

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 2208—2014

人参中王铜残留量的测定 原子吸收光谱法

Determination of residues of copper oxychloride in ginseng - atomic absorption spectrometric

2014 - 12 - 11 发布

2014 - 12 - 30 实施

吉林省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 和 GB/T 20001.4-2001 给出的规则起草。

本标准由吉林省农业委员会提出并归口。

本标准起草单位：吉林农业大学、吉林省参茸办公室、吉林出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：许允成、冯家、白庆荣、王春伟、杨丽娜、刘丽萍、倪淑凤、马浴斌、欧师琪、陈长卿、王雪、刘畅、吕彦斌、闫嘉琦、李爱军、高洁。

人参中王铜残留量的测定 原子吸收光谱法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了人参中王铜的原子吸收光谱测定方法。
本标准适用于干人参根、茎和叶中王铜残留量的测定。

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 6682 分析实验室用水规格和实验方法

3 原理

每一种元素的原子不仅可以发射一系列特征谱线，也可以吸收与发射线波长相同的特征谱线。当光源发射的某一特征波长的光通过原子蒸气时，即入射辐射的频率等于原子中的电子由基态跃迁到较高能态（一般情况下都是第一激发态）所需要的能量频率时，原子中的外层电子将选择性地吸收其同种元素所发射的特征谱线，使入射光减弱。特征谱线因吸收而减弱的程度称吸光度A，与被测元素的含量成正比： $A=KC$ ，式中K为常数；C为试样浓度；K包含了所有的常数。

4 试剂与材料

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 铜标准溶液：1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。

4.2 硝酸（ HNO_3 ）：分析纯。

4.3 高氯酸（ HClO_4 ）：分析纯。

4.4 硝酸-水溶液（1+4）：取1体积硝酸和4体积水，混匀。

4.5 铜标准溶液配制：用铜标准溶液1000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ ，采用逐级稀释法，配成1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 标准溶液。

5 仪器

5.1 原子吸收分光光度计，铜元素空心阴极灯。

5.2 电子天平，感量为0.0001 g和0.01 g。

5.3 高速万能粉碎机。

5.4 电热板。

6 试样制备

人参根、茎和叶干品试样制备：取不少于200 g试样，80 °C烘干，并粉碎，过 $180\pm 7.6\ \mu\text{m}$ 筛，装入洁净容器中，密封保存。

7 分析步骤

7.1 试料称量

在常温下解冻并均匀混合后，称取约5.0 g，精确到0.01 g，于150 mL三角瓶中。

7.2 试料测定

7.2.1 提取、净化

分别称取5.0 g干参及人参茎和叶样品于250 mL 三角瓶中，加入25 mL浓硝酸，盖上曲颈漏斗过夜，置于电热板上微火加热1 h（温度控制在80 °C~90 °C），至颗粒溶化，再加入17.5 mL浓硝酸，4 mL高氯酸，摇匀，逐渐升温至140 °C 加热2 h，可见溶液逐渐变稠，颜色变棕红，注意防止炭化。继续加入17.5 mL浓硝酸，温度加热至190 °C，并保持4 h，如溶液仍有变棕红色炭化趋势，再滴加适量浓硝酸。加热消解直至溶液变成透明无色。继续蒸发至溶液冒浓厚白烟，并出现粉红色或黄白色残渣为止。取下冷却，用漏斗过滤于100 mL容量瓶中，并稀释至标线，摇匀，待测。

7.2.2 仪器参考条件

- a) 共振吸收波长 324.6 nm;
- b) 狭缝宽 0.4 nm;
- c) 灯电流 3.0 Ma;
- d) 乙炔压力 0.50 Mpa;
- e) 空气压力 0.25 Mpa;
- f) 燃气流量 2000 mL/min;
- g) 燃气高度 6 cm。

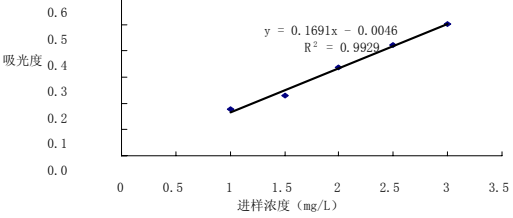
7.2.3 最低检出浓度

该方法的最低检出浓度为 0.02 $\mu\text{g/mL}$ 。

7.2.4 标准工作曲线

用铜标准溶液 1000 $\mu\text{g/mL}$ ，采用逐级稀释法，配成 1.0、1.5、2.0、2.5、3.0 $\mu\text{g/mL}$ 标准溶液，标准曲线方程为 $y = 0.1691 X - 0.0046$ ， $R^2 = 0.9929$ ，见表1。

表1 标准曲线方程

序号	浓度 / (mg/L)	吸光度值 A				曲线与方程
		1	2	3	平均值	
1	1.0	0.179	0.167	0.183	0.176	$y=0.1691x-0.0046$ 
2	1.5	0.241	0.212	0.238	0.230	
3	2.0	0.339	0.317	0.351	0.336	
4	2.5	0.421	0.416	0.430	0.422	
5	3.0	0.503	0.514	0.492	0.503	

7.2.5 定量测定

做 2 份试料的平行测定。用原子吸收光谱法根据试料中被测样液中目标物的含量情况，选取响应值相近的标准工作液进行分析，对于高浓度试料须适当进行系列稀释。标准工作液和样液中待测物的响应值均应在仪器线性响应范围内，外标法定量，同时做空白试验。

7.2.6 空白试验

称取空白试料（没有施用含铜试料），采用完全相同的步骤进行平行操作。

8 结果计算

按式（1）计算试料中王铜含量：

$$X = \frac{(C - C_0) \times N \times V \times 213.6}{m \times 63.5} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X ——为王铜的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

C ——由工作曲线查出的试样溶液中铜的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

C_0 ——由工作曲线查出的空白溶液中铜的浓度， $\mu\text{g/mL}$ ；

N ——试样溶液的稀释倍数；

m ——试样的质量，g；

V ——定容体积，mL；

213.6——王铜的摩尔质量 g/mol；

63.5——铜的摩尔质量 g/mol。

注：计算结果保留小数点后1位有效数字。

9 精密度

9.1 重复性

实验室内平行测定间的相对偏差不大于15%。对人参根、茎和叶添加3个不同的浓度，回收率和变异系数见附录A。

9.2 再现性

实验室间平行测定间的相对偏差不大于25%。5家检测单位对人参根、茎和叶添加3个不同的浓度，回收率和变异系数见附录B。

附 录 A

(资料性附录)

王铜添加浓度范围、回收率及变异系数

表A.1 人参根中王铜的添加回收率

添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ (%)						RSD/ (%)
	1	2	3	4	5	平均值	
1	82.35	82.30	80.25	82.50	82.45	81.97	1.18
7.5	85.37	85.79	82.42	81.64	87.82	84.61	3.01
15	85.2	88.47	90.02	84.57	83.82	86.42	3.11

表A.2 人参叶中王铜的添加回收率

添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ (%)						RSD/ (%)
	1	2	3	4	5	平均值	
10.0	80.35	79.53	77.92	80.88	82.81	80.30	2.24
20.0	84.37	78.70	88.82	83.86	87.82	84.71	4.70
30.0	89.82	88.47	88.02	87.31	82.43	87.21	3.24

表A.3 人参茎中王铜的添加回收率

添加浓度/ (mg/kg)	回收率/ (%)						RSD/ (%)
	1	2	3	4	5	平均值	
2.0	82.35	90.53	87.92	89.88	92.81	88.70	4.46
5.0	85.37	88.70	80.82	83.86	87.82	85.31	3.71
10.0	87.32	88.47	98.02	98.31	93.48	93.12	5.54

附 录 B
(资料性附录)

原子吸收光谱分析法测定的验证试验结果

表B.1 原子吸收光谱分析法测定的验证试验结果

试 料	添加水平 / (mg/kg)	沈阳出入境检 验检疫局		黑龙江出入境检 验检疫局		中国检验检疫科 学研究综合检查 中心		吉林省疾病预防 控制中心		吉林省产品质量 监督检验院		平均 回收 率/ (%)	平均 值	变 异 系 数 CV/ (%)
		平均值/ (mg/kg)	回收 率/ (%)	平均值 / (mg/kg)	回收 率/ (%)	平均值 / (mg/kg)	回收 率/ (%)	平均值 / (mg/kg)	回收 率/ (%)	平均值 / (mg/kg)	回收 率/ (%)			
人 参	1.0	0.92	92.20	0.92	91.80	0.88	88.40	0.92	92.00	0.88	88.40	90.56	0.91	2.18
	7.5	7.00	93.30	6.64	88.50	6.92	92.20	6.98	93.00	6.92	92.30	91.86	6.89	2.11
	15.0	13.65	91.00	13.41	89.40	13.47	89.80	13.55	90.30	13.07	87.10	89.52	13.43	1.65
叶	10.0	8.96	89.60	8.56	85.60	9.24	92.40	9.46	94.60	8.50	85.00	89.44	8.94	4.67
	20.0	17.50	87.50	17.90	89.50	17.64	88.20	18.58	92.90	19.16	95.80	90.78	18.16	3.85
	30.0	26.76	89.20	28.38	94.60	27.06	90.20	27.84	92.80	27.00	90.00	91.36	27.41	2.47
茎	2.0	1.77	88.60	1.72	86.00	1.86	93.00	1.86	92.80	1.82	91.20	90.32	1.81	3.31
	5.0	4.46	89.20	4.55	91.00	4.65	93.00	4.35	87.00	4.40	87.90	89.62	4.48	2.69
	10.0	9.11	91.10	9.15	91.50	8.88	88.80	9.52	95.20	8.83	88.30	90.98	9.10	3.01