

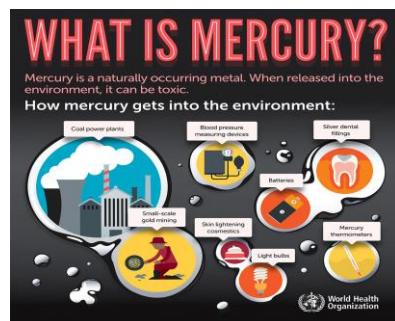
催化热解-冷原子吸收法测定土壤及沉积物中总汞含量

1.前言

食用油是中国厨房最常用的油脂，一般市售食用油其重金属的来源除原料及贮存不当外，制炼过程是导入重金属最大的来源。



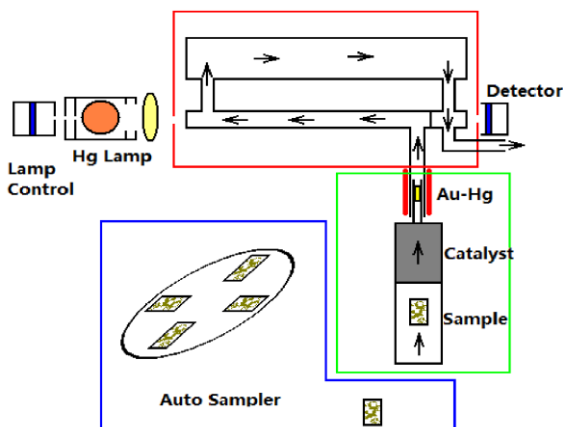
汞是一种常温下为液态的有毒重金属，广泛存在于自然界及人们的日常生活中。如化石燃料、电池防腐剂、日光灯、牙齿填埋剂、血压计、金矿开采、氯乙烯工业等。土壤是人们赖以生存的自然物质基础之一，为人们提供食物、居住场地。但随着人类的生产生活方式的变化，大量的汞进入环境，部分土壤面临着严重的汞污染。释放到环境中的汞被生物吸收转化成更具毒性的烷基汞，汞在生物链中的富集倍数可达 $10^6 \sim 10^8$ 倍。烷基汞是强脂溶性物质，其跟脂类物质结合十分稳定且难除去。食用油中主要的成分就是脂类物质（脂肪酸类、甘油、脂类等），因此测定食用油中的汞十分有必要。食用油中总汞的检测常见的方法氢化物发生-原子荧光法（HG-AFS）、诱导电感耦合等离子体-质谱联用（ICP-MS）等，但是这些方法存在样品前处理复杂、容易交叉污染、检测时间长等缺点。



相对于传统氢化物发生的方式直接热解原子吸收法具有快速、灵敏、干扰小、使用方便等优点，可快速测定食用油中总汞含量。

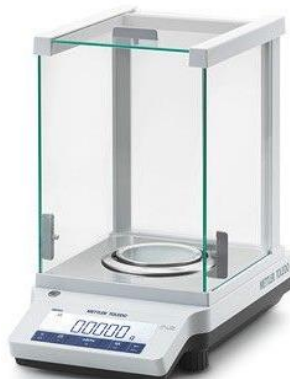
2.方法原理

样品在氧气（或空气）气流下加热干燥、燃烧（热解），其分解产物由氧气载入高温催化剂完成氧化，同时，干扰物如卤素、氮氧化物、硫氧化物被催化剂吸收，生成的水分以气动截断的方式排出，剩余的分解产物进一步输送到亚纳米金阱装置中，汞原子被选择性捕获，最后加热金阱汞被二次原子化，流动的氧气携带汞原子进入冷原子吸收检测器（253.7nm）被测定，经软件计算直接得到样品中的总汞含量。



3.仪器与设备

开元5E-HGT2321全自动测汞仪；万分之一分析天平；镍舟；移液枪。



4.试剂与材料

- 氧气：纯度 $\geq 99.99\%$
- 氯化汞标准溶液（中国计量科学研究院）
- 金龙鱼1:1:1调和食用油（市售）
- 轻质氧化镁（上海国药集团）

5.样品称量

食用油样品：在样品称量架上放置好干净的镍舟，并用钥匙取适量的氧化镁至镍舟中。去皮后使用移液器取约50 μL 食用油滴加到氧化镁中，关闭天平门待数值稳定后按压打印键，称量数据即可被导入电脑。

加标回收样品：在上述称量好的样品中分别加入10、25、50 μL 的100 ng/ml 汞标准溶液。

6.分析流程及参数设置

分析步骤

- 1) 仪器准备：依据仪器使用说明书操作仪器，准备就绪后开始试验；
- 2) 定义方法：在软件中选择“定义方法”，在弹出对话框中点“新建方法”并设置好参数；
- 3) 测试空白样品，测试空白至吸收度 ≤ 0.0002 ；
- 4) 校准样测试，采用外标法获得标准曲线；
- 5) 分析食用油样品；

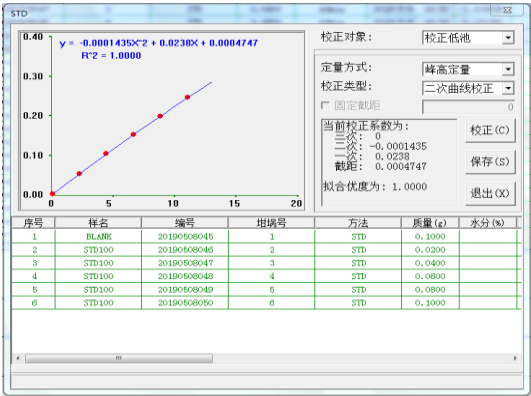
参数设置

干燥	250°C for 90 s
裂解	800°C for 70 s
催化	550°C for 60 s
金汞齐	800°C for 10s
数据采集时间	60s
氧气流量	250 mL/min
测试总时间	5 min

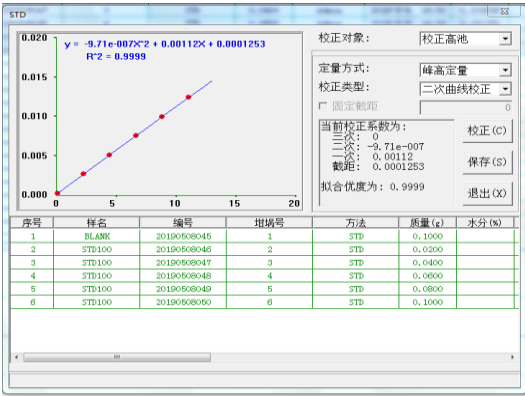
备注：此方法程序并不是最优的测试方法程序，可以根据需要修改实验参数。

7.分析结果

标准曲线分析结果



低池校正



高池校正

食用油样品分析结果

样品名称	测量值[ng]	加标值 (ng)	加标回收率 (%)
食用油01	0.0001ng L		
食用油02	0.0001ng L		
食用油03	0.0001ng L		
食用油加标10 μL	0.9848	1.000	98.5
食用油加标25 μL	2.4117	2.500	96.5
食用油加标50 μL	4.9556	5.000	99.1

注：0.0001L 表示样品未检出（0.0001 ng为5E-HGT2321测汞仪的检出限）

结论

从实验结果上看，市售的金龙鱼1:1:1食用调和油中总汞含量低于检出限，实验加标回收率范围为96.5%~99.1%，此方法程序适合食用油中总汞的测定。