

微波消解仪消解大米

方案编号: HM-WB-003

适用仪器: HM 系列微波消解仪

发布日期: 2026 年 05 月 08 日

1. 前言

大米作为主要粮食,其重金属污染(如铅、镉、砷、汞、铬等)是食品安全的核心监控指标。我国 GB 2762-2022 《食品安全国家标准 食品中污染物限量》对大米中各类重金属的限量有严格规定。准确、快速、多元素同时测定大米中的重金属含量,对于市场监管、产地安全评估及消费安全保障至关重要。

本方案依据 GB 5009.268-2025 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》等标准,采用微波消解进行样品前处理,结合电感耦合等离子体质谱仪(ICP-MS)进行检测。微波消解具有消解完全、速度快、试剂用量少、元素损失少和污染低的优点。

2. 仪器与试剂

2.1 仪器

HM 系列微波消解仪(配有聚四氟乙烯消解内罐)、分析天平(感量 0.1 mg)、超纯水系统(电阻率 $\geq 18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$)、石墨赶酸仪、容量瓶(25 mL)、移液器、粉碎机

2.2 试剂

硝酸(HNO_3 , 优级纯)

过氧化氢(H_2O_2 , 30%, 优级纯)

实验用水:符合 GB/T 6682 规定的一级水。

3. 实验方法

3.1 试样制备

取代表性大米样品,用粉碎机粉碎混合均匀,置于洁净干燥的容器中密封备用。

3.2 微波消解

称样:准确称取均匀大米试样 0.2 g(精确至 0.0001 g),置于洗净的微波消解罐中。

加酸:向消解罐中加入 5 mL 硝酸,加盖放置 1 h 或过夜。对于不易挥发元素也可在石墨赶酸仪上 120°C 加热至黄烟冒尽取下,冷却后加 3 mL 硝酸和 1 mL 过氧化氢。

消解:将消解罐盖旋紧,放入微波消解仪中,按以下程序设置:

升温程序	温度(°C)	保持时间(min)
1	120	10
2	150	10
3	190	30

3.3 冷却与转移

消解完成后,待消解罐冷却至室温,在通风橱中缓慢打开。放置在赶酸器上 120°C 赶酸至 0.5 mL 左右,转移至烧杯中加水稀释,消解液澄清透明,样品完全溶解。

3.4 定容

冷却后用水冲洗消解罐内壁,将溶液全部转移至 25 mL 容量瓶中。用水少量多次洗涤,洗涤液并入容量瓶,最后用水定容至刻度,摇匀待测。同法制备试剂空白。

4. 方案特点与关键点

4.1 方法优势

高效前处理:微波消解大大缩短了样品处理时间,且密闭环境减少了挥发性元素(如砷、汞)的损失和实验室暴露风险。

符合国标:本方案核心步骤与参数设置均符合 GB 5009.268-2025 的要求,确保数据的权威性与可比性。

4.2 关键操作要点

样品均匀性:粉碎必须充分,过筛以保证样品代表性,这是获得准确、平行数据的前提。

消解完全性:消解后溶液应澄清透明,无固体颗粒或碳化残渣。若不完全,需补加少量过氧化氢后再次消解。

空白与污染控制:所有器皿需用 20% 硝酸浸泡过夜,用超纯水洗净。全程使用高纯试剂,防止环境引入污染。

5. 结论

称样 0.2~0.5 g,加入硝酸预处理后,按照设定程序消解样品,消解液澄清透明。

6. 参考文献

- [1] GB 5009.268-2025 《食品安全国家标准 食品中多元素的测定》[S].
- [2] GB 5009.12-2023 《食品安全国家标准 食品中铅的测定》[S].
- [3] GB 5009.15-2023 《食品安全国家标准 食品中镉的测定》[S].
- [4] GB/T 6682-2008 《分析实验室用水规格和试验方法》[S].