

HVG-ICP-AES 测定大米中的砷和汞含量

ICP-054

摘要: 本文参考 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准, 采用微波消解氢化物 ICP-AES 法测定了 GBW10010 大米标准样品中的砷和汞含量。实验结果表明, 砷和汞元素线性关系及重现性良好, 该方法测定快速、定量准确, 测定结果与标准值吻合, 砷和汞元素方法检出限为 0.01 ~ 0.006 mg/kg, 完全可以满足大批量大米中砷和汞元素限量值的测定要求。

关键词: 食品安全 粮食 大米 砷 汞 氢化物法

由于农业生态环境不断被污染, 砷、汞等元素进入大米等农作物中, 长期食用含砷和汞的大米对人体将造成很大的危害。砷会对人体器官产生影响, 造成肝功能异常; 汞对人的神经系统、肾、肝脏都会有严重破坏。本文参考 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标

准(2013年6月1日实施, 大米中的汞的限量要求为 0.02 mg/kg, 砷的限量要求 0.5 mg/kg), 采用微波消解 HVG-ICP-AES 法测定了 GBW10010 大米标准样品中的砷和汞含量, 建立了 HVG-ICP-AES 快速测定大米中砷和汞含量的分析方法。

实验部分

1.1 仪器

岛津 ICPE-9000 全谱发射光谱仪 氢化物发生器 (HVG-1)

1.2 实验器皿及试剂

实验所用器皿均为玻璃材料, 用硝酸溶液 (1+1) 浸泡 24 小时后, 用去离子水冲洗, 干燥备用; 实验所用 HNO₃ 为优级纯试剂, 实验用水为超纯去离子水。

HVG 装置所用还原剂: 称取 2.5 g 氢氧化钠和 2.0 g 硼氢化钠, 用超纯水定容至 500 mL; 移取 208 mL 盐酸溶液, 用超纯水定容至 500 mL, 配制成 5 M HCl 溶液。

1.3 样品的前处理

准确称取 1.00 g (精确至 0.1 mg) GBW10010 大米标准样品置于聚四氟乙烯消解罐内, 缓慢加入 8 mL 硝酸, 待剧烈反应完成后, 静置 1 小时, 置于微波消解炉内进行消解。消解完成后, 待消解罐冷却至室温, 转移至聚四氟乙烯烧杯中, 电热板上进行赶酸至近干, 在开始冒白烟后再继续加热 2 min 左右, 停止加热。将溶液转移至 25 mL 容量瓶, 加入 2.5 mL 50 g/L 硫脲溶液, 用 10% 的盐酸定容, 静置 15 分钟后测定。同法制备样品空白溶液。

结果与讨论

2.1 仪器参数

仪器工作条件见表 1。

表 1 仪器工作条件

| 观测方向 | 雾化器类型 | 矩管类型 | 雾化室 | 等离子气流速 (L/min) | 辅助气流速 (L/min) | 载气流速 (L/min) | 高频频率 (MHz) | 高频功率 (kW) |
|------|-------|------|-----|----------------|---------------|--------------|------------|-----------|
| 轴向 | 同心 | Mini | 旋流 | 10 | 0.6 | 0.7 | 27.12 | 1.2 |

*曝光时间: 30s

2.2 标准曲线

配制砷和汞混合标准溶液，加入 10 mL 50 g/L 硫脲溶液，用 10% 的盐酸定容至 100 mL。静置 15 min 后依次进样，标准溶液浓度见表 2，标准曲线见图 1 和图 2。

表 2 元素标准曲线浓度

| 元素 | 标准曲线浓度(μg/L) | | | |
|----|--------------|------|------|------|
| As | 0.00 | 2.00 | 5.00 | 20.0 |
| Hg | 0.00 | 0.50 | 1.00 | 10.0 |

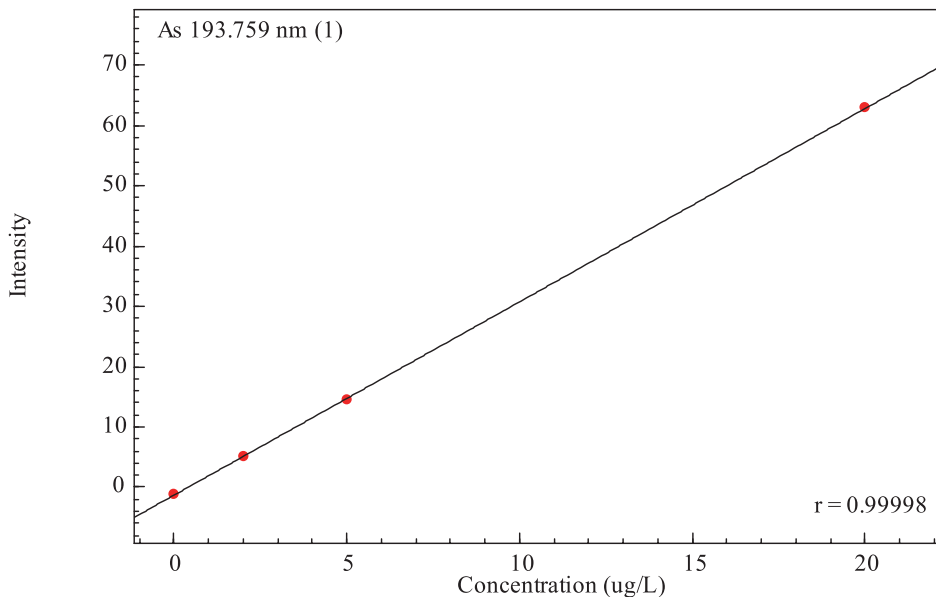


图 1 砷元素的标准曲线

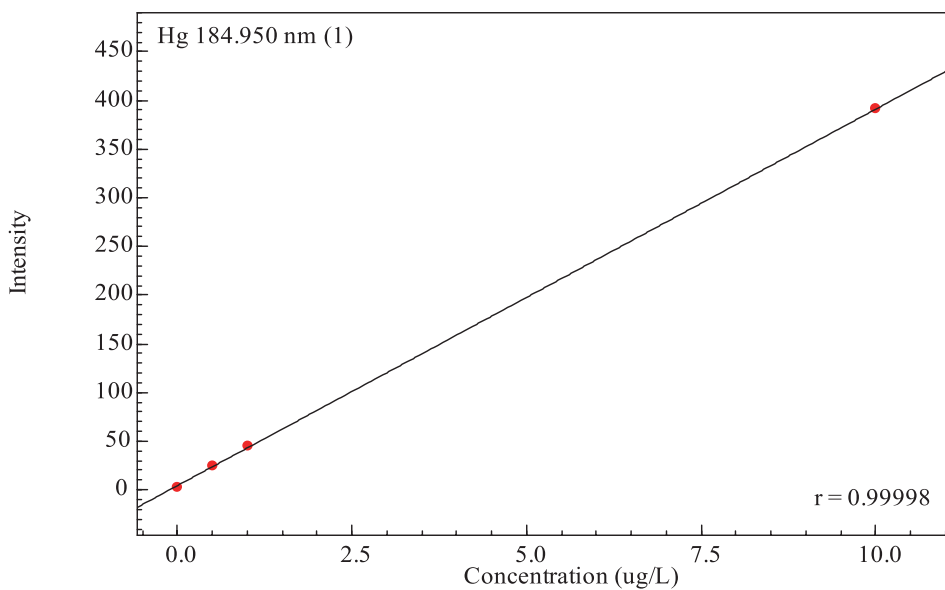


图 2 汞元素的标准曲线

标准曲线浓度范围内，砷和汞元素的标准曲线相关系数 $r > 0.9999$ 。

2.4 谱线轮廓图

砷元素谱线轮廓图，请见图 2。

As 193.759 Best

条件1

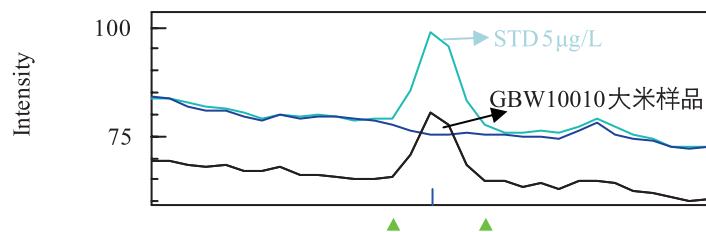


图 2 砷元素的谱峰轮廓

Hg 184.950 Best

条件1

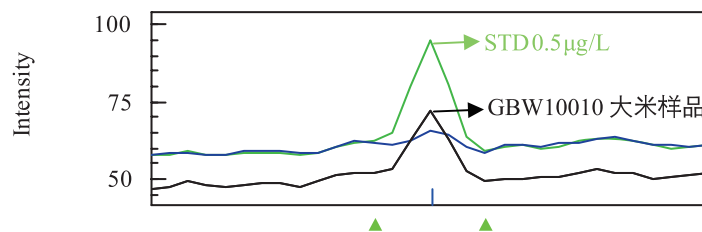


图 2 汞元素的谱峰轮廓

2.5 方法检出限

按照实验方法，对空白溶液重复测定 10 次，取 3 倍强度的标准偏差除以曲线斜率求得砷和汞元素在溶液中的检出限；根据样品的称样量及定容体积，求得该方法的检出限，见表 3。

表 3 砷和汞元素的检出限

| 元素 | 溶液检出限($\mu\text{g/L}$) | 方法检出限(mg/kg) |
|----|--------------------------|-------------------------|
| As | 0.49 | 0.01 |
| Hg | 0.03 | 0.0006 |

实验结果表明，该方法检出限完全可以满足 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准（2013 年 6 月 1 日实施）对大米中砷 0.5 mg/kg 和汞 0.02 mg/kg 的限量要求。

2.6 测定结果

测定 GBW10010 大米标准物质，其结果见表 4。

表 4 GBW10010 大米测定砷和汞的含量结果

| 测定元素 | 称量质量 (g) | 定容体积 (mL) | 测定结果 ($\mu\text{g/L}$) | 样品含量 (mg/kg) | GBW10010大米标准值 (mg/kg) | RSD (%) |
|------|----------|-----------|--------------------------|-------------------------|----------------------------------|---------|
| As | 1.2047 | 25 | 4.64 | 96.20 | 102 \pm 8 | 2.62 |
| Hg | 1.2013 | 25 | 0.267 | 0.0055 | 0.0053 \pm 0.0005 | 5.66 |

■ 结论

本文参考 GB 2762-2012《食品中污染物限量》标准，采用微波消解氢化物 ICP-AES 法测定了 GBW10010 大米标准样品中的砷和汞含量。实验结果表明，砷和汞元素线性关系及重现性良好，该方法测定快速、定量准确，测定结果与标准值吻合，砷和汞元素方法检出限为 0.01 ~ 0.006 mg/kg，完全可以满足大批量大米中砷和汞元素限量值的测定要求。