

# The Element Determination of Rice with Microwave Digestion and Flame Atomic Absorption Spectrophotometry

Mixia Ma<sup>1,3</sup>, Bowen Yang<sup>2,3</sup>, Zhigang Zhao<sup>2</sup>, Wenxiang Hu<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup>Beijing Union University, Beijing

<sup>2</sup>College of Chemistry and Environment Protection Engineering, Southwest University for Nationalities, Chengdu Sichuan

<sup>3</sup>Xianghu Microwave Chemistry Union Laboratory in North China, Beijing Excalibur Space Military Academy of Medical Sciences, Beijing

Email: mixia107@163.com, \*huwx66@163.com

Received: Aug. 20<sup>th</sup>, 2017; accepted: Sep. 11<sup>th</sup>, 2017; published: Sep. 18<sup>th</sup>, 2017

---

## Abstract

The content of different metal elements in rice was determined by Flame Atomic Absorption Spectrometry (AAS), and the samples were digested with microwave irradiation in HNO<sub>3</sub>-H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> acid system. The microwave dissolving conditions and instrument working parameters were optimized. The measurement results provide basic data for the consumption of rice.

## Keywords

Atomic Absorption Spectrophotometry (AAS), Microwave Digestion, Rice, Metal Elements

---

# 微波消解 - 火焰原子吸收分光光度法测定大米中金属元素的含量

马密霞<sup>1,3</sup>, 杨博文<sup>2,3</sup>, 赵志刚<sup>2</sup>, 胡文祥<sup>3\*</sup>

<sup>1</sup>北京联合大学, 北京

<sup>2</sup>西南民族大学化学与环境保护工程学院, 四川 成都

<sup>3</sup>北京神剑天军医学科学院华北祥鹤微波化学联合实验室, 北京

Email: mixia107@163.com, \*huwx66@163.com

---

\*通讯作者。

收稿日期: 2017年8月20日; 录用日期: 2017年9月11日; 发布日期: 2017年9月18日

## 摘要

利用火焰原子吸收分光光度计测定了大米中金属元素的含量, 采用 $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{O}_2$ 酸体系消解样品, 优化了微波消解条件和仪器工作参数, 测定结果为食用大米提供基础数据。

## 关键词

原子吸收分光光度计(AAS), 微波消解, 大米, 金属元素

Copyright © 2017 by authors and Hans Publishers Inc.

This work is licensed under the Creative Commons Attribution International License (CC BY).

<http://creativecommons.org/licenses/by/4.0/>



Open Access

## 1. 引言

水稻是我国的主要粮食作物, 全国 60% 以上的人口以大米为主食[1], 大米中重金属元素的含量与其种植的土壤有很大关系, 土壤中的重金属被水稻吸收后, 通过大米或米制品进入食物链, 会进一步对人体健康造成严重的危害。因此, 快速测定大米中的重金属含量, 对于消费者的健康、土壤的污染程度评价及稻米的销售有着重要的实际意义。

目前, 大米中重金属含量的测定方法主要有原子荧光光谱法(AFS) [2]、原子吸收分光光度法(原子吸收光谱法, AAS) [3] [4]、电感耦合等离子体质谱法(ICP-MS)等[5] [6]。在大米样品的前处理中, 消解的方法有干灰化消解、湿法消解、高压罐消解、微波消解[7] [8]等。其中, 微波消解法具有样品用量少、消解高效快速、可避免待测元素的污染和损失等特点[9]。

本文以市售大米为研究对象, 用微波消解法进行样品前处理, 采用微波消解 - 火焰原子吸收分光光度法, 对大米中的金属元素 Cu、Fe、Zn、Mn、Co、Ni、Pb、Cd 含量进行测定, 为大米的进一步开发利用提供参考数据。

## 2. 实验部分

### 2.1. 仪器与试剂

日立 Z-2000 原子吸收分光光度计, 备有 Cu、Fe、Zn、Mn、Co、Ni、Pb、Cd 空心阴极灯(日本日立公司); XH-800B 型智能温压双控微波消解仪(北京祥鹤科技发展有限公司), XH-8012 消解赶酸器(北京祥鹤科技发展有限公司)。Cu、Fe、Zn、Co、Ni、Pb 浓度均为  $100 \mu\text{g/mL}$ , Mn、Cd 浓度均为  $1000 \mu\text{g/mL}$  的标准储备液, 有证标准物质(中国计量科学研究院国家标准物质中心); 所用试剂均为优级纯; 水为二次蒸馏水。

### 2.2. 样品前处理—微波消解

称取 0.3000 克粉碎均质后的大米样品, 放入微波消解专用的聚四氟乙烯内罐中, 加入 5 mL 硝酸和 2 mL 双氧水, 最后加入 3 d 浓硫酸; 再将内罐放在 PEEK 外罐中, 按表 1 微波消解程序进行消解。消解完毕后冷却至室温。将盛放消解液的内罐放在赶酸器中赶酸, 设置  $130^\circ\text{C}$ , 加热消解液赶酸至近干(剩余体积约 0.5 mL), 冷却; 用二次蒸馏水转移消解液于 100 mL 容量瓶中定容, 待测。同时做空白试验。

### 2.3. 混合标准溶液

分别取适量的标准储备液, Cu、Fe、Zn、Co、Ni、Pb 浓度均为 100  $\mu\text{g/mL}$ , Mn、Cd 浓度均为 1000  $\mu\text{g/mL}$ 。按表 2 配制混合标准工作溶液。

### 2.4. 仪器工作条件

采用标准燃烧头, 原子吸收分光光度计工作条件见表 3 [10]。

## 3. 结果与分析

### 3.1. 方法的线性关系及检出限

以元素的吸光度(A)为纵坐标, 以元素浓度( $\mu\text{g/mL}$ )为横坐标绘制工作曲线, 并计算标准曲线回归方程及相关系数见表 4, 得到的标准曲线表明, 金属元素浓度在测定过程中线性关系良好, 相关系数均大于 0.99, 满足定量分析要求。

### 3.2. 精密度和回收率试验

称取样品溶液, 每个样品溶液做 3 次平行试验, 测定结果见表 5。由表 5 可知, 加标回收率在 90.8%~102.6%之间, 相对标准偏差<5%。

### 3.3. 大米样品的测定

#### 3.3.1. 元素含量的计算公式

$$M = c * v / w$$

式中  $M$ : 元素含量( $\text{mg/kg}$ ),  $c$ : 曲线获得浓度( $\mu\text{g/mL}$ ),  $v$ : 定容体积( $\text{mL}$ ),  $w$ : 取样量( $\text{g}$ )。

**Table 1.** Microwave digestion program

**表 1.** 微波消解程序

步骤	功率上限(P/W)	压力上限(MPa)	升温时间 $t_1$ (min)	保持时间 $t_2$ (min)	温度上限( $^{\circ}\text{C}$ )
1	400	4	8	4	100
2	400	4	8	4	120
3	400	4	8	4	140
4	400	4	8	4	165
5	400	4	8	15	165

**Table 2.** Mixed standard solution concentration ( $\mu\text{g/mL}$ )

**表 2.** 混合标准工作溶液浓度

元素	0#	1#	2#	3#	4#	5#
Cu	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Fe	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Zn	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Mn	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0
Co	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Ni	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Pb	0.0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.5
Cd	0.0	1.0	2.0	3.0	4.0	5.0

**Table 3.** The optimal working parameters of apparatus  
**表 3.** 最佳仪器工作参数

元素	波长 $\lambda$ (nm)	灯电流 I(mA)	光谱通带宽(nm)	空气流量(L/min)	乙炔流量(L/min)
Cu	324.7	7.5	0.4	13.5	2.0
Fe	248.3	10.0	0.2	13.5	2.0
Zn	213.9	5.0	0.4	13.5	2.0
Mn	279.5	7.5	0.4	13.5	2.0
Co	240.7	7.5	0.4	13.5	2.0
Ni	232.0	6.0	0.2	13.5	2.0
Pb	283.3	7.5	0.4	13.5	2.0
Cd	228.8	5.0	0.4	13.5	2.0

**Table 4.** The regression equation and correlation coefficients  
**表 4.** 回归方程及相关系数

元素	回归方程	相关系数	线性范围( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )	检出限( $\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$ )
Cu	$Y = 0.0287X + 0.0003$	0.9997	1.0~5.0	0.01
Fe	$Y = 0.0518X + 0.001$	0.9971	1.0~5.0	0.01
Zn	$Y = 0.3105X + 0.0146$	0.9991	0.5~2.5	0.005
Mn	$Y = 0.0757X + 0.005$	0.9994	1.0~5.0	0.01
Co	$Y = 0.0548X + 0.001$	0.9991	0.1~2.0	0.01
Ni	$Y = 0.056X + 0.0002$	0.9985	0.1~2.0	0.01
Pb	$Y = 0.0112X + 0.0001$	0.9962	0.1~2.0	0.02
Cd	$Y = 0.178X + 0.0308$	0.9956	1.0~5.0	0.01

**Table 5.** Precision and recovery rate experiment  
**表 5.** 回收率与相对标准偏差(n = 3)

元素	样品/(mg/L)	添加量/(mg/L)	回收率/%	相对标准偏差/%
Cu	21.1	2.00	100.9	0.3
Fe	56.4	2.00	102.6	1.5
Zn	23.8	2.00	96.3	0.5
Mn	1.10	2.00	92.90	0.9
Co	0.49	0.10	90.8	4.8
Ni	0.07	0.02	100.7	3.2
Pb	0.05	0.01	98.7	2.8
Cd	0.00	0.00	0.00	0.0

### 3.3.2. 大米样品中元素含量的测定

选取 3 种市售大米, 按照所选定的仪器工作参数和方法条件, 将采用微波消解法处理完成的大米样品(见 2.2)用火焰原子吸收法进行测定, 其中 8 种金属元素的测定结果见表 6。结果显示, 大米样品中含有丰富的铁和锌, 同时也含有锰和铜等人体必需的微量元素。其中 Fe 含量为 45.2~60.1 mg/kg, Zn 含量

**Table 6.** Measured results of metal elements in rice  
**表 6.** 大米中金属元素含量的测定结果(mg/kg)

样品	Cu	Fe	Zn	Co	Ni	Mn	Pb	Cd
大米1	12.8	45.2	13.5	0.35	0.07	7.91	0.03	0.00
大米2	21.1	56.4	23.8	0.49	0.07	8.3	0.05	0.00
大米3	24.0	60.1	43.2	0.84	0.09	15.6	0.08	0.00

为 13.5~43.2 mg/kg, Cu 含量为 12.8~24.0 mg/kg, Mn 含量为 7.91~15.6 mg/kg, 另外, 大米中还含有微量的钴、镍、铅, 即不同的大米金属元素的含量稍有差别。重金属元素铅的含量低于国家标准(铅  $\leq 0.2$  mg/kg)。镉元素在本次测试中未能检测到(另用石墨炉法可测定大米中的镉元素), 说明镉的含量低于本次实验的检测限, 低于国家标准(镉  $\leq 0.2$  mg/kg)。

#### 4. 结论

本研究建立了微波消解-火焰原子吸收分光光度计测定大米中 8 种金属元素 Cu、Fe、Zn、Mn、Co、Ni、Pb、Cd 的测定方法, 分析速度快、线性范围宽。测定结果显示, Fe 含量为 45.2~60.1 mg/kg, Zn 含量为 13.5~43.2 mg/kg, Cu 含量为 12.8~24.0 mg/kg, Mn 含量为 7.91~15.6 mg/kg, 另外, 大米中还含有微量的钴、镍、铅, 即不同的大米金属元素的含量稍有差别。重金属元素铅的含量低于国家标准(铅  $\leq 0.2$  mg/kg)。大米样品经过微波消解后可同时测定 8 种元素, 测定结果具有较高的准确性和灵敏度。本方法适用于大米中 Cu、Fe、Zn、Mn、Co、Ni、Pb、Cd 金属元素的同步测定。

#### 参考文献 (References)

- [1] 王文敏, 陈银珊, 靳权. 微波消解-ICP-MS 测定稻米中的铅、砷、汞、镉[J]. 广东化工, 2016, 43(9): 243-244.
- [2] 刘家良. 原子荧光光谱法测定大米中总砷含量[J]. 浙江化工, 2017(2): 46-49.
- [3] 黄冬兰, 温春艳. 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定大米中 6 种金属元素的含量[J]. 韶关学院学报, 2016, 37(2): 27-31.
- [4] 刘建波, 张君才, 王晓玲, 等. 微波消解-火焰原子吸收光谱法测定粮食中的镉[J]. 光谱实验室, 2013, 30(1): 364-366.
- [5] 叶润, 刘芳竹, 刘剑, 等. 微波消解-电感耦合等离子体发射光谱法测定大米中铜、锰、铁、锌、钙、镁、钾、钠 8 种元素[J]. 食品科学, 2014, 35(6): 117-120.
- [6] 韩科, 王龙飞, 邱坤艳, 等. 微波消解-ICP-MS 同时测定大米中铅、镉和砷[J]. 安徽农业科学, 2016(5): 97-99.
- [7] 彭立. 微波消解和湿法消解对大米中镉测定的影响[J]. 食品安全导刊, 2016(27): 137-138.
- [8] 常学东. ICP-MS 法测定大米中的铅——三种消解方法的比较[J]. 新疆有色金属, 2017(40): 5.
- [9] 鲍会梅. 大米中两种预处理方法对镉测定的影响[J]. 食品研究与开发, 2016(1): 177-180.
- [10] 马密霞, 韩谢, 胡文祥. 微波消解-火焰原子吸收分光光度法测定黑茶中金属元素的含量[J]. 微波化学, 2017, 1(1): 22-27.

**期刊投稿者将享受如下服务：**

1. 投稿前咨询服务 (QQ、微信、邮箱皆可)
2. 为您匹配最合适的期刊
3. 24 小时以内解答您的所有疑问
4. 友好的在线投稿界面
5. 专业的同行评审
6. 知网检索
7. 全网络覆盖式推广您的研究

投稿请点击：<http://www.hanspub.org/Submission.aspx>

期刊邮箱：[mc@hanspub.org](mailto:mc@hanspub.org)