

# 利用氢化物发生—原子荧光光谱法测定饲料中的汞含量

胡梅, 李瑞琴

(甘肃省农业科学院农产品质量标准与检测研究所, 甘肃 兰州 730070)

**摘要:** 采用王水(1:1)消解样品, 研究了氢化物发生—原子荧光光谱法测定雏鸡饲料中汞含量的方法。结果表明, 该方法简便、灵敏、准确, 标准曲线浓度范围为 0~2.00 ng/mL, 相关系数为 0.999 3, 检出限为 0.003 5 ng/mL, 精密度(RSD)为1.43%, 饲料样品加标回收率为 97.49%~100.43%, 适用于饲料中汞含量的测定。

**关键词:** 原子荧光光谱; 饲料; 汞含量; 测定

**中图分类号:** S816.17

**文献标识码:** A

**文章编号:** 1001-1463(2013)07-0012-02

[doi:10.3969/j.issn.1001-1463.2013.07.005](https://doi.org/10.3969/j.issn.1001-1463.2013.07.005)

汞是广泛存在于自然界中的有害元素, 动物主要通过饲料摄入, 汞过量不但会对动物神经系统、血液循环系统等造成损害, 也会因为汞在动物体内蓄积造成肉制品中汞含量升高, 从而危害人类身体健康和生命安全<sup>[1]</sup>。目前, 汞含量已经成为饲料日常监督检查必检的卫生指标, 饲料中汞含量的测定多采用现行国家标准中规定的冷原子吸收法和原子荧光法<sup>[2]</sup>。氢化物发生—原子荧光法是在酸性条件下, 试样经酸加热消解后使汞转化为离子状态, 硼氢化钾与盐酸作用生成大量新生态氢, 新生态氢与离子状态的汞元素结合, 由氙气载入石英原子化器中分解为原子态汞, 在特制汞空心阴极灯发射光谱的激发下产生原子荧

光, 其荧光强度与汞含量成正比, 可与标准系列比较定量<sup>[3]</sup>。该方法能提高样品传输效率, 基本消除测量时的基体效应, 显著提高测量的精密度和灵敏度<sup>[4]</sup>, 且检出限也大大低于其它方法。我们利用原子荧光光谱仪测定了雏鸡饲料中的汞含量, 并对方法的检出限、精密度线性范围等进行试验, 确定了氢化物发生—原子荧光法测定饲料中汞的最佳条件, 其结果可为实际分析测试饲料中汞含量提供参考。

## 1 材料与方法

### 1.1 供试设备及试剂

供试仪器XGY-1016型原子荧光光谱分析仪由国土资源部地球物理化学勘查研究所提供, 高强

收稿日期: 2013-06-03

作者简介: 胡梅(1962—), 女, 河北定州人, 实验师, 主要从事微量元素及重金属检测工作。联系电话: (0)13609302496。

动引起的。通过表2的数据分析可知, 锰、铜的空间相关性较弱, 锌、铁、的空间相关性中等。

### 2.3 微量元素的分布

由图1可知, 微量元素含量区域分布有效铁是黄羊区最高, 张义区最低; 有效锰丰乐区最高, 清源区最低; 有效铜黄羊区最高, 张义区最低; 有效锌永昌区最高, 张义区最低。

## 3 小结与讨论

1) 凉州区有效态锌平均含量0.50 mg/kg, 在甘肃省养分分级标准中占Ⅳ级, 缺有效态锌的面积约为3/5; 有效锰含量平均11.01mg/kg, 有效铜含量1.01mg/kg、有效铁含量14.60 mg/kg, 在甘肃省养分分级标准中均占Ⅱ级。其中微量元素含量有效铁是黄羊区最高, 张义区最低; 有效锰丰乐区最高, 清源区最低; 有效铜黄羊区最高, 张义区最低; 有效锌永昌区最高, 张义区最低。锰、铜的

空间相关性较弱, 锌、铁的空间相关性中等。

2) Kriging 插值方法过程复杂, 所需参数较多, 每个参数的设置都影响到下一步的结果。因此, 必须全面了解数据特点和认识 Kriging 各个参数的含义。影响土壤养分的因素有很多, 如坡向、海拔等<sup>[3]</sup>。研究只从空间相关性来分析土壤养分空间分布, 如果利用各影响因子来分析土壤养分状况, 得到的结果可能会更好。

## 参考文献:

- [1] 郭旭东, 傅伯杰, 马克明, 等. 基于GIS和地统计学的土壤养分空间变异特征研究——以河北省遵化市为例[J]. 应用生态学报, 2000, 11(4): 557-563.
- [2] 雷志栋, 杨诗秀, 谢森传. 土壤水动力学[M]. 北京: 清华大学出版社, 1988.
- [3] 袁政祥, 王 伟. 基于GIS的凉州区耕层土壤主要养分时空变化研究[J]. 甘肃农业科技, 2013(4): 28-30.

(本文责编: 陈 珩)

表1 样品回收率

称样量 (g)	原含量(ug/g)			加标量 (ug/g)	测定量(ug/g)			平均回收率 (%)
	I	II	III		I	II	III	
0.5	0.010 3	0.010 5	0.010 9	0.01	0.020 5	0.020 6	0.020 7	100.43
				0.05	0.059 8	0.058 9	0.059 2	97.49

度汞空心阴极灯由北京有色金属总院生产。

供试试剂均为优级纯, 实验用水为去离子水。汞标准储备液为1 000 ug/mL, 由国家标准物质研究中心提供, 将1 000 ug/mL的汞标准储备液用去离子水逐级稀释至10 ng/mL即为汞标准工作液。

## 1.2 实验方法

1.2.1 样品预处理 称取0.500 0 g雏鸡饲料样品置于25 mL比色管中, 加入新配王水(1:1)溶液10 mL, 再加2滴5%重铬酸钾溶液, 摇匀后加盖浸泡放置过夜。次日于沸水浴中加热2 h, 期间每隔15 min摇1次, 取出冷却后用去离子水定容至刻度, 摇匀, 待溶液澄清后测定。同时做试剂空白实验。

1.2.2 标准曲线绘制 分别吸取10 ng/mL的汞标准工作液0.00、0.50、1.00、2.00、4.00、5.00、8.00、10.00 mL置于50 mL容量瓶中, 加入5滴5%重铬酸钾, 用5%王水定容, 配成浓度为0.00、0.10、0.20、0.40、0.80、1.00、1.60、2.00 ng/mL的标准溶液。按仪器参数进行测定, 以荧光强度值(I<sub>f</sub>)为纵坐标, 元素浓度值(C)为横坐标绘制标准工作曲线。

1.2.3 样品测定 通过反复调试来确定实验最佳仪器工作条件。设置实验确定的仪器最佳工作条件和参数, 逐步将炉温升至所需温度, 预热15~20 min以后开始测量。用标准系列空白液连续进样, 待仪器信号稳定后, 以0.05%硼氢化钾溶液为还原剂, 分别测定汞标准溶液系列和样品消解溶液, 根据标准曲线计算汞含量。

## 2 结果与分析

### 2.1 仪器工作条件的选择

通过优化筛选, 最终确定实验的最佳仪器工作条件为: 氩气气压0.5~1.0 MPa, 光电倍增管负高压220 V, 汞空心阴极灯电流为主/辅电流40 mA/0 mA, 原子化器温度40 ℃、高度8.0 mm, 氩气流量载气/屏蔽气600 mL/min。测量方式为标准曲线法, 读取方式为峰面积, 读数延迟时间1.0 s, 读数时间为10.0 s。

### 2.2 检出限及线性范围

在选定的仪器最佳工作条件下, 检出限测定为连续测量空白样品11次计算而得, 其检出限为0.003 5 ng/mL。曲线浓度范围0~2.00 ng/mL, 相关系数 $r=0.999 3$ , 线性相关性好。

### 2.3 加标回收率

称取6份雏鸡饲料样品进行加标回收率试验。从表1可以看出, 回收率为97.49%~100.43%, 准确度高, 符合该方法的加标回收率要求。

### 2.4 精密度

对国家标准物质GBW(E)080392稀释溶液进行了10次平行测定, 结果分别为9.345、9.343、9.584、9.607、9.327、9.493、9.671、9.577、9.682、9.473, 其平均值为9.510, 标准偏差为0.136, 精密度(RSD)为1.43%。

## 3 小结

应用氢化物发生—原子荧光光谱法测定饲料中汞的含量, 具有灵敏度高、检出限低、基体干扰少、快速简便等优点。采用王水(1:1)消解样品试剂用量少, 消解液不用转移, 消解时间短。该方法标准曲线浓度范围为0~2.00 ng/mL, 相关系数为0.999 3, 检出限为0.003 5 ng/mL, 精密度(RSD)为1.43%, 饲料样品加标回收率为97.49%~100.43%。相对标准偏差小, 回收率高, 符合一般光谱分析要求, 适用于饲料中汞含量的测定。

### 参考文献:

- [1] 贾涛, 魏秀莲, 王有月, 等. 原子荧光法检测饲料中汞含量的探讨[J]. 饲料研究, 2008(6): 46-48; 53.
- [2] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局, 中国国家标准化管理委员会. GB/T 13081-2006 饲料中汞的测定[S]. 北京: 中国标准出版社, 2007.
- [3] 王铁良, 司敬沛, 贾斌. 原子荧光法依次快速测定饲料中汞和砷的方法研究[J]. 饲料工业, 2009, 30(12): 51-53.
- [4] 李优琴, 孟禹, 周维仁, 等. 原子荧光法同时测定矿物饲料中砷、汞的研究[J]. 饲料工业, 2006, 27(21): 35-37.

(本文责编: 陈伟)