DOI: 10.19812/j.cnki.jfsq11-5956/ts.20251010004
引用格式: 范晓旭, 胡建勇, 缪明锦, 等. 不同前处理方法对婴幼儿配方羊奶粉中 7 种矿物元素含量的影响[J]. 食品安全质量检测学报, 2026, 17(3): 352–358.
FAN XX, HU JY, MIU MJ, *et al*. Effects of different preparation methods on the content of 7 kinds of mineral elements in infant formula goat milk powder [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2026, 17(3): 352–358. (in Chinese with English abstract).

不同前处理方法对婴幼儿配方羊奶粉中 7 种矿物元素含量的影响

范晓旭, 胡建勇*, 缪明锦, 徐维二, 李文锐
(大理白族自治州药品检验所, 大理 671000)

摘 要: 目的 建立并优化基于电感耦合等离子体质谱法(inductively coupled plasma-mass spectrometry, ICP-MS)测定婴幼儿配方羊奶粉中 Mg、Ca、Fe、Cu、Zn、Se、Pb 含量的分析方法。**方法** 系统比较石墨消解法、超声酸提取法和微波消解 3 种前处理方法, 分别优化关键参数: 石墨消解法优化消解体系配比与时间; 超声酸提取法重点优化提取酸浓度; 微波消解法调整消解程序与试剂用量。通过加标回收率、重复性实验和标准物质测定进行方法学验证, 综合评价各方法的准确度、精密度和适用性。**结果** 3 种优化方法测定结果无显著差异(P>0.05)。各元素检出限为 0.0007~0.0941 mg/kg, 加标回收率为 88.2%~110.8%, 相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)均低于 5.64%。国家标准物质奶粉中各元素测定值均在认定值范围内。**结论** 石墨消解法和超声酸提取法在保证分析质量的前提下, 较微波消解分别缩短操作时间 55%和 70%, 具有试剂消耗少、污染风险低、检测成本低等优势, 更适用于婴幼儿配方羊奶粉中多元素的高通量快速检测, 具备良好的应用与推广价值。

关键词: 石墨消解法; 超声酸提取法; 微波消解法; 电感耦合等离子体质谱法; 婴幼儿配方羊奶粉; 矿物元素

Effects of different preparation methods on the content of 7 kinds of mineral elements in infant formula goat milk powder

FAN Xiao-Xu, HU Jian-Yong*, MIAO Ming-Jin, XU Wei-Er, LI Wen-Rui
(*Dali Institute for Drug Control*, *Dali* 671000, *China*)

ABSTRACT: Objective To establish and optimize an analytical method based on inductively coupled plasma-mass spectrometry (ICP-MS) for the determination of Mg, Ca, Fe, Cu, Zn, Se and Pb content in infant formula goat milk powder. **Methods** The 3 kinds of sample pretreatment methods—graphite digestion, ultrasonic acid extraction and microwave digestion were systematically compared, with key parameters optimized respectively: The digestion system ratio and time for graphite digestion; the extraction acid concentration for ultrasonic acid extraction; and the digestion program and reagent dosage for microwave digestion. Methodological validation was

收稿日期: 2025-10-10
第一作者: 范晓旭(1993—), 女, 工程师, 主要研究方向为食品质量安全检测。E-mail: 463978966@qq.com
***通信作者:** 胡建勇(1982—), 男, 副主任药师, 主要研究方向为药品质量与控制。E-mail: 76458318@qq.com

performed through spiked recovery experiments, repeatability tests and certified reference material analysis to comprehensively evaluate the accuracy, precision and applicability of each method. **Results** No significant differences were observed in the determination results among the 3 kinds of optimized methods (P>0.05). The limits of detection for the elements ranged from 0.0007 to 0.0941 mg/kg, spiked recoveries were between 88.2% and 110.8%, and the relative standard deviations (RSD) were all below 5.64%. The measured values of elements in the certified reference material were all within the certified ranges. **Conclusion** Under the premise of ensuring analytical quality, graphite digestion and ultrasonic acid extraction reduce the operation time by 55% and 70%, respectively, compared to microwave digestion. They also demonstrate advantages such as lower reagent consumption, reduced pollution risk and lower detection costs. These methods are more suitable for high-throughput rapid detection of multiple elements in infant formula goat milk powder, showing good application and promotion value.

KEY WORDS: graphite digestion; ultrasonic acid extraction; microwave digestion; inductively coupled plasma-mass spectrometry; infant formula goat milk powder; mineral elements

0　引　言

羊奶富含 200 多种营养素和生物活性因子, 被称为“奶中精品”, 因其蛋白质、脂肪结构和各项营养素配比与母乳相近, 被公认为是最接近母乳的乳品[1–3]。中国作为全球最大的羊奶消费国, 随着脱膻技术的成熟和消费者的认同, 乳企逐渐转向羊奶粉赛道[4–5]。婴幼儿配方羊奶粉因其营养丰富、低致敏、好消化吸收、相较牛奶有更多的免疫球蛋白[6–8], 被越来越多的消费者青睐, 羊奶喂养正成为新风潮。

研究表明婴幼儿配方羊奶粉中 Ca、P、Mg、Cu 等矿物元素含量高于配方牛奶粉, 特别是 Ca、Fe 的吸收利用率显著高于牛奶粉[9–11], 羊奶粉成为婴幼儿获取矿物元素的重要渠道。但由于受奶源、加工工艺和贮藏条件的影响, 极易受 Pb 等多种重金属的污染[12–13]。目前, 国内外关于婴幼儿配方奶粉中矿物元素分析的研究多集中于牛奶粉体系, 而针对羊奶粉中多元素同步检测的系统研究仍较为缺乏。现有文献在元素覆盖范围、样品前处理方法的适用性以及检测效率等方面存在一定局限, 难以满足当前对羊奶粉质量全面监控的需求。因此, 建立一种高效、准确、适用于婴幼儿配方羊奶粉中多种矿物元素的检测方法, 对完善相关标准保障婴幼儿健康、提升奶制品质量安全水平具有重要现实意义。

在分析检测奶粉中微量元素时, 样品前处理过程直接影响测定结果的准确度和精密度[14]。近年来, 准确便捷的石墨消解法被广泛应用于乳制品的前处理[15–21]; 无需消解赶酸、省时低耗的超声酸提取法被陆续采用[22–26]; 安全环保、空白低、污染少、消解彻底的超级微波消解法兴起[27–30]。本研究选取石墨消解法、超声酸提取法和微波消解法 3 种前处理方法, 结合电感耦合等离子体质谱仪[31–33]同时测定婴幼儿配方羊奶粉中 7 种矿物元素的含量, 并进行方法学验证, 比较不同前处理方法对各元素含量的影响, 为羊奶粉的规范化生产以及完善相关食品安全国家标准提供理论依据。

1　材料与方法

1.1　材料与试剂

市售某品牌婴幼儿配方羊奶粉样品 6 份, 采样后于阴凉干燥处放置。

多元素混合标准溶液(质量浓度为 100 μg/mL, 国家有色金属及电子材料分析测试中心); 调谐液 Ge、Co、Li、Tl、Y(质量浓度为 1 μg/L)、内标混合溶液 Sc、Ge、Rh、In、Bi(质量浓度为 100 μg/mL)(美国 Agilent 公司); H_2O_2(纯度 30%, 苏州晶瑞公司); HNO_3(纯度 65%, 德国默克公司); 生物成分分析标准物质奶粉(GBW10017, 地球物理地球化学勘查研究所)。

1.2　仪器与设备

Agilent 7900 电感耦合等离子体质谱仪(美国 Agilent 公司); Digi24 型石墨消解仪、Digi TUBES 消解管 50 mL(加拿大 SCP 公司); ETHOS UP 微波消解仪(意大利 Mileston 公司); VB24 up 赶酸仪(北京莱伯泰科公司); VORTEX 3 涡旋震荡器(德国 IKA 公司); KQ-700DE 型数控超声波清洗机(昆山市超声仪器有限公司); TDL-40B 高速台式离心机(上海安亭科学仪器厂); PURELAB Chorus1 Complete 超纯水仪(英国 ELGA LabWater 公司); ML204T/02 万分之一分析天平(瑞士 Mettler Toledo 公司)。

1.3　实验方法

1.3.1　样品前处理

(1)石墨消解法

称取 0.4 g(精确至 0.0001 g)试样于 50 mL 聚丙烯消解管, 先后依次加入 2 mL HNO_3 和 1 mL H_2O_2, 混匀后加盖但不拧紧。消解管置于石墨消解仪, 130 ℃加热消解 45 min, 消解完毕, 取下消解管, 冷却至室温后用超纯水定容至 50 mL, 稍作静置, 经 0.45 μm 水系滤膜过滤, 待测, 同时做空白对照。

(2)超声酸提取法

称取 0.4 g(精确至 0.0001 g)试样于 50 mL 聚四氟乙烯离心管中, 用体积分数为 2.0% HNO_3 溶液定容至 50 mL, 拧紧盖子旋涡混匀至样品完全溶解, 在超声浴中 60 ℃超声 10 min, 以 8000 r/min 离心 5 min, 取上清液, 经 0.45 μm 水系滤膜过滤, 待测, 同时做空白对照。

(3)微波消解法

称取 0.4 g(精确至 0.0001 g)试样于 80 mL 微波消解罐中, 加入 6 mL HNO_3 和 2 mL H_2O_2, 置于微波消解仪中, 按照表 1 升温程序进行消解, 消解完毕, 放至室温, 用少量纯水洗涤罐盖合并至罐中, 将消解罐置于赶酸仪内 140 ℃赶酸, 溶液剩余 0.5 mL 左右取下冷却至室温, 用少量纯水多次洗涤消解罐, 合并洗涤液于 50 mL 容量瓶中, 混匀待测。同时做空白对照。

表 1 微波消解程序

Table 1 Program of microwave digestion

步骤	功率/W	升温时间/min	保持温度/℃	恒温时间/min
1	1800	10	120	5
2	1800	5	150	10
3	1800	5	190	20

1.3.2 标准溶液配制

精密量取 10 mL 多元素标准储备液至 100 mL 容量瓶中, 用体积分数为 2.0% HNO_3 定容, 配制成质量浓度均为 10 mg/L 的标准中间液, 精密量取 0、0.05、0.10、0.20、0.50、1.00、2.00、5.00、10.00 mL 标准中间液至 100 mL 容量瓶中, 用体积分数为 2.0% HNO_3 稀释成各元素质量浓度分别为 0、5、10、20、50、100、200、500、1000 μg/L 的系列标准溶液。

1.3.3 电感耦合等离子体质谱仪工作条件

经质量浓度为 1 μg/L (Li、Y、Ge、Tl、Co)的调谐溶液对仪器条件进行自动优化, 调节后仪器的最佳工作条件为: 射频功率 1500 W, 等离子体流量 15.0 L/min, 雾化器流量 1.0 L/min, 辅助气体流量 0.9 L/min, 氦气流量 4.9 mL/min, 雾化室温度 2 ℃, 采样深度 9 mm, 氧化物比率 0.396%, 双电荷比率 1.728%, 重复采样 3 次。

测定的同位素为 ^{24}Mg、^{44}Ca、^{56}Fe、^{63}Cu、^{66}Zn、^{78}Se、^{208}Pb。

1.4 数据处理

采用 Excel 2019 进行数据整理, SPSS 26.0 统计软件进行 Pearson 相关性分析。

2 结果与分析

2.1 不同前处理方法条件

2.1.1 石墨消解法条件

实验分别采用 2 mL HNO_3、2 mL HNO_3-1 mL H_2O_2、3 mL HNO_3-1 mL H_2O_2 体系进行消解, 发现仅使用 HNO_3 时, 消解液呈黄色, 且有少量絮状沉淀; 加入 1 mL H_2O_2 后消解液呈澄清透明, 继续增加 HNO_3 体积消解液无明显变化, 综合试剂用量及消解效果, 最终选择 2 mL HNO_3-1 mL H_2O_2 体系进行消解。实验还考察了消解时间分别为 30、45、60 min 时对 7 种元素测定值的影响, 结果表明 45 min 后待测元素测定值达最大值后趋于平稳。实验采用离心管的最高耐受温度 130 ℃进行消解, 该温度可保持较好的消解效果, 消解后无需转移直接定容, 减少样品损耗。整个过程耗时约 1.5 h。

2.1.2 超声酸提取法条件

影响超声提取效果的最主要因素为提取剂的酸浓度。固定超声时间 10 min、超声温度 60 ℃, 以 HNO_3 溶液为提取剂, 分别考察 HNO_3 溶液体积为 0.5%、1.0%、2.0%、5.0%时对样品中待测元素测定值的影响。发现 HNO_3 溶液浓度增至 2.0%时, 多个元素含量呈先增高后趋于平稳的变化趋势, 故选择 2.0% HNO_3 溶液作为提取溶液。整个过程耗时约 1.0 h。

2.1.3 微波消解法条件

婴幼儿配方羊奶粉中含有丰富的蛋白质、维生素等复杂成分, 杂质会干扰目标化合物的定量, 还会对截取锥造成污染。本研究采用 HNO_3-H_2O_2 体系进行消解, 改善消解不彻底、提取率低等问题, 整个过程耗时约 3.5 h。

2.2 工作曲线及方法检出限

以待测元素质量浓度为横坐标(X, μg/L), 对应元素响应值为纵坐标(Y)绘制标准曲线。由表 2 可知, 7 种元素的线性相关系数(r^2)均大于 0.9995, 表明该方法具有良好的线性关系。

对 3 种不同前处理方法的试剂空白溶液连续测定 11 次, 以响应值的 3 倍标准偏差计算方法检出限。由表 2 可以看出, 各元素检出限为 0.0007~0.0941 mg/kg, 3 种前处理方法均能满足羊奶粉中 7 种元素的测定要求。其中, 超声酸提取法表现出更低的检出限, 这主要归因于以下两方面原因: (1)超声处理过程中产生的空化效应能够有效破碎样品基质并促进目标元素的溶出, 从而提高提取效率; (2)该方法所使用的酸用量较少, 不仅降低了试剂本身引入的杂质干扰, 也使得试剂空白值维持在较低水平, 从而有利于获得更低的检出限。

2.3 重复性实验

对 6 份羊奶粉样品的平行测定结果(表 3)显示, 石墨消解、超声酸提取及微波消解法各元素的相对标准偏差(relative standard deviation, RSD)范围分别为 1.05%~5.64%、1.59%~5.05%和 1.23%~3.89%, 表明 3 种方法均具有良好的重复性。其中, 微波消解法 RSD 略优, 可能与其密闭的消解环境有助于减少待测元素挥发损失及外界污染有关。

表 2　标准曲线及方法检出限

Table 2　Standard curve and method limit of detection

元素	线性范围/(μg/L)	标准曲线	相关系数(r^2)	检出限/(mg/kg) (n=11)		
				石墨消解法	超声酸提取法	微波消解法
Mg	0~1000	Y=0.0272X+0.0078	0.9996	0.0382	0.0131	0.0941
Ca	0~1000	Y=0.0136X+0.0749	0.9997	0.0832	0.0460	0.0925
Fe	0~1000	Y=0.1447X+0.0533	1.0000	0.0372	0.0142	0.0430
Cu	0~50	Y=0.0576X+0.0027	0.9999	0.0025	0.0016	0.0024
Zn	0~50	Y=0.0012X+0.0026	1.0000	0.0035	0.0017	0.0712
Se	0~50	Y=0.0109X+0.0319	0.9996	0.0046	0.0021	0.0057
Pb	0~50	Y=0.0086X+0.0067	0.9999	0.0018	0.0007	0.0067

经 t 检验比较, 3 种方法间的测定结果无显著性差异(P>0.05), 验证了它们均具备可靠的准确性。值得注意的是, 尽管结果准确相当, 但前处理效率截然不同。本研究优化的石墨消解与超声酸提取法, 在保证数据质量的同时, 大幅提升了分析效率。二者分别将总操作时间缩短了 55%和 70%, 这不仅降低了试剂消耗与检测成本, 也更符合现代实验室对绿色、高通量快速检测的需求, 尤其适用于婴幼儿配方羊奶粉的常规质量监控。

3 种不同的前处理方法测定羊奶粉样品中的 Pb 元素含量均低于 0.08 mg/kg, 符合 GB 2762—2022《食品安全国家标准 食品中污染物限量》规定, 其中 Cu (3.76 mg/kg)、Zn (35.49 mg/kg)、Se (0.20 mg/kg)元素含量均高于市售某品牌牛奶粉中 Cu (3.15 mg/kg)、Zn (18 mg/kg)、Se (0.12 mg/kg)含量[5]。

2.4　回收率实验

准确称取羊奶粉样品 0.4 g, 加入适量浓度的 7 种元素标准溶液, 按照 3 种不同的前处理方法进行分析检测, 平行测定 6 份, 计算各元素的加标回收率和 RSD 值, 结果见表 4。各元素石墨消解法的回收率为 88.2%~109.2%, 超声酸提取法的回收率为 93.6%~110.8%, 微波消解法的回收率为 91.7%~107.4%, 3 种前处理方法均有较好的回收率, 能满足实验要求。

2.5　准确度实验

选用国家标准物质 GBW10017 奶粉对方法的准确性进行评价, 按照上述 3 种不同的前处理条件进行检测, 结果见表 5。7 种元素的测定值均符合标准物质证书要求且精密度良好, 进一步验证了 3 种方法均有较高的实际应用价值。

表 3　3 种不同前处理方法样品测定值及精密度(n=6)

Table 3　Determination values and precision of samples with 3 kinds of different pretreatment methods (n=6)

元素	石墨消解法		超声酸提取法		微波消解法	
	平均含量/(mg/kg)	RSDs/%	平均含量/(mg/kg)	RSDs/%	平均含量/(mg/kg)	RSDs/%
Mg	421.13	2.97	424.56	1.59	427.89	2.15
Ca	4759.25	5.12	4741.37	5.05	4762.26	1.96
Fe	37.34	3.68	36.81	2.67	38.05	3.04
Cu	3.78	5.64	3.80	3.81	3.71	3.24
Zn	35.05	1.05	35.79	2.05	35.64	2.26
Se	0.21	1.86	0.20	4.32	0.20	1.23
Pb	0.062	2.07	0.060	3.56	0.065	3.89

表 4　3 种前处理方法加标回收率的比较(n=6)

Table 4　Comparison of recovery of standard addition by 3 kinds of pretreatment methods (n=6)

元素	前处理法	本底值	加标量	测得值	回收率/%	RSDs/%
Mg	石墨消解法	3.369	3.00	6.645	109.2	2.86
	超声酸提取法	3.396	3.00	6.399	100.1	3.94
	微波消解法	3.423	3.00	6.645	107.4	2.66
Ca	石墨消解法	38.074	40.00	80.754	106.7	1.21
	超声酸提取法	37.931	40.00	82.251	110.8	4.18
	微波消解法	38.098	40.00	80.178	105.2	2.74

表 4(续)

元素	前处理法	本底值	加标量	测得值	回收率/%	RSDs/%
Fe	石墨消解法	298.721	300.00	599.621	100.3	2.83
	超声酸提取法	294.482	300.00	584.582	96.7	2.69
	微波消解法	304.405	300.00	611.905	102.5	1.65
Cu	石墨消解法	30.241	30.00	58.321	93.6	3.03
	超声酸提取法	30.407	30.00	59.177	95.9	4.01
	微波消解法	29.682	30.00	57.192	91.7	1.59
Zn	石墨消解法	280.419	300.00	575.919	98.5	0.98
	超声酸提取法	286.324	300.00	594.124	102.6	1.10
	微波消解法	285.121	300.00	599.821	104.9	4.05
Se	石墨消解法	1.680	2.00	3.664	99.2	2.53
	超声酸提取法	1.605	2.00	3.571	98.3	3.67
	微波消解法	1.617	2.00	3.673	102.8	3.00
Pb	石墨消解法	0.496	0.50	0.937	88.2	2.93
	超声酸提取法	0.480	0.50	0.948	93.6	3.12
	微波消解法	0.520	0.50	1.029	101.8	1.87

注: Mg、Ca 的本底值、加标量、测得值的单位为 mg/L; Fe、Cu、Zn、Se、Pb 的本底值、加标量、测得值的单位为 μg/L。

表 5 质控样测定结果(*n*=3)

Table 5 Determination results for national standard material (*n*=3)

元素	前处理法	GBW10017			元素	前处理法	GBW10017		
		标准值/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	RSDs/%			标准值/(mg/kg)	测定值/(mg/kg)	RSDs/%
Mg	石墨消解法	96±7	98.24	2.41	Zn	石墨消解法	34±2	32.78	1.02
	超声酸提取法		99.17	3.73		超声酸提取法		33.96	1.96
	微波消解法		96.56	2.79		微波消解法		34.19	1.78
Ca	石墨消解法	940±30	956.37	2.71	Se	石墨消解法	0.11±0.03	0.14	2.97
	超声酸提取法		949.26	2.63		超声酸提取法		0.10	2.83
	微波消解法		961.43	2.49		微波消解法		0.11	1.32
Fe	石墨消解法	7.8±1.3	8.45	1.49	Pb	石墨消解法	0.07±0.02	0.07	4.37
	超声酸提取法		7.96	1.23		超声酸提取法		0.06	3.16
	微波消解法		7.84	2.01		微波消解法		0.06	2.01
Cu	石墨消解法	0.51±0.13	0.47	1.59					
	超声酸提取法		0.60	2.31					
	微波消解法		0.51	1.17					

3 结 论

本研究系统比较了石墨消解法、超声酸提取法及微波消解法 3 种前处理方法结合电感耦合等离子体质谱法测定婴幼儿配方羊奶粉中 7 种矿物元素的适用性。结果表明: 石墨消解法具有消解完全, 操作简便(单批次处理时间小于 2.0 h)及安全性高等优势, 其免赶酸特性可有效降低酸污染风险; 超声酸提取法展现出显著的高效性(处理时间较微波消解法缩短 70%), 温和的提取条件在保证提取效率的同时显著减少酸用量(较微波消解法减少 83%)。方法学验证显示, 这两种方法与微波消解法的测定结果具有良好的一致性, 本研究为高脂肪、多组分基质样品中矿物元素的检测提供了可替代的标准化前处理方案, 特别适用于婴幼儿配方羊奶粉的日常质控与安全监测。

参考文献

[1] 张鹏飞, 付雪婷, 赵春花, 等. 羊奶粉生产中金黄色葡萄球菌分离鉴定及其分子特性和耐药性检测[J]. 食品科学, 2021, 42(6): 291–297.
ZHANG PF, FU XT, ZHAO CH, *et al*. Isolation, molecular characteristics and antimicrobial susceptibility of *Staphylococcus aureus* inform the production chain of goat milk powder [J]. Food Science, 2021, 42(6):

291–297.

[2] 邓航, 张可欣, 陈少琴, 等. Prime HLB SPE 净化结合高效液相色谱串联质谱法测定羊奶粉中6种消毒剂残留[J]. 现代食品科技, 2025, 41(4): 349–358.
DENG H, ZHANG KX, CHEN SQ, *et al*. Determination of residues of six disinfectants in golt milk powder by prime HLB SPE purification combined with HPLC-MS/MS [J]. Modern Food Science and Technology, 2025, 41(4): 349–358.

[3] XUE Q, CHEN QY, XIE QG, *et al*. Elucidating the physicochemical properties and surface composition of goat milk-based infant formula powders [J]. Food Chemistry, 2022, 113(4): 845–853.

[4] 李衡, 王平, 刘妍, 等. 陕西生鲜羊奶及其加工羊奶粉品质调研分析及相关性研究[J]. 食品与发酵工业, 2022, 48(4): 90–96.
LI H, WANG P, LIU Y, *et al*. Isolation, quality investigation and correlational study of fresh goat milk and goat milk powder in Shaanxi Province [J]. Food and Fermentation Industries, 2022, 48(4): 90–96.

[5] WANG L, WU T, ZHANG Y, *et al*. Comparative studies on the nutritional and physicochemical properties of yoghurts from cow's, goat's, and camel's milk powder [J]. Inernational Dairy Journal, 2023, 138: 105542.

[6] SIMOS Y, METSIOS A, VERGINADIS I, *et al*. Antioxidant and antiplatelet properties of milk from goat, donkey and cow: An *in vitro*, *ex vivo* and *vivo* study [J]. International Dairy Journal, 2011, 21(11): 901–906.

[7] 洪宝怡, 吴桐, 卢素云, 等. 幼儿配方羊奶粉对抗生素所致腹泻小鼠的影响[J]. 中国乳品工业, 2024, 52(9): 14–21.
HONG BY, WU T, LU SY, *et al*. Effect of infant sheep formula milk powder on antibiotic induced diarrhea in mice [J]. China Dairy Industry, 2024, 52(9): 14–21.

[8] 李璐, 杨家秀, 王聪, 等. UPLC-MS/MS 测定羊奶和羊奶粉中安乃近残留量[J]. 食品工业, 2024, 45(2): 288–292.
LI L, YANG JX, WANG C, *et al*. Determination of metamizole sodium in goat milk and goat milk powder by UPLC-MS/MS [J]. Food Industry, 2024, 45(2): 288–292.

[9] 顾浩峰, 张富新, 张怡, 等. 婴儿配方羊奶粉对幼龄动物生长发育的影响及其蛋白质体内消化研究[J]. 食品工业科技, 2013, 34(19): 344–348.
GU HF, ZHANG FX, ZHANG Y, *et al*. Effect on the growth of juvenile animal and digestibility of protein for goat milk formula powders [J]. Seience and Technology of Food Industry, 2013, 34(19): 344–348.

[10] CEBALLOS LS, MORALES ER, ADARVE G, *et al*. Composition of goat and cow milk produced under similar conditions and analyzed by identical methodology [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2009, 22(4): 322–329.

[11] 张清, 曾令英, 周娇, 等. 气相色谱法测定调制羊奶粉中 37 种脂肪酸[J]. 食品与发酵科技, 2024, 60(5): 121–126.
ZHANG Q, ZENG LY, ZHOU J, *et al*. Determination of 37 fatty acids in formula sheep milk powder by gas chromatography [J]. Food and Fermentation Science and Technology, 2024, 60(5): 121–126.

[12] 乔春艳, 宋卓岩, 张雪茹, 等. 基于电子鼻和电子舌技术对市售羊奶粉的鉴定及检测[J]. 食品与生物技术学报, 2024, 43(8): 94–102.
QIAO CY, SONG ZY, ZHANG XR, *et al*. Identification and quality detection of commercial goat milk powder using electronic nose and electronic tongue [J]. Journal of Food Science and Biotechnology, 2024, 43(8): 94–102.

[13] 许文琪, 赵华楠, 刘华, 等. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法同时测定婴幼儿配方奶粉中9种元素[J]. 中国乳品工业, 2024, 52(2): 59–64.
XU WQ, ZHAO HN, LIU H, *et al*. Determination of nine elements in infant formula milk powdered by ICP-MS with microwave digestion [J]. China Dairy Industry, 2024, 52(2): 59–64.

[14] 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 on determination method of mineral elements in milk and dairy products [J]. Food and Machinery, 2015, 31(3): 246–250.

[15] 陈惠, 郭星辛, 彭佳莉, 等. 快速湿法消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定婴幼儿配方乳粉中9种矿物元素[J]. 食品与机械, 2022, 38(8): 77–79.
CHEN H, GUO XX, PENG JL, *et al*. Determination of nine mineral elements in infant formula milk powder by rapid wet digestion inductively coupled plasma optical emission spectrosmetry [J]. Food and Machinery, 2022, 38(8): 77–79.

[16] 杨晓灵, 刘倩, 夏淼. 石墨消解-氢化物发生原子荧光光谱法测定乳粉中硒的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2024, 60(1): 110–112.
YANG XL, LIU Q, XIA M. Determination of selenium content in milk powder by graphite digestion hydride generation atomic fluorescence spectrometry [J]. Physical Testing and Chemical Analysis, 2024, 60(1): 110–112.

[17] 陈亮. 快速消解-石墨炉原子吸收光谱法测定食品中砷含量[J]. 食品安全质量检测学报, 2021, 12(6): 2219–2223.
CHEN L. Determination of arsenic in food by rapid digestion-graphite furnace atomic absorption spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2021, 12(6): 2219–2223.

[18] 温婷婷, 修宝, 秦洁, 等. 基于石墨消解法测定海洋沉积物中 7 种重金属的含量[J]. 理化检验-化学分册, 2024, 60(4): 378–385.
WEN TT, XIU B, QIN J, *et al*. Determination of 7 heavy metals in marine sediments based on graphite digestion method [J]. Physical Testing and Chemical Analysis, 2024, 60(4): 378–385.

[19] 吴玲, 赖晓丹, 汪苹, 等. 石墨消解-电感耦合等离子体发射光谱(ICP-OES)法测定土壤中全硫[J]. 中国无机分析化学, 2025, 15(5): 690–695.
WU L, LAI XD, WANG P, *et al*. Determination of total sulfur in soil by inductively coupled plasma optical emission spectrometry with graphite digestion [J]. Chinese Journal of Inorganic Analytical Chemistry, 2025, 15(5): 690–695.

[20] 黄鑫彦, 胡晓菁. 石墨消解-电感耦合等离子体质谱法测定食品中 16 种稀土元素[J]. 粮食与油脂, 2024, 37(10): 159–162.
HUANG XY, HU XJ. Determination of 16 rare earth elements in food by graphite digestion inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Cereals & Oils, 2024, 37(10): 159–162.

[21] 农蕊瑜, 李洁, 申颖, 等. 电感耦合等离子质谱法同时测定昆明市售乳扇和乳饼中 12 种元素[J]. 中国乳品工业, 2021, 49(8): 50–54.
NONG RY, LI J, SHEN Y, *et al*. Determination of 12 elements of dairy fan and dairy cake in kunming by Inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. China Dairy Industry, 2021, 49(8): 50–54.

[22] 宋鸽, 李慧娟, 逯刚, 等. 婴幼儿配方奶粉中多元素快速测定方法研究[J]. 中国乳品工业, 2023, 51(7): 60–64.
SONG G, LI HJ, DAI G, *et al*. Study on the rapid determination of multi

elements in infant formula [J]. China Dairy Industry, 2023, 51(7): 60–64.

[23] 殷春燕, 咎立峰, 邢浩春, 等. 超声辅助提取对蛋白质的功能性质和结构影响的研究进展[J]. 食品科技, 2022, 47(1): 246–253.
YIN CY, JIU LF, XING HC, *et al*. Recent advances on the effect of ultrasound-assisted extraction on the structure and functional properties of protein [J]. Food Science and Technology, 2022, 47(1): 246–253.

[24] SANTOS DCMB, CARVALHO LSB, LIMA DC, *et al.* Determination of micronutrient minerals in coconut milk by ICP OES after ultrasound-assisted extraction procedure [J]. Journal of Food Composition and Analysis, 2014, 34(1): 75–80.

[25] 曹璨, 吴志刚. 超声辅助热酸提取液相色谱-电感耦合等离子体质谱联用法测定香辛料中 6 种砷形态[J]. 化学分析计量, 2023, 32(6): 11–16.
CAO C, WU ZG. Determination of 6 kinds of arsenic speciation in spices by LC-ICP-MS assisted with ultrasound hot-acid extraction [J]. Chemical Analysis and Meterage, 2023, 32(6): 11–16.

[26] 周雷, 罗勇, 黄朝耿, 等. 超声辅助酸提取-ICP-MS 快速测定水产品中多种重金属[J]. 食品科技, 2020, 45(8): 292–297.
ZHOU L, LUO Y, HUANG CQ, *et al.* Rapid detection of multi-elements in aquatic products using ultrasonic-assisted acid extraction by ICP-MS method [J]. Food Science and Technology, 2020, 45(8): 292–297.

[27] 何国彪, 何梓钰, 张娟, 等. 超级微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法定量测定骆驼乳粉中 9 种矿物质元素[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(24): 211–217.
HE GB, HE ZY, ZHANG J, *et al.* Quantitative determination of 9 kinds of mineral elements in camel milk powder by super microwave digestion-inductively coupled plasma optical emission spectormetry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(24): 211–217.

[28] 陈晓敏, 吴嘉文, 胡雯艳, 等. 超级微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定婴幼儿奶粉中钙和磷的含量[J]. 中国乳品工业, 2022, 52(2): 55–64.
CHEN XM, WU JW, HU WY, *et al.* Determination of calcium and phosphorus in milk powder by ultrawave digestion-ICP-MS [J]. China Dairy Industry, 2022, 52(2): 55–64.

[29] 薛敏敏, 刘芳芳, 张帆, 等. 超级微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定豆奶粉中镍的含量[J]. 食品与机械, 2022, 38(3): 60–64.
XUE MM, LIU FF, ZHANG F, *et al.* Determination of nickel in soy milk powder by ultra-wave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Food and Machinery, 2022, 38(3): 60–64.

[30] 郦娟, 董华夏, 张珣, 等. 基于荧光定量 PCR 法鉴定婴幼儿配方羊奶粉中牛源性成分[J]. 中国乳品工业, 2018, 46(9): 47–49.
LI J, DONG HX, ZHANG X, *et al.* Detection of bovine derived substance in infant and young children goat formulas by real-time PCR [J]. China Dairy Industry, 2018, 46(9): 47–49.

[31] 赖志坚, 陈秋玲, 刘国伟, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定不同产地莲子心中 19 种金属元素及其主成分分析[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(4): 185–193.
LAI ZJ, CHEN QL, LIU GW, *et al.* Determination and principal component analysis on 19 kinds of metal elements in *Nelumbo nucifere* Gaertn. from different origins by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(4): 185–193.

[32] 徐晓伟, 肖景成. 电感耦合等离子体质谱法测定大米粉中砷、铬、镉和铅元素的两种前处理方法比对研究[J]. 食品安全质量检测学报, 2024, 15(21): 87–92.
XU XW, XIAO JC. Comparative study of 2 kinds of pretreatment methods for determination of arsenic, chromium, cadmium and lead in rice flour by inductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2024, 15(21): 87–92.

[33] 马春光, 甘瑛琳, 杨增亮, 等. 电感耦合等离子体质谱法测定食品中总砷[J]. 食品安全质量检测学报, 2025, 16(11): 245–250.
MA CG, GAN YL, YANG ZL, *et al.* Determination of total arsenic in food byinductively coupled plasma mass spectrometry [J]. Journal of Food Safety & Quality, 2025, 16(11): 245–250.

(责任编辑: 蔡世佳 韩晓红)