

微波消解谷类作物

一、前言

谷类作物亦称“禾谷类作物”，它是子实为人们提供食粮和为牲畜提供饲料的作物。粮食作物主要包括稻子、小麦、大麦、黑麦、燕麦、玉米、高粱、粟、黍、稷等。谷类作物除提供精饲料以外，在子粒成熟前，可收割作青饲料或青贮用。其秸秆、糖麸大多可作饲料用。谷类作物的种类和每种作物的类型、品种繁多，能分别适应各地的不同自然条件，摄取太阳能的效率较高，生长期长短不一，绝大多数属于一年生作物。为检测不同谷类作物中的重金属元素含量，选择微波消解对其进行前处理，探索最适合的消解参数，该方法还有回收率高、空白低等特点，有利于后续对多种无机元素的快速准确测定。

二、仪器与试剂

2.1、仪器

新仪 TANK 微波消解仪，赶酸器，分析天平(十万分之一)等



2.2、试剂

硝酸(68%)，过氧化氢(30%)，氢氟酸(40%)

三、实验方法

3.1、样品制备

取大米、小麦、玉米、高粱、燕麦样品，分别烘干粉碎后备用。

3.2、大米样品

称取大米样品约 0.2g (精确至 0.1mg) 置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，静置 10min

左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	170	2
3	190	15

3.3、小麦样品

称取小麦样品约 0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 6mL 硝酸和 2mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	180	10

3.4 玉米样品

称取玉米样品约 0.5g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 10mL 硝酸，将消解罐放置在赶酸器上 120℃ 预处理 30min 左右，待黄烟冒尽后取下冷却，，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	170	2
3	190	30

3.5、高粱样品

称取高粱样品约 0.2g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 氢氟酸，静置 10min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/°C	保温时间/min
1	150	2
2	170	2
3	190	20

3.6、燕麦样品

称取燕麦样品约 0.2g（精确至 0.1mg）置于消解罐底部，加入 8mL 硝酸和 1mL 过氧化氢，静置 15min 左右，组装消解罐，按照如下设置参数进行消解实验：

阶段	温度/℃	保温时间/min
1	150	2
2	170	2
3	190	30

3.7、赶酸定容

实验结束，待冷却至 60℃ 以下，取出消解罐，将消解罐转移至通风橱中缓慢打开，放置在赶酸器上于 160℃ 赶酸至 0.5mL 左右。消解罐放冷后，将消化液转移至 25mL 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。

四、结果与讨论

实验选择大米、小麦、玉米、高粱、燕麦五类谷物样品，分别采用不同的参数进行实验，最高温度 190℃，样品均可完全消解。

五、参考文献

GB/T 35871-2018 粮油检验 谷物及其制品中钙、钾、镁、钠、铁、磷、锌、铜、锰、硼、钡、钼、钴、铬、锂、锶、镍、硫、钒、硒、铷含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

六、注意事项

- 1、实验中加入氢氟酸，后续必须进行赶酸处理，防止氢氟酸对玻璃器皿造成腐蚀和影响检测结果。
- 2、消解结果以消解液澄清程度而定，是定性而非定量的结论，因样品种类、来源、取样量等原因，消解程序可能需要适当调整，此方案只供大家参考，用户可根据具体情况和经验优化消解方案。如适当调

整保温时间或者消解温度等。