

DOI: 10.16210/j.cnki.1007-7561.2021.05.023

王晓伟, 刘敏, 任凌云, 等. 快速消解-标准加入法测定粮食中镉的含量[J]. 粮油食品科技, 2021, 29(5): 171-177.

WANG X W, LIU M, REN L Y, et al. Research on the determination of cadmium in grain by rapid digestion-standard addition [J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2021, 29(5): 171-177.

快速消解-标准加入法测定粮食中镉的含量

王晓伟¹, 刘敏¹, 任凌云², 朱大伟¹, 朱梅洁¹(1. 淄博市粮食和物资储备保障中心, 山东 淄博 255039;
2. 山东省粮油检测中心, 山东 济南 250101)

摘要: 通过研究消解条件、对样品与硝酸比例进行优化、以消解样品作为加标基质制作标准曲线, 建立基于石墨炉原子吸收光谱法 (GFAAS), 适用于糙米、玉米、小麦、大米四种基质粮食中镉检测的方法——快速消解-标准加入法。结果表明: 标准曲线相关系数为 0.995~0.999, 检出限为 0.003 mg/kg, 检测值与标准值相对误差为-3.8%~-1.1%, 低、中、高 3 个梯度加标回收率为 99.1%~103.4%, 标准物质及实际样品检测 RSD 为 1.2%~2.7%。与微波消解法进行结果比对, 均值无显著性差异 ($P>0.05$)。该方法对粮食样品中镉的检测具有良好的准确性和精密度, 是一种适用于大批量粮食镉测定的快速处理、准确定量的方法。

关键词: 石墨炉原子吸收光谱法; 快速消解; 标准加入法; 粮食; 镉

中图分类号: TS207.5 文献标识码: A 文章编号: 1007-7561(2021)05-0171-07

Research on the Determination of Cadmium in Grain by Rapid Digestion-Standard Addition

WANG Xiao-wei¹, LIU Min¹, REN Ling-yun², ZHU Da-wei¹, ZHU Mei-jie¹(1. Food and Strategic Reserves Guarantee Center of Zibo, Zibo, Shandong 255039, China;
2. Grain and Oil Testing Center of Shandong Province, Jinan, Shandong 250101, China)

Abstract: Rapid digestion-standard addition based on graphite furnace atomic absorption spectrometry (GFAAS) for determining cadmium in grain of four kinds of matrix (brown rice, corn, wheat and rice) is established, by studying on digestion conditions, optimizing the proportion of sample and nitric acid, and using digested sample to prepare standard solution. The results show that the correlation coefficients are 0.995 to 0.999. The detection limit of method is 0.003 mg/kg. The relative error between the test result and the standard value is -3.8% to -1.1%. The standard recoveries of cadmium in low, medium and high gradient are 99.1% to 103.4%, and the RSD values of the standard substances and real samples are 1.2% to 2.7%. Compared with the results of microwave digestion method, the detection values of cadmium have no significant difference ($P>0.05$). The method have shown advantages in terms of accuracy and precision, and it is a rapid and accurate method to calculate cadmium in large quantities of grain samples.

收稿日期: 2021-04-06

基金项目: 国家粮食和物资储备局粮食质量安全监测项目专项经费 (SD2020)

Supported by: Food Quality and Safety Monitoring Project of National Food and Strategic Reserves Administration(No. SD2020)

作者简介: 王晓伟, 女, 1982 年出生, 硕士, 工程师, 研究方向为粮油检验与食品安全。E-mail: wangxiaowei_mv@163.com.

Key words: GFAAS; rapid digestion; standard addition; grain; cadmium

镉是一种毒性较强的重金属元素,能通过食物链进入人体并在体内富集,导致慢性中毒,损伤肝、肾等器官,引起“痛痛病”、慢性肾功能衰竭等疾病。根据 GB 2762—2017^[1],我国镉的限量标准为:谷物(稻谷除外)、谷物碾磨加工品(糙米、大米除外) ≤ 0.1 mg/kg,稻谷、糙米、大米 ≤ 0.2 mg/kg。近年来,山东等多地发布了储备粮质量安全管理、超标粮食收购处置等制度,对粮食污染风险监测、储备粮出入库食品安全指标检测提出了明确要求。如何快速、准确地对大批量样品进行检测,成为粮食质检机构新的挑战。针对镉的检测,GB 5009.15—2014^[2]规定了镉的石墨炉原子吸收光谱测定方法,并提供了四种前处理方法,其中压力消解罐消解法、湿式消解法、干法灰化法都存在操作繁琐、耗时长、用酸量大等弊端,干法灰化法还存在回收率偏低的问题,微波消解法是目前实验室用得较多的前处理方法,其优点是消解完全、准确性高,但也存在步骤繁琐、耗时长、用酸量大、消解罐价格昂贵等问题,极大地降低了消解效率。因此,开发快速、准确的前处理方法和定量方法成为提高重金属检测效率的首选。近几年,有采用不完全消解、快速消解等方法进行粮食中镉测定的研究^[3-6],但存在以下有待完善之处:处理粮食品种单一,未对多种不同基质粮食样品进行消解研究;仅对标准物质样品进行试验,未对真实性样品进行研究;采用外标法定量分析,因标准溶液与样品溶液基体不匹配造成结果偏差;未进行样品量与酸量的比例优化;未与标准方法进行有效的结果比对等。针对上述问题,本文建立了基于 GFAAS 的快速消解-标准加入法测定粮食中镉的方法,在现有研究的基础上,丰富了粮食基质类型,以我国三大粮食品种小麦、稻谷、玉米及主食大米作为研究对象,优化了快速消解前处理条件和步骤,确定了样品与硝酸最佳比例,探索了标准加入法在不同粮食基质下检测的准确性,并与 GB 5009.15—2014 中微波消解法进行了全面比较,为粮食中镉的测定提供了可选的快速处理、准确定量方法。

1 材料与方法

1.1 实验材料

AA600 原子吸收光谱仪,配备横向加热石墨炉:美国珀金埃尔默公司;ETHOS UP 微波消解仪:意大利迈尔斯通公司;GSN-48 石墨赶酸器:基创仪器;GL124-1SCN 电子分析天平:赛多利斯公司;ADW-2002-M 超纯水系统:重庆颐洋;JXFM110 锤式旋风磨:上海嘉定粮油;50 mLPP 刻度离心管:广州洁特。

GBW(E)080119 镉单元元素溶液标准物质(100 $\mu\text{g/mL}$),使用前用 1%硝酸进行逐级稀释,得到 2 $\mu\text{g/L}$ 上机标准溶液母液:中国计量科学院;硝酸(UP 级):苏州晶瑞;硝酸钯(10 000 mg/L),使用时稀释 10 倍:美国珀金埃尔默公司。

GBW(E)100377 糙米粉标准物质、GBW(E)100380 玉米粉标准物质、GBW(E)100379 全麦粉标准物质:国家粮食和物资储备局科学研究院;GBW(E)100348a 大米粉标准物质:钢研纳克检测技术股份有限公司。

稻谷样品 273#、玉米样品 212#,小麦样品 183#、大米样品 166#、178#:本课题组采集。将稻谷脱壳后制成糙米 273#,以上样品分别用锤式旋风磨制备成糙米粉、玉米粉、全麦粉、大米粉。

1.2 实验方法

1.2.1 快速消解前处理方法

称取 0.3 g(精确到 0.1 mg)样品,置于 50 mL 刻度离心管中,准确加入 2.0 mL 硝酸,盖子旋转至适中松紧度(利于烟气散发,防止管内压力过大,同时避免硝酸快速蒸发而损失),将离心管置于石墨赶酸器中,120 $^{\circ}\text{C}$,消解 15 min,取下并开盖放置 10 min,待黄烟散尽并冷却后,用纯水定容至 25 mL(可根据样品含量调整定容体积)。

1.2.2 标准曲线制作

采用标准加入法制作标准曲线。按照样品基质不同,分为糙米组、玉米组、小麦组、大米组,分组进行标准曲线制作。按照不同的组别,将所处理的单一粮种样品各吸取 1 mL 进行混合,作

为加标基质, 记为 Mix, 标准空白为试剂空白, 标准点进样程序见表 1。样品进样程序: 吸取 16 μL 样品、16 μL 稀释液 (纯水) 及 5 μL 基体改进剂硝酸钡, 总进样体积为 37 μL 。

表 1 标准点进样程序

标准点	稀释液	基体改进剂	上机母液	Mix
0	16	5	0	16
标准点 1	12	5	4	16
标准点 2	8	5	8	16
标准点 3	4	5	12	16
标准点 4	0	5	16	16

1.2.3 微波消解前处理方法

称取 0.3 g (精确到 0.1 mg) 样品, 置于消解罐中, 准确加入 8.0 mL 硝酸 (国家标准方法为加入 5 mL 硝酸和 2 mL 过氧化氢, 本研究根据微波消解仪使用方法推荐加入 8 mL 硝酸, 经前期比对, 消解效果无显著差异), 旋紧盖子, 置于微波消解仪中, 按照仪器运行程序消解 52 min, 通风降温 30 min, 温度降至 50 $^{\circ}\text{C}$ 以下时, 开罐, 置于石墨赶酸器上, 于 160 $^{\circ}\text{C}$ 赶酸, 约 120 min 至近干, 冷却后转移至 10 mL 容量瓶中, 用纯水定容。微波消解程序见表 2。

表 2 微波消解程序

步骤	时间/min	功率/W	温度/ $^{\circ}\text{C}$
1	00:10:00	1 800	120
2	00:02:00	1 800	120
3	00:15:00	1 800	180
4	00:25:00	1 800	180

1.2.4 仪器工作条件

石墨炉原子吸收光谱仪: 测定波长 228.8 nm, 灯类型: HCL, 灯电流 4.0 mA, 狭缝 0.7 nm, 纵向交流塞曼背景校正, 升温程序见表 3。

表 3 石墨炉升温程序

步骤	温度/ $^{\circ}\text{C}$	爬升时间/s	保留时间/s	内部流量/(mL/min)
1	120	5	30	250
2	170	20	30	250
3	500	10	30	250
4	1 600	0	5	0
5	2 450	1	3	250

1.3 数据分析

数据处理按照 GB/T 4889—2008《数据的统计和解释正态分布均值和方差的估计与检验》^[7], 其中, 方差一致性检验即 F 检验按照“两总体方差或标准差比较的检验”规定的方法进行, 两总体均值的比较检验即差异显著性检验按照附录 B 使用 P 值进行假设检验。

2 结果与分析

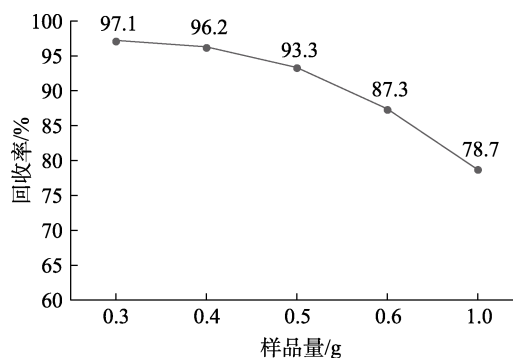
2.1 方法条件的确定

2.1.1 硝酸浓度、用量及样品粒径选择

有研究显示采用稀酸作为提取液收到了良好效果^[8-9], 本研究为了确保消解效率, 尽最大可能消解带种皮粮食样品中的复杂有机物, 采用了 68% 硝酸作为消解液。采用了 2 mL 硝酸加入量, 在消解结束后, 酸剩余量约为 1~1.5 mL, 定容到 25 mL 后, 样品溶液酸度小于 5%。在样品粒径选择上, 试验了锤式旋风磨的粉碎效果, 得到的粉样基本通过 40 目筛 (粒径约 0.5 mm), 试验结果显示, 粒径为 0.5 mm 粮食样品可以获得理想的消解效果。

2.1.2 样品与硝酸比例优化

考察了样品量与酸量最佳比例, 以玉米粉标准物质 (标准值为 0.045 mg/kg) 为消解样品, 考察在 0.3、0.4、0.5、0.6、1.0 g 称样量时的回收率, 每组消解样品 7 份, 每份重复测定 3 次, 结果见图 1。当固定酸量为 2.0 mL 时, 随着称样量增加, 镉回收率逐渐降低。称样量为 0.3~0.5 g 时, 回收率 >90%, 符合该浓度水平回收率要求。当 $\alpha = 0.05$ 时, 对 5 组回收率进行 F 检验, 并利用 P 值进行差异显著性检验。5 组回收率的精密度一致, 称样量为 0.3、0.4 g 时, 两组回收率均值无显著性

图 1 不同样品量镉的回收率 ($n=7$)Fig.1 Recoveries of cadmium of different sample amounts ($n=7$)

差异 ($F=1.02$, $F_{0.95(6,6)}=4.28$, $F < F_{0.95(6,6)}$; $t=1.660$, $P=0.12$, $P>0.05$)。称样量为 0.3、0.5 g 时, 两组回收率均值具有显著性差异 ($F=1.17$, $F_{0.95(6,6)}=4.28$, $F < F_{0.95(6,6)}$; $t=4.788$, $P=0.0004$, $P<0.05$), 以此确定样品与硝酸比例为 0.3~0.4 g: 2.0 mL。

2.1.3 消解温度、时间的确定

消解温度采用硝酸沸点 120 °C, 比低温消解用时更少, 消解效果更好。通过比较不同加热时间的消解效果发现, 消解 10 min 时溶液中有明显颗粒物, 消解 15 min 时, 颗粒物基本消失且溶液呈透明状, 20、25 min 后, 无明显变化, 因此确定消解时间为 15 min。定容后大米粉样品呈近乎无色的均一溶液, 糙米粉、玉米粉、全麦粉为淡黄色液体, 有细小悬浮颗粒。

2.1.4 悬浮颗粒对测定结果的影响

消解了 14 份全麦粉样品进行比对, 其中 7 份离心 (6 000 r/min, 10 min) 后取上清液测定, 7 份直接上机测定, 每份重复测定 3 次, 当 $\alpha=0.05$ 时, 结果显示两组方差相等 ($F=3.13$, $F_{0.95(6,6)}=4.28$, $F < F_{0.95(6,6)}$), 均值无显著性差异 ($t=0.140$, $P=0.89$, $P>0.05$), 说明离心与不离心效果无明显差别, 残留颗粒不影响测定, 为减少操作环节, 本方法采用定容后静置再进行上机测定。

2.2 方法线性

2.2.1 标准加入法的设置

为减少背景值对检测结果的影响, 使标准溶液与样品溶液基体相匹配, 本研究采用 1.2.2 作为定量方法, 将加标基质 Mix 中待测元素含量记为 C_X , 吸光度值记为 A_X , 以加入待测元素镉的标准浓度 (C_1 、 C_2 、 C_3 、 C_4) 为横坐标, 以相应吸光度分别减去样品 Mix 吸光度的值为纵坐标 (A_1-A_X , A_2-A_X , A_3-A_X , A_4-A_X), 制作标准曲线。根据试验结果, 镉浓度在 0~5 $\mu\text{g/L}$ 时线性良好, 设 0、0.5、1.0、1.5、2.0 $\mu\text{g/L}$ 作为标准加入法的标准点。

2.2.2 不同基质的标准曲线相关系数 r

考虑到不同样品消解后的基质存在差异, 测

定曲长 228.8 nm 下, 对不同的样品分别绘制标准曲线 (以糙米为例, 见图 2), 来验证不同基质下标准曲线的线性, 并在不同时间进行了 10 次试验以考察线性的稳定性。根据结果 (图 3), 4 种基质的标准曲线相关系数均达到了 0.995 (0.998 占比最大), 符合相关系数要求, 表明标准加入法线性关系良好, 且在 4 种基质中都有良好的适应性和稳定性。

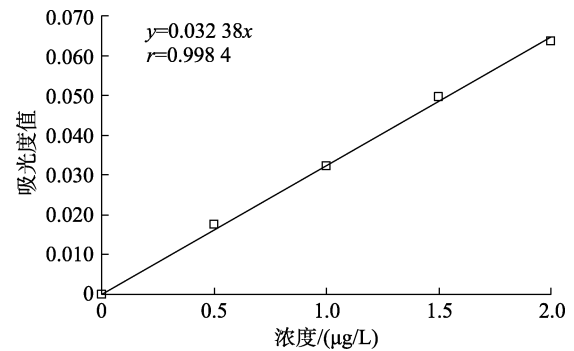


图 2 糙米标准加入法标准曲线

Fig.2 Standard addition calibration curve of brown rice

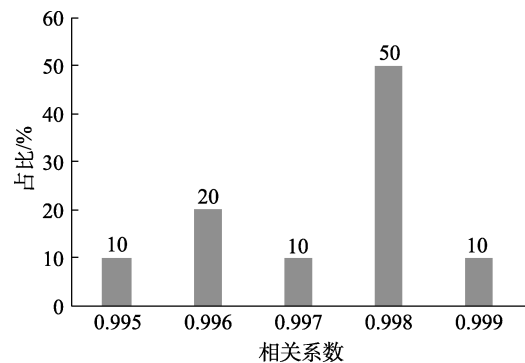


图 3 相关系数占比

Fig.3 Proportion of correlation coefficients

2.3 方法准确度研究

2.3.1 有证标准物质 (CRM) 检测

使用 3 种不同基质、不同含量的粮食 CRM 进行检测试验, 结果显示 (表 4), 测定值与标准值的相对误差均在 $\pm 10\%$ 范围内, 符合 GB/T32465—2015^[10] 规定的要求, 且在标准值赋值范围内, 表明该方法在准确度上有保证。上述结果也证明, 在该方法下, 2.1.4 所述消解液中的悬浮颗粒对镉

表 4 快速消解-标准加入法检测 CRM 结果 ($n=7$)

Table 4 Detection results of CRM using rapid digestion-standard addition ($n=7$)

CRM 名称	测定值/ (mg/kg)							平均值/ (mg/kg)	标准值/ (mg/kg)	相对误差/%	RSD/%
糙米粉	0.250	0.251	0.246	0.255	0.251	0.254	0.252	0.251	0.261 \pm 0.020	-3.8	1.2
全麦粉	0.156	0.149	0.152	0.149	0.155	0.149	0.155	0.152	0.155 \pm 0.013	-1.9	2.1
大米粉	0.172	0.182	0.172	0.182	0.179	0.180	0.176	0.178	0.180 \pm 0.020	-1.1	2.4

元素提取及测定未产生明显影响。

2.3.2 加标回收

选择本底值较低的大米 166# 作为加标基质, 进行低、中、高 3 个梯度镉加标, 各处理 3 份平行样, 每份样品上机重复测定 3 次。结果见表 5, 3 个浓度水平的加标回收率为 99.1%~103.4%, 平均回收率为 101.7%, 符合 GB/T 27404—2008^[11] 规定的回收率范围, 表明该方法在低、中、高浓度镉检测上能保证相应的准确度。

表 5 镉加标回收结果 ($n=3$)

Table 5 Standard recoveries of cadmium ($n=3$)

加标 梯度	本底值/ (mg/kg)	加标量/ (mg/kg)	测定值/ (mg/kg)	平均值/ (mg/kg)	RSD/%	回收 率/%	平均回 收率/%
1	0.056 3	0.050	0.105	0.108	2.8	103.4	
			0.108				
			0.160				
2	0.056 3	0.100	0.158	0.159	0.7	102.7	101.7
			0.160				
			0.201				
3	0.056 3	0.150	0.208	0.205	1.8	99.1	
			0.206				

2.3.3 方法精密度

根据 GB/T32465—2015^[10] 进行方法精密度研

究。样品基质类型 $n=4$, 每种基质检测 $m=7$ 个子样, 每个子样独立重复测定 $r=3$ 次, 共进行了 $d=8$ 天试验, 自由度为 $(n-1)m=21$, 优于精密度独立重复检测次数最低要求。根据表 6, RSD 为 1.6%~2.7%; 结合表 4, 3 种 CRM 的 RSD 为 1.2%~2.4%, 标准物质样品与实际样品的 RSD 值均小于 3%, 远低于 11% 的精密度期望值。上述结果表明, 该方法对不同基质的粮食以及是否具有种皮的同种粮食, 都显示出良好的精密度和方法重复性。

2.4 方法检出限、方法空白

采用空白标准偏差的倍数法进行方法检出限评估。按照 1.2.1 方法获得空白溶液, 独立测定 11 次, 得到标准偏差 S 为 $0.0117 \mu\text{g/L}$, 按照仪器检出限为 $3S$, 计算得到仪器检出限 IDL 为 $0.0351 \mu\text{g/L}$, 带入方法公式计算方法检出限 MDL 为 0.003 mg/kg 。按照定量限为 $10S$, 计算方法定量限为 0.01 mg/kg 。本方法具有较低的试剂空白: $\leq 0.05 \mu\text{g/L}$ (定容体积 25 mL 时)。

2.5 与 GB 5009.15—2014 微波消解-外标法比较

2.5.1 GB 5009.15—2014 检测结果

按照 1.2.3 处理 CRM 及实际样品, 用外标法定量, 原子吸收光谱仪检测, 结果见表 7~8。

表 6 精密度结果 ($n=7$)

Table 6 Results of precision test ($n=7$)

样品名称	测定值/ (mg/kg)							平均值/ (mg/kg)	Std/ (mg/kg)	RSD/%
糙米 273#	0.116 0	0.115 0	0.119 0	0.118 0	0.119 0	0.121 0	0.114 0	0.117 0	0.002 51	2.1
玉米 212#	0.099 1	0.102 0	0.099 5	0.099 3	0.099 4	0.099 2	0.093 2	0.098 8	0.002 68	2.7
小麦 183#	0.061 7	0.059 9	0.062 5	0.062 0	0.057 8	0.059 6	0.061 0	0.060 6	0.001 65	2.7
大米 178#	0.079 5	0.079 8	0.082 2	0.082 1	0.080 0	0.079 0	0.080 3	0.080 4	0.001 25	1.6

表 7 CRM 检测结果 ($n=7$)

Table 7 Detection results of CRM ($n=7$)

CRM 名称	测定值/ (mg/kg)							平均值/ (mg/kg)	标准值/ (mg/kg)	相对误差/%	RSD/%
糙米粉	0.255	0.252	0.258	0.257	0.251	0.246	0.253	0.253	0.261±0.020	-3.1	1.6
全麦粉	0.153	0.148	0.147	0.148	0.146	0.153	0.149	0.149	0.155±0.013	-3.9	1.9
大米粉	0.169	0.178	0.171	0.171	0.170	0.179	0.180	0.174	0.180±0.020	-3.3	2.7

表 8 实际样品检测结果 ($n=7$)

Table 8 Detection results of real samples ($n=7$)

样品名称	测定值/ (mg/kg)							平均值/ (mg/kg)	Std/ (mg/kg)	RSD/%
糙米 273#	0.115 0	0.111 0	0.109 0	0.121 0	0.114 0	0.115 0	0.116 0	0.114 0	0.003 82	3.3
玉米 212#	0.098 6	0.101 0	0.099 5	0.096 8	0.098 0	0.107 0	0.097 3	0.099 7	0.003 49	3.5
小麦 183#	0.062 4	0.059 6	0.065 2	0.063 6	0.059 5	0.060 4	0.059 8	0.061 5	0.002 26	3.7
大米 178#	0.078 0	0.082 2	0.079 0	0.078 6	0.077 7	0.079 6	0.078 4	0.079 1	0.001 52	1.9

2.5.2 方法结果比对

根据表 4~8 测定结果,对两种方法镉含量均值两两比对,进行 F 检验及差异显著性检验(结果见表 9)。当 $\alpha = 0.05$ 时, $F_{0.95}(6, 6) = 4.28$, $F < F_{0.95}(6, 6)$,表明两种方法结果具有方差齐性,精密度一致。 $P > 0.05$,表明两种方法均值无显著性差异,说明本文建立的快速消解-标准加入法,与国家标准方法 GB 5009.15—2014 微波消解-外标法

测定结果具有一致性。

2.5.3 方法比较

根据两种样品前处理方法的试验研究结果,从十个方面进行比较(表 10),本文方法(快速消解-标准加入法)与国标方法(微波消解-外标法)在准确性、精密度等方面无显著性差异,比国标方法节约时间 88%,节省硝酸 75%,所用仪器设备更少、价格更低。

表 9 两种方法结果显著性检验 ($n=7$)
Table 9 Results of significance test between the two methods ($n=7$)

本文方法 \ 国标方法	糙米粉 CRM	全麦粉 CRM	大米粉 CRM	糙米 273#	玉米 212#	小麦 183#	大米 178#
糙米粉 CRM	$F=1.92$ $t=1.057$ $P=0.31$						
全麦粉 CRM		$F=1.30$ $t=1.873$ $P=0.09$					
大米粉 CRM			$F=1.22$ $t=1.471$ $P=0.17$				
糙米 273#				$F=2.33$ $t=1.489$ $P=0.16$			
玉米 212#					$F=1.71$ $t=0.558$ $P=0.59$		
小麦 183#						$F=1.88$ $t=0.852$ $P=0.41$	
大米 178#							$F=1.46$ $t=1.749$ $P=0.11$

表 10 两种方法比较结果
Table 10 Results of the comparison between the two methods

序号	比较项目	方法 1: 本文方法	方法 2: 国标方法	比较结果
1	前处理时间/min	25	202	方法 1 比方法 2 节约时间 88%
2	前处理步骤	称样、加酸、消解、定容	消解罐泡酸、清洗烘干、称样、加酸、消解、转移、定容	方法 1 步骤少,更有利于避免样品污染或损失
3	称样量/g	0.3~1(根据称样量改变硝酸量)	根据微波消解仪要求, 0.3~0.5	方法 1 可根据样品中镉含量调整称样量,高称样量提高检测准确性
4	硝酸用量/mL	2.0	8.0	方法 1 比方法 2 节约硝酸 75%,更经济环保
5	消解温度/°C	120	180	方法 1 为中低温消解
6	仪器设备	石墨赶酸器、原子吸收光谱仪	微波消解仪、石墨赶酸器、原子吸收光谱仪	方法 2 前处理仪器昂贵,消解罐轮换慢,降低了处理效率
7	准确性	标准值的 96.2%~98.9%	标准值的 96.1%~96.9%	都符合准确度要求,检测结果无显著性差异
8	精密度/%	1.2~2.7	1.6~3.7	都符合要求,精密度一致
9	方法检出限/(mg/kg)	0.003	0.001	处于同一数量级
10	标准曲线线性	0.995~0.999	0.999	都满足准确定量要求

3 结论

本文建立了快速消解-标准加入法测定粮食中镉的方法,并与国家标准方法微波消解-外标法

进行了全面比较。试验证实,采用 68%硝酸作为消解液,优化样品与硝酸比例为 0.3~0.4 g: 2.0 mL, 120 °C 消解 15 min; 按照样品基质不同分组,采

用标准加入法进行标准曲线制作, 标准曲线线性关系良好, 且在 4 种粮食基质中都显示出良好的适应性和稳定性。从方法性能指标看, 该方法准确性高、精密度好、检出限低, 与国家标准方法测定结果具有一致性, 是一种准确的镉痕量测定方法; 从效率和经济性方面看, 该方法用时少、操作简便, 前处理效率高, 用酸量少、所需前处理仪器设备价格低, 更加经济环保。该方法既保证了国家标准方法的准确度, 又具有快速测定方法的高效率, 是一种适用于大批量样品检测的高通量方法, 在粮食质量日常监管、粮食清仓查库、食品安全应急快速检测中具有良好的应用前景。

参考文献:

- [1] 食品安全国家标准食品中污染物限量: GB 2762—2017[S]. 北京: 中国标准出版社, 2017.
National food safety standard Maximum levels of contaminants in foods: GB 2762—2017[S]. Beijing: Standards Press of China, 2017.
- [2] 食品安全国家标准食品中镉的测定: GB 5009. 15—2014[S]. 北京: 中国标准出版社, 2014.
National food safety standard Determination of cadmium in foods: GB 5009. 15—2014[S]. Beijing: Standards Press of China, 2014.
- [3] 吴云钊, 孟鹏, 曹民, 等. 不完全消解-石墨炉原子吸收光谱法测定粮食中的铅和镉[J]. 中国卫生检验杂志, 2014, 24(17): 2464-2466.
WU Y Z, MENG P, CAO M, et al. Determination of lead and cadmium in food stuff by using the method of incomplete digestion-graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. Chinese Journal of Health Laboratory Technology, 2014, 24(17): 2464-2466.
- [4] 肖竹青, 袁丽红, 张华, 等. 直接提取进样石墨炉原子吸收法测定大米中的镉含量[J]. 粮油食品科技, 2016, 24(1): 61-63.
XIAO Z Q, YUAN L H, ZHANG H, et al. Determination of cadmium content in rice by direct dilution injection graphite furnace atomic absorption spectrometry[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2016, 24(1): 61-63.
- [5] 刘坤. 利用湿法快速消解测定粮食中镉含量[J]. 粮食与饲料工业, 2017, 5: 62-64.
LIU K. Rapid determination of cadmium in grain by wet digestion[J]. Cereal&feed industry, 2017, 5: 62-64.
- [6] 唐懿, 李贵友, 杨微. 半消解悬浮液进样测定粮食样品中镉、铅、总砷含量[J]. 粮油食品科技, 2019, 27(2): 45-49.
TANG Y, LI G Y, YANG W. Determination of cadmium, lead and total arsenic in grain samples by semi-digestion suspension injection[J]. Science and Technology of Cereals, Oils and Foods, 2019, 27(2): 45-49.
- [7] 数据的统计和解释正态分布均值和方差的估计与检验: GB/T 4889—2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
Statistical interpretation of data—techniques of estimation and tests relating to means and variances of normal distribution: GB/T 4889—2008[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008.
- [8] 周明慧, 王松雪, 伍燕湘. 稀酸温和提取直接进样快速测定大米中镉含量[J]. 中国粮油学报, 2015, 30(2): 97-102.
ZHOU M H, WANG X S, WU Y X. Rapid direct sampling detection of Cd in rice using diluted acid extraction[J]. Journal of the Chinese Cereals and Oils Association, 2015, 30(2): 97-102.
- [9] 张洁琼, 周明慧, 陈曦, 等. 谷物中多种元素测定的不完全消解快速前处理方法研究[J]. 分析试验室, 2019, 38(3): 355-359.
ZHANG J Q, ZHOU M H, CHEN X, et al. Study on a rapid pretreatment of incomplete digestion to detect multielements in grain[J]. Chinese Journal of Analysis Laboratory, 2019, 38(3): 355-359.
- [10] 化学分析方法验证确认和内部质量控制要求: GB/T 32465—2015[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
Requirements for verification & validation of detection methods and internal quality control on chemical analysis: GB/T 32465—2015 [S]. Beijing: Standards Press of China, 2015.
- [11] 实验室质量控制规范食品理化检测: GB/T27404—2008 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2008.
Criterion on quality control of laboratories—Chemical testing of food: GB/T27404—2008[S]. Beijing: Standards Press of China, 2008. 完