

## 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、崔巍幡、杜文凯、邹勇、周勋、赵佳、朱庆麒、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( $\text{HNO}_3$ ): 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 $2\ \mu\text{g}/\text{L}$ 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 扦样与分样: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)进行适当稀释后方能上机检测。

### 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

6.2.2 标准工作曲线绘制:使用仪器自动进样器按照表 2 进行稀释,若仪器无自动稀释功能,则以标准工作液分别配制为 0  $\mu\text{g/L}$ 、0.4  $\mu\text{g/L}$ 、0.8  $\mu\text{g/L}$ 、1.2  $\mu\text{g/L}$ 、1.6  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液,各吸取 15  $\mu\text{L}$  注入石墨炉,测得其吸光值并得到吸光值与浓度关系线性(或者非线性)回归方程,要求线性相关系数  $R^2 > 0.995$ 。

表 2 进样程序

标样		体积/ $\mu\text{L}$		浓度/ $(\mu\text{g/L})$
序号	名称	标液	0.5%硝酸溶液	
1	空白	0	15	0.000
2	标样 1	3	12	0.400
3	标样 2	6	9	0.800
4	标样 3	9	6	1.200
5	标样 4	12	3	1.600

6.2.3 试样测定:吸取样液 15  $\mu\text{L}$  注入石墨炉(或使用自动进样器),测得其吸光值,代入标准系列的回归方程中求得样液中镉的含量。

6.2.4 基体改进剂的使用:绘制标准曲线和测定样品时,若基质干扰过大,进样时可同时注入 5  $\mu\text{L}$  浓度为 100  $\text{mg/L}$  的硝酸钼(4.2.2)作为基体改进剂,以消除干扰。

## 7 结果计算

检测结果按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \times V \times N \times 1\,000}{m \times 1\,000 \times 1\,000} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X —— 试样中镉的含量,单位为毫克每千克( $\text{mg/kg}$ );
- $A_1$  —— 测定样品上清液中镉的含量,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- $A_2$  —— 空白液中镉的含量,单位为微克每升( $\mu\text{g/L}$ );
- V —— 样品定容体积,单位为毫升( $\text{mL}$ );
- N —— 样品稀释倍数;
- m —— 样品称样质量,单位为克( $\text{g}$ );
- 1 000 —— 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数平均值表示,并保留两位有效数字。

## 8 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数平均值的 15%。

中华人民共和国粮食  
行业标准  
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  
LS/T 6134—2018

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

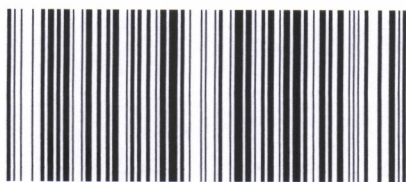
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字  
2018年7月第一版 2018年7月第一次印刷

\*

书号: 155066·2-33513 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



LS/T 6134-2018