

DOI: 10.19403/j.cnki.1671-1521.2020.03.002

原子荧光光谱法测定西洋参中的汞

张银玲,高宇,马双欣,王明芝,杜跃中*
(吉林人参研究院·吉林通化·134001)

摘要:目的 建立原子荧光光谱法测定西洋参中汞元素的检测方法。方法 采用微波消解对西洋参样品进行前处理,利用原子荧光光度计对西洋参中汞含量进行分析。结果 曲线方程为 $I=368.6265 \cdot C+19.1408$, $r^2=0.9995$;方法检出限为 $0.013 \mu\text{g/L}$;方法回收率为 $95.57\% \sim 104.13\%$ 。结论 该方法灵敏、准确、稳定,适合西洋参中汞元素的检测。

关键词:西洋参;原子荧光分光光度计;汞元素

Determination of mercury in American ginseng by atomic fluorescence spectrometry

ZHANG Yin-ling,GAO Yu,MA Shuang-xin,WANG Ming-zhi,DU Yue-zhong*
(Jilin Ginseng Research Institute, Jilin Tonghua 134001)

Abstract:Objective The content of mercury in American Ginseng is established by atomic fluorescence spectrometry. Method Pretreat American ginseng samples by microwave, and analysis the mercury of content by atomic fluorescence photometer. Results The curve equation $I=368.6265 \cdot C+19.1408$, $r^2=0.9995$;The method detection limit $0.013 \mu\text{g/L}$;The method recovery $95.57\% \sim 104.13\%$. Conclusion The method is sensitive, accurate and stable, and suitable for the detection of mercury in American ginseng.

Keywords:American Ginseng; Atomic fluorescence spectrophotometer; Element mercury

西洋参性寒,味甘微苦,入心、肺、脾经,具有补气养阴、泻火除烦、养胃生津之功能,适用于气阴虚而有火之症,多用于肺热燥咳、四肢倦怠、烦躁易怒、热病后伤阴津液亏损等。汞是一种毒性元素,对人的身体危害很大。微波消解省时、省力、回收率高,经过微波消解处理和原子荧光光谱仪的仪器方法研究,建立原子荧光光谱法对西洋参汞元素的定量分析。

1 仪器与材料

1.1 实验材料

生晒西洋参、西洋参片(均购于当地人参市场)。

1.2 实验试剂

汞对照品购于国家标准物质中心;硝酸、过氧化氢、氢氧化钾、硼氢化钾,以上所用试剂均为优级纯。

1.3 实验仪器

原子荧光光度计(AFS-933);微波消解系统(MILESTONE ETHOSA);电子天平(BP211D);智能样品处理器(ED16);超纯水机(Dura24FV)。

2 实验方法

2.1 供试品溶液的制备

2.1.1 样品粉碎

将西洋参样品粉碎过 60 目尼龙筛,混匀备用。

2.1.2 微波消解样品

精密称取西洋参样品 0.2000g 于消解罐中,加入 5mL 硝酸,加盖放置过夜。加入 2mL 过氧化氢并旋紧罐盖,按照微波消解仪的标准操作步骤进行消解。冷却后取出,缓慢打开罐盖排气,将消解罐放在智能样品处理器中,于 $105 \text{ }^\circ\text{C}$ 加热赶酸至近干。微波消解程序见表 1。

表 1 微波消解程序

步骤	时间(min)	功率(W)	温度($^\circ\text{C}$)
1	8	1200	120
2	5	1200	120
3	15	1200	180
4	10	1200	180

汞元素容易挥发,赶酸温度不宜过高,建议在 $110 \text{ }^\circ\text{C}$ 以下进行。

2.1.3 试液定容

于消解罐中加入 5% 的硝酸溶液,少量多次将消解液转移定容至 10mL 容量瓶中。实验用到的容量瓶等玻璃器皿需 20% 硝酸浸泡过夜,用去离子水清洗干净后备用。

作者简介:张银玲,女,研究实习员,主要从事中药化学研究。

*通信作者:杜跃中,男,助理研究员,主要从事中药化学研究。E-mail:duyuezhong1982@163.com.

2.2 标准溶液配制

汞对照品溶液浓度为 1000 $\mu\text{g/mL}$,用 5%硝酸逐级稀释并制备成 10 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 、100 ng/mL 。10 $\mu\text{g/mL}$ 、1 $\mu\text{g/mL}$ 作为汞对照品储备液和中间储备液,放于冰箱内 4 $^{\circ}\text{C}$ 保存。100 ng/mL 汞对照品工作液,于仪器分析前一天配置完成。精密吸取 100 ng/mL 汞对照品溶液 2.5 mL 于 1000mL 容量瓶中,用 5%硝酸稀释定容至刻度,制备成 2.5 ng/mL 的汞对照品溶液。

2.3 仪器条件

2.3.1 主要仪器条件参数,详见表 2。

表 2 仪器参数

仪器条件	参数	仪器条件	参数
负高压	260V	载气流量	400mL/min
灯电流	30mA	屏蔽气流量	800mL/min
原子化器高度	8mm	读数时间	7.0s
原子化器温度	200 $^{\circ}\text{C}$	延迟时间	1.0s

根据实验室仪器实际荧光值大小,可适当调节负高压大小,增加负高压 20 V,荧光值约增大一倍。如果仪器出峰峰形有拖尾现象,可以增加载气流量和屏蔽气流量,以 100 mL/min 的间隔进行调试。

2.3.2 载流与还原剂

载流:5%硝酸溶液;还原剂:0.5%硼氢化钾、0.1%氢氧化钾。载流与还原剂现用现配,配置后即可。

3 结果与分析

3.1 标准曲线

使用 2.5 ng/mL 的汞对照品溶液,按 2.3 仪器条件进行测定,数值见表 3。

表 3 对照品荧光值

序号	浓度(ng/mL)	荧光值
1	0.2	99.15
2	0.5	219.12
3	1.0	388.79
4	1.5	570.58
5	2.0	760.52
6	2.5	934.26

拟合曲线 $I=368.6265 \cdot C+19.1408, r^2=0.9995$ 。

3.2 方法检出限

在 3.1 条件下,平行测定 20 个样品空白,荧光值分别为 13.25、13.67、12.58、10.68、17.52、14.26、13.77、17.35、14.51、13.30、13.93、14.45、15.19、14.94、15.89、16.12、16.02、14.92、15.02、13.90。检出限= $3\delta/b$, δ 为标准偏差, b 为曲线斜率,计算方法检测限为 0.013 ng/mL 。仪器对汞元素灵敏度非常高。

3.3 仪器精密度

在 3.1 条件下,连续测定 1 ng/mL 的汞标准对照品 6 次,荧光值分别为 402.50、402.19、400.31、394.36、393.84、400.23,计算 RSD 值为 0.96%,仪器精密度良好。

3.4 试样含量

样品试液在 3.1 条件下,结果见表 4。

表 4 西洋参汞含量

样品名称	Hg(mg/kg)		
生晒西洋参	0.0075	0.0073	0.0075
西洋参片	0.022	0.023	0.020

3.5 回收率

称量三份西洋参片样品,分别吸取 10 ng/mL 的汞对照品 0.5、1、2 mL 于消解罐中与样品一同消解定容,详见表 5。

表 5 方法回收率

西洋参片	加入对照品	测得浓度	回收率
	5ng	0.92 ng/mL	95.57%
0.022 mg/kg	10ng	1.43 ng/mL	99.03%
	20ng	2.52 ng/mL	104.13%

结果表明:方法回收率在 95.57%~104.13%,回收率良好。

3.6 注意事项

3.6.1 分析纯盐酸和硝酸中一般均含有较高浓度的汞,特别是盐酸,建议采用优级纯或高纯酸,并在使用前先做空白检验。

3.6.2 因 Hg 的灵敏度非常高,故需特别注意来自各方面的污染,尤其是玻璃器皿污染,所用玻璃器皿均应经 20% HNO_3 (V:V)浸泡 24 h,在去离子水清洗干净后再用。

3.6.3 Hg 灯需要预热约 20 min,以降低灯漂移产生的测量误差。可采用大电流预热,小电流测量。

4 结论

实验结果表明,使用 AFS-933 原子荧光光度计检测西洋参中汞元素时,以 5%硝酸溶液作为载流液,以 0.5%硼氢化钾和 0.1%氢氧化钾作为还原剂,在汞质量浓度为 0.013~2.50 $\mu\text{g/L}$ 线性关系很好,方法回收率和结果稳定性均满足检测要求,可建立原子荧光法测定西洋参中的汞元素。

参 考 文 献

- [1] 国家药典委员会编. 中国药典[M]. 北京: 中国医药科技出版社, 2015 年版, 一部:131.
- [2] GB 5009.17. 食品安全国家标准食品中总汞及有机汞的测定[D]. 国家卫生和计划生育委员会, 2014.
- [3] 北京吉天仪器有限公司. 原子荧光应用手册[M]. 北京: 刘明钟, 2012.3.
- [4] 高小然. AFS-933 原子荧光光度计测定水中汞的最佳实验条件研究[J]. 科学技术创新, 2020(04): 26.
- [5] 梅婵, 董耀, 彭雪琦. 微波消解-原子荧光光谱法测定龙虾中的汞[J]. 分析检测, 2019.23.048.
- [6] 陈志明. 氢化物发生原子荧光法测定水果中的汞和砷[J]. 广东化工, 2019.46(15): 185~186.
- [7] 黄嘉敏, 岑嘉茵. 微波消解-原子荧光光谱法测定蔬菜中的砷和汞[J]. 广东化工, 2018, 45(5): 231.