

# 双道原子荧光光度计检测食品中汞元素的方法研究

关尔渤\*, 肖 驰

(哈尔滨市食品药品检验检测中心, 哈尔滨 150025)

**摘要:** **目的** 对食品中汞元素的含量进行测定。**方法** 分别采用两种不同的前处理方法提取食品中的汞, 采用 AFS-8330 双道原子荧光光度计进行比较。**结果** 线性回归方程为  $Y=154.4X+15.76$ ,  $R^2=0.9994$ 。本方法的检出限为 0.015 ng/mL, 在 1.0、4.0、8.0 ng/mL 三个加标水平下, 采用改良之前的方法做加标回收率实验, 平均回收率为 85%, 相对标准偏差为 0.6%~1.6%, 采用改良之后的方法做加标回收率实验, 平均回收率为 94%, 相对标准偏差为 0.9%~1.3%。**结论** 改进后的前处理方法提取样品时, 精密度高、准确度高, 能满足食品中汞元素的定性定量分析。

**关键词:** 原子荧光; 汞; 检测

## Study on analytical method by dual-channel atomic fluorescence spectrometer for mercury detection in food

GUAN Er-Bo\*, XIAO Chi

(Harbin Food and Drug Administration, Harbin 150025, China)

**ABSTRACT: Objective** To establish a method for determination of mercury in food. **Methods** According to GB/T 5009.17-2003 standard method, mercury in food was determined by AFS-8330 dual-channel atomic fluorescence spectrometer with two pretreatment methods. **Results** The detection limit of mercury was 0.015 ng/mL. The average recoveries was 85% at three spiked level of 1.0, 4.0, 8.0 ng/mL using national standard method, and RSD was 0.6%~1.6%. While the average recoveries was 94% using improvement treatment with RSD of 0.9%~1.3%. **Conclusion** The improved method has high precision, good accuracy, and it could fully meet the qualitative and quantitative analysis of mercury in food.

**KEY WORDS:** atomic fluorescence spectrometer; mercury; detection

## 1 引言

汞(Hg)俗称水银, 是一种在自然界分布极为广泛、毒性较强的重金属元素。汞以各种化学形态排入环境中, 污染空气、水质和土壤, 从而导致对食品的

污染, 直接影响人们的饮食安全。长期食用被汞污染的食品, 可引起慢性汞中毒症状<sup>[1]</sup>。

国内外针对水产品中总汞、甲基汞的污染检测研究较多, 而对其他食品中重金属汞的污染检测研究相对较少<sup>[2]</sup>。由于各种食品中的成分比较复杂, 传统

\*通讯作者: 关尔渤, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。E-mail: geb1980@sina.com

\*Corresponding author: GUAN Er-Bo, Engineer, Harbin Food And Drug Administration, No.5, Zhujiang Road, Xiangfang District, Haerbin 150036, China, E-mail: geb1980@sina.com

的前处理方法不但复杂、费时,而且经常不能一次处理完毕,需要进行多次处理才能达到理想效果,已经不能很好地应用于如今快节奏的安全检测。所以本实验将前处理方法改进,利用现在比较先进的微波消解技术进行样品前处理。通过多次实验比较前处理效果,并用原子荧光光度计对食品中汞含量进行测定,以期提供食品中汞含量检测的便捷方法。

## 2 仪器与方法

### 2.1 仪器与试剂

AFS-8330 双道原子荧光光度计(上海吉天)。

试验样品:菠菜(自己种植)

主要的试剂:30%过氧化氢、水(纯净水)、盐酸羟胺、99%硫酸(优级纯)、硝酸(优级纯)。

标准储备液:精密量取汞元素标准溶液(1000  $\mu\text{g/mL}$ )1 mL 置 100 mL 量瓶中加入硫酸 1 mL,用水定容至刻度。再精密量取上述溶液 1 mL 置 100 mL 量瓶中加入硫酸 1 mL,用水定容至刻度,作为标准贮备液。

标准工作液:分别精密吸取标准储备液 2、4、6、8、10 mL,置 100 mL 量瓶中加入盐酸羟胺溶液(取盐酸羟胺 5.0 g 加水溶解并稀释至 100 mL)1 mL,并用 10%的硝酸溶液定容至刻度<sup>[3]</sup>。

### 2.2 仪器条件

光电倍增管电压:240 V;汞空心阴极灯电流:30 mA;原子化器:温度 300  $^{\circ}\text{C}$ ;高度 8.0 mm;氩气流速:载气 500 mL/min,屏蔽气 1000 mL/min;测量方式:标准曲线法;读数方式:峰面积;读数延迟时间:1.0 s;硼氢化钠溶液加液时间:8.0 s;标液或样液加入体积:2 mL<sup>[4]</sup>。

### 2.3 样品的前处理

#### 2.3.1 参考国标 GB/T 5009.17-2003 采用浸提法处理样品

称取待测样品 0.5000 g 置于 50 mL 具塞比色管中,加入硝酸 5.0 mL,放置过夜,加过氧化氢 2.0 mL,混匀。于沸水浴中加热至样品无色透明,取出,加入盐酸羟胺溶液 1.0 mL,放置 20.0 min,加水定容至刻度混匀,备测<sup>[5]</sup>。

#### 2.3.2 对样品前处理的改进

上述 2.3.1 中在样品处理的过程中经常会出现样品处理不完全的现象。如一次处理无法将样品的残渣

完全消解掉,需要反复的进行重复处理步骤;处理完毕后无法使样液完全透明化,经常出现样品微黄或微红的现象,比较繁琐费时,所以对 2.3.1 的前处理方法进行改进。经过不断的尝试改良得出如下处理效果好、时间短的方法。

称取待测样品 0.5000 g 置于聚四氟乙烯消解罐中,加入硝酸 5.0 mL,过氧化氢 2.0 mL,拧上罐盖,将消解罐放入微波消解仪中进行消解<sup>[6]</sup>。消解完全后,将消解罐置电热板上进行赶酸处理,至红棕色蒸汽挥尽,液体近干,然后根据样品的浓度用 10%的硝酸溶液定量转移,加入盐酸羟胺溶液 1.0 mL,并用 10%的硝酸溶液定容,备测。

## 3 结果与分析

### 3.1 标准曲线的测定

取 1、5、10、50、100、500、1000 ng/mL 的系列标准溶液进行测定,以荧光值为纵坐标  $Y$ ,对应的浓度为横坐标  $X$ ,绘制标准曲线。线性回归方程为  $Y=154.4X+15.76$ ,  $R^2=0.9994$ 。

### 3.2 检出限的测定

连续测定 11 次的汞样品空白,计算标准偏差,然后按  $3\times$ 标准偏差/斜率得到方法检出限为:0.015 ng/mL。

### 3.3 回收率实验

#### 3.3.1 用改良之前的方法做回收率实验

连续 3 次向 3 份样品中分别加入 1.0、4.0、8.0 mL 浓度为 1.0 ng/mL 的汞标样,按照 2.3.1 操作步骤作加标回收率实验。添加水平为 1.0 ng/mL 时回收率为 79%~82%,RSD%为 1.6%。添加水平为 4.0 ng/mL 时回收率为 84%~86%,RSD%为 1.0%。添加水平为 8.0 ng/mL 时回收率结果分别为 88%~89%,RSD%为 0.6%。方法的平均回收率为 85%。

#### 3.3.2 用改良之后的方法做回收率实验

连续 3 次向 3 份样品中分别加入 1.0、4.0、8.0 mL 浓度为 1.0 ng/mL 的汞标样,按照 2.3.2 操作步骤作加标回收率实验。添加水平为 1.0 ng/mL 时回收率为 90%~92%,RSD%为 0.9%。加标浓度为 4.0 ng/mL 时回收率为 93%~95%,RSD%为 0.9%。加标浓度为 8.0 ng/mL 时回收率为 97%~100%,RSD%为 1.3%。平均回收率为 94%。

表1 改进前的样品处理方法加样回收率  
Table 1 Recoveries of samples before improvement treatment

测定元素	加入体积(mL)	回收率%	RSD%	平均回收率%
汞	1.0	79~82	1.6	85
	4.0	84~86	1.0	
	8.0	88~89	0.6	

表2 改进后的样品处理方法加样回收率  
Table 2 Recoveries of samples after improvement treatment

测定元素	加入体积 mL	回收率%	RSD%	平均回收率%
汞	1.0	90~92	0.9	94
	4.0	93~95	0.9	
	8.0	97~100	1.3	

### 3.3.3 检测样品的结果

在对菠菜样品的检测中通过加样回收率的验证未检测出汞元素。

## 4 结论

本实验确定了用原子荧光光度计对食品中汞元素检测的方法。方法检出限为 0.015 ng/mL, 平均回收率为 94%。

传统的样品处理过程会出现样品处理不完全的现象。如一次处理无法将样品的残渣完全消解, 需要进行重复处理; 处理完毕后无法使样液完全透明化, 经常出现样品微黄或微红的现象, 比较繁琐费时。本文所采用的前处理方法处理效果好、耗时短。在对2种不同前处理方法的验证结果中可以看出, 通过用改良前的方法做出的回收率结果偏低, 而改进后的前处理方法的回收率取得了显著的试验效果, 使回收率的测定结果有着明显的提高。提高了9%。

## 参考文献

- [1] 食品卫生理化检验标准手册[M]. 北京: 中国标准出版社, 1997.  
Food hygiene physical and chemical inspection standards manual [M]. Beijing: China standard publishing house, 1997.
- [2] Di Donna L, Maiuolo L, Mazzotti F. Assay of Sudan I contamination of food stuff by atmospheric pressure chemical ionization tandem mass spectrometry and isotope dilution [J]. Anal Chem, 2004, 76 (17): 5104-5108.
- [3] 余红. 原子荧光光谱法测定皮革中砷和汞的条件优化[J]. 西部皮革, 2012, (16): 43-45, 50.  
Yu H. Atomic fluorescence spectrometry determination of arsenic and mercury in leather conditions optimization [J]. J West Leather, 2012(16):43-45, 50.
- [4] GB/T 5009.17-2003 食品中总汞及有机汞的测定[S].  
GB/T 5009.17-2003 determination of total mercury and organic mercury in food [S].
- [5] Luo Y, Zhang B, Chen M, *et al.* Rapid and simultaneous determination of essential minerals and trace elements in human milk by improved flame atomic absorption spectroscopy (faas) with microwave digestion [J]. Anal Bioanal Chem, 2010, 58(17): 9396-9400.
- [6] 葛钰玮, 索金玲, 王成, 等. 微波消解-氢化物发生原子荧光光谱法测定进口铜铈中砷和汞[J]. 冶金分析, 2011, 31(5): 67-70.  
Ge YW, Suo JL, Wang C, *et al.* Microwave a hydride generation atomic fluorescence spectrometry determination of arsenic and mercury in imported copper matte [J]. Metall Anal, 2011, 31(5): 67-70.

(责任编辑: 赵静)

## 作者简介



关尔渤, 工程师, 主要研究方向为食品安全检测。

E-mail: geb1980@sina.com