

微波消解-ICP-OES/ICP-MS 测定婴幼儿罐装辅食泥中的 16 种元素

Determination of 16 elements in canned food paste for infant by microwave digestion coupled with ICP-OES/ICP-MS

李梦洁

LI Meng-jie

(上海德诺产品检测有限公司, 上海 200436)

(Denuo Product Testing Service Co., Ltd., Shanghai 200436, China)

摘要:探究了微波消解-ICP-OES/ICP-MS 测定婴幼儿罐装辅食泥中的钾、钠、钙、磷、镁、铁、铜、锰、锌、铝、铬、镍、砷、镉、汞、铅 16 种元素的方法。优化了仪器条件,各元素线性关系均在 0.999 7 以上且线性范围宽。利用建立的方法测定了 20 份辅食泥样品,并进行了加标回收试验,样品的加标回收率为 88.5%~106.0%,RSD 范围为 1.46%~8.18%,重现性的平均相对标准偏差为 1.8%~7.1%($n=8$)。该方法能够满足测定婴幼儿罐装辅食泥样品中的多种金属元素的要求。

关键词:微波消解; ICP-OES; ICP-MS; 罐装辅食泥; 多元素测定

Abstract: Sixteen elements (K, Na, Ca, P, Mg, Fe, Cu, Mn, Zn, Al, Cr, Ni, As, Cd, Hg and Pb) in canned food paste for infant were determined by ICP-OES/ICP-MS after microwave digestion. Under the optimized conditions, the calibration curves for 16 elements were wide and correlation coefficients were greater than 0.999 7. Twenty samples were determined by the proposed method and the spiked recoveries were in the range of 88.5%~106.0%, the relative standard deviations were 1.46%~8.18% while the RSD ranges from 1.8% to 7.1% ($n=8$). The method provides the basis for scientific evaluation of the nutritional value and food safety risk of the supplement mud.

Keywords: microwave digestion; inductively coupled plasma optical emission spectrometer (ICP-OES); inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS); canned food paste; multiple elements

有研究^[1]证实,6~24 个月是婴幼儿生长发育的关键

时期,各类微量营养素的摄入不足会影响其以后的生长发育。而婴幼儿食物中的营养素不应只源于母乳,世卫组织建议,6 个月以上婴儿通过添加辅食补充足够关键营养素,满足儿童成长的营养需求,并应采取措施以便将病原体污染风险降至最低^[2]。婴幼儿罐装辅食产品适合 6 月龄以上婴幼儿食用,易于常温保存^[3]。成品罐装辅食在西方国家早已广泛应用,近年来越来越多的中国父母开始选择食用方便、配方营养的婴幼儿成品罐装辅食。罐装辅食营养丰富,一般含有人体必须的宏量元素,如钾、钠、钙、磷,也有人体必须的微量元素,如镁、铁、铜、锰、锌等。同时,也要关注辅食泥中的有害元素,如铝、铬、镍、砷、镉、汞、铅等^[4-5]。婴幼儿是人体成长发育的最初阶段,而各类元素的过量或缺乏与该阶段许多疾病的产生有关^[6],因此建立一种能够快速准确测定婴幼儿罐装辅食中各种元素含量的方法十分重要。

元素分析的前处理方法普遍采用干法灰化消解、湿法消解、压力罐消解、微波消解 4 种。其中,样品中易挥发元素如 As、Hg 等用干法消解时易引入负误差;湿法消解耗酸量大,耗时长,检测痕量元素时易引入较大的试剂空白^[7]。高压罐消解法和微波消解法均属于密闭高压体系,能充分避免环境污染及试剂本底的影响,较前两种方法而言具备较高的准确度和回收率。而微波消解的耗酸量更低,污染少,速度快,易于控制^[8]。综上考虑,试验采用微波消解作为前处理方法。以往多采用石墨炉或火焰原子吸收光谱法^[9],逐个测定元素,步骤比较繁琐且耗时长,检出限也不理想,近年来多采用 ICP-OES 或 ICP-MS 进行多元素同时测定^[10]。通过分析比较,试验拟建立一种基于 ICP-OES 和 ICP-MS 共同检测婴幼儿罐装辅食中 16 种元素(钾、钠、钙、磷、镁、铁、铜、锰、锌、铝、铬、镍、砷、镉、汞、铅)的方法,以期今后监测婴幼儿罐装辅食的营养

作者简介:李梦洁(1987—),女,上海德诺产品检测有限公司中级检测工程师,硕士。E-mail:limengjie1987@163.com

收稿日期:2019-12-19

营养成分和罐装辅食生产中的质量控制提供依据。

1 材料与方法

1.1 仪器与试剂

1.1.1 仪器

电子分析天平:Sartorius BS-224S型,德国赛多利斯(上海)贸易有限公司;

微波消解系统:CEM Mars 6型,美国CEM公司;

超纯水制备装置:Milli-Q型,美国密理博公司;

全谱直读等离子体发射光谱仪(ICP-OES):iCAP 7200型,赛默飞世尔科技(中国)有限公司;

电感耦合等离子体发射质谱仪(ICP-MS):7800型,安捷伦科技(中国)有限公司。

1.1.2 试剂

K、Ca、Mg、Fe、Cu、Mn、P、Na、Zn元素标准储备液溶液:浓度均为1 000 mg/L,美国O2si公司;

Al、Cr、Ni、As、Cd、Hg、Pb元素标准储备液溶液:浓度均为1 000 mg/L,美国O2si公司;

In、Bi、Sc、Ge内标溶液:100 μg/L,美国安捷伦科技公司;

浓硝酸:MOS级,默克化工技术(上海)有限公司;

超纯水:电阻率≥18.2 MΩ·cm,实验室自制。

1.2 试验方法

1.2.1 标准溶液的配制

(1) ICP-OES标准使用液:吸取不同体积的元素(K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Cu、Mn、Zn)标准储备液溶液,用2%硝酸溶液配成标准系列工作溶液(浓度范围为0.01~50.00 mg/L),作为ICP-OES的标准使用溶液。

(2) ICP-MS标准使用液:吸取不同体积的元素(Al、Cr、Ni、As、Cd、Hg、Pb)标准储备液溶液,用2%硝酸溶液配成标准系列工作溶液(浓度范围为0.01~200.00 μg/L),作为ICP-MS的标准使用溶液。内标元素In、Bi、Sc、Ge的浓度为1.0 μg/L。

1.2.2 样品的消解与处理 称取0.500 0 g辅食泥置于微波消解内罐中,加入5 mL HNO₃,盖上内盖和外盖,设定微波消解仪参数后进行消解。待样品消解完全并冷却后,开盖释压,并于电热板上赶酸至无黄烟,再将消解液转移至25 mL容量瓶中,合并洗液,用水定容至刻度,定

容、摇匀,最后用微孔滤膜过滤,供ICP-OES和ICP-MS测定(ICP-OES法测定K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Cu、Mn、Zn 9种元素;ICP-MS法测定Al、Cr、Ni、As、Cd、Hg、Pb 6种元素)。同做样品空白。微波消解仪参数:功率800 W,控制温度180 ℃,升温时间20 min,恒温时间20 min。

1.2.3 仪器工作条件优化

(1) ICP-OES:仪器使用前用将雾化器、矩管、透镜等清洗干净,使用1.0 mg/L的混合标液对射频功率、雾化气流量、辅助气流量和蠕动泵转速等参数进行单因素试验优化。射频功率的优化:固定雾化气流量0.5 L/min,辅助气流量0.5 L/min,观测高度12 mm,射频功率选择900,1 000,1 150,1 200 W;雾化气流量的优化:固定射频功率1 150 W,辅助气流量0.5 L/min,观测高度12 mm,雾化气流量选择0.3,0.4,0.5,0.6 L/min;辅助气流量的优化:固定射频功率1 150 W,雾化气流量0.5 L/min,观测高度12 mm,辅助气流量选择0.3,0.4,0.5,0.6 L/min;观测高度的优化:固定射频功率1 150 W,雾化气流量0.5 L/min,辅助气流量0.5 L/min,观测高度选择10,11,12,13 mm。

(2) ICP-MS:对ICP-MS进行自动调谐之后,使用10.0 μg/L的混合标液对射频功率、雾化气流量、辅助气流量等参数进行单因素试验优化。射频功率的优化:固定雾化气流量0.8 L/min,辅助气流量0.4 L/min,射频功率选择1 300,1 400,1 500,1 600 W;雾化气流量的优化:固定射频功率1 500 W,辅助气流量0.4 L/min,雾化气流量选择0.6,0.7,0.8,0.9 L/min;辅助气流量的优化:固定射频功率1 500 W,雾化气流量0.8 L/min,辅助气流量选择0.3,0.4,0.5,0.6 L/min。

通过对不同水平条件下所得结果的谱线强度,光谱背景、信号稳定性等评价指标的考察,最后选择仪器工作条件见表1。

1.2.4 谱线及同位素的选择 每种金属元素都有多条不同的特征发射波长,根据仪器推荐的第一灵敏线,参考其他分析线的强度,选择强度适中、峰形、背景影响小、噪音低、干扰元素少的谱线^[11]。ICP-MS法测定辅食泥中Al、Cr、Ni、As、Cd、Hg、Pb元素的含量时,用碰撞池的He模式并且根据各待测元素的质量数、相对丰度及多原子离子干扰情况选择合适的同位素,以避免多原子离子的干扰。

表1 ICP-OES和ICP-MS操作条件

Table 1 The operating conditions of ICP-OES and ICP-MS

仪器	RF功率/W	雾化气流量/(L·min ⁻¹)	辅助气流量/(L·min ⁻¹)	等离子气流量/(L·min ⁻¹)	蠕动泵转速/(r·min ⁻¹)
ICP-OES	1 150	0.50	0.50	15	35
ICP-MS	1 500	0.80	0.40	15	18
仪器	泵稳定时间/s	氩气压力/MPa	观测高度/mm	观测方向	采集模式
ICP-OES	30	0.6	12	垂直	—
ICP-MS	30	0.7	—	—	跳峰

1.2.5 元素含量计算 以浓度为横坐标,信号响应值(CPS)为纵坐标,绘得标准曲线。用与绘制标准曲线时相同的仪器条件,测定空白与样品溶液中各元素的强度,按照线性方程求出相应质量浓度,再由式(1)、(2)计算样品中元素含量。样品均称取 0.50 g 左右,微波消解后定容至 25 mL 容量瓶中。

(1) K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Cu、Mn、Zn 元素含量:

$$X = \frac{(C - C_0) \times f \times V}{m}, \tag{1}$$

式中:

X——样品中的元素含量,mg/kg;
C——上机时样品溶液中元素的浓度,mg/L;
C₀——上机时空白溶液中元素的浓度,mg/L;
V——定容体积,25 mL;
m——样品称样量,g。

(2) Al、Cr、Ni、As、Cd、Hg、Pb 元素含量:

$$X = \frac{(C - C_0) \times f \times V}{m \times 1\,000}, \tag{2}$$

式中:

X——样品中的元素含量,mg/kg;
C——上机时样品溶液中元素的浓度,μg/L;
C₀——上机时空白溶液中元素的浓度,μg/L;
V——定容体积,25 mL;
m——样品称样量,g。

2 结果与讨论

2.1 方法的线性参数及检出限

根据上述优化的仪器条件以及初测时各元素含量,以质量浓度为横坐标,信号强度为纵坐标,绘制 16 种元素的标准曲线(见表 2)。多种元素的标准曲线均具有良好的线性关系,相关系数均在 0.999 7 以上,可以满足婴幼儿罐装辅食泥中多种微量元素的检测需求。

移取 2.0 mL 浓硝酸至装有适量超纯水的 100 mL 容量瓶中,定容,制备 2% 硝酸空白溶液。在仪器正常工作状态下,连续 20 次测定空白溶液,以响应值标准偏差 3 倍对应的浓度为检测限,结果见表 3。

2.2 方法精密度

2.2.1 重现性试验 为测试方法的重现性,选取鱼泥和果蔬泥各 1 份,微波消解处理后,分别用试验优化方法与国标法(GB 5009.268—2016《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》)同时完成 8 次平行测定,结果见表 4。由表 4 可知,对于鱼泥样品,试验优化方法的重现性 RSD 为 1.8%~8.9%,国标法为 1.5%~7.2%;对于果蔬泥样品,试验优化方法的重现性 RSD 为 1.8%~7.1%,国标法为 2.5%~5.9%,两法的 RSD 均在 10% 以内。说明试验优化方法的重现性与国标相差不大,具有较好的精密度,但试验优化方法的检出限低于国标,测量范围更大,所以能更加灵敏地检测到泥状罐装辅食中的有害元素。

表 2 16 种元素的标准曲线方程、线性范围和相关系数

Table 2 The linear equation, linear range and correlation coefficient for 16 elements

元素	线性方程	相关系数	线性范围	线性单位
K	y=864.495 9x-103.212 4	1.000 0	0~50	mg/L
Na	y=3 735.725 6x-9.189 9	1.000 0	0~20	mg/L
Ca	y=261 642.084 8x+40 677.531 3	0.999 8	0~20	mg/L
Mg	y=80 422.927 6x+959.669 2	0.999 8	0~20	mg/L
P	y=114.958 3x+2.073 8	1.000 0	0~20	mg/L
Fe	y=1 498.338 2x+0.943 1	0.999 7	0.00~0.50	mg/L
Cu	y=2 199.063 9x+0.816 7	0.999 9	0.00~0.50	mg/L
Mn	y=13 357.548 9x+1.455 5	1.000 0	0.00~0.50	mg/L
Zn	y=2 698.474 0x-0.401 2	1.000 0	0~20	mg/L
Al	y=20.352 2x+75.556 7	1.000 0	0~200	μg/L
Cr	y=1 804.610 7x+60.003 3	0.999 8	0~50	μg/L
Ni	y=1 211.791 2x+183.343 3	0.999 9	0~50	μg/L
As	y=205.469 8x+1.666 7	0.999 9	0~50	μg/L
Cd	y=646.669 0x+0.000 1	0.999 9	0~50	μg/L
Hg	y=2 955.271 5x+17.780 0	0.999 8	0.0~3.0	μg/L
Pb	y=8 946.033 3x+526.696 7	0.999 9	0~50	μg/L

表 3 16 种元素的检出限和定量限

Table 3 The LOD and LOQ for 16 elements mg/kg

元素	检出限	定量限	元素	检出限	定量限
K	0.66	2.00	Zn	0.029	0.086
Na	0.50	1.50	Al	0.026	0.077
Ca	0.002 4	0.007 1	Cr	0.000 86	0.002 6
Mg	0.089	0.270	Ni	0.001 6	0.004 8
P	0.046	0.140	As	0.000 42	0.001 2
Fe	0.009	0.026	Cd	0.000 25	0.000 74
Cu	0.18	0.54	Hg	0.000 29	0.000 88
Mn	0.09	0.27	Pb	0.000 38	0.001 10

2.2.2 加标回收试验 从测定过的 20 份辅食泥样品中,取三文鱼泥和混合蔬菜泥各 1 份,做加标回收试验,准确称取 0.50 g 样品,向样品中分别加入各元素标准中间液,同试验处理后测定加标回收,结果见表 5、6。各种元素回收率为 88.5%~106.0%,取 3 次回收试验的相对标准偏差(RSD)为方法精密度,范围为 1.46%~8.18%,说明该方法准确、可靠、结果满意。

2.3 谱线选择

以 K 为例,从仪器推荐的主要发射谱线中选取响应最高的 3 条谱线 766.490,769.896,404.414 nm,其中:766.490 nm 谱线的响应值最高,峰形较好且没有明显的

干扰,线性关系良好,基线噪音低;769.896 nm 谱线响应值次之,但基线噪音较高;404.414 nm 谱线相应值较低,峰形杂乱且干扰严重。因此,选用 766.490 nm 作为 K 的优化分析谱线,用同样方法确定 ICP-OES 测定的其他 8 种元素的最佳分析谱线。K、Na、Ca、Mg、P、Fe、Cu、Mn、Zn 9 种元素谱图见图 1。

ICP-MS 测定选择计数的同位素分别为:27Al,53Cr,60Ni,75As,111Cd,202Hg 和 208Pb。同时通过选用内标法用于补偿样品基体效应和信号漂移,以改善待测元素的准确性和稳定性,加入混合内标元素 In、Bi、Sc、Ge;以 In(115)为内标校对 Cd 元素,以 Bi(209)为内标校对 Hg、Pb 元素,以 Sc(45)为内标校对 Al、Cr 元素,以 Ge(72)为内标校对 Ni、As 元素。

2.4 实际样品应用

从上海市商超销售的辅食泥中,随机选购不同品牌不同批次(包括禧贝、嘉宝、亨氏、小皮、美林)的 10 份鱼泥和 10 份果蔬泥制品。按照优化后的试验条件进行测试并计算结果,每份样品做 3 平行取其平均值,所测 20 份样品中 16 种元素的结果范围见表 7。

由表 7 可知,婴幼儿罐装辅食泥中确实含有丰富的有益宏量和微量元素,其中,鱼泥中的镁、磷、铁、锌等营养元素的含量远远高于蔬菜泥,说明鱼泥的营养更为丰富,营养密度高,是婴幼儿生长发育不可缺少的辅食泥。与此同时,ICP-MS 法也检测出了辅食泥中多种对人体有

表 4 样品重现性测定结果[†]

Table 4 The reproducibility of samples (n=8)

元素	鱼泥				果蔬泥			
	试验优化方法		国标法		试验优化方法		国标法	
	均值/(mg·kg ⁻¹)	RSD/%	均值/(mg·kg ⁻¹)	RSD/%	均值/(mg·kg ⁻¹)	RSD/%	均值/(mg·kg ⁻¹)	RSD/%
K	1 575	2.3	1 502	4.1	1 115	3.7	1 065	4.2
Na	188	4.6	195	5.3	25.3	3.7	24.2	3.1
Ca	89.5	3.2	90.8	3.0	87.1	4.5	88.3	3.7
Mg	117	1.8	123	1.5	104	2.3	112	2.9
P	290	2.1	282	4.7	190	3.1	203	5.6
Fe	3.35	2.3	3.22	1.9	4.50	4.7	4.18	3.2
Cu	0.58	2.8	0.65	3.2	0.19	4.2	0.22	5.6
Mn	0.42	4.8	0.37	3.5	0.76	5.5	0.80	4.1
Zn	3.90	1.9	4.06	2.2	3.10	1.8	2.97	2.5
Al	0.42	2.7	N.D.	/	0.62	6.6	0.56	5.9
Cr	0.022	3.8	N.D.	/	0.017	5.2	N.D.	/
Ni	0.044	4.5	N.D.	/	0.015	7.1	N.D.	/
As	0.033	6.3	0.035	7.2	N.D.	/	N.D.	/
Cd	N.D.	/	N.D.	/	N.D.	/	N.D.	/
Hg	0.007 2	8.9	N.D.	/	N.D.	/	N.D.	/
Pb	0.015	4.3	N.D.	/	0.011	6.6	N.D.	/

[†] N.D.表示未检出。

表 5 三文鱼泥加标回收试验结果

Table 5 The recovery tests of methods for salmon puree ($n=3$)

元素	添加量/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	测定值/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	本底值/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	回收率/%	RSD/%
K	2 500	4 478	2 150	93.1	1.94
Na	250	606	367	95.9	3.82
Ca	500	940	464	95.2	1.46
Mg	250	416	186	92.2	2.43
P	1 000	1 674	755	91.9	3.08
Fe	5.00	10.40	5.65	95.0	2.27
Cu	0.50	1.25	0.72	106.0	8.04
Mn	1.00	2.30	1.35	95.0	8.18
Zn	5.00	9.85	5.15	94.0	3.24
Al	1.25	2.41	1.21	96.0	7.76
Cr	0.050	0.075	0.025	101.0	2.10
Ni	0.250	0.300	0.052	100.0	3.57
As	0.10	0.28	0.17	101.0	8.16
Cd	0.050 00	0.054 00	0.000 84	105.0	2.68
Hg	0.025 0	0.024 0	0.002 0	88.5	1.76
Pb	0.050	0.092	0.039	105.0	4.89

表 6 蔬菜泥加标回收试验结果

Table 6 The recovery tests of methods for vegetable puree ($n=3$)

元素	添加量/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	测定值/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	本底值/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	回收率/%	RSD/%
K	1 250	2 405	1 253	92.2	4.08
Na	50.0	98.4	53.5	89.8	3.14
Ca	100	259	165	94.0	6.02
Mg	100.0	188.0	97.4	90.4	3.87
P	250	412	171	96.4	2.03
Fe	5.00	8.55	3.40	103.0	3.26
Cu	0.50	0.88	0.40	97.0	6.19
Mn	1.00	1.52	0.55	96.7	3.09
Zn	5.00	7.65	3.03	92.5	2.69
Al	1.25	3.83	2.64	94.8	5.40
Cr	0.050	0.120	0.070	102.0	2.92
Ni	0.25	0.60	0.360	96.2	4.51
As	0.025 0	0.026 0	0.001 7	98.7	7.36
Cd	0.050 00	0.055 00	0.003 87	102.0	3.42
Hg	0.025 00	0.023 00	0.000 35	89.4	2.64
Pb	0.050	0.120	0.068	101.0	5.08

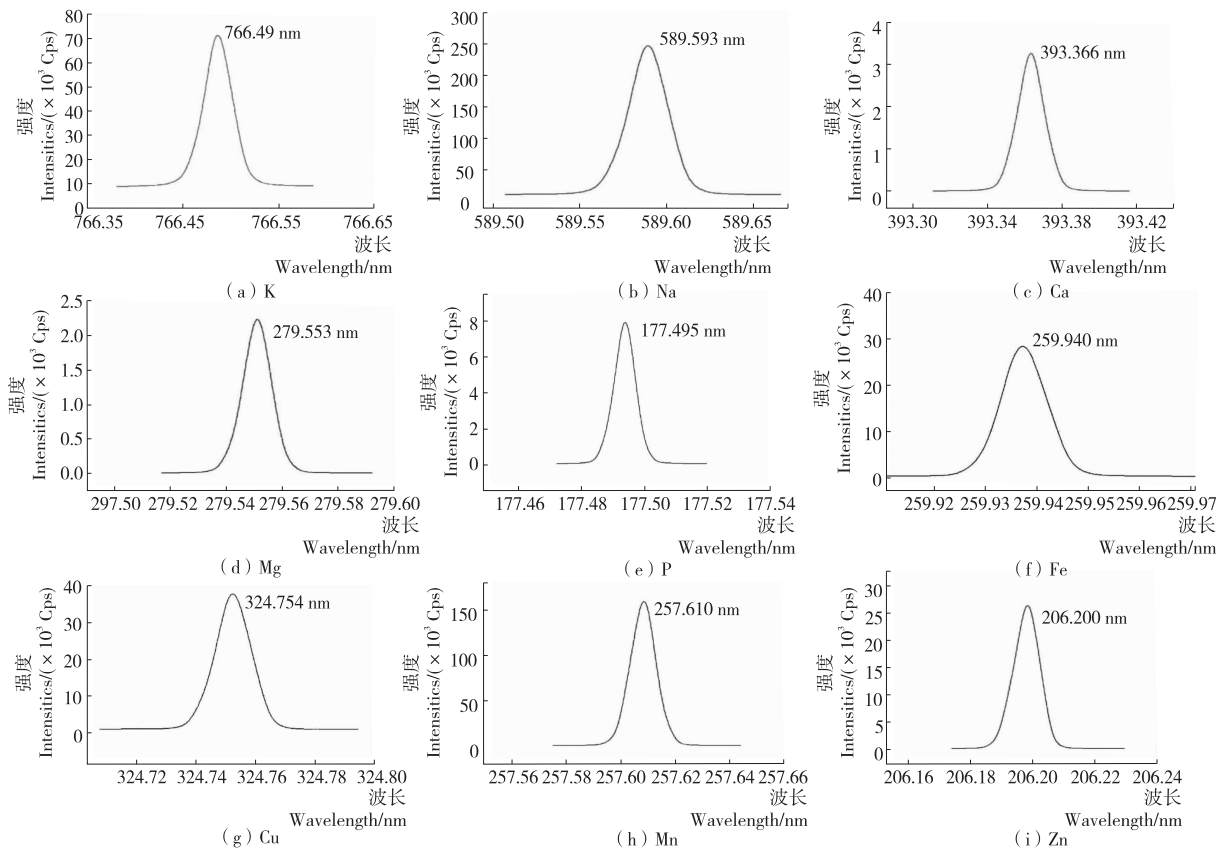


图 1 ICP-OES 测定各元素最优化分析谱线图谱

Figure 1 The optimized analytical spectrum of nine elements for ICP-OES

表 7 样品测定结果[†]
Table 7 The analytical results of samples (*n*=3) mg/kg

元素	鱼泥	果蔬泥	元素	鱼泥	果蔬泥
K	64.4~2 506.0	290~1 820	Zn	1.60~82.80	0.48~45.90
Na	15.6~1 902.0	6.78~358.0	Al	0.42~1.90	0.93~3.10
Ca	26.0~458.0	30.3~441.0	Cr	0.013~0.056	0.033~0.260
Mg	47.5~607.0	16.2~165.0	Ni	0.028~0.059	0.035~2.400
P	117~4 454	123~669	As	0.030~0.390	N.D.
Fe	1.52~78.90	0.30~13.4	Cd	N.D.	N.D.
Cu	0.23~0.65	0.19~0.68	Hg	<0.013	N.D.
Mn	0.21~2.23	0.15~2.48	Pb	0.009~0.046	0.023~0.110

[†] N.D 表示未检出。

害的元素,如铝、铬、镍、砷、汞、铅等。其中需要引起注意的是,果蔬泥中砷和汞均未检出,而鱼泥中的砷和汞的含量略高。有报道指出,砷化合物各形态的毒性差异较大,尤以Ⅰ类致癌物无机砷毒性为最,长时间摄入微量无机砷可致癌^[12];汞的易毒性较大且易在体内蓄积,影响婴幼儿神经系统的发育^[13]。中国食品中污染物限量标准(GB 10770—2010)规定婴幼儿罐装辅助食品总汞限量值为 0.02 mg/kg,无机砷限量值为 0.30 mg/kg。试验检测的 20 批次样品总汞含量均小于 0.02 mg/kg,而总砷含量为 0.030~0.390 mg/kg,有必要用其他检测方法分析其中各形态汞、砷的含量。

3 结论

试验选择有代表性的鱼泥和蔬菜泥作为研究对象,通过微波消解处理,探究了 ICP-OES/ICP-MS 法测定婴幼儿罐装辅食泥中 16 种元素含量的方法。在试验优化条件下,测得 16 种元素的检出限均低于食品中多元素测定的国标方法(GB 5009.268—2016),方法精密度和重现性符合 GB/T 27404—2008《实验室质量控制规范》之要求,因此该方法较国标法更为灵敏,测量范围更大。试验证明,建立的方法具有分析效率高,检出限低以及多元素同时分析等优点,适用于大批量样品的检验。对市售样品分析时发现鱼泥中的汞和砷含量较蔬菜泥高,可能与海洋生物对某些元素的富集作用有关^[14],需要引起有关部门注意。在今后工作中,可以采取增加检验批次的方法,增加数据的采集量,并且利用其他仪器检测方法分析砷、汞的形态,有效筛查并监管婴幼儿罐装辅食泥中的甲基汞、无机砷等风险元素项目。

参考文献

[1] 黄晓凤,梁和平,甄国新,等.北京市顺义区农村 4~12 月龄婴幼儿营养素补充剂现状调查[J].职业与健康,2010,26(11):1 247-1 249.
[2] 魏英.母乳喂养相关知识及注意事项[J].中国社区医师:医

学专业,2012,14(13):410-411.
[3] 韩军花.我国婴幼儿辅助食品标准:现状、问题及展望[J].食品科学技术学报,2017(5):11-15.
[4] 徐春祥,赵云,朱晓军.ICP-OES 同时测定婴幼儿营养食品中的 14 种元素[J].光谱实验室,2008,25(3):356-358.
[5] 李姗,何霜,李吉龙,等.ICP-OES/ICP-MS 测定 15 种鱼肉松中的 30 种矿物质元素含量[J].食品研究与开发,2016,37(18):150-154.
[6] 王玉兰,徐红颖,包玉龙.婴幼儿配方奶粉中重金属铬、铅、砷的含量测定[J].食品研究与开发,2015,36(7):102-105.
[7] 孙玲玲,宋金明,林强,等.海带中 12 种元素 ICP-OES 检测的三种前处理方法对比研究[J].海洋科学,2015(5):9-15.
[8] 郭金芝,李青,王蕴馨,等.高压罐消解、微波消解与 ICP-MS 法测定粉条中的铝含量[J].中国卫生检验杂志,2014(20):2 893-2 895.
[9] 仲慧,开学俊.不完全快速消解石墨炉原子吸收光谱法测定婴幼儿辅食中铝的含量[J].江苏预防医学,2017,28(6):110-111.
[10] 王兴,邓玉明,宋利君,等.ICP-OES 测定多种元素的方法在乳品包装风险管控中的应用[J].农产品加工,2019(3):57-59.
[11] 王书舟,汤璠,姚秀娟,等.微波消解 ICP-OES 法同时测定鱼胶中八种金属元素[J].环境卫生学杂志,2016(6):425-430.
[12] 侯艳霞,刘丽萍,潘浩,等.高效液相色谱—电感耦合等离子体质谱联用测定婴幼儿辅食中的无机砷[J].食品科学,2011(24):287-290.
[13] 戴彦韵,胡子峰,鲍笑岭,等.高效液相色谱—原子荧光测定婴幼儿辅食中汞的形态[J].食品工业,2016(6):292-294.
[14] 彭菲,尹杰,王茜.鱼外渔场海洋生物体内重金属和多环芳烃含量水平与食用风险评价[J].生态毒理学报,2019(1):168-179.