

# 微波消解-电感耦合等离子体质谱法对花生和黄豆中26种元素的检测分析

王松\*, 孟婧

(门头沟区疾病预防控制中心, 北京 102300)

**摘要:** **目的** 通过多种渠道采集北京市内的花生和黄豆, 测定其中26种金属元素的含量。**方法** 采用微波消解法对样品进行预处理, 并用电感耦合等离子体质谱法测定其中26种金属元素的含量。**结果** 26种元素检出限及线性范围均可达到检测要求, 相关系数均在0.9980以上, 相对标准偏差(RSD)在1.1%~6.8%范围内, 平均回收率范围在88.8%~108.7%范围内。总体来说黄豆中K、Ca、Fe的含量远远超过了花生, 普通黄豆中的Al大幅高于有机黄豆, 红皮花生的Fe高于白皮花生较多。对于有食品安全国家标准的Pb、Cd、Cr未出现超标情况。**结论** 通过该方法可以有效地用于花生和黄豆中26种金属元素含量的测定。

**关键词:** 微波消解; 电感耦合等离子体质谱法; 花生; 黄豆; 26种元素。

## Microwave anti-solution-direct coupling plasma snogoscope method of 26 elements in peanuts and soybeans

WANG Song\*, MENG Jing

(Mentougou District Center for Disease Control and Prevention, Beijing 102300, China)

**ABSTRACT: Objective** Collect peanuts and soybeans in Beijing through various channels, determine the content of 26 metal elements among them. **Methods** The sample is pre-processed by using a microwave to eliminate the sample, the content of 26 metal elements was determined by inductive coupling plasma body constituent. **Results** The detection limit and linear range of 26 elements can meet the detection requirements, the correlation coefficients are above 0.9980 or more, relative standard deviation (RSD) in the range of 1.1% to 6.8%, the average recovery rate is within the range of 88.8% to 108.7%. In general the content of K, Ca, and Fe in soybeans far exceeds peanuts, Al in ordinary soybeans is significantly higher than organic soybeans, the Fe of red peanut peanuts is higher than white peanut peanuts. Pb, Cd, Cr with national standards of food safety have not exceeded the standard. **Conclusion** Through this method, it can be effectively used for the measurement of 26 metal elements in peanuts and soybeans.

**KEY WORDS:** microwave digestion; direct coupling and plasma body composition method; peanut; soy; 26 elements

## 0 引言

花生和黄豆是生活中常见的食物。由于工业化的污染和农药滥用等原因, 中国的花生和黄豆种植地区的土壤中金属含量在不断增加, 导致花生与黄豆中金属元素的含量也在不断增加。本次我们对北京市内销售的花生和黄豆中的金属元素含量进行检测并建立检测方法。采用微波消解法进行样品前处理, 用电感耦合等离子体质谱法检测花生和黄豆中的26种金属元素的含量<sup>[1-2]</sup>。本研究通过检测和分析花生和黄豆中的多种金属元素含量, 为后期相关国家标准限值的制定提供科学的数据支持, 以减少食品中重金属污染物对人体健康的潜在威胁, 同时营养元

素的检测数据可对合理膳食提供科学依据, 对保障广大市民的身体健康有着重要的研究意义。

## 1 材料与方法

### 1.1 样品

检测的样品为北京市内通过商超、粮油店、农副产品批发市场等多渠道采购的黄豆(40件)及花生(40件), 黄豆中普通黄豆31件有机黄豆9件, 花生中红皮花生23件白皮花生17件。

### 1.2 仪器与试剂

仪器: NexION350D电感耦合等离子体质谱仪(美国PerkinElmer公司); 纯水机(德国赛多利斯公司); MARS微

\*通信作者: 王松, 主管技师, 研究方向: 理化检验。E-mail: 724657406@qq.com

\*Corresponding author: WANG Song, Technician in Charge, Mentougou District Center for Disease Control and Prevention, Beijing 102300, China. E-mail: 724657406@qq.com

波消解仪(美国CEM公司);AM600刀式研磨仪(蚂蚁科技);SA2003电子天平(中国上海天平仪器厂)。

试剂:硝酸(默克公司,批号:20190531);26种元素标准溶液(INORGANIC VENTURES公司,浓度均为1000 mg/L);仪器调谐液(PerkinElmer公司,浓度为10 ng/L);混合内标溶液(Bi、Ge、In、Li、Sc、Tb、Y)(PerkinElmer公司,浓度为10 mg/L)。

### 1.3 方法

#### 1.3.1 配制试剂

配制试剂所用的玻璃器皿及移液管均用1:7硝酸浸泡24小时以上,并用纯水多次冲洗,配置标液所用水均为一级水。标准曲线用1%硝酸,通过所购买的标准溶液稀释所得,多元素标准溶液系列质量浓度见表1。混合内标溶液用1%硝酸稀释至50 ng/mL,元素选择的对应内标元素及其质量数见表2<sup>[3-4]</sup>。

表1 多元素标准溶液系列质量浓度

Table 1 Multi element standard solution series quality concentration

元素	单位	标准系列质量浓度						
		S1	S2	S3	S4	S5	S6	S7
Ca、Mg、K、Na、Fe	mg/L	0	0.50	1.00	5.00	10.0	30.0	50.0
Zn、Al、Mn、Li、B、Cu、Sr、Ba、Sn、Rb	ng/mL	0	5.00	10.0	50.0	100.0	300.0	500.0
Pb、Cd、Cr、Co、Ni、As、Se、Mo、Sb、V	ng/mL	0	0.50	1.00	5.00	10.0	50.0	100.0
Hg	ng/mL	0	0.10	0.50	1.00	1.50	3.00	—

表2 元素及其选用的内标元素

Table 2 Elements and their selected internal standard elements

元素	对应内标元素	元素	对应内标元素	元素	对应内标元素
<sup>7</sup> Li	<sup>45</sup> Sc	<sup>55</sup> Mn	<sup>45</sup> Sc	<sup>88</sup> Sr	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In
<sup>11</sup> B	<sup>45</sup> Sc	<sup>56</sup> Fe、 <sup>57</sup> Fe	<sup>45</sup> Sc	<sup>95</sup> Mo	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In
<sup>23</sup> Na	<sup>45</sup> Sc	<sup>59</sup> Co	<sup>45</sup> Sc	<sup>111</sup> Cd	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In
<sup>24</sup> Mg	<sup>45</sup> Sc	<sup>60</sup> Ni	<sup>45</sup> Sc	<sup>118</sup> Sn、 <sup>120</sup> Sn	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In
<sup>27</sup> Al	<sup>45</sup> Sc	<sup>63</sup> Cu	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In	<sup>121</sup> Sb、 <sup>123</sup> Sb	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In
<sup>39</sup> K	<sup>45</sup> Sc	<sup>66</sup> Zn	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In	<sup>137</sup> Ba	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In
<sup>43</sup> Ca、 <sup>44</sup> Ca	<sup>45</sup> Sc	<sup>75</sup> As	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In	<sup>202</sup> Hg	<sup>209</sup> Bi
<sup>51</sup> V	<sup>45</sup> Sc	<sup>77</sup> Se、 <sup>82</sup> Se	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In	<sup>208</sup> Pb	<sup>209</sup> Bi
<sup>53</sup> Cr	<sup>45</sup> Sc	<sup>83</sup> Rb	<sup>103</sup> Rh、 <sup>115</sup> In	—	—

#### 1.3.2 样品前处理

黄豆去除杂质后进行粉碎,过筛使其粒径达到0.85 mm以下(相当于20目以上),花生去除杂质后进行粉碎,过筛使其粒径达到1.7 mm以下(相当于12目以上),储于洁净的聚乙烯塑料瓶中,于2~8℃冰箱中保存备用。

精确称取0.4~0.6 g(精确至0.0001 g)于聚四氟乙烯内罐,加入6 mL硝酸,冷消化过夜,盖好内盖,旋紧外盖,放入微波消解仪内,进行消化。消解完全后,用纯水将消解液转移定容至25 mL,混匀备用,同时做2个试剂空白。消解程序见表3。

#### 1.3.3 方法及仪器工作条件

按照仪器厂家的标准操作步骤进行仪器起始化,质量校准,雾化器流量最佳化及进行仪器其他操作条件的测试,使灵敏度,氧化物和双电荷指标达到测定要求,检测采用KED模式,仪器条件见表4<sup>[5-6]</sup>。

表3 CEM微波消解仪消解程序

Table 3 CEM microwave digestion program

步骤	功率		升温时间 (min)	温度 (℃)	保持时间 (min)
	最大功率(W)	%			
1	1600	100	5	120	2
2	1600	100	5	160	10
3	1600	100	5	190	25

表4 NexION350D型电感耦合等离子体质谱仪操作条件

Table 4 Operating conditions for NexION350D inductively coupled plasma mass spectrometer

仪器参数	参考条件
射频功率	1500 W
等离子体气流量	15.00 L/min
载气流量	0.80 L/min
辅助气流量	0.40 L/min
重复次数	3
雾化器/雾化室	高盐雾化器/同心雾化器
采样锥/截取锥	镍锥
分析泵速	-25 r/s
雾化室温度	2℃

## 2 结果与分析

### 2.1 26种元素的方法定量限

取20份空白消化溶液,采用仪器最佳检测条件,相关系数均在0.9980以上线性较好,根据测定值标准偏差的10倍计算方法定量限,26种元素的方法定量限为(mg/kg):铅0.004、砷0.004、镉0.003、铬0.01、铝0.2、锰0.03、铜0.01、钡0.02、钒0.004、硒0.005、铋0.005、镍0.01、锡0.005、锂0.02、硼0.05、锌0.1、钾0.5、钠0.5、钙0.5、镁0.5、铁0.4、铈0.01、钼0.005、钴0.002、铷0.01、汞0.003。

### 2.2 精密度和回收率试验

选择实际样品,进行精密度和加标回收试验,称取0.2 g左右样品4份,一份不加标,另三份做低、中、高三个浓度加标,微波消解后定容到25 mL,分别测定7次,计算回收率和精密度。

经加标及回收率实验花生及黄豆样品中26种元素的相对标准偏差(RSD)在1.1%~6.8%范围内,精密度符合要求,平均回收率范围在88.8%~108.7%范围内,表明结果准确可靠<sup>[7]</sup>。

### 2.3 样品测定结果

通过相应的检测方法调整好仪器的最佳工作条件(即1.3.3所示),其中每个样品均平行测定两次,两次的均数为一个测定结果,见表5。

由表5可知,黄豆中铜、钾、钙、铁,以及铷的含量均明显高于花生;花生中镉、铬、钼,以及钠的含量均明显高于黄豆。

有机黄豆中铅、硒、锡,以及钠含量均高于普通黄豆,但镉、砷以及铝均低于普通黄豆。其余元素的含量在有机黄豆与普通黄豆中比较近似。值得注意的是,有机黄豆与普通黄豆中铝相差很大。

白皮花生中只有镉、锰、钡、硒、钙、铈、钼这七种元素的含量高于红皮花生,其余19种金属元素的含量均低于红皮花生,其中红皮花生中铁的含量超白皮花生较多<sup>[8]</sup>。

表 5 黄豆和花生中 26 种元素含量的平均值  
Table 5 The average content of 26 elements in soybeans and peanuts

金属元素	黄豆(mg/kg)			花生(mg/kg)		
	有机黄豆	普通黄豆	平均值(范围)	白皮花生	红皮花生	平均值(范围)
镉(Cd)	0.010	0.023	0.020(<0.003~0.074)	0.152	0.088	0.115(0.041~0.342)
铅(Pb)	0.119	0.037	0.055(<0.004~0.198)	0.066	0.093	0.082(<0.004~0.196)
汞(Hg)	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003	<0.003
砷(As)	0.012	0.031	0.027(<0.004~0.662)	0.023	0.035	0.030(0.010~0.067)
铬(Cr)	0.171	0.168	0.169(<0.01~0.584)	0.342	0.371	0.359(<0.01~0.639)
铝(Al)	4.34	13.8	11.7(1.03~9.72)	5.01	7.45	6.41(<0.2~9.52)
锰(Mn)	32.6	32.4	32.4(20.0~35.0)	34.6	29.3	31.6(14.5~35.0)
铜(Cu)	10.9	12.0	11.8(5.38~18.1)	7.48	7.83	7.68(2.89~12.4)
钡(Ba)	7.57	5.30	5.81(0.351~9.98)	5.40	4.05	4.62(0.138~9.77)
钒(V)	0.011	0.018	0.016(<0.004~0.056)	<0.004	0.014	0.008(<0.004~0.061)
硒(Se)	0.054	0.026	0.032(0.012~0.144)	0.047	0.040	0.043(0.008~0.104)
锑(Sb)	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005	<0.005
镍(Ni)	1.10	0.746	0.826(0.053~2.32)	0.971	1.10	1.05(0.108~3.00)
锡(Sn)	0.015	0.006	0.008(<0.005~0.124)	0.0071	0.0224	0.016(<0.005~0.127)
锂(Li)	0.090	0.062	0.068(<0.02~0.157)	0.063	0.096	0.081(<0.02~0.274)
硼(B)	33.9	35.1	34.8(26.0~39.5)	31.6	32.6	32.2(9.45~39.0)
锌(Zn)	24.2	25.8	25.4(17.1~49.2)	20.6	24.3	22.7(12.4~29.6)
钾(K)	24219	24748	24629(19507~26574)	7450	7668	7575(5889~7933)
钙(Ca)	2340	2295	2305(1094~2483)	838	791	811(459~991)
镁(Mg)	2774	2789	2786(1340~2975)	2832	2838	2835(1436~2988)
铁(Fe)	113	117	116(52.6~138)	19.0	32.9	27.0(5.53~80.6)
锶(Sr)	10.5	8.53	8.97(1.48~9.52)	6.12	5.82	5.95(1.37~7.68)
钼(Mo)	0.218	0.317	0.295(0.023~1.90)	1.15	1.01	1.07(0.063~1.98)
钴(Co)	0.218	0.168	0.179(0.075~0.344)	0.070	0.188	0.138(0.019~0.484)
钠(Na)	8.91	4.53	5.52(<0.5~39.4)	13.4	28.1	21.9(3.74~98.6)

### 3 讨论与结论

GB 2762—2022 食品安全国家标准中规定豆类及其制品中镉的含量不得超过 0.2 mg/kg, 铅元素的含量不得超过 0.2 mg/kg, 铬元素的含量不得超过 1.0 mg/kg; 花生中镉的含量不得超过 0.5 mg/kg。对于毒性重金属, 北京市地区花生与黄豆中铅、镉、铬元素均未超过国标规定的限值, 汞、砷元素的含量也很小。总体来看广大群众可以放心食用。

花生与黄豆中含有丰富的钾、钙、铁、镁元素, 钾元素可以调节体液的渗透压并参与人体代谢, 人体缺钾时会出现浮肿、易疲劳的现象; 钙元素是形成骨骼和牙齿的重要元素, 人体缺钾易导致骨质疏松; 铁元素可以组成血红蛋白, 人体缺铁时容易出现贫血和免疫力降低; 镁元素在抵抗神经紧张方面有显著功效, 人体缺镁时易导致神经过敏和抑郁。因此, 多食黄豆和花生, 可以提高人体免疫力, 增强体质。通过检测可知黄豆中钾、钙、铁元素的含量远远超过了花生, 多吃黄豆对人体中的营养元素有着更好的补充效果。花生中红皮花生中铁含量明显高于白皮花生, 多吃红皮花生比白皮花生有着更好的补铁效果。

铝并不是人体所必需的微量元素, 过量摄入铝可能会对神经系统产生不良影响, 导致认知障碍、智力下降、记忆力减退、焦虑、抑郁和神经系统失调等症状。普通黄豆中的铝含量明显高于有机黄豆, 所以在食用黄豆时优先考虑有机黄豆。

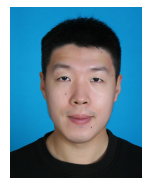
微波消解配合电感耦合等离子体质谱仪, 方法操作相对简单, 检测效率及准确度较高, 是研究测定花生及黄豆中 26 种金属元素的可靠方法<sup>[9-10]</sup>。

### 参考文献

[1] 王建国, 唐朝辉, 杨莎, 等. 钙在花生抗逆高产和减肥增效栽培中的应用[J]. 中国油料作物学报, 2020, 42(06): 951-955.

- [2] 张馨月. 不同产地葡萄干中金属元素含量的对比分析[J]. 科技界, 2015, 5(19): 212-213.
- [3] 刘泽静, 张晓瑜, 王颖, 等. 山东省花生中 22 种元素含量监测分析[J]. 现代预防医学, 2021, 48(08): 1387-1390.
- [4] 李学洋, 杨雪, 李晶, 等. ICP-MS 检测纺织材料中 17 种可迁移元素含量[J]. 印染, 2019, 45(09): 50-55.
- [5] 王松, 毕容, 褚添, 等. 微波消解-石墨炉原子吸收法对多种进口婴幼儿米粉中铅、镉的测定分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2022, 32(04): 415-417.
- [6] 王晓, 高洁, 邵丽. ICP-MS 法同时测定花生中 6 种重金属含量及健康风险评估[J]. 食品安全导刊, 2022, (25): 104-108.
- [7] 韩贵芝, 张正升, 毛琦琦, 等. 黑花生中的矿物质元素的测定与分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2019, 29(08): 917-920.
- [8] 王松. 原子吸收及等离子体发射光谱法对多种葡萄中 11 种金属元素的对比分析[J]. 中国卫生检验杂志, 2021, 31(01): 35-3.
- [9] 中华人民共和国国家卫生健康委员会, 国家市场监督管理总局. 食品安全国家标准食品中污染物限量: GB 2762—2022[S]. 北京: 中国标准出版社, 2022.
- [10] 潘泉君, 刘娜. ICP-MS 法测定贝贝南瓜中 26 种元素[J]. 质量与安全与检验检测, 2024, 34(03): 18-21.

### 作者简介



王松, 主管技师, 研究方向: 理化检验。