

岛津应用数据集

● 光谱分析

AA

微波消解冷原子原子吸收分光光度法测定奶粉中的汞

摘要：本文参考GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》标准（冷原子吸收光谱法），采用微波消解冷原子原子吸收分光光度法测定了婴幼儿奶粉中的汞。该方法的回收率为94.71~95.59%，线性相关系数大于0.9998，相对标准偏差在2.74%~2.89%，检出限为0.07 μg/L。该方法操作简便快速，方法准确度和精密度高，且含汞废液经高锰酸钾吸收液吸收，并进行无害化处理，是测量奶制品及其他各种食品的汞含量的有效方法。

关键词：奶粉 汞 重金属 原子吸收 冷原子

奶粉等其他各种奶制品一直都是人们生活尤其是婴幼儿成长和发育不可缺少的食品之一，一旦奶粉及奶制品受到了汞的污染，那么人类的健康甚至生命将受到威胁。汞主要危害人的神经系统，使脑部受损，造成“汞中毒脑症”引起的四肢麻木，运动失调、视野变窄、听力困难等症状，重者心力衰竭而死亡。中毒较重者可以出现口腔病变、恶心、呕吐、腹痛、腹泻等症状，也可对皮肤黏膜及泌尿、生殖等系统造成损害。奶粉及其他奶制品中的汞污染可能是由以下三个原因引起的：第一，工厂的加工的环

境受，包括空气、水和包装材料受到污染；第二，奶粉中的乳清粉的添加物在加工的过程中没有严格脱盐，而盐本身受到汞污染；第三，可能是奶牛的水和饲料受到汞污染导致牛奶中汞含量异常。根据国家标准GB2762-2005《食品中污染物的限量》中规定，鲜乳的总汞限量为0.01 mg/Kg，本文参考GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》标准（冷原子吸收光谱法）采用微波消解冷原子原子吸收分光光度法测定了奶粉中的汞。

1. 实验部分

1.1 仪器

AA-7000（岛津）

MVU-1A（岛津）

1.2 实验原理

汞蒸气对波长253.7 nm的共振线具有强烈的吸收作用。试样经过酸消解使汞转为离子状态，在强酸性介质中以氯化亚锡还原成元素汞，以氙气作为载体，将元素汞吹入冷汞测定仪，进行冷原子吸收测定，在一定浓度范围其吸收值与汞含量成正比，与标准系列比较定量。

1.3 实验器皿及试剂

实验所用玻璃器皿和消解罐均用硝酸溶液（1+1）浸泡24小时后，用去离子水冲洗，干燥

备用；实验所用 HNO₃、HCl、H₂SO₄ 试剂优级纯试剂，SnCl₂·2H₂O、KMnO₄ 为分析纯，实验用水为超纯去离子水。

1.4 仪器条件和参数

配制 Hg 的标准溶液。仪器稳定后，按表 1 仪器工作条件，标准曲线法计算结果。

表 1 仪器工作条件

元素	波长 (nm)	灯电流低 (mA)	狭缝 (nm)	燃烧头高度 (mm)	点灯方式	浓度 单位
Hg	253.7	4	0.7	22	BGC-D2	µg/L

1.5 样品的前处理

精确称量约 1.0 g 奶粉于微波消解罐中加入 6 mL 硝酸，2 mL 过氧化氢，盖好安全阀后，将消解罐放入微波仪消解系统中，设置升温程序，至消解完全。冷却后用硝酸溶液（1+9）定量转移并定容至 25 mL 容量瓶中，混匀待测。同法制备试剂空白溶液。

2. 结果讨论

2.1 线性方程和检出限

配制汞的标准液 0.0、4.0、6.0、10 和 20 µg/L，汞元素标准曲线图如下：

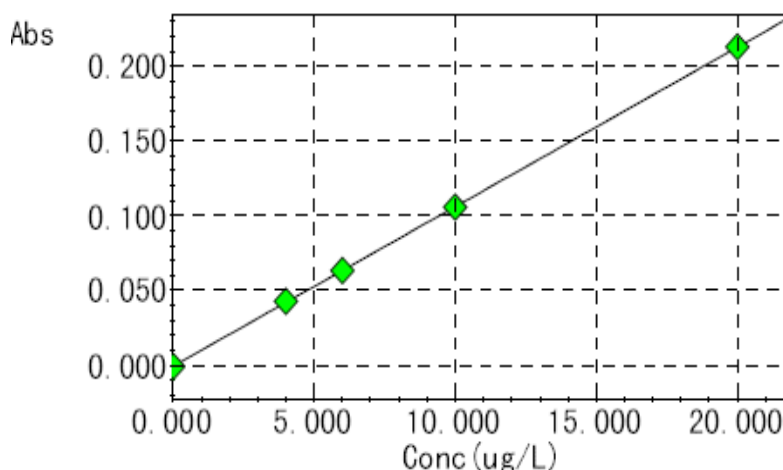


图 1 汞的标准曲线

在选定条件下对汞元素的空白样品测定 11 次，根据 3 倍的标准偏差除以曲线斜率算得方法检测限为 0.07 µg/L。

2.2 样品测定结果

分别称取某品牌阳性婴幼儿奶粉样品两份，样品命名为奶粉1#、奶粉2#，分别测定奶粉中的汞含量，其结果见表2。

表 2 奶粉样品汞元素的测定结果

元素	样品 名称	测定值 (mg/Kg)	平均值 (mg/Kg)	RSD (%)
Hg	奶粉 1#	0.036	0.035	2.89
	奶粉 2#	0.034		2.74

实验数据表明，该实验平行性良好。

2.3 加标回收实验

以同样的方法进行前处理，以 2 次平行数据的平均值作为加标前的数值，进行了加标回收率实验，其结果见表 3。

表 3 奶粉样品回收试验结果

元素	加标前 ($\mu\text{g/L}$)	加标量 ($\mu\text{g/L}$)	加标后 ($\mu\text{g/L}$)	回收率 (%)
Hg	1.40	2.00	3.25	95.59
	1.40	2.00	3.22	94.71

3. 结论

本文参考GB/T 5009.17-2003《食品中总汞和有机汞的测定》标准（冷原子吸收光谱法），采用微波消解冷原子吸收分光光度法测定了婴幼儿奶粉中的汞。该方法操作简便快速，方法准确度和精密度高，且含汞废液经高锰酸钾吸收液吸收，并进行无害化处理，是测量奶制品及其他各种食品的汞含量的有效方法。