

中华人民共和国粮食行业标准

LS/T XXXXX—XXXX

粮油检验 谷物中铅和镉快速同时测定  
全自动直接进样原子吸收光谱法

Inspection of grain and oils—Rapid simultaneous determination of lead and cadmium  
in grain—Automatic direct sampling atomic absorption spectrometry

(征求意见稿)

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

国家粮食和物资储备局 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

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专利的责任。

本文件由国家粮食和物资储备局提出。

本文件由全国粮油标准化技术委员会（SAC/TC 270）归口。

本文件起草单位：国家粮食和物资储备局科学研究院、江南大学、北京市农林科学院质量标准与检测技术研究所、中储粮江苏质检中心有限公司、北京普析通用仪器有限责任公司、谱尼测试集团北京检验认证科学研究院有限公司。

本文件主要起草人：周明慧、王松雪、伍燕湘、张洁琼、孙秀兰、陆安祥、袁华山、陈曦、田巍、郑清林、郭建勋。

# 粮油检验 谷物中铅和镉快速同时测定 全自动直接进样原子吸收光谱法

## 1 范围

本文件规定了全自动直接进样原子吸收光谱法同时测定谷物中铅和镉的原理、试剂、仪器和设备、试样的制备、试验步骤、分析结果的表述等。

本文件适用于大米、糙米、小麦、玉米等谷物中铅和镉含量的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

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

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

试样研磨至一定粒径后，试样中的镉和铅经自动提取装置提取进入提取液中，提取液经自动进样器注入采用配有高性能铅镉复合阴极灯或连续光源灯的原子吸收光谱仪测定，样品中元素浓度与吸光度值成正比，通过基体匹配外标法计算样品中铅和镉元素含量。

## 5 试剂或材料

### 5.1 试剂

注：除非另有说明，本方法所用试剂均为优级纯，水为GB/T 6682规定的一级水。

5.1.1 硝酸（ $\text{HNO}_3$ ）：优级纯。

5.1.2 硝酸钯（ $\text{Pd}(\text{NO}_3)_2$ ）：纯度为99.9%。

5.1.3 氩气（Ar）：高纯氩气（>99.99%）或液氩。

## 5.2 试剂配制

5.2.1 提取液（5%硝酸溶液）：取 5.0 mL 硝酸加入 50 mL 水中，稀释至 100 mL。

5.2.2 基体改进剂（100 mg/L 硝酸钡溶液）：将 0.1 g 硝酸钡以 5%硝酸溶解并定容至 1000 mL。

5.2.3 空白基体匹配液：称取 2 g 的空白基体样品于 100 mL 离心管中，加入 100 mL 5%硝酸溶液，充分混匀 10 min，静置 10 min，取上清液为空白基体匹配液。

注：提取液、基体改进剂可根据仪器选择最佳条件；空白基体样品选择镉和铅含量均不得检出（即含量小于方法检出限）的大米、小麦、玉米中任一空白基质样品即可。

## 5.3 标准品

5.3.1 铅标准储备液（1000 mg/L）：用经国家认证并授予标准物质证书的单元素储备液。

5.3.2 镉标准储备液（1000 mg/L）：用经国家认证并授予标准物质证书的单元素储备液。

注：可选择铅浓度为镉浓度两倍的经国家认证并授予标准物质证书的铅镉混合标准溶液。

## 5.4 标准溶液配制

5.4.1 铅镉混合标准中间液（铅 200.0  $\mu\text{g/L}$ ；镉 100.0  $\mu\text{g/L}$ ）：准确移取 2.00 mL 铅标准储备液及 1.00 mL 镉标准储备液置于 100 mL 容量瓶中，用 5%硝酸溶液定容至刻度，混匀，吸取 1.00 mL 混合标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用 5%硝酸溶液定容至刻度，配制成混合标准中间液。

5.4.2 铅镉混合标准工作溶液（铅 24.0  $\mu\text{g/L}$ ；镉 12.0  $\mu\text{g/L}$ ）：准确移取 6.00 mL 铅镉混合标准中间液置于 50 mL 容量瓶中，以空白基体匹配液定容至刻度，混匀。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中铅、镉的实际含量确定标准工作溶液中铅、镉的浓度。

## 6 仪器和设备

6.1 原子吸收光谱仪：配备石墨炉原子化器，具高性能铅镉复合阴极灯或连续光源灯，并具自动进样器。

6.2 自动提取装置：配备加酸、振荡、固液分离功能。

6.3 天平：感量为 1 mg。

## 7 样品

### 7.1 扦样与分样

按GB/T 5491执行，在采样过程中，注意防止样品污染。

### 7.2 试样制备

谷物样品用谷物粉碎机粉碎至全部通过40目试验筛，混匀后室温保存备用。

8 试验步骤

8.1 试样前处理

在不低于 20℃环境温度下，准确称取试样 0.2 g~0.5 g（精确至 0.001 g）于 10 mL 离心管中，置于自动提取装置中，设置程序，加入 5.0 mL 5% 硝酸，振荡 10 min，静置 10 min，上清液即为样品测试液，相同操作制备空白样品测试液。

8.2 仪器参考条件

参考条件见附录A。

8.3 标准曲线的制作

使用自动进样器按照表 1 进行程序稀释配制标准工作曲线系列溶液，将 15 μL 标准溶液（可根据仪器选择最佳进样量）和 5 μL 的 100 mg/L 硝酸钡溶液同时注入石墨炉原子化器，以吸光度值为纵坐标，浓度为横坐标，绘制标准工作曲线。

表1 自动标准工作系列溶液的配制

No	体积（μL）		铅质量浓度 （μg/L）	镉质量浓度 （μg/L）
	标准工作液	空白基体匹配液		
1	0	15	0	0
2	1	14	2	1
3	2	13	4	2
4	5	10	8	4
5	10	5	16	8
6	15	0	24	12

注：可根据实际条件选择标准工作系列溶液浓度，标准工作系列溶液应不少于5个点的不同浓度的铅镉标准溶液，相关系数不应小于0.995。

8.4 试样溶液的测定

在与测定标准工作系列溶液相同的条件下，设置自动进样条件，将 15 μL 样品测试液（可根据仪器选择最佳进样量）和 5 μL 的 100 mg/L 的硝酸钡溶液同时注入石墨炉原子化器，测定样品测试液的吸光度值，通过标准工作曲线进行定量计算样品溶液中铅和镉的浓度，相同操作测定空白样品测试液的浓度。

9 分析结果的表述

试样中铅和镉的含量按公式（1）进行计算：

$$X = \frac{(\rho_1 - \rho_0) \times V \times f}{m \times 1000} \dots\dots\dots (1)$$

式中：X——样品中铅或镉的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；  
ρ<sub>1</sub>——样品测试液中铅或镉的浓度，单位为微克每升（μg/L）；  
ρ<sub>0</sub>——空白样品测试液中铅或镉的浓度，单位为微克每升（μg/L）；

$V$ ——样品溶液定容体积，单位为毫升（mL）；

$f$ ——稀释倍数；

$m$ ——样品质量，单位为克（g）；

1000——换算系数。

计算结果以重复性条件下获得的两次独立测定结果的算术平均值表示，并保留两位有效数字。

## 10 精密度

样品中各元素含量大于1 mg/kg时，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5%；小于等于1 mg/kg且大于0.1 mg/kg时，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%；小于等于0.1 mg/kg时，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15%。

## 11 其他

本方法检出限：称样量为0.2 g，定容体积为5 mL时，铅的检出限为0.011 mg/kg，定量限为0.037 mg/kg；镉的检出限为0.005 mg/kg，定量限为0.018 mg/kg。

## 附 录 A

(资料性)

## 石墨炉原子吸收光谱仪参考条件

石墨炉原子吸收光谱仪参考条件参见表A.1和表A.2。

表 A.1 石墨炉原子吸收光谱仪参考仪器参数条件

仪器参数	镉	铅
谱线	228.8	217.0
狭缝	0.4 nm	3.0 nm
灯电流	4.0 mA	2.0 mA
灯类型	高性能复合空心阴极灯	
积分时间	3.0 s	
背景校正	铜元素临近波长扣背景模式	

表 A.2 石墨炉原子吸收光谱仪参考升温程序

步数	功能	温度/°C	加热时间/s	保持时间/s	氩气
1	干燥	75	5	2	Run
2	干燥	90	5	2	Run
3	干燥	110	10	2	Run
4	干燥	120	5	2	Run
5	灰化	320	5	5	Run
6	原子化	1700	2	1	Stop
7	除残	1750	1	1	Run

附 录 B  
(资料性)  
实验室间比对试验统计结果

经8家实验室分别对11个不同样品进行测定，建立了本方法的精密度。结果按GB/T 6379.1和GB/T 6379.2统计分析，统计结果见表B.1和B.2。

表 B.1 镉元素实验室间比对试验统计结果

项目名称	糙米粉			小麦粉		玉米粉
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 1	水平 2	水平 1
实验室数目	8	8	8	8	8	8
参加统计实验室数目	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	0	0	0	0	0
平均值, m/ (mg/kg)	0.30	0.24	0.15	0.21	0.15	0.041
重复性标准偏差, S <sub>r</sub> / (mg/kg)	0.0076	0.0058	0.0022	0.0059	0.0041	0.0014
重复性限, r/ (mg/kg)	0.021	0.016	0.0062	0.017	0.012	0.0040
再现性标准偏差, S <sub>R</sub> / (mg/kg)	0.014	0.012	0.015	0.012	0.010	0.0026
再现性限, R/ (mg/kg)	0.041	0.035	0.042	0.033	0.030	0.0074
HorRat 值	0.25	0.26	0.45	0.27	0.33	0.25

表 B.2 铅元素实验室间比对试验统计结果

项目名称	糙米粉			小麦粉			玉米粉		
	水平 1	水平 2	水平 3	水平 1	水平 2	水平 3	水平 1	水平 2	水平 3
实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8
统计实验室数目	8	8	8	8	8	8	8	8	8
离群实验室数目	0	0	0	0	0	0	0	0	0
平均值, m/ (mg/kg)	0.33	0.21	0.14	0.37	0.21	0.094	0.34	0.20	0.10
重复性标准偏差, S <sub>r</sub> / (mg/kg)	0.012	0.0086	0.0044	0.012	0.0073	0.0037	0.011	0.0066	0.0050
重复性限, r/ (mg/kg)	0.035	0.024	0.012	0.033	0.021	0.011	0.030	0.019	0.014
再现性标准偏差, S <sub>R</sub> / (mg/kg)	0.017	0.013	0.0053	0.024	0.0073	0.0064	0.011	0.012	0.0066
再现性限, R/ (mg/kg)	0.047	0.036	0.015	0.069	0.021	0.018	0.030	0.035	0.019
HorRat 值	0.27	0.31	0.18	0.36	0.18	0.30	0.17	0.31	0.29