

浓缩果汁中砷和汞含量测定

AAS-055

摘要：本文参考 SN/T 2803-2011《进出口果蔬汁（浆）检验规程》、AOAC 986.15《食品中砷、镉、铅、硒、锌》检测方法和 GB/T 5009.17-2003《食品中总汞及有机汞的测定》，样品经湿法处理后，采用氢化物原子吸收法测定浓缩果汁中砷和汞含量。实验结果表明，砷的回收率为 100.9%，线性相关系数达到 0.9995；汞的回收率为 90.6%，线性相关系数达到 0.9991，该方法操作简便，结果精确度高，满足快速检测需求。

关键词：浓缩果汁 氢化物发生器 砷 汞

砷和汞是环境中一种生物毒性极强的重金属污染物，一般动植物中都含有微量的砷和汞，因此我们的食物中，都有微量的砷和汞的存在，伴随着工农业的发展，农药、除草剂及杀虫剂的广泛使用都是潜在的危害源。我国是浓缩果汁出口大国，主要出口美国及欧洲等地，近年来频发的食品安全事故已经给我国出口贸易造成一定的经济损失和信誉危机。我国 GB 19297-2003

《果、蔬汁饮料卫生标准》要求总砷含量不超过 0.2 mg/L，欧洲果蔬汁饮料工业协会要求苹果汁中砷含量不超过 0.1 mg/Kg，苹果汁中汞含量不超过 0.01 mg/Kg。

本文参考 AOAC 986.15《食品中砷、镉、铅、硒、锌》和 GB/T 5009.17-2003《食品中总汞及有机汞的测定》检测方法对浓缩果汁中砷和汞含量进行测定。

实验部分

1.1 仪器配置

AA-7000（岛津）

氢化物发生器 HVG-1

1.2 试剂

实验中所用水为纯净水；

实验器皿于硝酸溶液浸泡 24 小时；

砷、汞标准储备液：1000 μg/mL；

砷、汞标准使用液：100 ng/mL。

1.3 仪器参数

分析测试参数见表 1。

1.4 样品前处理

将样品摇匀处理后，准确称量 1.0 g 样品至 100 mL 玻璃烧杯中，加入 15 mL 浓硝酸，3 mL 高氯酸，在电热板上缓慢加热。加热时保持液体不沸腾，温度不超过 160℃，中间补加 10 mL 浓硝酸，当烧瓶中液体样品蒸至还剩 3 mL 左右时，取下冷却至室温。样品处理好之后，转移至 10 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(1+99)定容至标线，摇匀，待测。同样方法制备样品空白溶液。

为保证基体匹配，标准序列中高氯酸浓度为 30%。

表 1 实验条件参数

元素	波长 (nm)	灯电流 (mA)	测试方法	扣背景方式
As	193.7	12	氢化物原子吸收	BGC-D ₂
Hg	253.7	10	氢化物原子吸收	BGC-D ₂

元素	火焰类型	乙炔流量 (L/min)	空气流量 (L/min)
As	空气-乙炔	2.0	15.0
Hg	无火焰	--	--

实验结果

2.1 线性方程和检出限

调整氢化物发生器转速及进样管压力待流量稳定后进样。

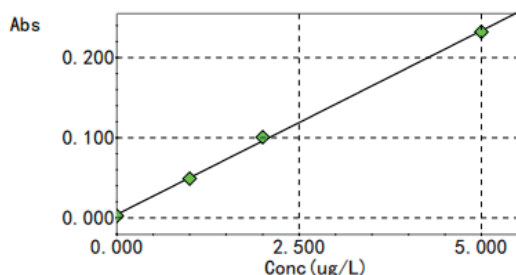


图1 砷元素测定线性方程

由以上工作曲线线性方程得到： $Abs=0.045864Conc+0.0042214$ ，相关系数 $r=0.9995$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定10次，根据3倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，砷的检出限为 $0.11 \mu\text{g/L}$ 。

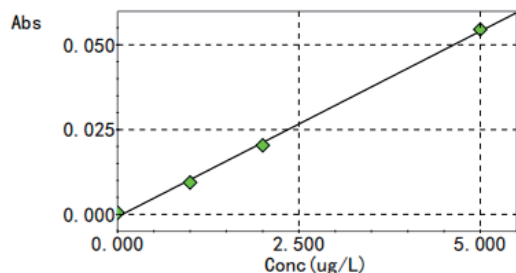


图2 汞元素测定线性方程

由以上工作曲线线性方程得到： $Abs=0.010936Conc+0.00067143$ ，相关系数 $r=0.9991$ 。按照实验方法，对空白溶液重复测定10次，根据3倍的标准偏差除以曲线斜率求得检出限，汞的检出限为 $0.08 \mu\text{g/L}$ 。

2.2 样品测定结果

表2 果汁分析结果

项目	As		Hg	
	As-1	As-2	Hg-1	Hg-2
测定值 (µg/L)	0.798	0.757	0.208	0.193
称样量 (g)	0.9884	0.9948	0.9991	0.9979
定容体积 (mL)	10	10	10	10
稀释倍数	5	5	1	1
样品含量 (mg/Kg)	0.040	0.038	0.0021	0.0019

表3 加标回收实验

样品	加标前 (µg/L)	加标量 (µg/L)	加标后 (µg/L)	回收率 (%)
As-2	0.757	1.00	1.772	100.9
Hg-1	0.208	1.00	1.094	90.6

结论

本文采用氢化物原子吸收法对浓缩果汁中砷和汞含量进行测定。该方法具有简单易行、测定结果的精确度和精密度高等特点，完全能满足浓缩果汁中的砷和汞元素分析要求。