|  |  |
| --- | --- |
| ICS | 点击此处添加ICS号 |
| CCS | 71.040.10 |

|  |
| --- |
| 43 |

湖南省地方标准

DB XX/T XXXX—XXXX

稻米中镉、铅、总砷的快速测定 固体进样电热蒸发原子荧光光谱法

Rapid Determination of Cadmium, Lead, and Total Arsenic in Rice – Solid Sampling Electrothermal Vaporization Atomic Fluorescence Spectrometry

（本草案完成时间：2025年6月）

XXXX - XX - XX发布

XXXX - XX - XX实施

湖南省市场监督管理局  发布

目次

[前言 II](#_Toc202969505)

[1 范围 1](#_Toc202969506)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc202969507)

[3 术语和定义 1](#_Toc202969508)

[4 方法原理 1](#_Toc202969509)

[5 试剂与标准物质 1](#_Toc202969510)

[5.1 试剂 2](#_Toc202969511)

[5.2 标准品 2](#_Toc202969512)

[5.3 标准溶液的配置 2](#_Toc202969513)

[6 仪器设备 2](#_Toc202969514)

[7 样品 2](#_Toc202969515)

[7.1 扦样与分样 2](#_Toc202969516)

[7.2 试样的制备 2](#_Toc202969517)

[8 实验步骤 2](#_Toc202969518)

[8.1 标准曲线绘制 2](#_Toc202969519)

[8.2 样品测定 2](#_Toc202969520)

[8.3 仪器和方法参数 3](#_Toc202969521)

[9 计算 3](#_Toc202969522)

[9.1 计算公式 3](#_Toc202969523)

[9.2 结果表示 3](#_Toc202969524)

[10 质量保证 4](#_Toc202969525)

1. 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。

本文件由湖南省工业和信息化厅提出。

本文件由湖南省仪器仪表标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：长沙开元弘盛科技有限公司、国家粮食和物资储备局科学研究院、中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所、湖南省粮油产品质量监测中心、湖南省粮油产品质量监测中心、湖南省产商品质量监督检验研究院、湖南省产商品质量监督检验研究院、湖南省水稻研究所、湖南农业大学长沙现代食品创新研究院、湖南省微生物研究所、金健米业股份有限公司、中储粮（湖南）质检中心有限公司、湘潭市粮油产品质量检测中心、怀化市粮油产品质量检测中心、长沙市农产品质量监测中心、湖南角山米业有限责任公司。

本文件主要起草人：冯礼、周明慧、张洁琼、毛雪飞、兰冠宇、倪小英、梅广、向俊、胡艳君、陶曙华、周辉、孙翔宇、周冰玉、梅小弟、周婷婷、王司敏、杨兵、罗扬、任贤龙、王淑春、陈林飞、沈俊乐、戴维斯、刘立超、裴俭、吴猛、黄锋、肖特、陈龙、孟江南、秦峥、邓建、许琛。

稻米中镉、铅、总砷的快速测定 固体进样电热蒸发原子荧光光谱法

* 1. 范围

本文件描述了采用固体进样电热蒸发原子荧光法测定稻米中镉、铅和总砷的含量。

本文件适大米、糙米中镉、铅和总砷的测定。

取50g待测样品，经过粉碎、混匀，进样量为0.1g时：镉方法检出限为0.001mg/kg，测定范围为0.004mg/kg~0.3mg/kg；铅方法检出限为0.005mg/kg，测定范围为0.02mg/kg~2.0 mg/kg；总砷方法检出限为0.01mg/kg，测定范围为0.04mg/kg~2.0 mg/kg。

* 1. 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 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

* 1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

电热蒸发器 electrothermal vaporizer

可实现固（液）体样品中待测元素完全蒸发的电加热装置。

样品舟 sample boat

用于装载固（液）体样品的舟形结构载体。

* 1. 方法原理

稻米样品直接导入电热蒸发器后，在空气流下完成干燥、燃烧过程，在富氢气流中镉、铅和总砷释出送入氢扩散火焰中原子化，在镉、铅和砷的空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，荧光强度在固定条件下与被测样品中的镉、铅和砷浓度成正比，外标法定量。

* 1. 试剂与标准物质
     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。

* + 1. 标准品

镉标准储备液（100 mg/L）：用经国家认证并授予标准物质证书的单元素储备液。

铅标准储备液（100 mg/L）：用经国家认证并授予标准物质证书的单元素储备液。

总砷标准储备液（100 mg/L）：用经国家认证并授予标准物质证书的单元素储备液。

大米或糙米二级以上有证标准物质，具备镉、铅、砷的含量和不确定度范围。

注：可选择国家认证并授予标准物质证书的镉、铅、砷混合标准溶液。

* + 1. 标准溶液的配置

镉、铅、砷混合标准中间液：镉10 mg/L；铅10 mg/L ；砷10 mg/L；

镉、铅、砷混合标准工作溶液镉：200 µg/L；铅 200 µg/L；砷200 µg/L。

注：可根据仪器的灵敏度及样品中待测元素的实际含量确定标准工作溶液中镉、铅、砷的浓度。

* 1. 仪器设备

仪器：多道原子荧光光度计（含电热蒸发进样部件）。

样品舟：石英或高纯镍材质。

实验室用谷物粉碎机。

分析天平：感量为1mg。

* 1. 样品
     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。

* + 1. 试样的制备

稻米样品用谷物粉碎机粉碎至全部通过60目试验筛，混匀后室温保存备用。

* 1. 实验步骤
     1. 标准曲线绘制

以荧光度峰面积值为纵坐标，待测元素质量为横坐标，绘制标准工作曲线。

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个点的不同浓度的镉、铅、砷标准溶液，或者采用有证标准物质按照不同的称样质量直接进样绘制标准曲线，相关系数不得小于0.995。

* + 1. 样品测定
       1. 仪器调试

选择合适的已知含量的稻米标准物质验证仪器准确性，测定结果需在标准允许误差的范围之内，如不在范围内需要重新绘制标准曲线。

* + - 1. 测定

检测前需对所用的样品舟进行空白测定，测定结果应低于方法定量限。称取 0.1 g 样品（精确至 0.0001 g）于样品舟中，按照 8.3 推荐的方法程序和仪器条件测试样品。如测得的样品中待测元素浓度超出标准曲线范围，在保证样品均匀性的条件下可在 0.02 g～0.2g 范围内调整进样量。

* + 1. 仪器和方法参数

1. 仪器主要参数条件

| 主/辅阴极灯电流(mA) | 镉：10/10；铅：30/30；砷：30/30 |
| --- | --- |
| 原子化器 | 氢火焰 |
| 空气流量 | 150 mL/min ~ 500 mL/min |
| 氢气流量 | 250 mL/min ~ 350 mL/min |
| 燃烧炉温度 | 350℃ ~ 950℃ |
| 热解炉温度 | 750℃ ~ 950℃ |

1. 分析方法参考程序

| 序号 | 程序类型 | 时间  （s） | 起始温度（℃） | 升温/降温速度（℃/s） | 目标温度  （℃） | 数据  采集 | 气体  种类 |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 1 | 干燥 | 5 ~ 60 | 350 | 5 | 350 ~ 450 | 否 | 空气 |
| 2 | 燃烧/热解 | 60 ~ 80 | 350 | 10 | 700 ~ 950 | 否 | 空气 |
| 3 | 检测 | 30 ~ 100 | 700 ~ 950 | 10 | 700 ~ 950 | 是 | N2+H2 |
| 4 | 气体切换 | 10 | 700 ~ 950 | 风冷降温 | 350 ~ 450 | 否 | 空气 |

* 1. 计算
     1. 计算公式

试样中待测元素含量按下式计算，单位为毫克每千克（mg/kg）。



式中：

m1 — 由标准曲线计算所得的样品中待测元素的绝对质量，单位为纳克（ng）；

m — 样品称取的质量，单位为克（g）；

1000 — 换算系数。

* + 1. 结果表示

当测定结果小于1.00 mg/kg时，保留到小数点后三位；当测定结果大于等于1.00 mg/kg时，保留三位有效数字。

* 1. 质量保证

每批样品至少测定一个质控样品，测定结果需在标准允许误差的范围之内。

每批样品的测试，至少对10%的样品进行平行测定。一批样品不足10个时，至少测一个平行样品，两次独立测试结果的允许的相对偏差见表3：

1. 不同浓度样品测试结果允许的相对偏差

| 元素种类 | 含量范围 | 两次独立测定结果允许的最大相对偏差 |
| --- | --- | --- |
| 镉 | >0.01mg/kg | 10% |
| ≤0.01mg/kg | 15% |
| 铅 | >0.1mg/kg | 10% |
| ≤0.1mg/kg | 15% |
| 砷 | >0.15mg/kg | 10% |
| ≤0.15mg/kg | 15% |

