



中华人民共和国粮食行业标准

LS/T 6134—2018

粮油检验 粮食中镉的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法

Inspection of grain and oils—Determination of cadmium in cereals—
Diluted acid extraction coupled with graphite furnace atomic absorption
spectrophotometer

2018-04-09 发布

2018-07-01 实施

国家粮食和物资储备局 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家粮食和物资储备局提出。

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：国家粮食局科学研究院、国家粮食局标准质量中心、农业农村部谷物品质监督检验测试中心、湖南省粮油产品质量监测中心、天津国家粮食质量监测中心、河北省粮油质量检测中心、吉林省粮油卫生检验监测站、上海国家粮食质量监测中心、厦门市粮油质量监督站、武汉市粮油食品中心检验站、黑龙江省粮油卫生检验监测站哈尔滨分站、长春市粮油卫生检验监测站、浙江省粮油产品质量检验中心、重庆国家粮食质量监测中心、大庆市粮食质量检验监测站、西安市粮油质量检验中心、苏州市粮油质量监测所、连云港市粮油质量监测所、北京农产品质量检测与农田环境监测技术研究中心。

本标准主要起草人：王松雪、周明慧、伍燕湘、张洁琼、杨卫民、骆倩、陆美斌、覃世民、王晋威、檀军锋、丛铎、何志军、杨天保、刘波、张亚东、崔巍嶓、杜文凯、邹勇、周勋、赵佳、宋庆麒、方宏兵、陆安祥、陈曦。

粮油检验 粮食中镉的快速测定 稀酸提取-石墨炉原子吸收光谱法

1 范围

本标准规定了稀酸提取-石墨炉原子吸收法测定谷物中镉元素的原理、试剂和溶液、仪器和设备、分析步骤、结果计算和精密度。

本标准适用于小麦、玉米、稻谷等谷物原粮及碾磨制品中镉元素的测定。

本标准镉元素的检出限为 0.000 6 mg/kg, 定量限为 0.002 1 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 5491 粮食、油料检验 扦样、分样法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

试样粉碎后用稀硝酸振荡提取镉, 采用石墨炉原子吸收光谱仪测定, 标准曲线法计算样品中镉元素含量。

4 试剂和溶液

注: 除非另有说明, 所有试剂均为分析纯, 水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定。

4.1 试剂

4.1.1 硝酸(HNO_3): 优级纯。

4.1.2 硝酸钯 $[\text{Pd}(\text{NO}_3)_2]$ 水合物: 纯度为 99.9%。

4.2 试剂配制

4.2.1 硝酸溶液(0.5%, 体积分数): 取 0.5 mL 硝酸(4.1.1)定容至 100 mL。

4.2.2 100 mg/L 硝酸钯: 将 0.1 g 硝酸钯(4.1.2)以 0.5% 硝酸(4.2.1)溶解并定容至 1 000 mL。

4.3 标准品

镉元素标准溶液, 其质量浓度为 1 000 mg/L(或 500 mg/L), 也可按 GB/T 602 方法配制。

4.4 标准溶液的配制

4.4.1 标准储备液: 将镉元素标准溶液(4.3)以硝酸溶液(4.2.1)稀释至 100 $\mu\text{g}/\text{L}$ 。

4.4.2 标准工作液:将镉元素标准储备液(4.4.1)以硝酸溶液(4.2.1)逐级稀释,配制为 2 μg/L 的镉标准工作液。

5 仪器和设备

注:所用玻璃仪器均需要以硝酸(50%,体积分数)浸泡过夜,用水反复冲洗,最后用超纯水冲洗 3 遍后,晾干备用。

5.1 粉碎机:粉碎细度可达 60 目。

5.2 原子吸收光谱仪:具石墨炉及镉空心阴极灯

5.3 离心机:具 10 mL 离心位,3 000 r/min。

5.4 分析天平:感量为 1 mg。

5.5 样品筛:孔径 0.25 mm(相当于 60 目);0.40 mm(相当于 40 目)。

6 分析步骤

6.1 样品处理

6.1.1 打样与分样:按 GB/T 5491 执行,在采样过程中,应防止样品污染。

6.1.2 样品粉碎:将具有代表性的样品粉碎,玉米及其碾磨加工品需全部通过 60 目筛,稻谷(以糙米计)和小麦及其碾磨加工品需全部通过 40 目样品筛,混匀。

6.1.3 样品制备:准确称取经过粉碎的 0.200 g 样品于 10 mL 离心管中,加入 5.0 mL 0.5%硝酸溶液(4.2.1),盖盖后充分混匀,3 000 r/min 离心或者静置 5 min 后取上清进行检测,以 0.5%硝酸溶液(4.2.1)作为样品空白。

注:若样品浓度超出标准曲线定量范围时,须使用 0.5%硝酸溶液(4.2.1)进行适当稀释后方可上机检测。

6.2 测定

6.2.1 仪器参考条件:谱线 228.8 nm;狭缝:0.8 nm;灯电流:4.0 mA;灯类型:HCl;PMT;311.0 V;磁场模式:2 磁场;AZ 时间:3.0 s;积分时间:3.0 s,背景校正为塞曼模式。石墨炉升温程序见表 1。

注:本信息为参考信息,凡满足本标准方法性能的仪器均可使用。

表 1 石墨炉升温程序

步数		温度 ℃	速率 ℃/s	保持 s
序号	功能			
1	干燥	70	3	10
2	干燥	90	1	10
3	干燥	110	2	2
4	灰化	550	250	35
5	调零	550	0	4
6	原子化	1 100	1 500	3
7	除残	2 300	500	4

	0.00
	0.400
	0.800
	1.200
	1.600

得其吸光值,代入标准系列的回

干扰过大,进样时可同时注入 5 μ L 浓

U。