

微波消解-石墨炉原子吸收测大米中的镉

1 前言

大米，是稻谷经清理、砻谷、碾米、成品整理等工序后制成的成品，大米含有稻米中近64%的营养物质和90%以上的人体所需的营养元素，同时是中国大部分地区人民的主要食品。

镉是一种重金属元素，在冶金、塑料、电子等行业非常重要，却会对人体产生危害。镉中毒更大的麻烦在于它的长期性。即使停止了食用高镉大米，肾衰症状依然会持续。

镉大米，一般指镉含量超标的大米。镉通常通过废水排入环境中，再通过灌溉进入食物，水稻是典型的“受害作物”。2013年5月中国广东发现大量产自湖南的含镉毒大米，一度引起轰动。WHO对镉的安全标准就是基于对肾脏的毒性建立的，上限是每周每公斤体重7微克。为了检测大米中的铅含量，按照《GB 5009.15-2014 食品安全国家标准 食品中镉的测定》，采用微波消解法对大米样品进行前处理，有利于石墨炉原子吸收对样品中镉元素含量的快速准确测定。

2 仪器与试剂

2.1 仪器

新仪 TANK 微波消解仪，TK-20 赶酸器，分析天平(十万分之一)，原子吸收分光光度计，镉空心阴极灯等



2.2 试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，镉标准溶液(1000mg/L)

2.3 样品

GBW(E)100358 大米粉成分分析标准物质

3 实验方法

3.1 样品图片(来源网络)



正常大米



镉大米

3.2 微波消解

称取实验样品三组，每组质量约为 0.2g(精确至 0.1mg)。将称好的样品，置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，。静置 30min 左右，待无明显反应后，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	压力/Mpa	升温时间/min	保温时间/min
1	150	2	8	2
2	170	2.5	2	2
3	190	3	2	15

3.3 赶酸定容

冷却后取出消解罐，在赶酸器上于 150℃赶酸至近干。消解罐放冷后，将消化液转移至

10mL 容量瓶中，用少量水洗涤消解罐 2 次~3 次，合并洗涤液于容量瓶中并用水定容至刻度，混匀备用。同时做试剂空白试验。

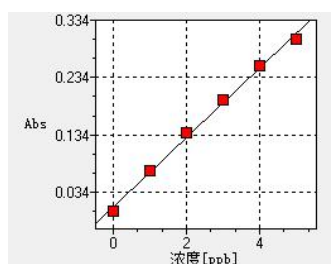
3.4 配制标液

3.4.1 镉标准使用液（100ng/mL）：吸取镉标准储备液 10.0mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1%）定容至刻度，如此经多次稀释成每毫升含 100ng 镉的标准使用液。

3.4.2 镉标准曲线工作液：准确吸取镉标准使用液 0mL、1mL、2mL、3mL、4mL、5mL 于 100mL 容量瓶中，用硝酸溶液（1%）定容至刻度，即得到含镉量分别为 0μg/L、1μg/L、2 μg/L、3μg/L、4μg/L 和 5μg/L 的标准系列溶液。

3.5 标准曲线

波长 228.8nm，光谱带宽 0.4nm，滤波系数 0.1，灯电流 2.0mA。



曲线方程：[A]=K₁[C]+K₀

K₁=0.0601，K₀=0.0102

线性相关系数：0.99773

4 结果

实验选择大米粉标准品的检测结果为 0.593mg/kg，回收率 95.6%，测量结果的 RSD=1.83%，重复性良好。

参考文献

[1] GB 5009.15-2014 食品安全国家标准 食品中镉的测定

[2] GB 2762-2005 食品中污染物限量