电感耦合等离子体发射光谱法测定食品中的磷,其原理为样品消解后,由电感耦合等离子体发射光谱仪测定,以元素的特征谱线波长定性;待测元素谱线信号强度与元素浓度成正比进行定量分析。测元素的浓度成正比进行定量分析,检出限为20 mg/kg。经过业内学者的研究^[47]目前电感耦合等离子测定磷的研究已经比较成熟。

3.3 电感耦合等离子体质谱法

电感耦合等离子体质谱法测定奶粉中的磷是近年来的研究热点^[48-50],但是尚未形成食品安全国家标准,目前该方,在测定过程中主要存在基体干扰和质谱型干扰,主要通过碰撞池技术消除质谱型干扰,内标锆消除基体干扰,并且由于仪器抗干扰能力的增强,加之奶粉中磷的含量较高,虽然检出限偏高,但不影响奶粉中磷含量的准确定量,相信随着仪器分析技术的发展,该方法将得到更广泛的应用。

4 奶粉中总碘的检测方法

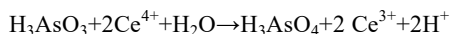
奶粉中总碘的检测方法有以下几种:

4.1 气相色谱法

GB 5009.267—2016《食品安全国家标准 食品中碘的测定》^[51],第三法利用带电子捕获器的气相色谱仪检测婴幼儿食品和乳制品中的碘,其原理是试样中的碘在硫酸条件下与丁酮反应生成丁酮与碘的衍生物,经气相色谱分离,利用电子捕获检测器检测,外标法定量,检出限为0.02 mg/kg。气相色谱法前处理比较繁琐,高海燕等^[52-53]提出改进方法,通过减少试剂的使用量,提高精密度和准确度。鄂颖等^[54]研究气相色谱法测定乳及乳制品中碘的影响因素,认为丁酮、硫酸及衍生时间和正己烷的纯度对结果影响较大。

4.2 分光光度法

分光光度法分析仪器简单,操作方便。其原理是利用碘酸根离子在酸性条件下与显色剂络合,在特定波长下,光强度与络合物浓度成正比,从而测得碘的浓度,但是,由于易受干扰离子的影响,显色反应稳定性低。分光光度法中较为经典的方法为GB 5009.267—2016《食品安全国家标准 食品中碘的测定》^[51]第二法,砷铈催化分光光度法,其原理是采用碱灰化处理试样,使用碘催化砷铈反应,反应速度与碘含量成定量关系。



反应体系中, Ce^{4+} 为黄色, Ce^{3+} 为无色,用分光光度计测定剩余 Ce^{4+} 的吸光度,碘含量与吸光度的对数成线性关系,计算试样中碘的含量,检出限为3 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。余慧珍等^[55-56]对此方法进行探讨,建议不同样品采用不同的前处理方法,并将催化反应和显色反应过程进行了改进,在优化实验最佳条件的基础上,检出限可达5 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。虽然该方法所用仪器相对简单,但是由于硫酸铈铵属于剧毒危险品,使其应用受到严格控制,并且对前处理要求比较严格,使其适用范围受到很大限制。

4.3 电感耦合等离子体质谱法

电感耦合等离子体质谱法测定奶粉中的碘按照前处理方法主要有以下2种。

4.3.1 提取法

主要有①氢氧化钾提取法^[57-58],使用氢氧化钾在105 $^{\circ}\text{C}$ 消解反应,使碘充分溶解在5%氢氧化钾介质中,加入稳定剂,定容至一定体积,以锇做内标上机检测,检出限为1.5 $\mu\text{g}/\text{kg}$;②四甲基氢氧化胺提取法^[59],称取适量样品,加入一定浓度四甲基氢氧化胺溶液,超声提取或者加热提取一段时间后定容至一定体积,以锇做内标上机检测,乳制品中碘含量检出限为0.09 $\mu\text{g}/\text{L}$;③超声水提法^[60],采用水直接溶解配方乳粉中碘元素并用亚铁氰化钾和乙酸锌

沉淀蛋白,离心后取上清液用电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)检测,检出限为0.43 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

4.3.2 酸消解法

该方法采用单环聚焦微波消解系统^[61-62],或者采用PFA高纯度高压消解罐^[63],以防止碘离子在高温高压强酸消解体系中的损失,前处理采用硝酸微波消解样品,氨水转化碱性条件,建立ICP-MS检测乳制品中总碘的方法,内标法定量,检出限为0.02 $\mu\text{g}/\text{kg}$,该方法前处理时间短,溶液透明无需过滤,直接上机检测,灵敏度高,干扰少,具有较大应用空间。

5 结束语

本文论述了国内外婴幼儿配方奶粉中营养元素的检测方法的研究进展。当前较为快捷的直接检测方法为X衍射荧光光谱法,但是该方法目前只能进行半定量方法,准确定量需要有较多的不同基质的有标准方法定值的奶粉标准样品进行基体校正,从而建立标准曲线进行定量分析,使得该方法的应用范围受到一定的限制。目前,已形成国家标准的方法中,方便快捷的主要为ICP-AES和ICP-MS法。其中ICP-AES法适用于钾、钙、钠、镁、铁、锌、铜、锰、磷的测定。ICP-MS适用于钾、钙、钠、镁、铁、锌、铜、锰、硒、碘,其中食品中碘的测定国家安全标准已经公示,并适用于婴幼儿配方奶粉,目前仅有ICP-MS测定食品中的磷尚未形成食品国家安全标准,主要是由于磷的干扰较大,灵敏度低等原因,但是鉴于已有关于磷的ICP-MS研究,而奶粉中磷的含量较高,因此该方法具有广泛的应用前景。并且ICP-MS方法具有检测时间短、方法灵敏度高、抗干扰能力强等优点,已成为研究热点。微波消解因具有消解彻底、反应速度快等特点而被广泛应用,目前仅有碘的微波消解方法未成为国家食品安全标准碘的测定前处理方法。相信通过业内学者长时间的深入研究,加上仪器设备的不断更新换代,将会有越来越多的奶粉中多元素同时快速测定方法被发现。

参考文献

- [1] POITEVIN E. Official methods for the determination of minerals and trace elements in infant formula and milk products: A review [J]. J AOAC Int, 2016, 99(1): 42-52.
- [2] CRUIJSEN H, POITEVIN E, BRUNELLE SL. Determination of minerals and trace elements in milk, milk products, infant formula, and adult nutrition: Collaborative study method modification [J]. J AOAC Int, 2019, 102(6): 1845-1863.
- [3] BARGELLINI A, VENTURELLI F, CASALI E, et al. Trace elements in starter infant formula: dietary intake and safety assessment [J]. Environ Sci Poll Res, 2018, 25(3): 2035-2044.
- [4] GHUNIEM MM, KHORSHED MA, KHALIL MMH. Determination of some essential and toxic elements composition of commercial infant formula in the Egyptian market and their contribution to dietary intake of

- infants [J]. *Int J Environ Anal Chem*, 2019, 7: 525–548.
- [5] SAGER M, MCCULLOCH CR, SCHODER D. Heavy metal content and element analysis of infant formula and milk powder samples purchased on the Tanzanian market: International branded versus black market products [J]. *Food Chem*, 2018, 255: 365–371.
- [6] FUJISAKI K, MATSUMOTO H, SHIMOKAWA Y, *et al.* Simultaneous quantification of iodine and other elements in infant formula by ICP-MS following an acid digestion with nitric acid and hydrogen peroxide [J]. *Anal Sci*, 2016, 32(2): 167–170.
- [7] DUBASCOUX S, ANDREY D, VIGO M, *et al.* Validation of a dilute and shoot method for quantification of 12 elements by inductively coupled plasma tandem mass spectrometry in human milk and in cow milk preparations [J]. *J Trace Element Med Biol*, 2018, 49: 19–26.
- [8] FUJISAKI K, MATSUMOTO H, SHIMOKAWA Y, *et al.* Erratum: Analytical sciences, simultaneous quantification of iodine and other elements in infant formula by ICP-MS following an acid digestion with nitric acid and hydrogen peroxide [J]. *Anal Sci*, 2016, 32(5): 597–597.
- [9] BHAGAT PR, PANDEY AK, ACHARYA R, *et al.* Selective preconcentration and determination of iodine species in milk samples using polymer inclusion sorbent [J]. *Talanta*, 2007, 71(3): 1226–1232.
- [10] SHABANI AMH, EIIIS PS, MCKELVIE ID. Spectrophotometric determination of iodate in iodised salt by flow injection analysis [J]. *Food Chem*, 2011, 129(2): 704–707.
- [11] ZHU XS, ZHANG YQ. Inhibition kinetic determination of trace amount of iodide by the spectrophotometric method with rhodamine B [J]. *Spectrochim Acta Part A*, 2008, 70(3): 510–513.
- [12] SHARM P, SONGARA S. Differential pulse polarographic trace level determination of iodate [J]. *Indian J Chem Technol*, 2007, 14(4): 427–429.
- [13] 彭荣飞, 侯建荣, 黄聪, 等. 碰撞池 ICP-MS 同时测定婴幼儿奶粉中的常量、微量和痕量元素 [J]. *中国卫生检验杂志*, 2010, 20(12): 3166–3168.
- PENG RF, HOU JR, HUANG C, *et al.* Simultaneous determination of essential, trace, ultratrace in infants and young children milk powder by collision cell ICP-MS [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2010, 20(12): 3166–3168.
- [14] 柴成文, 刘克纳, 牟世芬. 安培检测-离子色谱法测定乳品中的微量碘 [J]. *色谱*, 2001, 19(1): 94–96.
- CHAI CW, LIU KN, MOU SF. Determination of micro amounts of iodide in dairy products by ion chromatography with direct amperometric detector [J]. *Chin J Chromatogr*, 2001, 19(1): 94–96.
- [15] 彭灿. 婴幼儿奶粉中常量、微量元素及重金属污染物风险指标体系的建立[D]. 长沙: 中南林业科技大学, 2012.
- PENG C. Risk index system of constant, trace elements and heavy metal pollutants in infant formula milk powder [D]. Changsha: Central South Forestry University, 2012.
- [16] 陈学武, 袁艳艳, 曹丽玲. ICP-MS 同时测定婴幼儿奶粉中 10 种微量金属元素 [J]. *食品工业*, 2015, 36(7): 289–291.
- CHEN XW, YUAN YY, CAO LL. Determination of 10 trace metal elements in the infant milk powder by ICP-MS [J]. *Food Ind*, 2015, 36(7): 289–291.
- [17] 杨彦丽, 林立立, 周培非, 等. 微波消解 ICP-AES 法测定婴幼儿配方乳粉中 9 种微量元素 [J]. *现代食品科技*, 2010, 26(2): 209–211.
- YANG YL, LIN LL, ZHOU EF, *et al.* Determination of 9 kinds of trace elements in infant formula milk powder by inductively coupled plasma optical emission spectrometry with microwave digestion [J]. *Mod Food Sci Technol*, 2010, 26(2): 209–211.
- [18] 刘奋, 戴京晶, 林奕芝, 等. ICP-MS 测定食品中多种金属元素 [J]. *现代预防医学*, 2002, 29(1): 43–45.
- LIU F, DAI JJ, LIN YZ, *et al.* Determination of multi-elements in food by ICP-MS [J]. *Mod Prev Med*, 2002, 29(1): 43–45.
- [19] 陈国友, 马永华, 杜英秋, 等. 微波消解-ICP-MS 同时测定母乳中 Ca 和 P 的方法研究 [J]. *光谱学与光谱分析*, 2010, 30(8): 2274–2276.
- CHEN GY, MA YH, DU YQ, *et al.* Method study on calcium and phosphorus simultaneous determination by microwave-digestion and ICP-MS [J]. *Spectrosc Spect Anal*, 2010, 30(8): 2274–2276.
- [20] 单艺, 马微, 刘晓玲, 等. 婴幼儿配方乳粉中微量碘测定方法的比较 [J]. *食品工业科技*, 2015, 36(7): 281–285.
- SHAN Y, MA W, LIU XL, *et al.* Comparison of determination methods of trace Iodine in infant formula powder [J]. *Sci Technol Food Ind Technol*, 2015, 36(7): 281–285.
- [21] 马征, 常雅宁. 微波消解-ICP-OES 法同时测定婴幼儿奶粉中的 14 种无机元素 [J]. *中国乳品工业*, 2017, (1): 43–46, 60.
- MA Z, CHANG YN, *et al.* Determination of 14 trace elements in infant formula milk powder by microwave digestion-ICP-OES [J]. *Chin Dairy Ind*, 2017, (1): 43–46, 60.
- [22] 王颂萍, 任发政, 罗洁, 等. 婴幼儿配方奶粉研究进展 [J]. *农业机械学报*, 2015, 46(4): 200–210.
- WANG SP, REN FZ, LUO J, *et al.* Progress in infant formula milk powder [J]. *J Agric Machin*, 2015, 46(4): 200–210.
- [23] 刘江晖, 周华. ICP-MS 同时测定食品中 9 种人体必需微量过渡元素 [J]. *食品科学*, 2003, 24(11): 112–115.
- LIU JH, ZHOU H. Study on simultaneous determine 9 trace necessary transitional elements for human food by ICP-MS [J]. *Food Sci*, 2003, 24(11): 112–115.
- [24] 陈启钊, 张云平. ICP-MS 同时测定食品中 41 种金属元素的前处理方法研究 [J]. *现代食品*, 2016, (17): 107–112.
- CHEN QZ, ZHANG YP. Research on the Simultaneous of 41 Metal Elements in Food by ICP-MS [J]. *Mod Food*, 2016, (17): 107–112.
- [25] 高健会, 葛宝坤, 王伟, 等. 食品、农产品、水产品、化妆品中多元素同时检测技术的研究 [J]. *口岸卫生控制*, 2006, 11(5): 22–25.
- GAO JH, GE BK, WANG W, *et al.* Research on the simultaneous determination technic of multi-elements in foodstuff, farm produce, aquatic product and cosmetic [J]. *Port Health Control*, 2006, 11(5): 22–25.
- [26] 张玉, 唐善虎, 徐进勇, 等. 冷冻干燥/微波消解/ICP-MS 法测定牦牛乳中的微量元素 [J]. *食品科学*, 2009, 30(18): 356–358.
- ZHANG YY, TANG SH, XU JY, *et al.* Freeze-drying and microwave digestion followed by ICP-MS for the determination of trace elements of yak milk [J]. *Food Sci*, 2009, 30(18): 356–358.
- [27] 孙梦寅, 吴颖, 姜洁, 等. ICP-MS 同时测定谷类食物中 18 种微量元素的研究 [J]. *食品工业科技*, 2011, 32(11): 424–425.
- SUN MY, WU Y, JIANG J, *et al.* Application of ICP-MS on simultaneous determination of 18 trace elements in grain [J]. *Sci Technol Food Ind Technol*, 2011, 32(11): 424–425.
- [28] 王同蕾, 任硕, 卓勤. 婴幼儿营养包中矿物质元素的微波消解 ICP-MS 方法研究 [J]. *中国食物与营养*, 2019, 25(10): 39–41.
- WANG TL, REN S, ZHUO Q, *et al.* Determination on mineral elements in

- nutritionists for toddlers by inductively coupled plasma mass spectrometry and microwave oven [J]. *Food Nutri Chin*, 2019, 25(10): 39–41.
- [29] 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 multi elements in food [S].
- [30] GB 5009.13—2017 食品安全国家标准 食品中铜的测定[S].
GB 5009.13-2017 National food safety standard-Determination of copper in food [S].
- [31] GB 5009.14—2017 食品安全国家标准 食品中锌的测定[S].
GB 5009.14—2017 National food safety standard-Determination of zinc in food [S].
- [32] 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 food [S].
- [33] GB 5009.91—2017 食品安全国家标准 食品中钾、钠的测定[S].
GB 5009.91—2017 National food safety standard-Determination of potassium and sodium in food [S].
- [34] 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 food [S].
- [35] GB 5009.241—2017 食品安全国家标准 食品中镁的测定[S].
GB 5009.241—2017 National food safety standard-Determination of magnesium in food [S].
- [36] GB 5009.242—2017 食品安全国家标准 食品中锰的测定[S].
GB 5009.242—2017 National food safety standard-Determination of manganese in food [S].
- [37] GB 5009.93—2017 食品安全国家标准 食品中硒的测定[S].
GB 5009.93—2017 National food safety standard-Determination of selenium in food [S].
- [38] 徐增奇, 桓蕾, 赵树人, 等. X 射线荧光光谱法快速测定奶粉中的矿物质含量[J]. *食品工业*, 2019, 40(12): 319–322.
XU ZQ, HUAN L, ZHAO SR, *et al.* Rapid determination of mineral content in milk powder by X-ray fluorescence spectrometry [J]. *Food Ind*, 2019, 40(12): 319–322.
- [39] 王谦, 许晓丽, 房科腾. X 射线荧光光谱法测定乳粉中的微量元素[J]. *检验检疫学刊*, 2015, 25(5): 39–42.
WANG Q, XU XL, FANG KT. Determination of microelement in milk powder by X-ray fluorescence spectrometry [J]. *J Inspect Quarant*, 2015, 25(5): 39–42.
- [40] 王东圻, 姜瞻梅, 田然, 等. 能量色散 X 射线荧光光谱法测定奶粉中的钙元素[J]. *食品科学*, 2013, 34(24): 254–257.
WANG DQ, JIANG ZM, TIAN R, *et al.* Determination of calcium in milk power by energy dispersive X-ray fluorescence spectrometry [J]. *Food Sci*, 2013, 34(24): 254–257.
- [41] PERRING L, ANDREY D. Wavelength-dispersive X-ray fluorescence measurements on organic matrices application to milk-based products [J]. *X-Ray Spect*, 2004, 33(2): 128–135.
- [42] PERRING L, BLANE J. Faster Measurement of minerals in milk powders: Comparison of a high power wavelength dispersive XRF system with ICP-AES and potentiometry reference methods [J]. *Food Anal Method*, 2008, 1(3): 205–213.
- [43] 王志刚, 李凤全. X 射线荧光无标半定量分析奶粉微量元素[J]. *广东微量元素科学*, 2006, 13(11): 64–67.
- WANG ZG, LI FQ. Semi-quantitative analysis on microelements in milk power by XRF without standards [J]. *Guangdong Trace Elem Sci*, 2006, 13(11): 64–67.
- [44] 杨秀丽. 原子荧光光谱法测定奶粉中的硒[J]. *中国仪器仪表*, 2013, 5: 56–58.
YANG XL. Determination of selenium in milk powder by atomic fluorescence spectrometry [J]. *Chin Instrum*, 2013, 5: 56–58.
- [45] 卢丽, 韦晓群, 刘二龙, 等. 微波消解-氢化物发生原子荧光光谱法测定婴儿配方乳粉中硒含量[J]. *食品科学*, 2014, 20(35): 208–212.
LU L, WEI XQ, LIU EL, *et al.* Determination of selenium in infant formulas by microwave digestion-hydride generation atomic fluorescence spectrometry [J]. *Food Sci*, 2014, 20(35): 208–212.
- [46] 孙琦, 张吉芬, 郭琴, 等. 氢化物发生原子荧光光谱法测定奶粉中的硒[J]. *中国卫生检验杂志*, 2010, 11(20): 2757–2758.
SUN Q, ZHANG JF, GUO Q, *et al.* Determination of selenium in milk powder by wet digestion-atomic fluorescence spectrometry [J]. *Chin J Health Lab Technol*, 2010, 11(20): 2757–2758.
- [47] 张遵, 王收创, 王昌钊, 等. 电感耦合等离子体发射光谱法同时测定奶粉中钙铜铁钾镁锰钠锌和磷[J]. *理化检验-化学分册*, 2007, 43(6): 465–467.
ZHANG L, WANG SC, WANG CZ, *et al.* Simultaneous determination of Ca Cu Fe K Mg Mn Na Zn and P in the milk powder by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry [J]. *Phy Chem Inspect Chem Sec*, 2007, 43(6): 465–467.
- [48] 刘丁, 谢楠, 段文峰, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定测定婴幼儿奶粉中磷的质量浓度[J]. *中国乳品工业*, 2011, 39(8): 44–46.
LIU D, XIE N, DUAN WF, *et al.* Determination of phosphorus in milk products for infants and young children by inductively coupled plasma mass spectrometry with microwave digestion [J]. *Chin Dairy Ind*, 2011, 39(8): 44–46.
- [49] 李庚, 庞恩, 李兴华. 电感耦合等离子体质谱法测定婴幼儿奶粉中磷含量的方法研究[J]. *广东化工*, 2018, 45(16): 186–190.
LI G, PANG E, LI XH. Determination of phosphorus in infant milk powder by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. *Guangdong Chem Ind*, 2018, 45(16): 186–190.
- [50] 陈永煊. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定奶粉中钙、磷、镁等9种元素的含量[J]. *福建经纺*, 2011, (2): 29–32.
CHEN YX. Determination of 9 elements such as calcium, phosphorus and magnesium in milk powdered by inductively coupled plasma/mass spectrometry with microwave digestion [J]. *Fujian Textile*, 2011, (2): 29–32.
- [51] 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 food [S].
- [52] 高海燕. 测定婴幼儿食品和乳品中碘样品前处理方法的改进[J]. *农产品加工*, 2016, 4: 37–39.
GAO HY. Improvement on sample pretreatment methods for determination of Iodine in food and milking for infants and young children [J]. *Farm Prod Proc*, 2016, 4: 37–39.
- [53] 丁春瑞, 张莹. 毛细管气相色谱法测定婴幼儿配方乳粉中碘的质量[J]. *中国乳品工业*, 2016, 44(10): 43–45.
DING CR, ZHANG Y. Determination of Iodine in infant formula milk powder by capillary gas chromatography [J]. *Chin Dairy Ind*, 2016, 44(10): 43–45.

- 43-45.
- [54] 鄂颖, 池涛, 胡本涛, 等. 气相色谱法测定乳及乳制品中碘的影响因素[J]. 中国乳品工业, 2012, 40(11): 45-47.
- E Y, CHI T, HU BT, *et al.* Affecting factors of determination of Iodine in milk products [J]. Chin Dairy Ind, 2012, 40(11): 45-47.
- [55] 余慧珍, 何多蕾, 孟献亚, 等. 碱灰化砷铈催化分光光度法测定食品中碘的心得体会[J]. 中国地方病学杂志, 2016, 35(7): 532.
- YU HZ, HE DL, MENG XY, *et al.* Experience in the determination of iodine in food by catalytic spectrophotometry with alkaline ashing as CE [J]. Chin J Endemiol, 2016, 35(7): 532.
- [56] 张艳, 罗岳平, 田耘, 等. 改进分光光度法测定制药行业含碘废水研究[J]. 应用化工, 2014, 43(6): 1150-1155.
- ZHANG Y, LUO YP, TIAN Y, *et al.* Study on determination of iodine in pharmaceutical waste water by improved spectrophotometry [J]. Appl Chem Ind 2014, 43(6): 1150-1155.
- [57] AOAC Official Method 2012.15. Total iodine in infant formula and adult/pediatric nutritional formula inductively coupled plasma-mass spectrometry first action 2012 [Z].
- [58] 李娜, 何霜, 李吉龙, 等. KOH快速消解/ICP-MS测定婴幼儿乳粉中总碘含量[J]. 分析测试学报, 2016, 35(7): 864-868.
- LI S, HE S, LI JL, *et al.* Determination of Total Iodine in infant formula by KOH digestion and inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. J Instrum Anal, 2016, 35(7): 864-868.
- [59] 刘丽萍, 吕超, 谭玲, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定乳制品中碘含量的方法研究[J]. 质谱学报, 2010, 31(3): 138-142.
- LIU LP, LV C, TAN L, *et al.* Determination of Iodine in dairy products by ICP-MS [J]. J Chin Mass Spectr, 2010, 31(3): 138-142.
- [60] 李宗芮, 张文皓, 张帅, 等. 超声水提法-ICP-MS检测配方乳粉中碘的含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2014, 5(12): 3898-3902.
- LI ZR, ZHANG WH, ZHANG S, *et al.* Determination of iodine in powdered formulas by inductively coupled plasma-mass spectrometry-the extraction with water by ultrasonic [J]. J Food Saf Qual, 2014, 5(12): 3898-3902.
- [61] 丁玉龙, 葛宇, 徐红斌, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定乳制品中总碘[J]. 分析测试技术与仪器, 2016, 22(3): 184-188.
- DING YL, GE Y, XU HB, *et al.* Determination of total Iodine in dairy products by inductively coupled plasma/mass spectrometry with microwave digestion [J]. Anal Test Technol Instrum, 2016, 22(3): 184-188.
- [62] 樊祥, 陈迪, 张润何, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定乳制品中总碘[J]. 理化检验-化学分册, 2015, 51: 119-121.
- FAN X, CHEN D, ZHANG RH, *et al.* Determination of total Iodine in dairy products by inductively coupled plasma/mass spectrometry with microwave digestion [J]. Phy Chem Inspect Chem Sec, 2015, 51: 119-121.
- [63] LAWRENCE HP, ALAN ML, JOSEPH JT. Determination of total iodine in infant formula and nutritional products by inductively coupled plasma/mass spectrometry: single-laboratory validation [J]. J AOAC Int, 2012, 95(1): 169-176.

(责任编辑: 于梦娇)

作者简介



丁玉龙, 硕士, 工程师, 主要研究方向为仪器分析。

E-mail: sdjndingyulong@163.com