ICS 75.160.20
E31

团　体　标　准

T/NAIA XXXX—XXXX

枸杞中微量元素的测定
原子吸收光谱法

2020-XX-XX 发布　　2020-XX-XX 实施

宁夏化学分析测试协会　发 布

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》规定编写。

本标准为首次发布。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由宁夏计量质量检验检测研究院提出。

本标准由宁夏化学分析测试协会归口。

本标准负责起草单位：宁夏计量质量检验检测研究院、宁夏农林科学院农业资源与环境研究所、宁夏智联检测科学技术研究所（有限公司）。

本标准主要起草人：李财虎、王文华、姜瑞、赵双宏、李红俊、王炳、赵倩倩、田羚雁、马龙瑞、杜宇雄、张宁、闫伯凯、魏金石

枸杞中微量元素的测定
原子吸收光谱法

警告—本标准的使用可能涉及到某些有危险的材料、操作及设备，但并未对所有的安全问题都提出建议。因此，用户在使用本标准前应建立适当的安全防护措施，并确定相关规章限制的适用性。

1 范围

本文件规定了采用原子吸收法测定枸杞中微量元素的试验方法。

本文件中微量元素包括钠、钾、钙、镁、铁、锌、铜共 7 种元素。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文本的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅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的制备

GB/T 6379.1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法的重复性与再现性的基本方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB /T 5009 食品卫生检验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 12806 实验室玻璃仪器 单标线容量瓶

GB 19742 原产地域产品 宁夏枸杞

3 原理

3.1 火焰原子吸收光谱法（FAAS）

火焰原子吸收光谱法是基于气态的基态原子外层电子对紫外光和可见光范围的相对应原子共振辐射线的吸收强度来定量被测元素的含量，是一种测量特定气态原子对光辐射的吸收的方法。

4 方法概要

在选定的试验条件下，采用火焰原子吸收光谱法(FAAS)和火焰原子发射光谱法(FAES)对枸杞中的钠、钾、钙、镁、铁、锌、铜7种微量元素进行定量测定。

5 试剂和材料

5.1 盐酸：优级纯。

5.2 硝酸：优级纯。

5.3 高氯酸：优级纯。

5.4 水：3次蒸馏水（重蒸馏水）。

6 仪器和设备

6.1 原子吸收光谱仪

WFX-IF型原子吸收光谱仪（北京瑞利分析仪器公司），光源为（北京利飞光学仪器有限公司）钠、钾、钙、镁、铁、锌、铜空心阴极灯电子天平极灯电子天平（BS224S）,赛多利斯科学仪器。

6.2 分析天平：精确到0.0001g。

6.3 棕色容量瓶：50mL、100mL，A级，若干。

6.4 棕色称量瓶：25mL、50mL、100mL，A级，若干。

6.5 移液枪：100～1000μL、0.5～5mL、1～10mL。

注：所用玻璃仪器均依次经铬酸洗液、自来水、3次水清洗，再用20％硝酸（V/V）浸泡24h，3次蒸馏水冲洗5次，烘干备用。

7 试样制备

7.1 标准储备溶液的配制

Na、K、Ca、Mg、Fe、Zn、Cu标准储备溶液由对应的基准金属或相应的基准试剂配制按标准溶液配制方法配成待测成分含量为1.0mg/mL的储备液，测定时稀释至所需浓度。

7.2 样品的配制

枸杞样品烘干（60～80℃）□研磨混合均匀后称取3.0ｇ（精确至0.0001ｇ）□用混酸湿法消化至终点，转移至100mL容量瓶中，定容，摇匀，待测。

4.检出限的测定： Na、K、Mg、Sr、Ba、Mn、Fe、Cu、Zn、Ca、P的检出限分别为4.4、8.2、3.5、0.8、1.3、0.6、5.4、2.1、4.7、7.5、18.0微克/mL。

8 仪器条件

枸杞中7种微量元素含量测定的仪器工作条件见表1。

表1 仪器工作条件

元素	波长/（Å）	狭缝（mm）	乙炔流量（L/h）	空气流量（L/h）	燃烧高度（mm）
Na	5896	0.05	90	720	0.4
K	7665	0.05	106	720	0.4
Ca	4227	0.05	108	720	0.4
Mg	2852	0.05	90	720	0.4
Fe	2483	0.05	120	720	0.4
Zn	2139	0.05	90	720	0.4
Cu	3247	0.05	78	720	0.4

9 绘制工作曲线

将Na、K、Ca、Mg、Fe、Zn、Cu含量均为1.0mg/mL的各标准储备溶液进行稀释，Na和K分别配置成浓度为1.0μg/mL、10μg/mL、100μg/mL、500μg/mL、800μg/mL、1000μg/mL的标准溶液。Ca、Mg、Fe和Zn分别配置成浓度为0.1μg/mL、0.5μg/mL、5.0μg/mL、12.5μg/mL、25μg/mL、50μg/mL的标准溶液。Cu配置成浓度为0.05μg/mL、0.1μg/mL、0.5μg/mL、1μg/mL、5μg/mL、10μg/mL的标准溶液。移取适量的金属离子标准溶液按仪器工作条件进行测定，以元素浓度(μg/mL)为横坐标,相对吸光度为纵坐标,绘制工作曲线，得线性回归方程如表2所示：

表2 校正样品配制表

元素	标准溶液浓度（μg/mL）	线性回归方程	相关系数
Na	1.0、10、100、500、800、1000	A=0.0786c+0.0247	0.9998
K	1.0、10、100、500、800、1000	A=0.0563c-0.0024	0.9997
Ca	0.1、0.5、5、12.5、25、50	A=0.0478c+0.0645	0.9995
Mg	0.1、0.5、5、12.5、25、50	A=0.1736c+0.3874	0.9997
Fe	0.1、0.5、5、12.5、25、50	A=0.0519c+0.1143	0.9996
Zn	0.1、0.5、5、12.5、25、50	A=0.5578c+0.0326	0.9997
Cu	0.05、0.1、0.5、1、5、10	A=0.2573c+0.1315	0.9994

10 试验测定

按仪器要求进行预热，使仪器稳定10min。按表1选择狭缝宽度和波长，按仪器要求点燃火焰，引入含有被测元素的溶液，将燃烧头调至最佳位置，对火焰条件和喷雾效率进行优化，逐个分析待测元素。所有溶液进行两次测定，计算两次测定的平均值。

11 测定结果的计算

对于每个分析的元素,用检测溶液的吸光度减去相应试剂空白的吸光度,用该相对吸光度从同一元素的工作曲线上查得相应的浓度。

按式（1）计算试样中各微量元素的质量分数:

$$\omega = \frac{c \times V}{m \times 10^6} \times 100\% \quad \text{.....} (1)$$

式中：

ω ——试样中各微量元素的质量分数，%;

c ——试样中各微量元素的浓度，单位为微克每毫升（μg/mL）；

V ——试样溶液的体积，单位为毫升（mL）；

m ——试样的质量，单位为克（g）。

报告各微量元素的质量分数ω（%），结果精确至 0.0001%。

12 精密度

在同一实验室，由同一操作者，使用同一台仪器，在相同的测试条件下，正确的按照标准操作，对同一试样两次测定结果的差值不能超过表 3 中重复性值（r）。

表 3 重复性限（r）

μg/L

测定元素	测定浓度值	重复性限（r）
Na	1.0～1000	r=0.102X+0.063
K	1.0～1000	r=0.093X+0.074
Ca	0.1～50.0	r=0.073X+0.021
Mg	0.1～50.0	r=0.082X+0.027
Fe	0.1～50.0	r=0.077X+0.016
Zn	0.1～50.0	r=0.067X+0.031
Cu	0.05～10.0	r=0.096X+0.016
注：X是两次结果的算术平均值。		

13 试验报告

试验报告至少应给出以下内容：

a)试样描述；

b)使用的标准；

c)试验结果；

d)与规定的分析步骤的差异；

e)在试验中观察到的异常现象；

f)试验日期。