



中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6125—2017

粮油检验 稻米中镉的快速检测 固体进样原子荧光法

Inspection of grain and oils—Rapid determination of cadmium in grain—
Solid sample introduction atomic fluorescence spectrometry method

2017-10-27 发布

2017-12-20 实施

国家粮食局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食局提出。

本标准由全国粮油标准化技术委员会(SAC/TC 270)归口。

本标准起草单位：国家粮食局标准质量中心、北京市粮油食品检验所、湖南粮食质量监测中心、广东粮食质量监测中心、四川粮食质量监测中心、江西粮食质量监测中心、北京吉天仪器有限公司。

本标准主要起草人：尚艳娥、齐朝富、李辉、梅广、李贵友、潘传荣、彭志兵、王佳雅、丁省立、张燕、张丹。

粮油检验 稻米中镉的快速检测

固体进样原子荧光法

1 范围

本标准规定了稻米中元素镉的固体进样原子荧光法快速测定的原理、材料、仪器设备、样品制备、测定、结果计算和精密度。

本标准适用于稻米中镉的测定,方法检出限为 0.01 ng;当称样量为 5 mg 时,检出限为 2 $\mu\text{g}/\text{kg}$ 。

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 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 27404—2008 实验室质量控制规范 食品理化检测

3 原理

通过使用多孔碳材料作为电热蒸发器实现固体样品中镉的直接导入,并采用在线原子阱捕获电热蒸出的原子,实现样品中镉与有机体的分离,原子态的镉随后由载气带入非色散原子荧光光度计中,原子态镉在特制镉空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光,其荧光强度在固定条件下与待测样品中镉浓度成正比,与标准系列比较定量。

4 材料

有证大米标准物质或参考物质:镉含量应高于 0.15 mg/kg,用于绘制标准曲线。

注:可以采用镉含量高的大米标准物质或参考物质与镉含量低的大米标准物质或参考物质按比例充分混合制作标准曲线。

5 仪器设备

实验室常规仪器、设备及下列仪器设备:

- a) 固体进样原子荧光光度计¹⁾:配镉空心阴极灯和一次性碳素样品舟,其技术性能参见附录 A。
- b) 粉碎机:粉碎粒度至试样能够全部通过 60 目(250 μm)筛。
- c) 天平:感量为 0.1 mg。

6 样品制备

6.1 扦样与分样:按 GB/T 5491 执行。

- 1) 北京吉天仪器有限公司生产的 DCD-200 型固体进样原子荧光光度计技术指标符合本标准要求。提供此信息是为了方便本标准的使用者,而不是对该仪器的认可。任何满足附录 A 要求的仪器均可使用。

6.2 样品处理:稻谷需脱壳制成糙米,取具有代表性的样品 50 g,粉碎至全部通过 60 目筛,混匀备用。

7 测定

7.1 调试固体进样原子荧光光度计

测量前,应调整固体进样原子荧光光度计至最佳状态,参考条件如表 1 所示。

表 1 固体进样原子荧光光度计测定参数要求

固体进样装置					原子荧光	
方法程序	时间/s	功率/W	信号采集	气体流量/ (mL/min)	元件名称	参数值
1. 灰化	30	60	No	0	空心阴极灯	Cd (228.8 nm)
2. 灰化	40	100	No	0	灯电流/mA	10~80
3. 蒸发/捕获	15~30	70~100	No	800	光电倍增管负 高压/V	-300~-200
4. 蒸发/捕获	5	0	No	800	载气流量/ (mL/min)	600
5. 蒸发/捕获	15	0	No	800		
6. 释放	1	30	Yes	800		
7. 冷却	5	0	Yes	800	屏蔽气流量/ (mL/min)	600
8. 蒸发/清除	2~4	200~300	No	800		
9. 释放/清除	1	55	No	800		
10. 释放/清除	1	0	No	0		

7.2 标准曲线制作

准确称取 5 个镉含量由低到高的有证标准物质或参考物质(4.1),称样量范围为 3 mg~12 mg,置于仪器进样口,逐一进行测定,以镉质量(m_A)为横坐标,荧光面积(S)为纵坐标绘制标准曲线,得到的标准曲线线性系数 R 应不小于 0.995。

7.3 样品测定

准确称取 3 mg~12 mg 样品,置于仪器样品舟,按仪器使用说明要求进行测定,得到荧光面积(S),查标准曲线得到对应镉质量(m_A)。

8 结果计算

镉含量按式(1)计算:

$$X = \frac{m_A}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中镉的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

m_A ——试样中镉的质量,单位为纳克(ng);

m ——试样的质量,单位为毫克(mg)。

计算结果保留 2 位有效数字。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同仪器,按相同的测定方法,并在短时间内对同一被测试对象相互独立进行测试获得的 2 次独立测试结果的绝对差值大于算术平均值 10%的情况不超过 5%。

附 录 A

(资料性附录)

固体进样原子荧光光度计基本技术要求

A.1 标准曲线相关性评价

标准曲线至少设置 5 个点,标准曲线线性回归方程的相关系数 R 应不低于 0.995。

A.2 准确性评价

取 0.05 mg/kg、0.20 mg/kg 和 0.40 mg/kg 3 个浓度水平的有证大米实物标准物质或参考物质,每个浓度水平测定不少于 2 次,取平均值,通过相对偏差来表达,3 个浓度水平的相对偏差范围为 $-15\% \sim +15\%$ 。

A.3 重复性评价

采用 0.20 mg/kg 浓度水平的实际样品,测定不少于 6 次,计算变异系数,变异系数应 $\leq 15\%$ 。

注:准确性评价和重复性评价参考了 GB/T 27404—2008 附录 F 的规定。
