

ICP-AES 快速测定大米中的镉含量

ICP-053

摘要：本文参考 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准，采用微波消解 ICP-AES 法测定了 GBW10010 大米标准样品中的镉含量。实验结果表明，镉元素线性关系及重现性良好，该方法测定快速、定量准确，测定结果与标准值吻合，方法检出限为 0.006 mg/kg，完全可以满足大批量大米中镉元素限量值的测定要求。

关键词：食品安全 粮食 大米 镉 ICP-AES 轴向

镉是一种对人体有害的金属元素，摄入人体内部被吸收后，排出非常缓慢，在人体生物半衰期约为 16~38 年，镉在人体的肾脏和肝脏中蓄积，造成积累性中毒，可使骨骼疼痛、骨折，甚至引发癌症。近年来由于环境的因素，相当一部分镉通过粮食进入人体，粮食中含镉问题受到当今世界的普遍关注。大米是人们生活中最普遍的主食来源之一，准确测定大米中镉的含量无论是对动物营养学研究，还是人体代谢疾病防治和诊断，以及环境

监测都有重大意义。因此，快速准确地测定大米中的镉含量将有利于对食品卫生安全的控制。本文参考 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013 年 6 月 1 日实施，大米中的镉的限量要求为 0.2 mg/kg），采用微波消解 ICP-AES 法测定了 GBW10010 大米标准样品中的镉含量，建立了 ICP-AES 快速测定大米中镉含量的分析方法。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料，用硝酸溶液（1+1）浸泡 24 小时后，用去离子水冲洗，干燥备用；实验所用 HNO₃ 为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

准确称取 1.00 g（精确至 0.1 mg）GBW10010 大米标准样品置于聚四氟乙烯消解罐内，缓慢加入 8 mL 硝酸，待剧烈反应完成后，静置 1 小时，置于微波消解炉内进行消解。消解完成后，待消解罐冷却至室温，转移至聚四氟乙烯烧杯中，电热板上进行赶酸至近干，然后使用 2% 硝酸转移至 25 mL 容量瓶中，定容后摇匀待测。同法制备样品空白溶液。

结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

观测方向	雾化器类型	炬管类型	雾化室	等离子气流速 (L/min)	辅助气流速 (L/min)	载气流速 (L/min)	高频频率 (MHz)	高频功率 (kW)
轴向	同心	Mini	旋流	10	0.6	0.7	27.12	1.2

*曝光时间：40s

2.2 标准曲线

使用 2% 硝酸溶液配制镉的标准溶液，标准曲线浓度见表 2。

表 2 元素标准曲线浓度

元素	标准曲线浓度(μg/L)				
Cd	0.00	5.00	10.0	20.0	30.0

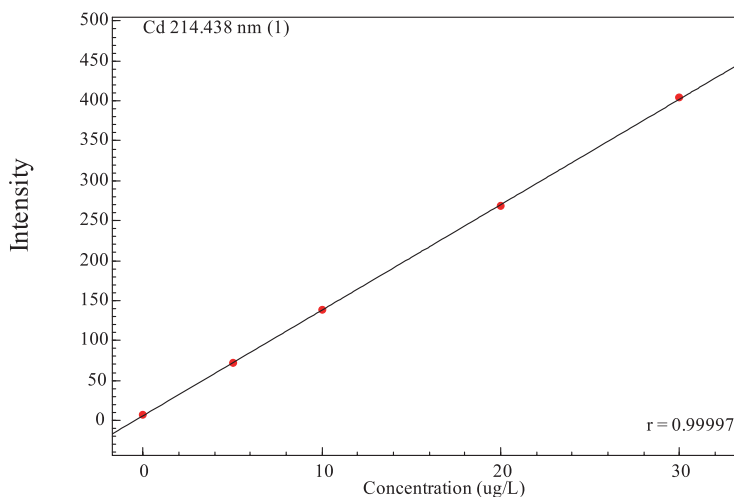


图 1 镉元素的标准曲线

镉元素在 0.00 ~ 30 μg/L 浓度范围内，标准曲线相关系数 $r > 0.9999$ 。

2.4 谱线轮廓图

镉元素谱线轮廓图，请见图 2。

Cd 214.438 Best
条件1

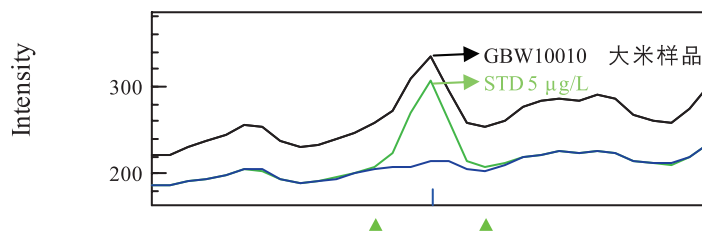


图 2 镉元素的谱峰轮廓

2.5 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得镉元素在溶液中的检出限；根据样品的称样量及定容体积，求得该方法的检出限，见表 3。

表 3 镉元素的检出限

元素	溶液检出限(μg/L)	方法检出限(mg/kg)
Cd	0.28	0.006

实验结果表明，该方法检出限为 0.006 mg/kg，完全可以满足 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013 年 6 月 1 日实施）对大米中镉 0.2 mg/kg 的限量要求。

2.6 测定结果

测定 GBW10010 大米标准物质，其结果见表 4。

表 4 GBW10010 大米测定结果

测定元素	称量质量 (g)	定容体积 (mL)	测定结果 ($\mu\text{g/L}$)	样品含量 (mg/kg)	GBW10010大米标准值 (mg/kg)	RSD (%)
Cd	1.1283	25	3.80	0.084	0.085 \pm 0.005	1.62

■ 结论

本文参考 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准，采用微波消解 ICP-AES 法测定了 GBW10010 大米标准样品中的镉含量。实验结果表明，镉元素线性关系及重现性良好，该方法测定快速、定量准确，测定结果与标准值吻合，方法检出限为 0.006 mg/kg，完全可以满足大批量大米中镉元素限量值的测定要求。