

微波消解-原子荧光光谱法测定保健品中的砷和汞

孟兆芳 范朝晖 张 玺

(天津市农科院中心实验室 天津 300192)

摘 要 本文建立微波消解样品,氢化物发生-荧光光谱法测定保健品中砷和汞的方法,在试验条件下,测定样品的回收率分别为 88%,110%,RSD < 5%,本方法具有操作简单、快速、干扰少、灵敏度重复性好的优点。

关键词 微波消解 原子荧光光谱法 砷 汞

环境污染造成植物中砷和汞等有害元素的增加,一些植物类保健食品中有害元素超过国家规定的限量标准,因此建立科学系统的监测方法来保障保健食品的安全非常重要。目前我国的化学分析界已逐渐重视对食品中砷和汞及其它有毒有害物质的检测方法研究,并已取得一些令人振奋的成果。化学分析过程中的样品前处理时间约占整个分析时间的2/3,而由它引入的试验误差却是结果误差的1/3,众所周知砷和汞具有挥发性,因此样品前处理过程中保证挥发元素不因样品处理过程而损失是非常重要的前提,是分析工作成功的关键。微波消解样品正是通过控制消解温度和时间等手段来保证所测元素的回收率,得到可靠的测定结果。

1 试验部分

1.1 仪器和试验材料

AFS-930型双道氢化物发生荧光光度计(北京吉大小天鹅仪器公司);MARS-5微波消解仪(美国CEM公司)。

1.2 试剂及标样

大麦苗粉、荞麦苗粉(河北邯郸三枝保健品公司);硝酸;双氧水;砷标准储备液(0.5 μg/mL)国家标准物质研究中心;汞标准储备液(0.01 μg/mL)国家标准物质研究中心;5%硫脲抗坏血酸溶液;0.2%氢氧化钾;1%硼氢化钾;5%硝酸溶液;杨树叶标样标准号为GBW07604。除另有说明外,试验所用的试剂均为优级纯,所用水为去离子水。

1.3 微波消解条件确立

1.3.1 微波消解的原理 微波具有波动性、高频性、热特性和非热特性4大基本特征,其与物质的相互作用和一般的电磁波有共同之处,微波对物质具有很强的穿透力,对被照射物质具有深层加热作用,物质整体被加热,无温度梯度加热^[2]。微波加热又不像普通

热源那样以传导、热辐射方式由外向里进行而是通过偶极子旋转和离子传导两种方式内外同时快速加热,可在短时间内对含极性分子的物质提供大量热能,对于离解物质,在微波场的作用下,离子定向流动形成离子电流,并在流动中与周围的分子和离子发生碰撞和摩擦从而转化为热能,由于此种热量来自样品内部,本身不需要传热媒体,不靠对流,样品温度便可快速上升,从而可以全面、快速、均匀地加热样品,样品因微波的作用表面层不断地搅动破裂,不断产生新鲜表面与酸反应,促使样品迅速溶解。

1.3.2 样品消解条件 对微波消解效果影响最大的是微波的强度,其次是消解时间,此外还有酸的种类、比例及固液比的影响等,试验中我们尽量选择最佳消解条件进行样品消解(见表1)。

表1 样品微波消解条件

	样品量/g	消解剂/mL	功率/w	时间/min	消解效果
大麦苗粉	0.5	3	800~1200	18	澄清
	1.0	6	800~1200	25	
荞麦苗粉	0.5	3	800~1200	18	澄清
	1.0	6	800~1200	25	
杨树叶 (GBW07604)	0.5	3	800~1200	18	澄清
	1.0	6	800~1200	25	

* 消解剂为 HNO₃ + H₂O₂ (2 + 1)

我们常选用硝酸和双氧水作为消解用氧化剂,常用比例为2+1。样品用量和消解氧化剂之间的比例对消解效果影响也很大,消解氧化剂少,则样品与其不能有效的接触,消解时间长或消解不完全,消解氧化剂过多,则空白值增高,并且待测液酸度过高,不能满足仪器分析之需要。所以应选择适当的固液比,一般为6~10之间较佳。

2 测定结果

2.1 测定条件

原子荧光光谱测定条件(见表2)。

表 2 原子荧光光谱法测定砷和汞的仪器条件

元素	负高压 (V)	灯电流 (mA)	原子化器高度 (mm)	载气流量 (mL/min)	屏蔽气流量 (mL/min)
As	270	60	8	400	800
Hg	240	30	10	400	800

2.2 标准曲线绘制

分别应用砷 (0.5 μg/mL) 和汞 (0.01 μg/mL) 的标准储备液配制砷和汞的标准系列为 1.0、2.0、4.0、8.0、10.0 (μg/L); 0.1、0.2、0.4、0.8、1.0 (μg/L)。测定砷标准溶液和样品处理液均加入 5% 的硫脲抗坏血酸混合还原剂, 还原剂的终浓度为 1%, 样品和标准系列的测定酸度 5% 最为适宜。植物样品中砷、汞测定结果 (见表 3)。

表 3 植物样品砷、汞测定结果 (n=3) (mg/kg)

样品	元素	平均值	加标量	测定值	回收率 (%)	RSD (%)
大麦苗粉	As	0.23	0.5	0.69	92	2.2
	Hg	0.028	0.05	0.083	110	1.3
荞麦苗粉	As	0.26	0.5	0.73	94	1.8
	Hg	0.032	0.05	0.078	92	3.7
杨树叶 GBW07604	As	0.39	0.5	0.86	94	2.7
	Hg	0.024	0.05	0.068	88	1.5

注: 杨树叶 GBW07604 的标准值为 As = (0.31-0.43) mg/kg; Hg = (0.023-0.029) mg/kg。

3 小结

本试验采用微波消解样品, 结果表明微波消解具有试剂用消解完全, 待测元素损失少、空白值低, 因此具有较好的准确性和平行性, 并具有较高的工作效率。是值得大力推广的样品前处理方法。微波消解样品的消解剂应选用浓硝酸和过氧化氢, 微波前最好加酸冷消化放置过夜。微波消解样品在分析精度允许的前提下, 尽量少称样少用酸, 已降低待测液的酸度。

参考文献

- 1 刘华. 微波消解在样品前处理中的应用, 监测分析, 2002, 1: 55~57
- 2 许刚等. 微波消解技术在植物中测定微量元素的研究, 中国卫生检验杂志, 1999, 9(2): 248~251
- 3 刘伟, 阎军, 武刚. 密闭微波样品消解原理及常识, 现代科学仪器, 2000, (2): 73~74
- 4 原子荧光分析方法手册, 北京万拓仪器有限公司

Dertermination of As and Hg in health protection food by microwave digestion and atomic fluorescence spectroscopy

Meng Zhaofang Fan Zhaohui Zhangxi

(Central Laboratory Tianjin Acedmy of agricultural Sciences, Tianjin 3000192)

Abstract A new way, dertermination of As and Hg in health protection food by microwave digestion and Atomic Fluorescence Spectroscopy, is set up to clear up samples. At the experimental condition, the recovery rate is 96%~107%, RSD < 5%. The characters of the method are simple operation, rapid determination, little disturbance, high sensitivity.

Key words Microwave digestion Atomic fluorescence spectroscopy As Hg

(下接第 35 页)

- 5 孙民华, 耿浩然, 边秀房等. Al 熔体粘度的突变点及与熔体微观结构的关系, 金属学报, 2000, 36(11): 1134~1138
- 6 Schvidkovskii E. G., Gostekhteorizdat, USSR: Science Press,

1955: 123

- 7 K. HALBACH, Design of permanent multipole magnets with oriented rare earth cobaltMaterial, Nuclear Instruments and Methods, 1980, 169: 1~10

The application of melt viscometer at high temperature in semiconductor melt

Shi Yiqing Zhang Wen Wang Haiyun Liu Caichi** Xu Yuesheng

(Institute of Information Function Materials, Hebei University of Technology, Tianjin 300130)

Abstract A precise melt viscometer with adjustable horizon magnetic field is introduced in semiconductor melt. The viscometer have many virtues, such as little material used in experiment, wide range of measuring temperature, uniform and adjustable magnetic field and high precision. Many useful results can be obtained in the investigation on viscosity of Si, Ge melt by rotary oscillating.

Key words Viscometer Si Ge Semiconductor melt Viscosity