

微波消解 ICP-AES 测定谷物中的常量和微量元素

ICP-079

摘要：采用微波消解法处理糙米样品，ICP-AES 法测定了糙米中的常微量元素的含量。实验结果表明，该方法各元素线性相关系数良好，线性相关系数大于 0.998，检出限在 0.0001~0.0209 mg/L，回收率在 92.4 %~107.6 % 之间，该方法快速简便，可满足谷物中常量和微量元素的分析要求。

关键词：谷物 糙米 微波消解 ICP-AES

谷类包括大米、小麦、玉米、小米等，是许多亚洲人民的传统主食。糙米是指脱壳后仍保留着一些外层组织，如皮层、糊粉层和胚芽的米，更富有许多维生素、矿物质与膳食纤维，被视为是一种绿色的健康食品。谷物中含有多种人体必需的微量元素、矿物质，同时因为种植环境污染等原因也蓄积多种有害重金属。不论从重视谷物中元素营养价值考虑，还是避免重金属超标粮食流向餐桌的预防，粮食中各种元素的检测已经越来越受

到研究者的关注，成为各级监管部门和检测机构的日常检测项目。全谱型 ICP 能够实现多元素同时、快速、精确测定。

本文依据最新粮油检验国家标准《谷物及其制品中钙、钾、镁、钠、铁、磷、锌、铜、铝、锰、硼、钡、钼、钴、铬、锂、锶、镍、硫、钒、硒、铷含量的测定电感耦合等离子体发射光谱法》，使用岛津 ICPE-9000，测定了糙米样品中各元素的含量。

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

实验所用玻璃器皿均用硝酸溶液 (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

内称取 0.4 g 样品 (精确到 0.0001 g) 于消解罐中，加入硝酸 6 mL，置于 80~100℃ 水浴预消解 1 h，取出，

冷却，补加 2 mL 双氧水，放置 10 min 后，密闭消解罐，放入微波消解系统中。设置微波消解系统的消解条件，进行试样的消解。消解结束后取出消解罐。用水少量多次洗涤消解罐并将消解液转移至 100 mL 烧杯中在电热板上进行赶酸，赶酸温度控制在 150℃，赶酸至剩余液体约 1.25 mL 左右。将消解液移入 25 mL 容量瓶中，并用水多次洗涤烧杯，洗液合并于容量瓶中，定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白。

1.4 仪器参数

仪器工作条件如表 1 所示。

表 1 仪器工作条件

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

结果讨论

2.1 标准曲线配制

按照 5 % 的酸度，配制各个元素标准溶液序列，如表 2。

表 2 各元素标准曲线浓度及波长

元素	波长 (nm)	标准曲线浓度 (mg/L)			
		STD1	STD2	STD3	STD4
Al*	394.403	0	0.10	0.20	0.60
Zn	202.548	0	0.10	0.20	0.60
Cu	224.700	0	0.02	0.04	0.12
Mn	257.610	0	0.25	0.50	1.50
Na	588.995	0	0.15	0.30	0.90
B	249.678	0	0.01	0.02	0.06
Mo	202.030	0	0.005	0.01	0.03
Co	228.616	0	0.25	0.50	1.50
Li*	670.784	0	0.25	0.50	1.50
Ni	221.647	0	0.25	0.50	1.50
Se	196.090	0	0.25	0.50	1.50
V	290.882	0	0.25	0.50	1.50
Ca*	317.933	0	1.00	2.00	6.00
Fe	259.940	0	0.10	0.20	0.60
Ba	455.403	0	0.005	0.01	0.03
Sr	407.771	0	0.005	0.01	0.03
Cr	267.716	0	0.005	0.01	0.03
K*	769.896	0	12.0	24.0	96.0
Mg*	285.213	0	3.00	6.00	24.0
P	177.499	0	10.0	20.0	80.0
S	180.731	0	10.0	20.0	80.0

注：* 纵向观测

2.2 部分元素的标准曲线

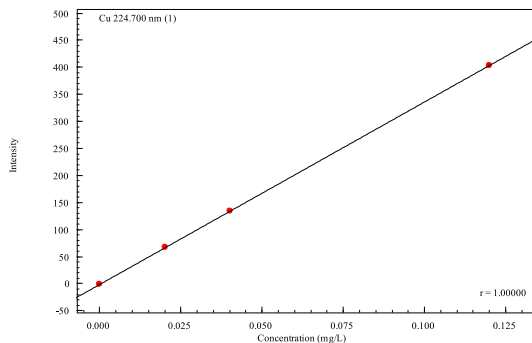


图 1 Cu 标准曲线

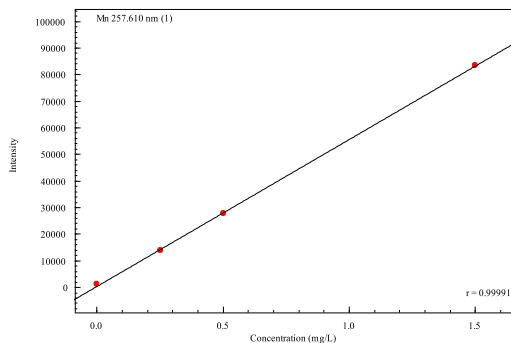


图 2 Mn 标准曲线

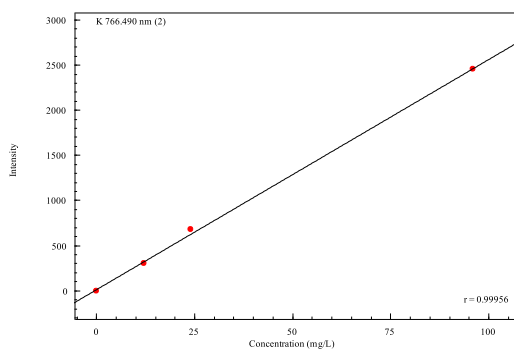


图 3 K 标准曲线

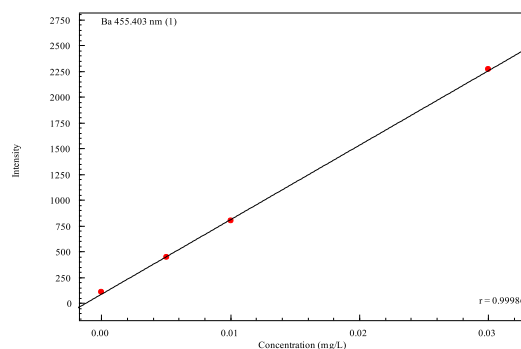


图 4 Ba 标准曲线

2.3 部分元素谱峰轮廓图

Cu 224.700 Best
条件1

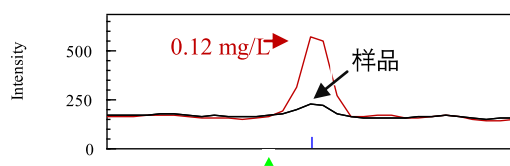


图 5 Cu 谱峰轮廓图

Mn 257.610 Best
条件1

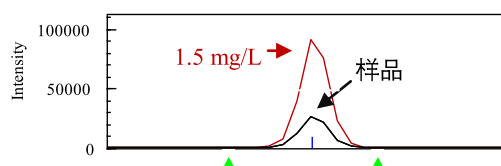


图 6 Mn 谱峰轮廓图

K 766.490 Best
条件2

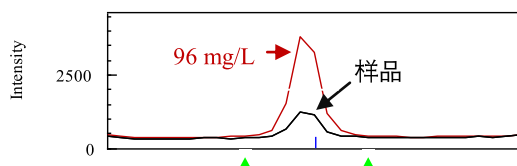


图 7 K 谱峰轮廓图

Ba 455.403 Best
条件1

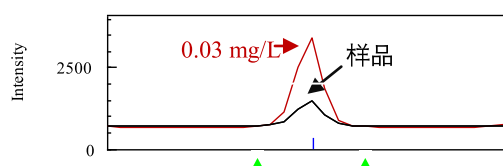


图 8 Ba 谱峰轮廓图

2.4 糙米样品分析结果及检出限

使用 ICP-AES 法直接测量糙米样品中的各元素，同时对样品空白的分析元素进行 10 次测定，取 3 倍的空白标准偏差所对应的浓度即为各元素的检出限。

表 3 各元素加标回收率及测定结果

元素	检出限 (mg/L)	测定结果 (mg/L)	加标量 (mg/L)	测定值 (mg/L)	回收率 (%)	样品含量 (mg/Kg)
Al	0.0025	0.206	0.40	0.591	96.2	12.875
Zn	0.0002	0.141	0.20	0.692	102.2	8.812
Cu	0.0006	0.017	0.04	0.06	106.8	1.062
Mn	0.0002	0.42	0.80	1.275	106.8	26.25
Na	0.0023	1.14	0.60	1.75	101.7	71.25
B	0.0022	0.009	0.04	0.048	97.50	0.562
Mo	0.0036	0.006	0.02	0.026	98.80	0.375

Co	0.0006	N.D.	1.00	1.015	101.5	N.D.
Li	0.0067	N.D.	1.00	1.01	101.0	N.D.
Ni	0.0018	0.024	1.00	1.04	101.6	1.5
Se	0.0064	N.D.	1.00	1.002	100.2	N.D.
V	0.0012	N.D.	1.00	1.075	107.6	N.D.
Ca	0.0042	2.58	4.00	6.315	93.40	161.25
Fe	0.0002	0.276	0.40	0.646	92.40	17.25
Ba	0.0001	0.007	0.02	0.027	99.90	0.438
Sr	0.0001	0.008	0.02	0.027	98.90	0.5
Cr	0.0005	0.006	0.02	0.026	98.00	0.375
K	0.0513	65.55	100	168	102.4	4096.875
Mg	0.0001	23.80	50	75.8	104.0	1487.5
P	0.0082	63.50	100	166	102.5	3968.75
S	0.0209	19.45	40	62.40	107.4	1215.625

N.D.: 未检出

结论

采用硝酸 - 过氧化氢微波消解法处理糙米样品, ICP-AES 法测定了糙米中的常微量元素的含量。该方法线性相关系数良好, $r > 0.998$ 以上, 测定结果准确, 回收率在 92.4 %~107.6 % 之间。该方法快速简便, 可满足谷物中常量和微量元素的分析要求。