

HPLC 法测定婴儿配方奶粉中 维生素 A 含量的不确定度评定

吴小松^{1,2}, 刘沐雨³, 曹玉发^{1,2}, 李 建^{1,2}, 姜 雪^{1,2}

(1. 国家白酒产品质量监督检验中心, 江苏宿迁 223800;

2. 宿迁市产品质量监督检验所, 江苏宿迁 223800;

3. 江苏省宿迁质量技术监督局, 江苏宿迁 223800)

摘要: 参照 GB 5413.9-2010 测定婴儿奶粉中维生素 A 的含量。通过对测定过程中的不确定度来源进行分析, 评定出各不确定度分量, 最后计算出合成标准不确定度和扩展不确定度, 结果表明试样中维生素 A 含量为 15.013 μg/g, 扩展不确定度为 1.496 μg/g。不确定度分量结果显示, 标准曲线拟合产生的不确定度在不确定度合成中贡献最大, 因此在对婴儿配方奶粉中维生素 A 进行测定时, 应对标准曲线的拟合过程加强控制, 确保结果的准确性。

关键词: 不确定度, 婴儿奶粉, 维生素 A

HPLC method for the uncertainty of vitamin A determination in infant's milk

WU Xiao-song^{1,2}, LIU Mu-yu³, CAO Yu-fa^{1,2}, LI Jian^{1,2}, JIANG Xue^{1,2}

(1. National Liquor Product Quality Supervision and Testing Center, Suqian 223800, China;

2. Suqian Product Quality Supervision and Testing Institute, Suqian 223800, China;

3. Jiangsu Suqian Quality Technology Supervision Bureau, Suqian 223800, China)

Abstract: To base on GB 5413.9-2010, the vitamin A content in infant's milk was determined. By the analysis of the source of uncertainty during the entire determination process, the individual uncertainty was evaluated, and finally calculates synthetic standard uncertainty and expanded uncertainty. The results showed that the vitamin A content in the sample was 15.013 μg/g, and the expanded uncertainty was 1.496 μg/g. The individual uncertainty showed that the standard curve fitting made the greatest contribution to the combined standard uncertainty. So, the standard curve fitting process would be controled to ensure the accuracy of the results.

Key words: uncertainty; infant's milk; vitamin A

中图分类号: TS252.7

文献标识码: B

文章编号: 1002-0306(2013)09-0309-04

测量不确定度是表征合理的赋予被测量之值的分散性, 是与测量结果相联系的参数^[1]。一切测量过程都会不可避免的产生不确定度^[2]。近年来随着国际贸易的不断发展, 对检测结果的国际互认提出了要求, 为实现检测结果的互认, 测量不确定度得到了广泛的应用^[3]。检测结果的不确定度反映了结果的可靠性, 同时可以反映出检测实验室人员技术、仪器设备的水平。本实验通过对婴儿奶粉中维生素 A 含量的测定过程中不确定度进行分析评定^[4-5], 以期找出对实验结果影响较大的环节, 在今后的检验过程中

加以关注, 进一步提高本实验室检测结果的可靠性。

1 材料与方法

1.1 材料与仪器

实验用奶粉为本实验室某次检验的余样, 在样品处理阶段向其中加入了适量的维生素 A 纯品, 并进行充分混匀。

e2695 高效液相色谱仪, 配紫外检测器 美国 Waters。

1.2 实验方法

本实验参照相关国家标准^[6], 对试样中维生素 A 的含量进行测定。

1.2.1 样品处理 称取混合均匀的奶粉样品 10g 于 250mL 三角瓶中, 加约 50mL 45℃ 左右的水使其溶

收稿日期: 2012-10-31

作者简介: 吴小松(1983-), 女, 硕士, 研究方向: 食品检测。

[7] Food analysis - Biotoxins - Criteria of analytical methods of mycotoxins[S]. CEN (European Committee for Standardization), CR 13505-1999.

[8] 出口商品中农药、兽药残留物及生物毒素检验方法编写的基本规定[S]. 中华人民共和国进出口商品检验行业标准, SN/T 0001-1995.

解,混合均匀^[1]。

1.2.2 待测液的制备 本实验待测液按照 GB 5413.9-2010 标准中的方法进行制备^[6]。

1.2.3 色谱条件 色谱柱: C_{18} (250 × 4.6mm), 流动相: 甲醇, 流速: 1.0mL/min, 检测波长: 325nm, 柱温: 35℃, 进样量: 20μL。

1.3 测定

从上述容量瓶中准确移取 2.0mL 石油醚溶液, 氮吹仪吹干, 加入 5.0mL 甲醇, 振荡溶解, 以 5000r/min 的速度离心 10min, 静置, 待测。

$$\text{其数学模型为: } X = \frac{C_s \times v_1 \times v_3}{v_2 \times m}$$

式中: X 为试样中维生素 A 的含量 (μg/g); C_s 为从标准曲线得到的维生素 A 待测液的浓度 (μg/mL); v_1 为提取液总体积 (mL); v_2 为从提取液 v_1 中分取的溶液体积 (mL); v_3 为实验溶液最终体积 (mL); m 为称样质量, 单位为 g。

1.4 不确定度来源

从测试全过程分析不确定度来源包括以下几方面: 样品测定过程中随机效应产生的不确定度; 样品前处理过程产生的不确定度; 标准溶液浓度的不确定度; 校准曲线拟合产生的不确定度。

2 结果与分析

2.1 样品测定过程中随机效应产生的不确定度

对奶粉样品中维生素 A 的含量进行三次重复测定, 平均含量为 15.013 μg/g, 计算其标准偏差为 0.36×10^{-3} , 则其相对标准不确定度为 $u_{rel}(A) = \frac{0.36 \times 10^{-3}}{15.013 \times \sqrt{3}} = 1.38 \times 10^{-5}$ 。

2.2 样品前处理过程中产生的不确定度

样品前处理过程中的不确定度产生于奶粉样品的称量、提取液的定容、分取及分取后的定容。

2.2.1 称量产生的不确定度 根据仪器检定证书, 天平实际分度值为 0.0001g, 按照矩形分布计算, 其标准不确定度为: $u_1(m_1) = \frac{0.0001}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-5}$; 天平称量误差为 0.5mg, 按正态分布计算, 其标准不确定度为: $u_2(m_1) = \frac{0.0005}{3} = 1.67 \times 10^{-4}$; 重复称量 10 次, 天平重复性标准偏差为 0.0017g, 其标准不确定度为 $u_3(m_1) = 5.38 \times 10^{-4}$;

合并三项, 天平的合成标准不确定度 $u(m_1) = 5.66 \times 10^{-4}$, 相对合成标准不确定度 $u_{rel}(m_1) = \frac{5.66 \times 10^{-4}}{10} = 5.66 \times 10^{-5}$ 。

2.2.2 定容产生的不确定度 10mL 容量瓶检定实际容量为 10.012mL, 按照矩形分布, 其产生的不确定度 $u_1(V_1) = \frac{0.012}{\sqrt{3}} = 6.93 \times 10^{-3}$; 10 次重复性实验标准偏差为 4.8×10^{-3} , 其标准不确定度为 $u_2(V_1) = 1.52 \times 10^{-3}$; 温度变化引起的不确定度; 温度变化引起液体体积变化明显大于容量瓶体积的变化, 故温度变化带来的不确定度可只考虑液体体积变化带来

的不确定度。已知水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 容量瓶在 20℃ 下校准, 测试温度在 (20 ± 4)℃ 范围内波动, 按矩形分布计算标准不确定度为 $u_3(V_1) = \frac{10 \times 4 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 4.85 \times 10^{-3}$;

合并三项, 则定容产生的合成标准不确定度为 $u(V_1) = 8.59 \times 10^{-3}$, 定容产生的相对合成标准不确定度为 $u_{rel}(V_1) = \frac{8.59 \times 10^{-3}}{10} = 8.59 \times 10^{-4}$ 。

2.2.3 分取提取液产生的不确定度 分取提取液过程产生的不确定度主要来源于 2mL 移液管。2mL 移液管检定实际容量为 2.004mL, 按照矩形分布, 其容量误差带来的不确定度为 $u_1(V_2) = \frac{0.004}{\sqrt{3}} = 2.31 \times 10^{-3}$; 移液管 10 次重复性测量标准偏差为 2.21×10^{-3} , 其标准不确定度为 $u_2(V_2) = 6.99 \times 10^{-4}$; 温度变化引起的不确定度: 温度变化引起液体体积变化明显大于容量瓶体积的变化, 故温度变化带来的不确定度可只考虑液体体积变化带来的不确定度。已知水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$, 容量瓶在 20℃ 下校准, 测试温度在 (20 ± 4)℃ 范围内波动, 按矩形分布计算标准不确定度为 $u_3(V_2) = \frac{2 \times 4 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 9.70 \times 10^{-4}$ 。

合并三项, 移液管带来的标准不确定度为 $u(V_2) = 2.61 \times 10^{-3}$, 其相对标准不确定度为 $u_{rel}(V_2) = 1.31 \times 10^{-3}$ 。

2.3 标准溶液浓度产生的不确定度

2.3 标准溶液浓度产生的不确定度

标准溶液浓度的不确定度来源于其纯度 P、质量 m、体积 V。

2.3.1 纯度产生的不确定度 维生素 A 纯品的含量为 99%, 按照矩形分布计算, 其纯度引起的不确定度为 $u(p) = \frac{0.01}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-3}$ 。

2.3.2 称量产生的不确定度 根据仪器检定证书, 天平实际分度值为 0.0001g, 按照矩形分布计算, 其标准不确定度 $u_1(m_2) = \frac{0.0001}{\sqrt{3}} = 5.77 \times 10^{-5}$; 天平称量误差为 0.5mg, 按正态分布计算, 其标准不确定度 $u_2(m_2) = \frac{0.0005}{3} = 1.67 \times 10^{-4}$; 重复称量 10 次, 天平重复性标准偏差为 8.71×10^{-5} , 其标准不确定度为 $u_3(m_2) = 2.98 \times 10^{-5}$;

合并三项, 则称量带来的合成标准不确定度为 $u(m_2) = 1.79 \times 10^{-4}$, 称量带来的相对合成标准不确定度为 $u_{rel}(m_2) = \frac{1.79 \times 10^{-4}}{0.05} = 3.58 \times 10^{-3}$ 。

2.3.3 体积产生的不确定度

2.3.3.1 容量瓶产生的不确定度 100mL 容量瓶检定实际容量为 100.06, 按照矩形分布, 其产生的不确定度 $u_1(V_3) = \frac{0.06}{\sqrt{3}} = 3.5 \times 10^{-2}$; 10 次重复性实验标准偏差为 0.068, 其标准不确定度为 $u_2(V_3) = 2.2 \times 10^{-2}$; 温度变化引起的不确定度: 温度变化引起液体

体积变化明显大于容量瓶体积的变化,故温度变化带来的不确定度可只考虑液体体积变化带来的不确定度。已知水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$,容量瓶在 20°C 下校准,测试温度在 $(20 \pm 4)^\circ\text{C}$ 范围内波动,按矩形分布计算标准不确定度为 $u_3(V_3) = \frac{100 \times 4 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 4.85 \times 10^{-2}$;

合并三项,容量瓶带来的合成标准不确定度为 $u(V_2) = 6.37 \times 10^{-2}$,其相对合成标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(V_3) = 6.37 \times 10^{-4}$ 。

2.3.3.2 稀释用移液管产生的不确定度 标准溶液稀释分别用到 1mL、2mL 移液管。

1mL 移液管产生的不确定度:1mL 移液管检定实际容量为 1.004mL,按照矩形分布,其容量误差带来的不确定度为 $u_1(V_4) = \frac{0.004}{\sqrt{3}} = 2.31 \times 10^{-3}$;移液

管 10 次重复性测量标准偏差为 2.13×10^{-3} ,其标准不确定度为 $u_2(V_4) = 6.74 \times 10^{-4}$;温度变化引起的不确定度:温度变化引起液体体积变化明显大于容量瓶体积的变化,故温度变化带来的不确定度可只考虑液体体积变化带来的不确定度。已知水的体积膨胀系数为 $2.1 \times 10^{-4} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$,容量瓶在 20°C 下校准,测试温度在 $(20 \pm 4)^\circ\text{C}$ 范围内波动,按矩形分布计算标准不确定度为 $u_3(V_4) = \frac{1 \times 4 \times 2.1 \times 10^{-4}}{\sqrt{3}} = 4.85 \times 10^{-4}$ 。

合并三项,移液管带来的标准不确定度为 $u(V_4) = 2.45 \times 10^{-3}$,其相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(V_4) = 2.45 \times 10^{-3}$ 。

2mL 移液管产生的不确定度:与 2.2.3 相同,2mL 移液管带来的标准不确定度为 $u(V_5) = 2.61 \times 10^{-3}$,其相对标准不确定度为 $u_{\text{rel}}(V_5) = 1.31 \times 10^{-3}$ 。

2.4 标准曲线拟合产生的不确定度

配制了 10、20、30、40、50 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的维生素 A 标准溶液,每个浓度进行 3 次测定,得到表 1 的数据,并对峰面积-浓度曲线进行拟合,得到方程 $y = a + bx$,其中 $a = -172497$, $b = 76448$, $r = 0.9999$ 。

表 1 最小二乘法拟合维生素 A-峰面积

Table 1 Least squares fitting vitamin A-peak area

浓度(x, $\mu\text{g}/\text{mL}$)	峰面积(\bar{y})	标准曲线拟合值 \hat{y}
10	601121	591983
20	1338011	1356463
30	2121680	2120943
40	2902737	2885423
50	3641155	3649903

$$\text{拟合曲线的标准偏差 } S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{mn} (y_{ij} - \hat{y}_i)^2}{N-2}}$$

式中 N 为求回归方程时,测量 y 的总次数 ($N = mn = 15$, $m = 3$, $n = 5$), i 为下标,表示标准溶液的序数 ($i = 1, 2, 3, \dots, n$), j 为下标,指标准溶液的第几次测定 ($j = 1, \dots, m$)。根据表 1,计算 $S = 71558.4$ 。

本实验对样品进行 3 次测定,根据标准曲线,求得平均浓度为 $C_0 = 15.013 \mu\text{g}/\text{g}$ 。则由标准曲线求 C_0

$$\text{时引入的不确定度 } u(C_0) = \frac{S}{b} \sqrt{\frac{1}{p} + \frac{1}{N} + \frac{(C_0 - \bar{x})^2}{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}}$$

式中 x_i 指标准溶液的浓度; \bar{x} 指标准溶液的平均浓度 ($\bar{x} = 30 \mu\text{g}/\text{mL}$), p 为样品测定次数 ($p = 3$); N 为求回归方程时,测量 y 的总次数 ($N = 15$); C_0 指样品中维生素 A 的含量 ($C_0 = 15.013 \mu\text{g}/\text{g}$); i 为下标,表示标准溶液的序数 ($i = 1, 2, 3, \dots, n$); b 为拟合曲线的斜率 ($b = 76448$); S 为拟合曲线的标准偏差 ($S = 71558.4$)。则 $u(C_0) = 0.8326$, $u_{\text{rel}}(C_0) = \frac{0.8326}{15.013} = 4.93 \times 10^{-2}$ 。

2.5 合成不确定度

婴儿奶粉中维生素 A 含量测定相对标准不确定度分量见表 2。合成不确定度 $u_{\text{rel}}(X) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(A) + u_{\text{rel}}^2(B) + u_{\text{rel}}^2(B_2) + u_{\text{rel}}^2(B_3) + u_{\text{rel}}^2(B_4)}$,由表 2,计算 $u_{\text{rel}}(X) = 4.98 \times 10^{-2}$,则 $u(X) = 0.748$ 。

表 2 奶粉中维生素 A 含量测定的不确定度分量

Table 2 The individual uncertainty of determination of vitamin A in milk

不确定度类别	不确定度来源	相对标准不确定度符号	相对标准不确定度值
A	重复性实验	$u_{\text{rel}}(A)$	1.38×10^{-5}
B1	天平称量	$u_{\text{rel}}(m_1)$	5.66×10^{-5}
	10mL 容量瓶定容	$u_{\text{rel}}(V_1)$	8.59×10^{-4}
	2mL 移液管	$u_{\text{rel}}(V_2)$	1.31×10^{-3}
B2	标准品纯度	$u(p)$	5.77×10^{-3}
	天平称量	$u_{\text{rel}}(m_2)$	3.58×10^{-3}
	100mL 容量瓶定容	$u_{\text{rel}}(V_3)$	6.37×10^{-4}
	标准溶液稀释用 1mL 移液管	$u_{\text{rel}}(V_4)$	2.45×10^{-4}
	标准溶液稀释用 2mL 移液管	$u_{\text{rel}}(V_5)$	1.31×10^{-3}
B3	标准曲线拟合	$u_{\text{rel}}(C_0)$	4.93×10^{-2}

2.6 扩展不确定度

取包含因子 $k = 2$,则扩展不确定度为 $U(X) = 1.496$ 。该奶粉样品中维生素 A 含量的测定结果为 $X = (15.013 \pm 1.496) \mu\text{g}/\text{g}$, $k = 2$ 。

3 结论

本实验采用 HPLC 法测定奶粉样品中维生素 A 的含量,结果为 $(15.013 \pm 1.496) \mu\text{g}/\text{g}$, $k = 2$ 。本实验从测量重复性,称量、定容、标准品的纯度、标准曲线拟合等几个方面进行不确定度的评定,通过对不确定度各分量的评定结果分析可知,不确定度主要来源于人员的重复测定,标准品的纯度,标准曲线的拟合,其中标准曲线拟合在不确定度合成中产生的贡献最大,这与众多类似的研究结果是一致的^[2,7-8],因此在今后的类似检测过程中均应对标准曲线的拟合过程加强控制。

参考文献

- [1] JJF 1059-1999. 测量不确定度评估与表示[S].
- [2] 张淑霞, 鲁慧芳, 高亚辉, 等. GC-MS-MS 法测定浓缩苹果 (下转第 339 页)

降低 MDA 的生成,在一定程度上延缓衰老。

通过以上分析,不同剂量的“黑美人”土豆花色苷处理组显著升高了小鼠体重、血清中 SOD 酶活性和肝脏中 GSH-Px 酶活性,以及脑中 T-AOC、SOD、GSH 酶活性,同时降低了肝脏和脑中 MDA 含量。根据实验结果,说明“黑美人”土豆花色苷可以降低模型小鼠的氧化损伤程度,有一定的体内抗氧化功能。但是不同因素和途径对氧化损伤的部位和程度不同,机体抗氧化损伤的部位也有差异,导致机体内不同部位的抗氧化酶等生化指标也不尽相同。该研究对“黑美人”土豆活性成分的开发提供理论依据。

参考文献

[1] Zhang Zi-Feng, Fan Shao-Hua, Zheng Yuan-Lin, *et al.* Purple sweet potato color attenuates oxidative stress and inflammatory response induced by D-galactose in mouse liver [J]. *Food and Chemical Toxicology*, 2009, 47(2): 496-501.

[2] 焦岩,王振宇. 蓝靛果花色苷对高脂膳食诱导肥胖大鼠脂代谢和抗氧化能力的影响[J]. *食品科学*, 2010, 31(3): 230-234.

[3] Kerrie L Kaspar, Jean Soon Park, Charles R Brown, *et al.* Pigmented potato consumption alters oxidative stress and inflammatory damage in men[J]. *The Journal of Nutrition*, 2011, 141(1): 1-4.

[4] Zhang Bo, Kang Mu-Xing, Xie Qiu-Ping, *et al.* Anthocyanins from Chinese Bayberry Extract Protect β Cells from Oxidative Stress-Mediated Injury via HO-1 Upregulation [J]. *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 2011, 59(2): 537-545.

[5] Eddivari L, Vanamala J, Chintharlapalli S, *et al.* Anthocyanin fraction from potato extracts is cytotoxic to prostate cancer cells through activation of caspase-independent pathways [J]. *Carcinogenesis*, 2007, 28(10): 2227-2235.

[6] 高海宁,李彩霞,张勇,等.“黑美人”土豆色素体外抗氧化性研究[J]. *天然产物研究与开发*, 2012, 24(2): 224-228.

[7] 吴思荣,刘涛. 黑色马铃薯种植模式对比实验及栽培技术[J]. *农业科技与信息*, 2009(13): 16.

[8] 李彩霞,杨小龙,李琼,等.“黑美人”土豆色素稳定性的研究[J]. *食品科学*, 2010, 31(9): 89-94.

[9] 张勇,李彩霞,麻贝贝,等. 大孔吸附树脂纯化“黑美人”土豆色素研究[J]. *食品工业科技*, 2012, 33(2): 345-348, 409.

[10] 陈勤. 中药美容保健品的研究与开发[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 1999: 143-146.

[11] 邱葵,司天润. 用考马斯亮蓝测定动物药材中可溶性蛋白质含量方法初探[J]. *中国中医药信息杂志*, 2007, 14(4): 49-50.

[12] 邢秋葵,施杞,王拥军. D-半乳糖诱导衰老动物模型的机制及其在中医药方面的应用[J]. *上海中医药大学学报*, 2010, 24(3): 93-98.

[13] 李颖畅,孟宪军,孙靖靖,等. 蓝莓花色苷的降血脂和抗氧化作用[J]. *食品与发酵工业*, 2008, 34(10): 44-48.

[14] 易龙,糜漫天. 花色苷类植物化学物抗动脉粥样硬化作用研究进展[J]. *中华预防医学杂志*, 2009, 43(4): 333-335.

[15] 李艳红,刘坚,江波,等. 鹰嘴豆蛋白酶解物对 D-半乳糖衰老小鼠抗氧化能力的影响[J]. *营养学报*, 2008, 30(2): 162-164.

[16] 方美善,张红英. 桃仁提取物对痴呆模型小鼠组织 SOD, GSH-Px 活性和 MDA 含量的影响[J]. *中国实验方剂学杂志*, 2012, 18(12): 236-238.

[17] 刘晓秋,李卫东,唐惠琼,等. D-半乳糖衰老大鼠自由基代谢状况分析[J]. *中国老年学杂志*, 2001, 21(6): 456-458.

[18] Ho Shih-ching, Liu Jur-hao, Wu ReY-Yih. Establishment of the mimetic aging effect in mice caused by D-galactose [J]. *Biogerontology*, 2003, 4(1): 15-18.

[19] 王春梅,李香艳,崔新颖. 酸樱桃汁对 D-半乳糖致衰老小鼠抗氧化能力的影响[J]. *中药药理与临床*, 2011, 27(3): 87-90.

[20] 嘉兴学,郑永霞. 花色苷药理功效的研究进展[J]. *山西医药杂志*, 2008, 37(3): 255-257.

(上接第 311 页)

汁中对硫磷残留量的不确定度评定[J]. *《粮油加工》*, 2010(10): 153-156.

[3] 李安. 质检测量中不确定度评定[J]. *误差与不确定度*, 2005(8): 67-68.

[4] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中的不确定度评估指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2002.

[5] 国家质量技术监督局计量司. 测量不确定度评定与表示

指南[M]. 北京: 中国计量出版社, 2000.

[6] GB5413.9-2010. 食品安全国家标准 婴儿食品和乳品中维生素 A、D、E 的测定[S].

[7] 杨秀培,肖丹,山桂云,等. 白酒中己酸乙酯测定的不确定度评估[J]. *食品科学*, 2006, 27(7): 214-217.

[8] 丁明,屈明华,韩素芳. 液相色谱测定茶油中维生素 E 结果的不确定度评定[J]. *中国粮油学报*, 2008, 23(5): 190-193.

(上接第 314 页)

inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of toxic and essential elements in different types of food samples[J]. *Food Chem*, 2009, 112(3): 727-732.

[11] Mesko M F, Mello P A, Bizzi C A, *et al.* Iodine determination in food by inductively coupled plasma mass spectrometry after

digestion by microwave-induced combustion [J]. *Anal. Bioanal. Chem*, 2010, 398(2): 1125-1131.

[12] Herwig N, Stephan K, Panne U, *et al.* Multi-element screening in milk and feed by SF-ICP-MS [J]. *Food Chem*, 2011, 124(3): 1223-1230.