

# 超级微波消解-电感耦合等离子质谱法 在食品农产品领域的应用

肖湘女<sup>1,2</sup>, 陈青<sup>1,2</sup>, 张丽娜<sup>1,2</sup>

(1. 中国农业科学院作物科学研究所重大平台中心, 北京 100089; 2. 中国仪器仪表学会科学仪器设备验证评价中心(生命科学站), 北京 100089)

**摘要:** 本文通过例举利用超级微波消解-电感耦合等离子质谱法测定大米中硒元素含量、小麦籽粒中 8 种元素 (B、Mg、Ca、Zn、Mo、Mn、Fe、Cu)、豆奶中 5 种营养元素 (Mg、K、Ca、Fe、Zn) 的实验结果, 简要介绍了超级微波消解-电感耦合等离子质谱法在食品和农产品领域的实际应用, 并对更多食品和农产品领域的元素测定进行了展望。

**关键词:** 超级微波; 电感耦合等离子质谱; 食品领域

## Application of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry with Ultra Microwave Digestion in Food and Agricultural Products Fields

XIAO Xiangnv<sup>1,2</sup>, CHEN Qing<sup>1,2</sup>, ZHANG Lina<sup>1,2</sup>

(1. Major Platform Center, Institute of Crop Sciences, Chinese Academy of Agricultural Sciences, Beijing 100089, China; 2. Scientific Instruments and Equipment Verification and Evaluation Center of China Instruments and Apparatus Society (Bioscience Station))

**Abstract:** By giving examples of the experimental results of ultra microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry to determine the content of selenium in rice, 8 elements in wheat grains (B, Mg, Ca, Zn, Mo, Mn, Fe, Cu), and 5 nutrient elements (Mg, K, Ca, Fe, Zn) in soy milk, this paper briefly introduces the practical application of ultra microwave digestion-inductively coupled plasma mass spectrometry in the fields of food and agricultural products, and looks forward to the determination of elements in more food and agricultural products.

**Key words:** ultra microwave; inductively coupled plasma mass spectrometry; food field

无论是人体必需的常量元素和微量元素, 还是可能引发食品安全事故的重金属元素,

元素逐渐成了人们生活中经常被提及的关键词。越来越多关注健康的消费者们，在购买食品时会关注配料表中的营养元素含量。当有某食品的重金属超标被媒体报导时，往往比其他新闻更能引起人们的关注和重视。应用现代检测技术能够准确、快速、高效地测定食品和农产品中的多种元素，为人们的食品安全和健康保障提供了坚实后盾。在《GB 5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》、《GB/T 35876-2018 粮油检验 谷物及其制品中钠、镁、钾、钙、铬、锰、铁、铜、锌、砷、硒、镉和铅的测定 电感耦合等离子体质谱法》两份现行有效的国家标准中，都采用了电感耦合等离子体质谱法检测多种元素。参考以上两份国家标准，利用超级微波消解仪的简便流程以及更少的酸消耗量，我们利用超级微波消解-电感耦合等离子质谱法在食品和农产品领域开展了一系列的实际应用，取得了令人满意的实验结果，以下列举了部分案例。

在这些应用案例中使用的超级微波型号为：谱育科技 EXPC 790S 超级微波化学工作站，电感耦合等离子质谱（ICP-MS）型号为：谱育科技 SUPEC 7000 ICP-MS。

## 1 测定大米中硒元素含量

硒，被誉为长寿元素，是人体必需微量元素之一，具有抗氧化、抗衰老、抗癌、增强免疫力和拮抗重金属等生理功能。中国属于缺硒国家，由于人体无法合成所需的有机硒，所以膳食补硒是公认最安全、经济的补硒方式。水稻作为中国第一大主食，是硒摄入的重要来源，可显著影响中国居民身体健康。目前关于硒的检测方法很多，主要有原子吸收光谱法、电感耦合等离子发射光谱法、紫外分光光度法、原子荧光光谱法等。

表 1 大米硒元素测试结果

元素	$^{78}\text{Se}$
方法检出限/mg L <sup>-1</sup>	0.0085
标准曲线线性 R <sup>2</sup>	0.9999
精密度/%	3.41
加标回收率/%	95.16%

如表 1 所示，应用超级微波消解-电感耦合等离子质谱法对大米中的硒元素进行测定，得到的标准曲线线性 R<sup>2</sup> 为 0.9999，方法检出限 0.0085/mg L<sup>-1</sup>，精密度为 3.41%，加标回收率为 95.16%，能够对大米中的 Se 元素进行快速准确测定，同时该方法测试大米样品的结果符合《GB5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定》要求。

## 2 测定小麦籽粒中 8 种元素（B、Mg、Ca、Zn、Mo、Mn、Fe、Cu）

小麦是世界上种植面积最大、也是中国主要的粮食作物。随着民众生活水平的提高, 食物的品质营养状况越来越成为关注的焦点。小麦籽粒中含有多种矿物元素, 是人体微量元素的重要来源之一, 这些元素的含量与小麦营养品质关系密切。

为了向小麦矿质元素遗传改良提供有效材料基础, 我们利用超级微波消解-电感耦合等离子体光谱法对同时小麦的 8 种矿质元素 B、Mg、Ca、Zn、Mo、Mn、Fe、Cu 含量进行检测分析, 得出的各元素检出限、标准曲线线性  $R^2$ 、精密度与加标回收率如下表所示:

**表 2 小麦籽粒中各元素检出限、标准曲线线性、精密度与加标回收率**

元素	方法检出限/mg L-1	标准曲线线性 $R^2$	精密度%	加标回收率%
B	0.0291	1.0000	2.2	96.53%
Mg	1.0935	1.0000	2.04	106.31%
Ca	5.1372	1.0000	1.24	107.81%
Mn	0.0060	1.0000	0.81	106.42%
Fe	0.1662	0.9999	0.71	107.65%
Cu	0.0066	1.0000	0.45	102.84%
Zn	0.1806	1.0000	0.72	100.92%
Mo	0.0375	0.9999	0.57	104.75%

上述结果证明, 超级微波消解方法稳定可靠, 且对于小麦籽粒这种具有复杂基体的样品, 在开启碰撞模式的情况下, SUPEC 7000 能有效消除基体干扰, 保持较高的灵敏度、准确度、精密度和稳定性。

### 3 测定豆奶中 5 种营养元素 (Mg、K、Ca、Fe、Zn)

豆奶是一种营养丰富、易为人体消化吸收、并且具有一定保健作用的现代天然食品。豆奶中含有钙、磷、铁等矿物元素, 为人们提供了良好的营养物质。

为了验证超级微波消解-电感耦合等离子体光谱法是否能适用于蛋白质含量丰富的液体基质, 我们同时对豆奶中 5 种矿质元素 Mg、K、Ca、Fe、Zn 含量进行检测分析, 得出的各元素检出限、标准曲线线性  $R^2$ 、精密度与加标回收率如下表所示:

**表 3 豆奶中各元素检出限、标准曲线线性、精密度与加标回收率**

元素	方法检出限 /mg·L <sup>-1</sup>	标准曲线线性 $R^2$	精密度%	加标回收率%
Mg	0.0030	0.99906	2.68	104.45%
Ca	0.025	0.99937	3.22	101.32%

<b>Fe</b>	0.020	0.99923	1.84	97.47%
<b>Zn</b>	0.0026	0.99916	3.83	97.56%
<b>K</b>	0.0057	0.99981	3.66	97.64%

从实验结果来看，各元素所建立的标准曲线的线性系数均大于 0.999，此方法在蛋白质含量高的液体基质中也能保持较高的灵敏度、准确度、精密度和稳定性。

4 超级微波消解-ICP-MS 测定玉米叶片中 11 种元素 (Na、Mg、K、Ca、Cr、Mn、Fe、Cu、Zn、As、Pb)

建立了超级微波消解/电感耦合等离子体发射质谱仪 (ICP-MS) 同时测定玉米叶中 11 种元素的方法。从实验结果来看 (表 4)，各元素所建立的标准曲线的线性系数均大于 0.999；每个样品取 3 个平行样，分析结果间的 RSD 小于 5%；单个样品重复独立分析 10 次结果间的 RSD 值均小于 4%。

**表 4 玉米叶片中各元素检出限、标准曲线线性、精密度与加标回收率**

元素	方法检出限/mg L <sup>-1</sup>	标准曲线线性 R <sup>2</sup>	精密度%	回收率%
<b>Na</b>	0.6	0.9999	1.37	98.86
<b>Mg</b>	0.15	1.0000	1.41	97.13
<b>K</b>	0.6	1.0000	1.26	99.08
<b>Ca</b>	2.4	0.9999	1.30	98.70
<b>Cr</b>	0.16	1.0000	2.80	96.97
<b>Mn</b>	0.33	0.9999	1.79	99.27
<b>Fe</b>	0.15	0.9998	1.65	98.71
<b>Cu</b>	0.39	1.0000	1.87	96.92
<b>Zn</b>	0.15	1.0000	2.70	98.88
<b>As</b>	0.17	0.9995	3.93	95.91
<b>Pb</b>	0.12	0.9999	1.43	100.83

上述结果表明，此超级微波方法稳定可靠，且能够保持较高的灵敏度、准确度、精密度和稳定性，能同时测定植物中多种元素的含量,适用于大批量样品的检测。

综上所述，我们应用超级微波消解-电感耦合等离子质谱法在食品和农产品多种元素的测定中取得了令人满意的实验结果，在前处理和方法优化上积累了丰富的经验，可以应用于更多的食品和农产品元素测定。除了以上案例，我们还广泛将超级微波消解-电感耦合等离子质谱法应用于农作物植株的元素测定，如水稻叶片、根系、小麦叶片等等。有了前期积累的经验，我们今后还将在食品和农产品领域探索更复杂样品的前处理方式，攻克难测

元素的方法优化, 不断加强检测技术在提高人们生活质量方面的应用。

### 参考文献

- [1] Panigati M, Falciola L, Mussini P, et al. Determination of selenium in italian rices by differential pulse cathodic stripping voltammetry[J]. Food Chem, 2007, 105 (3): 1091-1098.
- [2] Ni ZL, Tang FB, Liu YH, et al. Multielemental analysis of camellia oil by microwave dry ashing and inductively coupled plasma mass spectrometry[J]. Analyt Lett, 2015, 48 (11) :1777-1786.
- [3] SKALNY AVBURTAEVA TI, SALNIKOVA EV, et al. Geographic variation of environmental, food, and human hair selenium content in a n industrial region of Russia[J/OL]. Environ Res. 2019, 171 :293-301.
- [4] 陈思伊, 唐琼, 黄丽. 南宁地区稻米中硒含量调查[J]. 职业与健康, 2021, 37(10) :1345-1348.
- [5] 王立平, 唐德剑, 沈亚美, 曾曼琳. 硒的营养缺乏现状及补充方式[J]. 食品工业, 2020, 41(01):339-343.
- [6] Jie Chen, Xin-Yuan Huang, David E. Salt et al. Mutation in OsCADT1 enhances cadmium tolerance and enriches selenium in rice grain[J]. New Phytologist. 2020, 226: 838–850.
- [7] GB5009.268-2016 食品安全国家标准 食品中多元素的测定 电感耦合等离子体质谱法 (ICP-MS) .
- [8] 高锦红. 基于对应分析法的谷物微量元素分析[J]. 安徽农业科学, 2011, 39(04):1908-1909.
- [9] 王健胜, 吴政卿, 周正富, 马爱锄, 刘军, 晁岳恩, 李文旭, 王亚欢, 李静婷, 赵干卿, 雷振生. 国内外小麦种质主要矿质元素含量的评价分析[J]. 分子植物育种, 2018, 16(22):7550-7557.
- [10] 齐林迁, 张立才, 陈长武, 季忠贤. 一种有效的豆奶中矿物元素强化方法[J]. 饮料工业, 2000, (03):26-28.
- [11] 康艳. 食品中微量元素的几种检验方法探讨[J]. 消费导刊, 2012(2):109.
- [12] 李刚, 高明远, 诸堃. 微波消解-电感耦合等离子体质谱法测定植物样品中微量元素[J]. 岩矿测试, 2010, 29(01):17-22.
- [13] 童迎东, 刘晶磊, 章新泉, 刘永林, 李翔, 胡华勇. 电感耦合等离子体质谱法测定绿色食品中 15 种稀土元素[J]. 分析科学学报, 2005(03):345-346.
- [14] 崔培鑫, 申智骅, 付培立, 白坤栋, 姜艳娟, 曹坤芳. 中国南方生长于不同基质的天然林植物叶片元素含量特征比较[J]. 生态学报, 2020, 40(24):9148-9163.