

饲料中总汞的应用方案（原子荧光法）

原理

试样经酸加热消解后。在酸性介质中,试样中汞被硼氢化钾(KBH₃)或硼氢化钠(NaBH₄)还原成原子态汞,由载气(氩气带人原子化器中,在特制汞空心阴极灯照射下,基态汞原子被激发至高能态,在去活化回到基态时,发射出特征波长的黄光,其荧光强度与汞含量成正比,与标准系列比较定量。

标准依据 GB/T 13081- -2006

仪器及试剂

美析 AFS-680 原子荧光光度计。

微波消解炉。

实验室用样品粉碎机或研钵。

硝酸(优级纯)。

30%过氧化氢。

硫酸(优级纯)。

混合酸液硫酸 + 硝酸 + 水(1+1+8):量取 10 mL 硝酸(4.2.1)和 10 mL 硫酸(4.2.3),缓缓.

倒入 80mL 水中,冷却后小心混匀。

硝酸溶液:量取 50 mL 硝酸,缓缓倒入 450 mL 水中,混匀。

氢氧化钾溶液(5 g/L):称取 5.0g 氢氧化钾,溶于水中,稀释至 1 000 mL,混匀。

硼氢化钾溶液(5 g/L):称取 5.0 g 硼氢化钾,溶于 5.0 g/L 的氢氧化钾溶液中,并稀释至

1000mL,混匀,现用现配。

汞标准储备溶液:按 GB/T602--2002 中规定进行配制,或者选用国家标准物质—汞标准溶

液(GBW 08617),此溶液每毫升相当于 1 000ug 汞。

汞标准工作溶液:吸取汞标准储备液 1 mL 于 100 mL 容量瓶中,用硝酸溶液(4.2.5)稀释至刻度,混匀,此溶液浓度为 10 ug/mL.再分别吸取 10 ug/mL 汞标准溶液 1 mL 和 5 mL 于两个 100 mL 容量瓶中 ,用硝酸溶液(4.2.5)稀释于刻度,混匀,溶液浓度分别为 100 ng/mL 和 500 ng/mL,分别用于测定低浓度试样和高浓度试样,制作标准曲线,现用现配。

分析步骤

微波消解法

称取 0.20g~1.0g 试样,精确到 0.0001 g,置于消解罐中加入 2 mL~10 mL 硝酸 , 2mL~4mL 过氧化氢,盖好安全阀后,将消解罐放人微波炉消解系统中 , 根据不同种类的试样设置微波炉消解系统的最佳分析条件(见表 1 和表 2),至消解完全,冷却后用硝酸溶液洗涤消解罐并定容至 50 mL 容量瓶中(低含量试样可定容至 25 mL 容量瓶)混匀待测。同时做试剂空白试验。

表 1 饲料试样微波消解条件

步 骤	1	2	3
功率/(%)	50	75	90
压力/kPa	343	686	1 096
升压时间/min	30	30	30
保压时间/min	5	7	5
排风量/(%)	100	100	100

表 2 鱼油、鱼粉试样微波消解条件

步 骤	1	2	3	4	5
功率/(%)	50	70	80	100	100
压力/kPa	343	514	686	959	1234
升压时间/min	30	30	30	30	30
保压时间/min	5	5	5	7	5
排风量/(%)	100	100	100	100	100

标准系列配制

低浓度标准系列:分别吸取 100 ng/mL 汞标准使用液 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,混匀。各自相当于汞浓度 1.0 ng/mL、2.0 ng/mL、4.0 ng/mL、8.0 ng/mL、10.0 ng/mL。此标准系列适用于一般试样测定。

高浓度标准系列:分别吸取 500 ng/mL 汞标准使用液 0.50 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL 于 50 mL 容量瓶中,用硝酸溶液稀释至刻度,混匀。各自相当于汞浓度 5.0 ng/mL、10.0 ng/mL、20.0 ng/mL、30.0 ng/mL、40.0 ng/mL。此标准系列适用于鱼粉及含汞量偏高的试样测定。

仪器参考条件

光电倍增管负高压:260V;汞空心阴极灯电流:30mA;原子化器:温度 300°C,高度 8.0mm;氩气

流速:载气 500mL/min,屏蔽气 1000mL/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;读数时间:10.0 s;硼氢化钾溶液加液时间:8.0 s;标准或样液加液体积:2 mL。仪器稳定后,测标准系列,至标准曲线的相关系数 $r > 0.999$ 后测试样。

浓度测定方式:设定好仪器最佳条件,逐步将炉温升至所需温度后,稳定 10 min~20 min 后开始测量。连续用硝酸溶液进样,待读数稳定之后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。转入试样测量,先用硝酸溶液进样,使读数基本回零,再分别测定试样空白和试样消化液,每测不同的试样前都应清洗进样器。

仪器自动计算结果方式:设定好仪器最佳条件,在试样参数画面输入以下参数:试样质量(g),稀释体积(mL),并选择结果的浓度单位,逐步将炉温升至所需温度,稳定

后测量。连续用硝酸溶液

进样,待读数稳定之后,转入标准系列测量,绘制标准曲线。在转入试样测定之前,再进入空白

值测量状态,用试样空白消化液进样,让仪器取其均值作为扣底的空白值。随后即可依法测定试样。测定完毕后,选择“打印报告”即可将测定结果自动打印。

计算

$$\omega = \frac{(c - c_0) \times V \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000}$$

式中:

ω 试样中汞的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C-试样消化液中汞的含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);

C₀-试剂空白液中汞的含量,单位为纳克每毫升(ng/mL);

V--试样消化液总体积,单位为毫升(mL);

m-试样质量,单位为克(g)。

关于美析

美析主营光谱类仪器:可见分光光度计、紫外可见分光光度计、原子吸收光谱仪、原子荧光光度计、ICP-AES、ICP-MS,生命科学仪器:超微量分光光度计、全自动核酸提取仪,目前,我们的产品已广泛应用于有机化学、无机化学、生物化学、医药、环保、冶金、石油、农业等领域。同时美析利用在产品机械结构、光学设计、电气应用和软件开发方面积累的丰富经验,结合市场的最新实际需求,近期将陆续推出一批全新的分析类仪器。