

微波消解—ICP-MS 测定乳粉中碘的含量

Determination of iodine in milk powder by combining microwave digestion with inductively coupled plasma mass spectrometry

朱家俊^{1,2} 李 樑^{1,2} 何 霜³ 陈景周^{1,2}

ZHU Jia-jun^{1,2} LI Liang^{1,2} HE Shuang³ CHEN Jing-zhou^{1,2}

(1. 广州检验检测认证集团有限公司, 广东 广州 510000; 2. 国家加工食品质量检验检测中心,

广东 广州 510000; 3. 广州华鑫检测技术有限公司, 广东 广州 510663)

(1. Guangzhou Inspection Testing and Certification Group Co., Ltd., Guangzhou, Guangdong 510000, China; 2. National Center for Quality Inspection of Processed Food, Guangzhou, Guangdong 510000, China; 3. Guangzhou Huaxin Testing Technology Co., Ltd., Guangzhou, Guangdong 510663, China)

摘要:目的:建立一种高效、准确的测定乳粉中碘含量的微波消解—电感耦合等离子体质谱仪测试方法。方法:通过加入 0.2 mL 沉淀剂和 5 mL 超纯水混匀静置,再加入 5 mL 硝酸进行微波消解,冷却后先用超纯水定容至 35 mL,再按顺序加 10 mL 氨水、1 mL 稳定剂、50 μ L TritonX-100 后定容,从而避免碘损失。结果:方法检出限为 0.044 mg/kg,碘含量在质量浓度为 0~20 μ g/L 范围内呈良好线性,相关系数为 0.999 9。相对标准偏差均在 5% 以下,样品加标回收率为 90.2%~107.7%,多种标准物质的测定值与标示值一致。试验测得相同乳粉中碘含量结果与 GB 5009.267—2020 第一法的相近。结论:该方法具有高效、回收率好、准确的特点,可确保人员安全,降低仪器维护成本。

关键词:碘;乳粉;微波消解;电感耦合等离子体质谱法

Abstract: Objective: This study aimed to establish an efficient and accurate method for the determination of total iodine in milk powder by microwave digestion combining with inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS). Methods: Firstly, 0.2 mL of precipitant and 5 mL of ultrapure water were added for mixing and standing, and then 5 mL of nitric acid was added for microwave digestion. After cooling, the volume was fixed to 35 mL with ultrapure water, and then 10 mL of ammonia, 1 mL of stabilizer and 50 μ L of TritonX-100 were added in sequence, avoiding the iodine loss. Results: The detection limit was 0.044 mg/kg, while iodine presented favorable linearity in the range of 0~

20 μ g/L with correlation coefficient (r) of 0.999 9. The precision of the method (RSD %) was less than 5%, and the spiked recoveries of real samples is 90.2%~107.7%. The measured values of various standard substances are consistent with the labeled values. The iodine content of the same milk powder was similar to that of GB 5009.267—2020. Conclusion: The method showed the advantages of high efficiency, good recovery and accurate for the determination of iodine contents in milk powder, ensures personnel safety and reduces instrument maintenance cost.

Keywords: iodine; milk powder; microwave digestion; inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)

素有“智力元素”之称的碘是人体必需的非金属微量元素之一,与人体的生长发育、新陈代谢息息相关^[1]。碘缺乏会影响脑发育,造成智力低下、甲状腺肿大、侏儒症等体格障碍^[2],但摄入过多亦会对人体造成危害,如甲状腺肿大、甲亢^[3]。

相关研究^[4]表明,碘在乳粉中主要以碘离子和碘酸根的形式存在。目前国内外测定乳粉中碘含量的方法主要有气相色谱法^[5-7]、离子色谱法^[8]、分光光度法^[9-10]、电感耦合等离子体质谱法^[11]和原子光谱法^[12]。GB 5009.267—2020 作为食品中碘的检验依据,其中气相色谱法和电感耦合等离子体质谱法适用于测定乳粉中的碘含量。电感耦合等离子体质谱仪检出限低、稳定性及重现性好,使用简便快捷,是适用于日常准确高效测定乳粉中碘含量的分析仪器。Alahmad 等^[13]通过有机试剂进行萃取、净化提取碘^[14],但该方法操作繁琐费时,衍生反应基质复杂,无法实现乳粉中碘含量的快速检测;袁波等^[15]使用水提取法通过试剂沉淀复原乳粉中的蛋白,过滤后滤液直接使用电感耦合等离子体质谱仪 (ICP-MS) 检

作者简介:朱家俊,男,广州检验检测认证集团有限公司助理工程师,学士。

通信作者:陈景周(1993—),女,广州检验检测认证集团有限公司工程师,硕士。E-mail:978860889@qq.com

收稿日期:2021-12-20 **改回日期:**2022-05-12

测^[16],但滤液中残余大量有机物,会对检测仪器造成积碳,加快贵重耗材消耗;刘列钧等^[17-18]通过碱灰化法加入碱性助剂后灰化消解,能排除大部分有机物的干扰,但难以准确控制温度避免碘的损失。目前常采用 ICP-MS 测定乳粉中碘含量,其前处理使用碱作提取助剂在烘箱中进行消解提取,GB 5009.267—2020 第一法使用具有剧毒性质的四甲基氢氧化铵作碱性提取剂^[19],也有使用氢氧化钾代替其作为碱性提取剂^[20],但高浓度的钾盐容易污染检测器。研究拟采用可批量处理的微波消解作前处理,联合 ICP-MS 高效准确测定乳粉中碘含量,分析比较常见造成碘损失的因素,旨在为建立一种高效、回收率好,可确保人员安全并降低仪器维护成本的乳粉中碘含量测定方法提供依据。

1 材料与方法

1.1 材料与试剂

超纯水:电阻率为 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$,自制;

硝酸:优级纯,经超纯酸制备系统纯化,广州化学试剂厂;

氨水、硝酸银:分析纯,广州化学试剂厂;

无水硫代硫酸钠:99.99%,美国阿拉丁工业公司;

表面活性剂(TritonX-100):美国阿拉丁工业公司;

碲(Te)标准溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$,相对扩展不确定度为 0.7%($k=2$),国家有色金属及电子材料分析测试中心;

碘(I^-)标准溶液:1 000 $\mu\text{g/mL}$,相对扩展不确定度为 0.7%($k=2$),国家有色金属及电子材料分析测试中心;

乳粉 GBW10116、GBW10117 标准物质:中国计量科学研究院;

柑橘叶 GBW10020、蒜粉 GBW10022 标准物质:地球物理地球化学勘查研究所;

较大婴儿配方奶粉:雅培铂优恩美力较大婴儿配方奶粉。

1.2 仪器与设备

电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS):7900 型,配有同心雾化器及四极杆,美国安捷伦公司;

超纯水系统:A2S-05-CE 型,配有预处理模组及纯化模组,美国艾科浦国际有限公司;

微波消解仪:ETHOS UP 型,配有 TFM 消解罐及微波发生器,意大利 Milestone 公司;

万分之一天平:ML204T 型,配有 MonoBloc 单模块称重传感器,瑞士 Mettler Toledo 公司;

超纯酸制备系统:duo PUR 型,配有石英蒸馏容器及控温加热管,意大利 Milestone 公司。

1.3 标准曲线的配制

根据碘标准溶液证书可知其介质类型为水,故用超

纯水稀释配制 1 $\mu\text{g/mL}$ 的碘标准储备液,再用稀释液(0.002% AgNO_3 —2% HNO_3 —5% $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ —0.02% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ —0.1% TritonX-100 溶液)稀释配制碘标准曲线工作液,标准曲线质量浓度依次为 0,1,2,5,10,20 $\mu\text{g/L}$,标准曲线工作液现配现用。

1.4 试验方法

称取 0.3 g 乳粉样品,加入 0.2 mL 沉淀剂(1% AgNO_3 溶液),加入 5 mL 超纯水,摇匀后静置 30 min,再加 5 mL 硝酸,迅速盖上罐盖,根据设定程序进行微波消解,参数见表 1。微波消解完后,消解罐冷却至室温,开罐,消解液转移至 50 mL 离心管,用超纯水冲洗消解罐,合并。加入一定量超纯水使样液体积为 35 mL,用 10 mL 氨水(25%)冲洗消解罐,冲洗液移入样液。定容管按顺序依次加入 1 mL 稳定剂(10% $\text{NH}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ —1% $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液)、50 μL TritonX-100,用水冲洗消解罐,冲洗液移入样液,用超纯水定容样液,上机待测。

表 1 微波消解仪参数

Table 1 Parameters of microwave digestion instrument

阶段	功率/W	温度/℃	升温时间/min	恒温时间/min
1	1 800	120	7	5
2	1 800	160	7	10
3	1 800	190	10	20

1.5 仪器工作条件

根据现有条件,用调谐液调试仪器的各项指标,使电感耦合等离子体质谱仪达到测定碘的最佳仪器条件,经调谐后的仪器主要参数设置为射频功率 1 550 W,氦气流速 4.4 mL/min,雾化气流速 0.8 L/min,补偿气流速 0.2 L/min,雾化室温度 2 $^{\circ}\text{C}$,采样锥和截取锥为镍合金,数据采集 3 次,清洗时间 20 s,稳定时间 20 s。

1.6 样品测定

由于碘存在记忆效应,稳定仪器时,用洗液(1% 氨水—0.1% TritonX-100)冲洗管路,使系统呈碱性环境,同时避免管路残留碘,稳定仪器后在调谐界面观察 ^{127}I 的 CPS,以确定碘的背景空白值满足测定要求。为了消除仪器自身因素引起的非质谱干扰,通过 ICP-MS 的在线内标(内标液为 500 $\mu\text{g/L}$ Te 溶液),引入内标元素 ^{147}Te 来实时监测和校正测定过程中信号短期和长期的漂移。

1.7 加标试验设计

在使用相同乳粉作本底检测样品的基础上,添加 0.5 mL 质量浓度为 1 $\mu\text{g/mL}$ 的碘标准储备液,两个样品为一组平行样并带空白。如表 2 所示,对样品前处理加酸环节前加入沉淀剂和超纯水,以及定容流程使用的定容试剂,完成前处理消解定容操作后进行上机测定。

表 2 加标试验设计

Table 2 Experimental design of standard addition

组别	前处理添加超纯水和硝酸的操作	定容环节的操作
A	先加水 5 mL,摇匀静置 30 min,再加 5 mL 硝酸	
B	加入 0.2 mL 沉淀剂,先加水 5 mL,摇匀静置 30 min,再加 5 mL 硝酸	
C	加入 0.2 mL 沉淀剂,再加 5 mL 硝酸	消解液移入离心管,加水至 35 mL 后加 10 mL 氨
D	加入 0.2 mL 沉淀剂,再加 10 mL 硝酸溶液($V_{\text{硝酸}}:V_{\text{水}}=1:1$)	水,加 1 mL 稳定剂,水定容,加 50 μL TritonX-100
E	加入 0.2 mL 沉淀剂,先加水 5 mL,再加 5 mL 硝酸	
F	加入 0.2 mL 沉淀剂,先加水 5 mL,摇匀静置 30 min,再加 5 mL 硝酸	
G		消解液移入离心管,加 25% 氨水至 45 mL 后,加
	加入 0.2 mL 沉淀剂,先加水 5 mL,摇匀静置 30 min,再加 5 mL 硝酸	1 mL 稳定剂,25% 氨水定容,加 50 μL TritonX-100
H		消解液移入离心管,加水至 35 mL 后加 10 mL 氨
		水,加 1 mL 稳定剂,水定容,加 50 μL TritonX-100

2 结果与分析

2.1 样品前处理加入沉淀剂

利用碘化银不易与硝酸进行反应且能溶于氨水和硫化硫酸钠溶液的理化性质,在消解体系中引入过量的银离子,使样品消解过程中反应释出的碘离子与其结合成更为稳定的碘化银,以此降低碘离子在微波消解这一高温的酸性体系下进一步被硝酸氧化成碘蒸气而造成损失,反应结束后加入氨水碱化并加入稳定剂,使碘化银溶于其中,从而解决沉淀无法被 ICP-MS 雾化测量的问题。由表 3 可知,在本底基本一致、加标量等条件相同的情况下,加入沉淀剂的组别 B 的碘含量更高,能有效降低碘在试验过程中的损失。因此,在对样品完成称样步骤后,先添加 0.2 mL 沉淀剂(1% AgNO_3 溶液)后进行加酸操作。

2.2 样品前处理加入水

碘的多种形态容易与具有强氧化性、强酸性的硝酸进行反应,特别是碘离子,除了可能与硝酸反应生成易挥发的碘单质外,还能与氢离子结合形成见光易分解、极不稳定的氢碘酸。日常微波消解中,通常会加入水以缓冲样品与酸反应的剧烈程度,即通过降低酸的浓度从而达到降低反应速率的目的。由表 4 可知,加水及不同的加入方式均能影响碘在试验过程中的含量,前处理(C)不添

加水碘的损失严重;而先后添加水和硝酸(D),与直接添加等比的硝酸和水混合溶液(E)更能有效提高乳粉中碘的测定效果;乳粉中添加水后静置混匀(F),再添加硝酸能避免样品中碘的损失。

2.3 调节消解液碱性

消解完成后的消解液呈酸性,溶液中的碘在酸性条件下容易附着在消解罐壁上。相反,碘在碱性条件下比较稳定,且容易被碱性溶液洗脱,有利于弱化其记忆效应,因此在定容环节需要对消解液进行碱化,且这个碱化过程需要避免碘损失。

目前,GB 5009.267 及其他进行碱提取测定食品中碘的方法中,主要使用四甲基氢氧化铵或氢氧化钾作为调节消解液碱性的主要试剂。但四甲基氢氧化铵具有较强的毒性,氢氧化钾溶解过程放热剧烈,为中和酸性的消解液,不宜配置高浓度的氢氧化钾溶液,因其与酸中和时会放热导致碘损失,故选用更为安全温和的氨水调节消解液碱性。

2.4 定容流程

定容环节中需要加入氨水、稳定剂、表面活性剂 Tri-

表 4 水对样品测定结果的影响

Table 4 The effect of water on the determination result of samples

组别	称样量/g	上机浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	空白浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	碘含量/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)
C	0.305 9	3.539 80		0.59
	0.364 5	3.408 26	-0.059 36	0.48
D	0.303 4	13.811 11		2.29
	0.303 6	13.739 46	-0.056 50	2.27
E	0.302 3	17.293 89		2.87
	0.308 5	17.233 85	-0.056 50	2.80
F	0.315 2	20.969 12		3.32
	0.307 6	20.942 15	0.042 37	3.40

表 3 沉淀剂对样品测定结果的影响

Table 3 The effect of precipitant on the determination result of samples

组别	称样量/g	上机浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	空白浓度/ ($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	碘含量/ ($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)
A	0.317 4	12.596 31		2.10
	0.353 6	12.943 99	-0.031 93	2.07
B	0.300 0	19.700 50		3.10
	0.312 8	20.344 83	0.000 15	2.87

tonX-100 和水。其中,需要对消解原液或氨水加水稀释后再进行碱化,以缓冲其中和反应,削弱放热的剧烈程度,再添加稳定剂,避免硫代硫酸钠与酸进行歧化反应导致稳定剂失效。定容后期添加表面活性剂 TritonX-100 可避免因溶液的剧烈晃动而产生气泡,从而影响定容操作的准确性。因此,定容环节试剂的添加顺序按“水—氨水—稳定剂—表面活性剂 TritonX-100”进行操作。由表 5 可知,与用稀释后的 25%氨水溶液直接碱化定容相比,先用水稀释定容消解液后,再碱化样液更能降低碘的损失,测得样品中的碘含量更高。

2.5 标准曲线和检出限

根据仪器工作条件上机测定,以曲线浓度为横坐标,标准溶液¹²⁷I 的 CPS 与在线内标¹⁴⁷Te 的 CPS 的比率为纵坐标进行线性回归分析,线性回归方程为 $y=0.036\ 0x+0.008\ 2$,相关系数为 0.999 9,仪器检出限为 0.029 μg/L。根据线性回归分析可知,碘的标准工作液在质量浓度为 0~20 μg/L 时,其与碲的 CPS 比率呈良好的线性关系。根据 GB/T 27417 的规定,连续测定空白试液 11 次,碘的检出限为 0.044 mg/kg。

2.6 方法回收率和精密度

由表 6 可知,碘回收率为 90.2%~107.7%,相对标准偏差为 0.9%~3.6%,说明该方法具有较好的回收率和精密度。

2.7 方法准确性验证

由表 7 可知,标准物质中碘的测定值在标准值范围内,经数据统计检验,两数据无显著差异,进一步验证了该方法对乳粉中碘含量测定的准确性。

2.8 与国标方法比较

由表 8 可知,试验方法对乳粉进行碘含量测定的结

表 5 定容流程对样品测定结果的影响

Table 5 The effect of different constant volume process on the determination result of samples

组别	称样量/g	上机浓度/ (μg·mL ⁻¹)	空白浓度/ (μg·mL ⁻¹)	碘含量/ (mg·kg ⁻¹)
G	0.304 8	15.864 79	-0.056 50	2.61
	0.329 2	16.487 61		2.51
H	0.302 3	17.293 89	-0.056 50	2.87
	0.308 5	17.233 85		2.80

表 6 回收率和精密度的试验结果

Table 6 Results of tests for recovery and precision

组别	称样量/g	碘含量/(mg·kg ⁻¹)	均值/(mg·kg ⁻¹)	回收率/%	相对标准偏差/%
第 1 组	0.518 8	1.276	1.29	—	1.4
	0.519 6	1.311			1.6
	0.511 2	2.207	—	90.2	1.2
	0.514 0	2.318		102.1	0.9
第 2 组	0.303 9	1.344	1.41	—	2.8
	0.316 5	1.470			1.8
	0.317 4	3.103	—	107.7	1.0
	0.353 6	2.877		103.9	1.8
第 3 组	0.305 5	1.341	1.42	—	1.7
	0.326 6	1.492			2.9
	0.315 2	3.191	—	104.7	1.9
	0.307 6	3.152		99.6	3.6

果,与 GB 5009.267—2020 第一法测得的结果相近,相对标准偏差为 2.0%。

3 结论

建立了以硝酸为消解体系的微波消解—ICP-MS 测定乳粉中碘含量的方法,可实现批量快捷地对乳粉进行消解处理,减少了上机样液基质中有机物含量,从而降低了检测仪器 ICP-MS 的维护成本,提高使用寿命,同时有效阻止了碘在试验过程中的损失。与 GB 5009.267—2020 第一法相比,该方法降低了试验操作过程中有毒有

表 7 不同标准物质测定结果比较

Table 7 Testing result of comparison with different standard material

标准物质编号	标准物质名称	标示质量分数/ (mg·kg ⁻¹)	测定质量分数/ (mg·kg ⁻¹)
GBW10116	乳粉	2.99±0.23	2.93
GBW10117	乳粉	1.27±0.10	1.36
GBW10020	柑橘叶	0.53±0.16	0.55
GBW10022	蒜粉	0.57±0.09	0.51

表 8 不同试验方法的比较

Table 8 Testing result of comparison with different experimental methods

组别	称样量/g	上机浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	空白浓度/($\mu\text{g} \cdot \text{mL}^{-1}$)	碘含量/($\text{mg} \cdot \text{kg}^{-1}$)	相对标准偏差/%
试验方法	0.522 4	14.023 97	-0.062 29	1.348	2.0
	0.521 2	13.675 84		1.318	
GB 5009. 267—	0.512 4	13.844 01	-0.185 37	1.369	
2020 第一法	0.523 3	13.533 81		1.311	

害试剂造成的危险程度。后续可探索食品及食品添加剂中碘含量的测定方法,乃至其他检验检测领域对碘含量的检测,如环境、医学等领域。

参考文献

[1] LEY D, TURCK D. Iodine supplementation: Is there a need? [J]. Current Opinion in Clinical Nutrition & Metabolic Care, 2021, 24 (3): 265-270.

[2] UMESH K, MADHULIKA K, NEHA S, et al. Iodine nutrition status amongst neonates in Kangra district, Himachal Pradesh[J]. Journal of Trace Elements in Medicine and Biology, 2014, 28(3): 351-353.

[3] 马南希, 林志楠, 刘国良. 碘过多病的发生、特征及处理特点[J]. 实用糖尿病杂志, 2020, 16(6): 2-4.

MA N X, LIN Z N, LIU G L. Occurrence, characteristics and treatment characteristics of iodine excess disease[J]. Journal of Practical Diabetology, 2020, 16(6): 2-4.

[4] 孙凯峰. HPLC-ICP-MS 测定奶粉中不同形态碘的分析方法研究及 ICP-MS 同时测定奶粉中 8 种元素的方法优化[D]. 上海: 上海海洋大学, 2015: 28-30.

SUN K F. Studies on determination of different forms of iodine in formula by HPLC-ICP-MS and optimization of determine 8 different elements in formula by ICP-MS[D]. Shanghai: Shanghai Ocean University, 2015: 28-30.

[5] 邓宁, 李林林, 徐正, 等. 婴幼儿配方奶粉中碘含量的检测方法[J]. 中国果菜, 2019, 39(7): 33-36.

DENG N, LI L L, XU Z, et al. Detection methods of iodine content in infant formula milk powder[J]. China Fruit & Vegetable, 2019, 39 (7): 33-36.

[6] 曹叶中, 蔡文. 气相色谱法检测婴幼儿奶粉中碘含量方法的优化[J]. 安徽农业科学, 2020, 48(23): 223-225.

CAO Y Z, CAI W. Optimization of gas chromatography method for detecting iodine content in infant milk powder [J]. Anhui Agricultural Science, 2020, 48(23): 223-225.

[7] HU M H, CHEN H Y, JIANG Y, et al. Headspace single-drop micro-extraction coupled with gas chromatography electron capture detection of butanone derivative for determination of iodine in milk powder and urine[J]. Chemical Papers, 2013, 67(10): 1 255-1 261.

[8] 李静, 王雨, 梁立娜. 混合模式色谱柱离子色谱法同时测定奶粉中的碘离子和硫酸根[J]. 色谱, 2010, 28(4): 422-425.

LI J, WANG Y, LIANG L N. Simultaneous determination of iodide and thiocyanate in powdered milk using ion chromatography with

mixed mode column[J]. Chinese Journal of Chromatography, 2010, 28(4): 422-425.

[9] 徐署东, 李卫东, 赵立胜, 等. 湿法消解砷铈催化分光光度法测定奶粉中碘含量的方法研究[J]. 安徽预防医学杂志, 2016, 22 (4): 222-224, 228.

XU S D, LI W D, ZHAO L S, et al. Determination of iodine content in milk powder by wet digestion arsenic cerium catalytic spectrophotometry[J]. Anhui Journal of Preventive Medicine, 2016, 22(4): 222-224, 228.

[10] 代秀霞, 田友华, 徐薇, 等. 分光光度法测定食盐中碘含量的最优条件研究[J]. 广州化工, 2020, 48(11): 116-118.

DAI X X, TIAN Y H, XU W, et al. Study on optimal conditions for the determination of iodine in salt by spectrophotometry[J]. Guangzhou Chemical Industry, 2020, 48(11): 116-118.

[11] 卢丽, 王岚, 谢湘娜, 等. BS ISO 20647 婴儿配方奶粉和成人营养配方奶粉—总碘的测定—电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)[J]. 食品安全质量检测学报, 2017, 8(8): 3 161-3 168.

LU L, WANG L, XIE X N, et al. BS ISO 20647 Infant formula and adult nutritional formula-determination of total iodine-inductively coupled plasma mass spectrometry (ICP-MS)[J]. Journal of Food Safety and Quality Inspection, 2017, 8(8): 3 161-3 168.

[12] VITORIA H C, MORGANA D, JULIANO S B, et al. Successive digestions for pre-concentration and ultra-trace determination of Br and I by plasma-based atomic spectrometry and ion chromatography[J]. Microchemical Journal, 2019, 147: 239-244.

[13] ALAHMAD W, KRAIYA C, VARANUSUPAKUL P, et al. Gel electromembrane microextraction followed by ion chromatography for direct determination of iodine in supplements and fortified food samples: Green chemistry for food analysis [J]. Food Chemistry, 2021, 358: 129857.

[14] HO-SANG S, YUN-SUK O S, JUN-HWAN K, et al. Trace level determination of iodide, iodine and iodate by gas chromatography-mass spectrometry [J]. Journal of Chromatography A, 1996, 732 (2): 327-333.

[15] 袁波, 徐红斌, 孙凯峰, 等. 水提法提取—电感耦合等离子体质谱法测定婴幼儿配方奶粉中的碘[J]. 食品与机械, 2015, 31 (2): 130-133.

YUAN B, XU H B, SUN K F, et al. Determination on iodine content in infant formula by ICP-MS with water extraction[J]. Food & Machinery, 2015, 31(2): 130-133.

(下转第 92 页)