



T/CAIA

中国分析测试协会标准

T/CAIA/SH004-2015

稻米 镉的测定 固体进样电热蒸发原子荧光光谱法

Rice-Determination of cadmium-
Solid sampling electrothermal vaporization atomic
fluorescence spectrometry

2015-07-01 发布

2015-10-01 实施

中国分析测试协会发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1-2009 给出的规则起草。

本标准由中国分析测试协会标准化委员会提出并归口。

本标准起草单位：北京吉天仪器有限公司 中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所

本标准验证单位：农业部蔬菜品质监督检验测试中心(北京) 国家地质实验测试中心 北京大学环境工程实验室 中国农业科学院农业质量标准与检测技术研究所 北京出入境检验检疫局检验检疫技术中心 北京市食品安全监控和风险评估中心

本标准主要起草人：冯礼 刘霁欣 毛雪飞 高苹 郭威 陈倩 高峰 何涛

稻米 镉的测定

固体进样电热蒸发原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了采用固体进样电热蒸发原子荧光光谱法测定稻米中镉的方法。

本标准适用于稻米（含糙米、精米和米粉）中镉含量的测定。

本方法规定的镉的检出限为0.0005mg/kg，定量限为0.002 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，仅所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 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 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

电热蒸发器 electrothermal vaporization device

可实现固(液)体样品气化和待测元素原子化的电加热装置

3.2

进样舟 sample boat

用于装载固(液)体样品的舟形结构载体

3.3

在线灰化装置 on-line ashing device

用于对样品进行干燥、灰化处理的在线装置

4 原理

稻米样品干燥、灰化后，送入电热蒸发器加热，蒸发出原子态镉，在镉空心阴极灯的发射光激发下产生原子荧光，强度与样品中镉的质量成正比。由校准曲线上查得相应

的镉质量，计算样品中镉含量。

在上述原理基础上，附录A主要是介绍一种在线原子捕获技术，与固体进样电热蒸发原子荧光联用，可大幅降低基体干扰。

5 试剂与材料

5.1 已知镉含量的稻米标准物质。

5.2 镉标准储备液（10 mg/L）。

5.3 实验用水，满足 GB/T 6682 二级水要求。

5.4 镉标准溶液（0.10 mg/L）。取 1.00 mL 镉标准储备液（5.2）于 100 mL 容量瓶中，用实验用水（5.3）定容，现用现配。

5.5 载气，氩气和氢气混合气（含体积分数 10% 氢气）。

6 仪器设备

6.1 固体进样电热蒸发原子荧光光谱仪。

6.2 标准筛： $\phi 250 \mu\text{m}$ 。

6.3 分析天平：感量为 0.1mg。

6.4 干燥器。

6.5 粉碎机。

6.6 多孔碳进样舟。

7 取样与制样

7.1 扦样与分样

按照 GB 5491 进行。

7.2 试样的制备

将稻米样品粉碎，全部过筛，混匀待测。

8 测定

8.1 校准曲线的制定

称取至少5个 $3\text{mg} < M \leq 20\text{mg}$ 已知镉含量的稻米标准物质（镉质量梯度为 $0.1\text{ng} \sim 10\text{ng}$ ），置入进样舟中，逐一测定，以荧光响应面积与镉质量绘制校准曲线。校准曲线的相关系数（ r ）应不小于0.995。

8.2 样品测定

8.2.1 仪器参数条件

固体进样装置参考条件，见表1。

表1 固体进样装置参考条件

方法程序名称	时间/s	温度/℃
干燥	20~50	120-150
灰化	40~60	450-550
蒸发	15~30	900-1800
冷却	10	室温
清除	2~4	1100-2000
冷却	5	室温

原子荧光光谱仪参考条件，见表2。

表2 原子荧光光谱仪参考条件

项目名称	参考值
Cd 空芯阴极灯波长 /nm	228.8
灯电流/mA	10~80
光电倍增管负高压/V	-360~-200
载气流量/mL·min ⁻¹	1000

8.2.2 测定

称取 3mg~20mg 样品，置于样品舟中。按照 8.2.1 中表 1 和表 2 的仪器参数参考条件，测定镉的荧光响应面积，从校准曲线上查得镉的质量。

8.2.3 质量控制与准确度

在需要时，选择合适的已知镉(Cd)含量的稻米标准物质验证仪器准确度、稳定性。

9 结果计算

按下式计算样品中镉含量 X ，以mg/kg表示：

$$X = \frac{m}{M \times 1000}$$

m —由荧光强度在校准曲线上查得的镉质量，ng

M ：稻米称样质量，mg

10 精密度

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%。

(资料性附录)

镉原子阱捕获装置的使用

原子阱捕获器是一种可捕获待测原子的装置，如金丝汞齐。在固体进样电热蒸发原子荧光光谱仪中使用镉原子阱捕获装置，可以大幅降低样品所带来的基体干扰。譬如，DCD-200 型固体进样装置是在电热蒸发器和原子荧光光谱仪之间增加了钨丝原子阱捕获装置，可在常温下捕获电热蒸发出的原子态镉(Cd⁰)，实现了镉与复杂基体的分离，随后加热钨丝(1800℃)实现镉的二次释放，原子态镉(Cd⁰)随载气进入原子荧光检测器检测。

注：提供此信息仅为了方便本标准的使用者，而不是指定 DCD-200 固体进样装置，任何可以得到与其方法结果相同的仪器设备均可