

ICS 71.040  
X 04  
备案号: 36357-2013

# DB22

## 吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1532—2011

---

### 人参中砷和汞的测定 原子荧光法

Determination of arsenic and mercury in ginsengs—Atomic fluorescence spectrometry

2012 - 04 - 01 发布

2012 - 05 - 01 实施

---

吉林省质量技术监督局 发布



## 前 言

本标准按 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由吉林省工信厅提出并归口。

本标准起草单位：吉林省现代检测技术工程研究中心。

本标准起草人：石莹岩、丁兰、周丽、王旭、宋薇、陈雷。



# 人参中砷和汞的测定 原子荧光法

## 1 范围

本标准规定了人参中砷和汞的原子荧光测定方法。

本标准适用于人参中砷和汞的测定。

本标准的检出限：砷：0.01 mg/kg，汞：0.001 mg/kg。

## 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 602 化学试剂、杂质测定用标准溶液制备

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

## 3 原理

试样消解后，在特定介质中砷与硼氢化钾反应生成挥发性氢化物，汞与硼氢化钾反应生成原子态汞，由氩气载入石英原子化器中，在空心阴极灯照射下，发射出特征波长的荧光，其荧光强度与测定元素含量成正比，与标准系列比较定量。

## 4 试剂和材料

除另有规定外，仅使用分析纯以上试剂，水为去离子（符合 GB/T 6682 规定的一级水要求）。

4.1 硝酸：优纯级。

4.2 盐酸：优纯级。

4.3 过氧化氢：优纯级。

4.4 抗坏血酸。

4.5 氢氧化钾。

4.6 硫脲。

4.7 硼氢化钾。

4.8 硝酸溶液（2+98）。

4.9 盐酸溶液（5+95）。

4.10 氢氧化钾（5 g/L）：称取 5.0 g 氢氧化钾（4.5），溶于水中，稀释至 1 000 mL，混匀。

4.11 硼氢化钾（10 g/L）混合溶液：称取 10.0 g 硼氢化钾（4.7），溶于氢氧化钾（4.10）中，稀释至 1 000 mL，混匀，现用现配。

4.12 预还原剂溶液：称取 5.0 g 硫脲（4.6）、5.0 g 抗坏血酸（4.4）溶于水中，稀释至 100 mL，现用现配。

4.13 砷标准储备液 (1 mg/mL)：配制按 GB/T 602 方法进行，或直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标液。

4.14 汞标准储备液 (1 mg/mL)：配制按 GB/T 602 方法进行，或直接使用有标准物质证书的有效期内的元素标液。

4.15 砷标准工作液 (50 μg/L)：用盐酸溶液 (4.9) 逐级稀释砷标准储备液 (4.13)，加入预还原剂溶液 (4.12) 10 mL，用盐酸溶液 (4.9) 定容至 50 mL，现用现配。

4.16 汞标准工作液 (10 μg/L)：用硝酸溶液 (4.8) 逐级稀释汞标准储备液 (4.14)，现用现配。

## 5 仪器

5.1 原子荧光光谱仪：配备砷、汞空心阴极灯。

5.2 微波消解装置。

5.3 天平：感量 0.1 mg。

5.4 可调式电热板。

## 6 分析步骤

### 6.1 试样制备

鲜参样品于 70 °C 烘箱烘去水分至恒重后磨碎，生晒参样品去杂后磨碎，过 20 目筛，筛下部分储于洁净容器中，保存备用。

注：在采样和制备过程中，应避免试样污染。

### 6.2 试样前处理

称取约 0.5 g (精确到 0.000 1 g) 规定试样于聚四氟乙烯消解罐内，加 5 mL 硝酸 (4.1) 浸泡过夜，再加过氧化氢 (4.3) 2 mL，盖好安全阀后，将消解罐放入微波炉消解装置中。按仪器操作规程设定温度、压力，消化至消化液呈无色或淡黄色 (微波消解装置工作条件参见附录 A 表 A.1)，可将消解罐放在电热板上加热以驱除过量的硝酸，取下放冷；同时做试剂空白。

测定砷时，将消解液转移至 25 mL 容量瓶，加入预还原剂 (4.12) 2.5 mL，用盐酸溶液 (4.9) 定容至刻度，混匀，放置 30 min 待测。

测定汞时，将消解液转移至 25 mL 容量瓶，用硝酸溶液 (4.8) 定容至刻度，摇匀待测。

### 6.3 测定

6.3.1 根据使用仪器的类型及待测元素，将仪器调至最佳测定条件。设定标准系列各点浓度及试样质量 (g)、定容体积 (mL)、结果浓度单位。待仪器稳定后依次测定标准空白溶液、标准系列、样品空白溶液、样品溶液。

6.3.2 各元素标准系列浓度见表 1。

表1 各元素标准系列浓度

元素	S <sub>1</sub> μg/L	S <sub>2</sub> μg/L	S <sub>3</sub> μg/L	S <sub>4</sub> μg/L	S <sub>5</sub> μg/L
As	2.00	5.00	10.00	20.00	50.00
Hg	1.00	2.00	4.00	8.00	10.00

6.3.3 各元素载流溶液见表 2。

表2 各元素载流溶液

元素	载流溶液
As	盐酸溶液 (4.9)
Hg	硝酸溶液 (4.8)

6.3.4 各元素还原剂溶液见表 3。

表3 各元素还原剂溶液

元素	还原剂溶液
As	硼氢化钾 (10 g/L) 混合溶液 (4.11)
Hg	硼氢化钾 (10 g/L) 混合溶液 (4.11)

6.3.5 原子荧光光谱仪工作条件参见附录 A 表 A. 2。

## 7 结果计算

样品中测定元素的含量按式 (1) 计算。

$$X = \frac{(c_1 - c_2) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$X$ ——试样中测定元素的含量, 单位为微克每千克 ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ );

$c_1$ ——试样中测定元素的浓度, 单位为微克每升 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$c_2$ ——样品空白液中测定元素的浓度, 单位为微克每升 ( $\mu\text{g}/\text{L}$ );

$V$ ——试样液定容体积, 单位为毫升 (mL);

$m$ ——试样质量, 单位为克 (g)。

计算结果保留三位有效数字。

## 8 精密度

在重复性条件下获得的两次独立测定结果的绝对差值不得超过算术平均值的10%。

## 附录 A

(资料性附录)

## 微波消解装置及原子荧光光谱仪工作条件

表A.1 微波消解装置工作条件

步骤	1	2	3
工步温度 °C	120	150	180
升温速率 °C/min	8	8	8
保持时间 min	3	3	5
保护压力 KPa	2000	2000	2000

表A.2 原子荧光光谱仪工作条件

负高压 PMT/V	As:270 Hg:240	加热温度/°C	200
灯电流 mA	As:60 Hg:15	载气流量 mL/min	600
辅助灯电流 mA	As:20 Hg: 0	屏蔽气流量 mL/min	800
观测高度 mm	8	测量方法	Std. Curve
读数方式	Peak Area	读数时间 s	8
延迟时间 s	1.5	重复次数	3