

氢化物发生原子吸收法测定奶粉及饲料中汞的含量

AAS-034

摘要：参考 GB/T 5009.17-2003 和 GB/T 13081-2006，采用湿法消解，氢化物发生原子吸收法测定了奶粉及饲料中的汞的含量，结果表明，在 0 ~ 10 μg/L 范围内线性关系良好，相关系数 $r=0.9995$ ，方法检出限为 0.06 μg/L，加标回收率在 95% ~ 105.0% 之间，该方法可满足奶粉及饲料中微量汞元素的测定。

关键词：奶粉饲料原子吸收氢化物发生

汞主要危害人的神经系统，可使脑部受损，造成“汞中毒脑症”引起的四肢麻木、运动失调、听力困难等症状，重者心力衰竭而死亡。中毒较重者可以出现口腔病变、恶心、呕吐、腹痛、腹泻等症状，也可对皮肤黏膜及泌尿、生殖等系统造成损害。

汞可能通过水或者饲料污染到原料乳，使用这些原料乳生产的奶粉就可能出现汞异常。在国家标准 GB2762-2005《食品中污染物的限量》中，鲜乳的总汞限量为 0.01 mg/Kg。在本文中，参照 GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》，采用湿法消解，氢化物发生原子吸收法对市场上某奶粉样品进行测定。考虑到饲料有可能是奶粉中汞的来源，又同时根据 GB/T 13081-2006《饲料中汞的测定》，对某鱼粉饲料进行测定。结果稳定，回收率良好。

实验部分

1.1 仪器

岛津 AA-7000 原子吸收分光光度计
氢化物发生器 HVG-1 (岛津)

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃制品 (30% 硝酸浸泡 24 小时)；实验所用酸均为优级纯试剂，实验用水为超纯去离子水。

1.3 样品的前处理

取 1.0 g 样品，加入硝酸 25 mL，高氯酸 4 mL，混匀，在电热板上以 50℃ 低温预消解 3 小时，再在 180℃ 下消解，至黄烟冒尽，大概 6 小时。此时消解液剩下 3 mL 左右，用纯水定容至 10 mL。

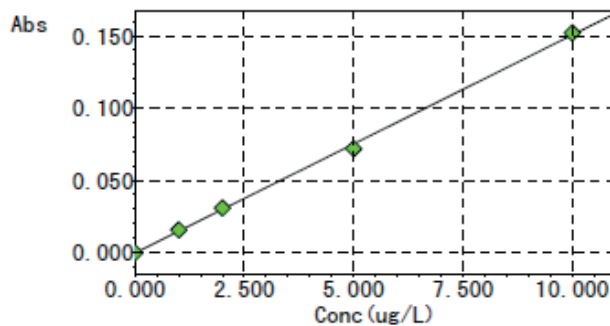
结果与讨论

2.1 仪器工作参数

波长 253.7 nm，狭缝宽 0.7 nm，点灯方式 BGC-D₂，灯电流 10 mA

2.2 标准曲线

配制 Hg 标准溶液 0 μg/L, 1 μg/L, 2 μg/L, 5 μg/L, 10 μg/L，并分别加入高氯酸，以 30% 的比例进行基体匹配。依次进样后得到图 1，元素汞的工作曲线。



$$\text{Abs} = 0.015103\text{Conc} - 0.00041104$$

$$r = 0.9995$$

图 2 汞元素标准曲线

在 0.00 ~ 10.00 μg/L 的浓度范围内，汞的浓度与吸光度有着良好的线性关系，相关系数为 $r=0.9995$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率求得汞的方法检出限分别为：0.06 μg/L。

2.2 样品测定结果

分别称取奶粉和鱼粉样品各 2 份，消解定容后，分别测定试样中的汞含量，其结果见表 1。

表 1 奶粉及鱼粉样品中汞元素的分析结果

样品名称	称样量 (g)	测定结果 (μg/L)	样品含量 (mg/Kg)	RSD (%)
奶粉 1	1.003	0.24	0.0024	2.05
奶粉 2	1.001	0.24	0.0024	1.12
鱼粉 1	1.012	2.01	0.0199	0.23
鱼粉 2	1.032	2.06	0.0200	2.29

2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，对奶粉样品，进行了加标回收率实验，其结果见表 2。

表 2 奶粉样品的回收率

样品名称	加标前 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
奶粉 1	0.24	2.0	2.34	105.0
奶粉 2	0.24	2.0	2.23	99.5

■ 结论

本文参考 GB/T 5009.17-2003 和 GB/T 13081-2006，采用湿法消解，氢化物发生原子吸收法测定了奶粉及饲料中的汞的含量。该方法操作简便，检测限低，回收率好，可满足奶粉及饲料中有害元素汞的检测。